



**HAL**  
open science

# Comportement en fatigue de l'acier martensitique T91 à 300°C dans l'eutectique plomb-bismuth liquide

Arnaud Verleene

## ► To cite this version:

Arnaud Verleene. Comportement en fatigue de l'acier martensitique T91 à 300°C dans l'eutectique plomb-bismuth liquide. Mécanique [physics.med-ph]. Université des Sciences et Technologie de Lille - Lille I, 2005. Français. NNT : . tel-00011551

**HAL Id: tel-00011551**

**<https://theses.hal.science/tel-00011551v1>**

Submitted on 7 Feb 2006

**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.



**Université des sciences et technologies de Lille**  
**École Doctorale des sciences de la matière, du rayonnement et de**  
**l'environnement**

**Thèse**  
**pour obtenir le grade de**  
**Docteur de l'Université des sciences et technologies de Lille**  
**Discipline : Science des Matériaux**

**Présentée et soutenue publiquement par**

**VERLEENE Arnaud**

**Le 18 11 2005**

**Comportement en fatigue de l'acier martensitique T91 à**  
**300°C dans l'eutectique plomb-bismuth liquide**

**Directeurs de la thèse :**

**VOGT Jean-Bernard**      **Professeur, Ecole Nationale Supérieure de Chimie de Lille**

**LEGRIS Alexandre**      **Professeur, Ecole Polytechnique Universitaire de Lille**

**Rapporteurs :**

**DUPEUX Michel**      **Professeur, Université Joseph Fourier, Grenoble**

**STOLARZ Jacques**      **Chargé de recherche HDR, ENSM de St-Etienne**

**Examineurs :**

**GORSE Dominique**      **Directeur de recherche CNRS, CECM Vitry-sur-Seine**

**IOST Alain**      **Professeur, Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers**

**LECLERCQ Sylvain**      **Ingénieur chercheur, EDF R&D Moret-sur-Loing**

**TERLAIN Anne**      **Chercheur, CEA Saclay**



## ***Remerciements***

Mes remerciements vont au personnel du LMPGM :

- Les professeurs Jacques FOCT et Jean-Paul MORNIROLI, directeurs successifs du LMPGM
- Les professeurs Jean Bernard VOGT et Alexandre LEGRIS, mes directeurs de thèses,
- Gwenaëlle RAIMBEAUX (Ingénieur d'étude CNRS) et Jérôme ISSELIN (Docteur) pour m'avoir formé aux différents outils du Laboratoire.
- Ali GAMGANI et Martial MALLET les mécaniciens successifs du LMPGM pour l'usinage des pièces nécessaires à cette étude.
- Les membres de l'équipe propriétés mécaniques et effets d'environnement et en particulier Ingrid SERRE (CR CNRS).
- Les différents thésards pour leur amitié (Pascal, Karen, Jérôme, Macelo, Marie Noëlle, Richard, Sylvain, Zhao, Hoang, Nicolas et bien sur mention spéciale à Daniel ...).
- L'ensemble du personnel du LMPGM et en particulier Nicole MOREELS pour son travail efficace et sa gentillesse.

Ils vont également :

- Aux rapporteurs et membres du jury pour l'étude de mon travail.
- aux groupements de recherche Français **GEDEPEON** (**G**estion des **DE**chets et **P**roduction d'**E**nergie par des **O**ptions **N**ouvelles) et Européen **MEGAPIE** (**MEGA**watt **PI**lot **E**xperiment) pour leur participation financière à cette étude et ainsi que pour les discussions fructueuses avec les différents membres de ces groupements de recherche.
- La société Ascométal pour nous avoir fourni l'acier martensitique T91.
- Le Laboratoire d'Etude de la Corrosion Non Aqueuse (LECNA) et en particulier Anne TERLAIN du CEA Saclay pour la réalisation de pré-immersion dans un bain d'eutectique plomb-bismuth.

Et enfin ils vont à ceux qui ont fait ce que je suis aujourd'hui :

- mes amis d'enfance (Kamel, Morad, Greg, Eric, Mathieu, les Fred, Mike, Romain Jeremy...), ceux du foot (SC Roost-Warendin et USM Waziers) et tous les autres...

- à Stéphanie qui partage ma vie et me supporte chaque jour et sa famille (Daniel, Liliane, Laurent, Maria, Sandrine et Cyril ...) pour leur soutien permanent
- à mes parents Claude et Liliane, ma grand-mère Barbara, et tous les autres membres de ma famille (Henri, Monique, Marie-Joëlle, André, Claire, Isabelle ...).

## Résumé

Le sujet de thèse vise à approfondir les connaissances actuelles sur les interactions métal solide / métal liquide et plus particulièrement à étudier le comportement en fatigue de l'acier martensitique T91 dans un environnement de plomb-bismuth liquide. Ce sujet s'inscrit dans le cadre du projet **MEGAPIE (MEGAwatt PIlot Experiment)** qui veut démontrer la faisabilité d'une cible de spallation en plomb-bismuth liquide.

Nous avons développé un dispositif expérimental qui a permis la réalisation d'essais de fatigue oligocyclique et de fatigue propagation à 300°C dans l'eutectique plomb-bismuth (Pb 45%<sub>masse</sub>, Bi 55%<sub>masse</sub>). Ce milieu contribue à diminuer la durée de vie en fatigue oligocyclique de l'acier T91 et augmenter la vitesse de fissuration. La présence de l'eutectique Pb-Bi modifie les mécanismes de germination-croissance des fissures courtes, notamment en supprimant l'efficacité des barrières microstructurales. Un changement du mode de fissuration a également été observé lors des essais de fatigue propagation lorsqu'il y a mouillage du front de fissure par le métal liquide. Nous pensons que le métal liquide modifie l'activité du fond de fissure en localisant la déformation plastique.

Toutefois, l'effet néfaste du métal liquide sur le comportement en fatigue du matériau s'atténue pour des niveaux de déformations faible et nous montrons également qu'une pré-oxydation de la surface du matériau semble une voie à explorer pour l'amélioration de la tenue en fatigue dans un métal liquide.

Mots clés : acier martensitique T91 – fatigue sous corrosion, métaux – fissuration, métaux liquides, fractographie, bismuth – alliages, plomb – alliages, alliages eutectiques.

Laboratoire de Métallurgie physique et Génie des Matériaux (UMR CNRS 8517)

Université des Sciences et Technologies de Lille

UFR de Chimie

Bâtiment C6, 2ème étage

59655 Villeneuve d'Ascq cedex

## Résumé en anglais

Title: *Fatigue behaviour of the T91 martensitic steel at 300°C in the lead-bismuth eutectic:*

The subject of this thesis aims at looking further into current knowledge on the interactions solid metal/molten metal and more particularly to study the fatigue behaviour of martensitic steel T91 in a liquid lead-bismuth environment. This study lies with the European project **MEGAPIE-TEST (MEGAwatt PIlot Experiment)** which aims to prove the feasibility of a lead-bismuth spallation target

We developed an experimental set-up which allowed fatigue tests experiments at 300°C in the lead-bismuth eutectic (Pb 45%<sub>w</sub>, Bi 55%<sub>w</sub>). This eutectic contributes to decrease the fatigue life of the T91 steel and to increase the speed of cracking. The lead-bismuth eutectic changes the mechanisms of nucleation-growth of the short cracks through a suppression of effectiveness of the microstructural barriers. A change in the mode of cracking was also observed in the fatigue tests propagation when the crack tip is wet by the molten metal. We think that the molten metal modifies the crack tip by locating the plastic deformation.

However, the harmful effect of the molten metal on the fatigue behaviour of material attenuates for low levels of stress and a pre-oxidation of the surface of material seems a promising way to explore to improve the fatigue resistance in the molten metal.

Keywords: T91 martensitic steel – corrosion fatigue, metal – crack, liquid metal, fractography, bismuth – alloys, lead – alloys, eutectics alloys

Laboratoire de Métallurgie physique et Génie des Matériaux (UMR CNRS 8517)

Université des Sciences et Technologies de Lille

UFR de Chimie

Bâtiment C6, 2ème étage

59655 Villeneuve d'Ascq cedex

**Table des matières**

Remerciements .....	3
Résumé .....	5
Résumé en anglais .....	6
Table des matières .....	7
Introduction .....	12
Problématique.....	15
Première Partie : Etude bibliographique.....	19
I.    Présentation du matériau étudié : l'acier T91 .....	20
I.1.    Généralités sur les aciers.....	20
I.1.A.    Composition chimique et microstructure .....	20
I.1.B.    Mode de rupture .....	23
I.1.C.    Déformation plastique .....	24
I.1.D.    Mécanisme de rupture fragile et ductile.....	26
I.1.E.    La Transition <b>D</b> uctile <b>F</b> ragile ( <b>TDF</b> ).....	28
I.2.    Propriétés physiques et mécaniques de l'acier T91 .....	29
I.2.A.    Comparaison des aciers T91 et 316L .....	30
I.2.B.    Historique des aciers 9Cr-1Mo .....	31
I.2.C.    Microstructure de l'acier T91 .....	32
I.2.D.    Propriétés mécaniques de l'acier T91 .....	34
I.2.E.    Corrosion de l'acier T91 dans le LBE.....	35
I.2.F.    Propriétés mécaniques et effets d'environnement.....	38
I.2.G.    Propriétés mécaniques et effets d'irradiation .....	40
I.3.    Conclusion sur la présentation de l'acier T91 .....	42
II.    Fragilisation par les Métaux Liquides.....	43
II.1.    Manifestation de la FML:.....	43
II.1.A.    Perte de ductilité.....	43
II.1.B.    Vitesse de propagation .....	44
II.1.C.    Mode de fissuration :.....	45
II.2.    Conditions d'apparition de la FML.....	47

II.2.A.	Contact intime ou mouillage du matériau solide par le métal liquide.....	47
II.2.B.	Déformation plastique localisée qui engendre une concentration locale de contrainte	47
II.2.C.	Plage de température d'apparition de la FML.....	48
II.3.	Paramètres internes influençant FML .....	51
II.3.A.	Composition du couple métal liquide / solide.....	51
II.3.B.	Microstructure du métal solide.....	52
II.4.	Facteurs extérieurs influençant la FML .....	56
II.4.A.	Vitesse de déformation.....	56
II.4.B.	Effet d'entaille.....	58
II.5.	Modèles .....	58
II.5.A.	Modèle sans diffusion.....	58
II.5.B.	Modèles avec diffusion .....	62
II.5.C.	Lien entre la FML et les fragilisations par l'hydrogène et sous contrainte	62
II.6.	Conclusion.....	63
<b>III.</b>	<b>La fatigue : généralités .....</b>	<b>64</b>
III.1.	Définition .....	64
III.2.	Différentes étapes de l'endommagement .....	65
III.2.A.	Amorçage .....	65
III.2.B.	Propagation.....	67
III.2.C.	Contribution des phases d'amorçage et de propagation dans l'endommagement par fatigue .....	69
III.3.	Caractérisations des différentes étapes de l'endommagement.....	70
III.3.A.	Essai de fatigue amorçage .....	71
III.3.B.	Essai de fatigue propagation .....	78
III.4.	Comportement en fatigue oligocyclique du T91 .....	80
III.5.	Fatigue et irradiation. ....	83
III.6.	Fatigue et FML.....	84
III.6.A.	Fatigue endurance .....	84
III.6.B.	Fatigue oligocyclique .....	85
III.6.C.	Fatigue propagation.....	85
III.6.D.	Effet bénéfique du métal liquide en fatigue .....	87

III.7.	Conclusion.....	88
IV.	Conclusion de la partie I.....	89
Deuxième Partie : Etude expérimentale .....		90
I.	Présentation de l'acier grade 91 utilisé pour l'étude.....	91
I.1.	Microstructure de l'acier T91.....	91
I.2.	Propriétés Mécaniques de l'acier T91 .....	92
II.	Comportement en LCF de l'acier T91 .....	95
II.1.	Comportement en LCF de l'acier T91 à 20°C .....	95
II.1.A.	Procédure expérimentale .....	95
II.1.B.	Résultats expérimentaux .....	96
II.1.C.	Comportement cyclique .....	96
II.1.D.	Courbes d'écrouissage.....	98
II.1.E.	Durée de vie .....	100
II.1.F.	Comparaison avec les données de la bibliographie.....	100
II.2.	Comportement en LCF de l'acier T91 (Air, 300°C).....	101
II.2.A.	Montage expérimental.....	101
II.2.B.	Résultats expérimentaux .....	103
II.2.C.	Courbes d'écrouissage.....	103
II.2.D.	Durée de vie .....	104
II.2.E.	Comparaison avec les données de la bibliographie.....	105
II.3.	Comportement en LCF de l'acier T91 (LBE, 300°C).....	107
II.3.A.	Procédure expérimentale .....	107
II.3.B.	Courbe d'écrouissage .....	107
II.3.C.	Durée de vie .....	109
II.4.	Comparaison des résultats air et LBE à 300°C .....	109
II.4.A.	Comparaison de la réponse cyclique entre les différents milieux .....	110
II.4.B.	Comparaison de la durée de vie en LCF entre les différents milieux ....	114
II.4.C.	Origine de la diminution de durée de vie .....	115
II.5.	Observations des échantillons après les essais de LCF à 300°C.....	117
II.5.A.	Observations de la surface des échantillons après rupture par LCF (type $D_{Air}$ et $D_{LBE}$ ).....	119

II.5.B.	Observations du faciès de rupture des échantillons après rupture par LCF (type $C_{Air}$ et $C_{LBE}$ ) .....	120
II.5.C.	Observations des surfaces après LCF (type $B_{Air}$ et $B_{LBE}$ ) .....	125
II.5.D.	Observations des coupes longitudinales ( $A_{air}$ $A_{LBE}$ ) .....	127
II.5.E.	Comptage des fissures ( $A_{air}$ $A_{LBE}$ ).....	128
II.5.F.	Conclusion.....	131
II.6.	Etude de l'amorçage des fissures macroscopiques ( $E_{Air}$ , $E_{LBE}$ ). .....	131
II.7.	Effet d'une modification de la forme du signal.....	135
II.7.A.	Conditions expérimentales .....	135
II.7.B.	Résultats .....	136
II.7.C.	Durée de vie .....	136
II.7.D.	Coupes longitudinales .....	137
II.7.E.	Fractographie.....	138
II.7.F.	Durée des essais .....	139
II.8.	Conclusion sur les essais de LCF .....	140
<b>III.</b>	<b>Comportement en fatigue propagation de l'acier T91 .....</b>	<b>141</b>
III.1.	Protocole expérimental.....	141
III.2.	Fatigue propagation de l'acier T91 à 300°C .....	144
III.3.	Influence de LBE .....	145
III.3.A.	Fractographie.....	146
III.3.B.	Influence de la fréquence d'essai .....	149
III.3.C.	Influence du rapport de charge.....	149
III.3.D.	Influence d'une pré-tension.....	150
III.4.	Conclusion.....	154
<b>IV.</b>	<b>Effet d'une pré-immersion dans un bain de LBE sur le comportement en LCF de l'acier T91.....</b>	<b>155</b>
IV.1.	Intérêts de l'étude d'une pré-immersion sur le comportement en fatigue.....	155
IV.2.	Protocole expérimental.....	155
IV.3.	Conditions réductrices : pré-corrosion .....	156
IV.3.A.	Résultats .....	156
IV.3.B.	Evolution cyclique.....	157
IV.3.C.	Durée de vie .....	158
IV.3.D.	Observations des surfaces ( $B_{cor}$ ).....	159

IV.3.E.	Analyse fractographique .....	160
IV.4.	Conditions oxydantes : pré-oxydation.....	162
IV.4.A.	Résultats .....	162
IV.4.B.	Evolution cyclique.....	162
IV.4.C.	Durée de vie .....	163
IV.4.D.	Observations des surfaces ( $B_{ox}$ ) .....	164
IV.4.E.	Fractographie et processus de fissuration.....	166
IV.5.	Discussion sur l'effet d'une pré-immersion.....	168
IV.6.	Conclusion sur l'effet d'une pré-immersion .....	170
Troisième Partie : Discussion et conclusion générale .....		171
Discussion .....		172
I.	Mécanismes de fissuration.....	172
II.	Manifestation de l'effet du LBE .....	174
III.	Mécanisme d'accélération de l'endommagement par les métaux liquides au cours d'un endommagement par fatigue .....	178
III.1.	Mécanisme proposé.....	178
III.2.	Remarque sur le mécanisme proposé :.....	181
III.2.A.	Diminution de la cission critique en fond de fissure :.....	181
III.2.B.	Etape critique dans la propagation de la fissure.....	181
III.2.C.	Effet chimique et mécanique :.....	181
III.2.D.	Essais monotones et cycliques : .....	182
III.2.E.	Franchissement des barrières microstructurales.....	182
IV.	Influence de la taille de la zone plastique :.....	182
V.	Risques encourus par la cible :.....	183
Conclusions et perspectives.....		185
Bibliographie.....		186
Liste des symboles, abréviations et acronymes .....		194
Liste des tableaux .....		196
Liste des figures.....		197

## ***Introduction***

Selon l'organisation de coopération et de développement économiques (OCDE), la demande d'énergie mondiale devrait tripler d'ici 2050 [OECD-IEA 2003]. Malgré toutes les mesures prises en matière de protection de l'environnement, les principaux moyens de production d'énergie actuellement utilisés posent de nombreux problèmes dans la gestion de leurs déchets. Le CO<sub>2</sub> émis par la combustion des matières fossiles participe au réchauffement climatique, tandis que des déchets radioactifs à longue durée de vie sont générés par l'industrie nucléaire et nécessitent un stockage long et coûteux.

Des solutions au devenir des déchets nucléaires issus de la gestion des combustibles irradiés déchargés des réacteurs nucléaires font aujourd'hui l'objet de nombreuses études menées par les scientifiques français. Ces études devraient déboucher sur des propositions concrètes de gestion, susceptibles de répondre aux attentes de larges segments de la société quant à la possibilité de garantir pour les générations actuelles et leurs descendants un niveau de sûreté satisfaisant. Ces études sont menées par le CEA, CNRS, EDF et Framatome dans le groupement de recherches Gestion des Déchets et Production d'Énergie par des Options Nouvelles (GEDEPEON) [GEDEPEON].

Une des méthodes envisagées dans le GDR GEDEPEON pour résoudre le problème de stockage des déchets nucléaires à longue durée de vie est la transmutation. La transmutation est une transformation (**incinération**) d'un **isotope** en un autre par une réaction nucléaire induite par des neutrons. On fait appel à ce type de réaction pour transformer des isotopes **radioactifs** à vie longue en isotopes à vie courte ou en isotopes stables en vue de réduire l'**inventaire radiotoxique** à long terme des déchets radioactifs [FRANK 2002]

Pour réaliser cette transmutation, il est nécessaire d'avoir un processus qui soit parfaitement fiable. Afin d'éviter tout risque d'emballement lors de l'incinération, l'utilisation de systèmes hybrides est envisageable. Un système hybride est un réacteur nucléaire fonctionnant en mode sous-critique, c'est à dire incapable à lui seul d'entretenir la réaction en chaîne de fission, une source externe de neutrons devant fournir le complément de neutrons nécessaires à l'entretien de la réaction [PARK 2000]. La réaction actuellement privilégiée pour produire cette source externe de neutrons est **la spallation**. Elle met en jeu des protons qui, accélérés jusqu'à une énergie allant de quelques centaines de MeV à quelques GeV, vont frapper le noyau d'une

cible composée d'un métal à numéro atomique élevé et vont déclencher ainsi une cascade de réactions nucléaires qui conduiront à l'émission de neutrons.

Les principaux candidats pour servir de matériaux cibles sont les métaux liquides : le mercure Hg, le plomb Pb, l'eutectique plomb bismuth (ou **Lead-Bismuth Eutectic LBE**) de composition massique Pb 45%<sub>mass</sub> – Bi 55%<sub>mass</sub>. Par ailleurs, le LBE pourrait être un bon candidat comme fluide caloporteur pour les réacteurs de quatrième génération.

La première étape en vue d'une transmutation des déchets nucléaires est la réalisation d'une source de spallation qui entretiendra la réaction dans le réacteur sous-critique. Cette source nécessite l'utilisation d'un accélérateur de protons et d'une cible en métal liquide. Les contraintes technologiques imposées par un projet aussi novateur sont nombreuses et imposent d'approfondir les connaissances actuelles sur les interactions solides-liquides qui auront lieu entre les matériaux de structure de l'installation et la cible en métal liquide. Dès 1995, le GDR GEDEON (CNRS, CEA) travaille sur le concept de système hybride et en 1997 donne l'opportunité aux deux organisations de valider le concept de cible de spallation au plomb bismuth liquide [Gorse 2002]. En 1999, le CEA, le PSI et le FZK lancent le programme de collaboration MEGAPIE (MEGAwatt Pilot Experiment) qui envisage l'utilisation de l'eutectique Pb-Bi pour réaliser une cible de spallation de 1MW. Le numéro atomique élevé du plomb et du bismuth, le faible point de fusion (126 °C), la faible pression de vapeur, et la faible capture de neutrons parasites [Park 2000; Fazio 2001] du LBE en font le candidat idéal d'une cible de spallation.

Pour mener à bien un projet d'une telle ampleur, une collaboration internationale est nécessaire. Le projet MEGAPIE-Test est une collaboration européenne (au travers du 5<sup>ème</sup> PCRD) qui regroupe de nombreux organismes parmi lesquels on peut citer le CEA (F), FZ Karlsruhe (D), PSI (CH), ENEA (I), SCK-CEN (B) et le CNRS (F). Ce projet a été mis en place en 2001 pour **étudier la faisabilité d'une cible en plomb-bismuth liquide conduisant à l'obtention d'un faisceau de puissance de 1MW grâce à une réaction de spallation** en utilisant les installations existantes du **Paul Scherrer Institut (PSI)**, Villigen (Suisse). Le Laboratoire de Métallurgie Physique et Génie des Matériaux dans le cadre de MEGAPIE-Test a été chargé d'étudier le comportement mécanique de l'acier T91 en présence de métal liquide. Le laboratoire à travers la thèse de G.Nicaise a notamment montré la possibilité d'une fragilisation par un métal liquide de l'acier martensitique T91 sous sollicitation monotone [NICAISE 2001]. **Ma contribution dans ce projet consiste à évaluer la fiabilité de l'acier**

**martensitique T91 vis-à-vis de l'endommagement par fatigue dans l'eutectique plomb-bismuth liquide à 300°C et de comprendre les mécanismes de fatigue où l'environnement dans le cas présent est un métal liquide.**

## Problématique

Le schéma d'un réacteur hybride fonctionnant avec une cible de spallation est présenté Figure 1. Un faisceau de protons est accéléré par un cyclotron ou un accélérateur linéaire afin d'atteindre une énergie d'1 GeV et frappe une cible de spallation qui permet la production de neutrons.

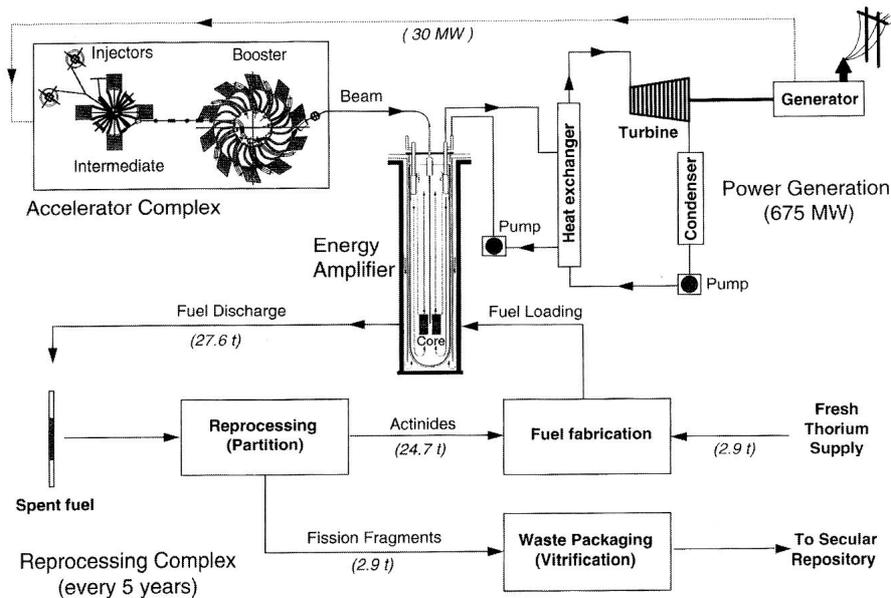


Figure 1 : Schéma d'un ADS [NIFENECKER 2003]

Le projet MEGAPIE vise à réaliser une cible de spallation fonctionnant avec le LBE liquide. Le schéma de la cible est donné (Figure 2). La fenêtre sera l'interface entre le faisceau de protons incidents et la cible de spallation. L'épaisseur (2 mm) et l'environnement de cette fenêtre en feront le composant critique de la cible [PARK 2000; GROESCHEL 2004]. Le matériau choisi devra avoir de bonnes caractéristiques puisqu'il sera soumis entre autres à :

- des températures élevées (gamme 300-400°C)
- un milieu agressif : le LBE
- des dégâts d'irradiation
- des fluctuations thermiques et donc des fluctuations des contraintes appliquées
- une teneur en oxygène réduite

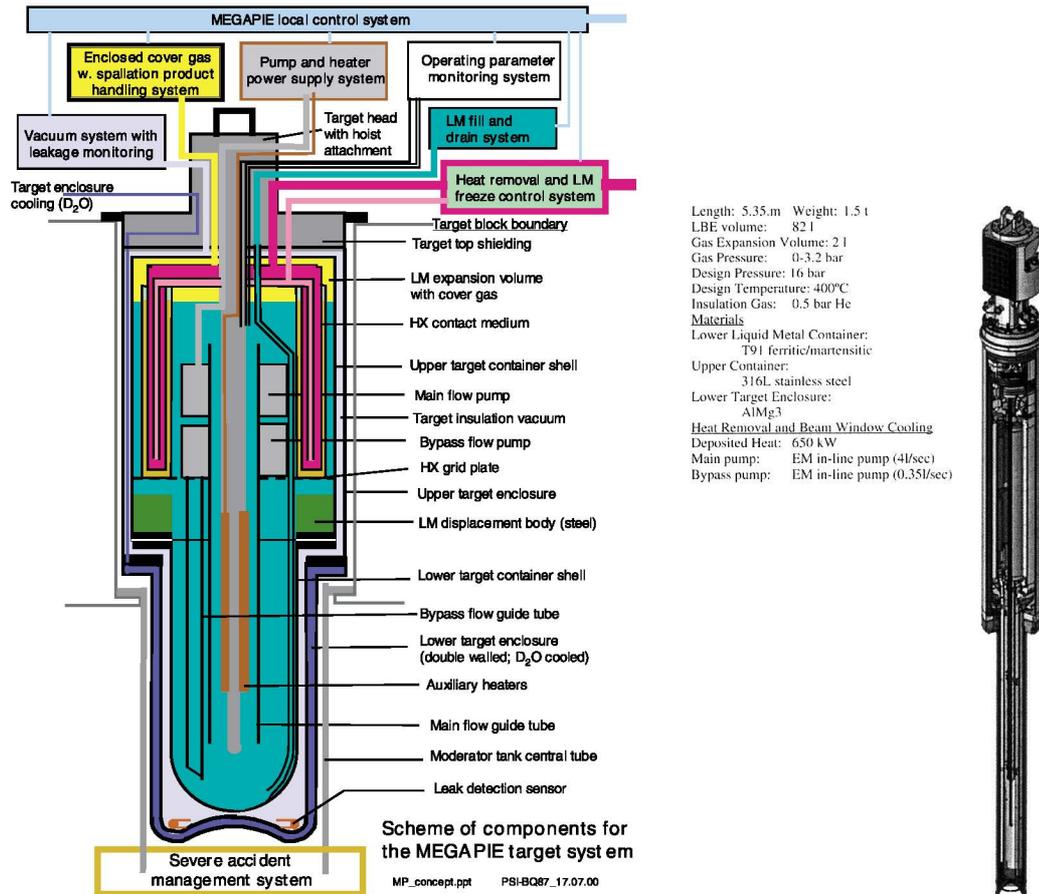


Figure 2 : Schéma de la cible (gauche) [BAUER 2001], design et caractéristiques de la cible (droite) [GROESCHEL 2004]

Le matériau candidat pour la réalisation de la fenêtre est l'acier martensitique T91. Son utilisation dans ces conditions sévères, qui sont nécessaires au fonctionnement de la cible, doit être sans risque pour l'intégrité de la structure. L'influence de ces conditions sur le comportement mécanique de l'acier T91 doit donc être étudiée attentivement. Les connaissances des mécanismes qui pourraient conduire à l'endommagement de ce matériau doivent ainsi être approfondies. L'un des objectifs de cette thèse est d'apporter une contribution à l'étude d'endommagements pouvant intervenir lors du fonctionnement de la cible.

On sait que les métaux liquides peuvent notamment conduire sur certains matériaux à :

- Une Fragilisation par les Métaux Liquides (FML) : c'est-à-dire une perte de ductilité en présence de métal liquide pour un matériau initialement ductile.

- Un **Endommagement Accéléré par les Métaux Liquides (EAML)** : une accélération de l'endommagement en présence d'un métal liquide mais qui ne conduit pas nécessairement à une rupture de type fragile.

Le **LMPGM** a montré un risque de FML lors d'essais de traction pour l'acier T91 en présence de LBE [NICAISE 2001]. L'étape suivante consiste à évaluer le risque posé par les métaux liquides sur un autre type d'endommagement : la fatigue. La cible sera en effet soumise à des fluctuations thermiques qui entraîneront des problèmes de fatigue thermique. La fatigue est un des domaines étudiés dans MEGAPIE TEST. On entend par fatigue ou endommagement par fatigue, la détérioration de la résistance des matériaux consécutive à des cycles d'effort, cycles dont la répétition peut conduire à la rupture de la pièce. Cet endommagement est l'un des plus répandus en milieu industriel mais il est difficile à prévoir et à détecter. On considère aujourd'hui que la fatigue est responsable d'au moins 90% de toutes les ruptures en service dues à des causes mécaniques [BERANGER 1994]. Sa prise en compte est une nécessité pour le bon dimensionnement d'une structure. Ce type d'endommagement complexe peut être accentué lorsqu'il est combiné à une autre dégradation du matériau (vieillissement, dégradation de surface ...). La corrosion peut, par exemple, entraîner une détérioration de la surface du composant, qui combinée à l'endommagement par fatigue sera néfaste (fatigue-corrosion). L'étude du comportement en fatigue ne peut donc être réalisée indépendamment des autres modes d'endommagement et il convient de s'approcher au plus près des conditions d'utilisations de la cible qui pourraient provoquer ces endommagements combinés.

**Le sujet de thèse portera sur l'étude du comportement en fatigue de l'acier martensitique T91 dans l'eutectique Pb-Bi à 300°C. Il vise à déterminer le comportement en fatigue du T91 à 300°C et à évaluer le risque encouru par la fenêtre lors de sollicitations en fatigue oligocyclique (notée LCF : Low Cycle Fatigue) dans un environnement de LBE s'approchant des conditions d'utilisation de la cible.**

Dans une première partie, nous nous attacherons à une étude bibliographique qui permettra, après une présentation rapide du matériau, de nous familiariser avec les risques encourus par la cible de spallation tels que la fatigue et la fragilisation par les métaux liquides. Dans une seconde partie, nous commenterons les résultats expérimentaux obtenus en fatigue oligocyclique et en fatigue propagation mais aussi les effets d'une pré-immersion dans un

bain de LBE. Enfin dans une troisième partie nous discuterons des résultats obtenus et conclurons sur l'étude.

# Première Partie : Etude bibliographique

## I. Présentation du matériau étudié : l'acier T91

### I.1. Généralités sur les aciers.

#### I.1.A. Composition chimique et microstructure

On appelle acier un alliage fer-carbone qui contient une teneur en carbone inférieure à 2% en masse. Les atomes de carbone, en se plaçant dans les sites interstitiels de la maille de Fer, permettent d'en augmenter les caractéristiques mécaniques. D'autres éléments d'alliages peuvent être ajoutés en vue d'améliorer les caractéristiques chimiques, physiques, mécaniques des aciers. Le chrome est ainsi souvent utilisé pour augmenter la résistance à la corrosion. Si la teneur en Cr dans l'acier est supérieure à 12% en masse dans la composition chimique, l'acier est défini comme inoxydable. Contrairement à ce que la signification étymologique pourrait laisser penser, un acier inoxydable n'est pas un acier qui ne s'oxyde pas. Au contraire, sa résistance à la corrosion provient de sa facilité à produire un oxyde de chrome complexe qui va constituer une couche passive. Pour les aciers inoxydables, la couche passive est :

- **formée d'un oxyde stable.** Il est imperméable à l'eau et à l'air humide et forme en surface une couche protectrice qui « isole » l'acier du milieu environnant.
- **capable de se reformer.** Au contraire d'autres méthodes de protections (peinture, galvanisation ...) qui isolent également l'acier du milieu environnant (le protégeant donc de la corrosion), la couche passive a la capacité de se reformer<sup>1</sup> en cas d'incident sur le matériau (éraflure, découpe, choc, déformation ...) ce que ne peut pas faire une couche de protection exogène.

La définition de l'acier inoxydable ne fait intervenir, par soucis de simplification, que le chrome comme élément d'alliage. De nombreux autres éléments d'alliage sont pourtant ajoutés aux aciers inoxydables afin d'en augmenter les caractéristiques. La Figure 3 résume les principaux effets des éléments d'alliage.

---

<sup>1</sup> Bien entendu si les conditions le permettent, une couche d'oxyde ne peut, par exemple, se reformer sans une certaine teneur en oxygène

ELÉMENTS ALPHAGÈNES	Chrome	- Élément essentiel des aciers inoxydables - Augmente la résistance à la corrosion - Augmente la résistance à l'oxydation à chaud
	Molybdène	- Augmente la résistance à la corrosion par piqûre et caverneuse - Augmente la résistance mécanique à haute température
	Titane	- Améliore la ductilité des soudures - Améliore la résistance à la corrosion intergranulaire - Améliore la résistance à la corrosion par piqûres
	Niobium	- Limite le fluage - Améliore la résistance à la corrosion intergranulaire
	Zirconium	- Améliore la résistance à la corrosion par piqûre, intergranulaire - Améliore la résistance à l'oxydation à chaud
	Aluminium	- Améliore la résistance à l'oxydation à chaud - Améliore la transformation à chaud
	Silicium	- Tend à provoquer la fissuration à chaud des soudures - Améliore la résistance à l'oxydation à chaud
ELÉMENTS NEUTRES	Soufre Phosphore	- Améliorent l'usinabilité - Diminuent la résistance à la corrosion - Augmentent les risques de fissuration à chaud (soudures)
ELÉMENTS GAMMAGÈNES	Nickel	- Stabilise l'austénite à la température ambiante, aux basses températures et lors des déformations plastiques - Améliore la résistance à la corrosion uniforme
	Carbone	- Peut provoquer une sensibilité à la corrosion intergranulaire - Augmente les caractéristiques mécaniques - Augmente la dureté, plus particulièrement dans les aciers martensitiques
	Azote	- Augmente les caractéristiques mécaniques
	Manganèse	- Facilite la transformation à chaud (forgeage et laminage) - Contribue à éviter la fissuration à chaud des soudures

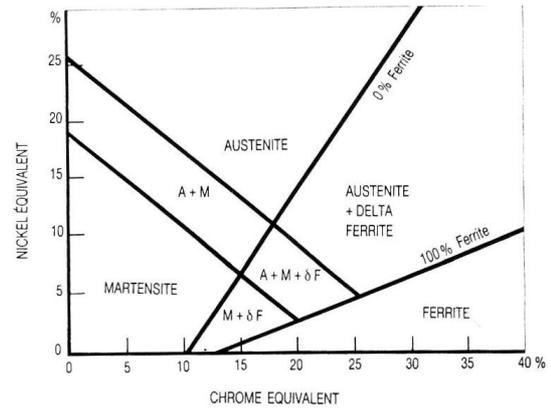


Figure 4 : Diagramme de Schaeffler modifié par Schneider d'après [BLETTON 1990]

Figure 3 : Effet des éléments d'alliage des aciers inoxydables [FONTENAU 2002]

Selon leur composition chimique et le traitement thermique appliqué, les aciers présenteront une microstructure différente (Tableau 1). Les éléments d'alliage influencent le type de microstructure obtenue et il est courant de classer ces éléments en deux catégories :

Les éléments alphas favorisant l'obtention d'une phase ferritique  $\alpha$  :

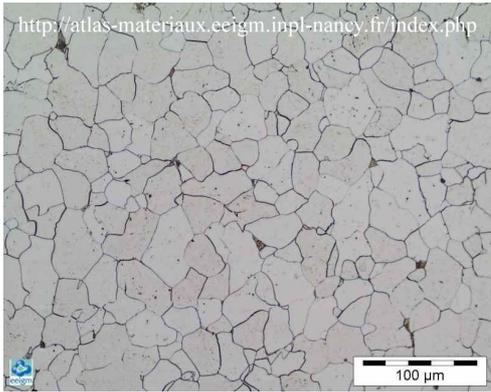
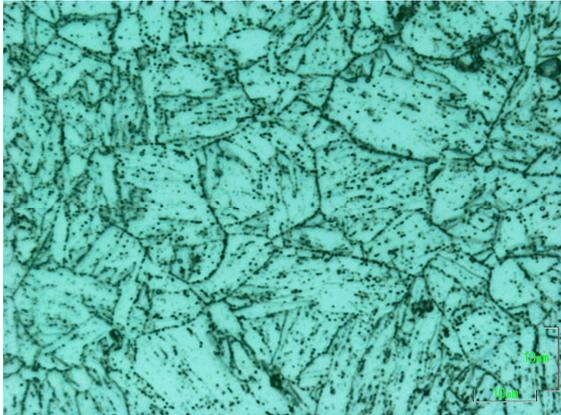
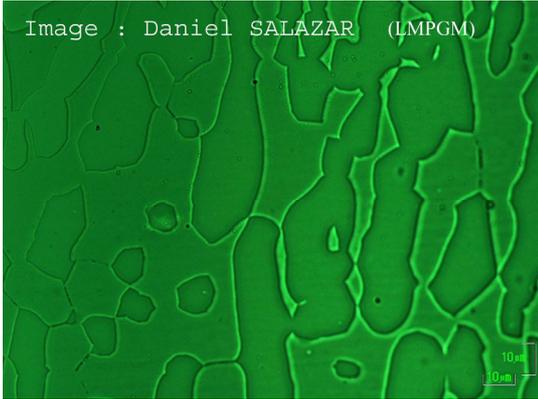
$$[Cr_{eq}] = Cr + 2 Si + 1,5 Mo + 5V + 5,5 Al + 1,75Nb + 1,5Ti + 0,75W$$

Les éléments gammagènes favorisant l'obtention d'une phase austénitique  $\gamma$  :

$$[Ni_{eq}] = Ni + Co + 0,5 Mn + 0,3Cu + 25N$$

Le diagramme dit de Schaeffler présenté Figure 4, établi dans les conditions de soudage à l'arc et modifié par Schneider, résume ces effets et permet de connaître la structure prévisible d'un acier à partir des éléments alphas et gammagènes présents. On voit apparaître dans ce diagramme une phase  $\delta F$  qui représente la ferrite delta. Cette phase ordinairement stable à haute température peut être présente lors du refroidissement de l'acier. La ferrite  $\delta$  n'est pas recherchée car elle limite souvent les caractéristiques mécaniques des nuances [BLETTON 1990].

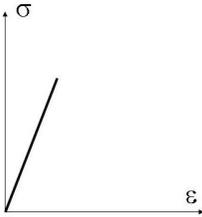
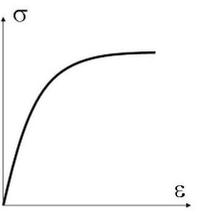
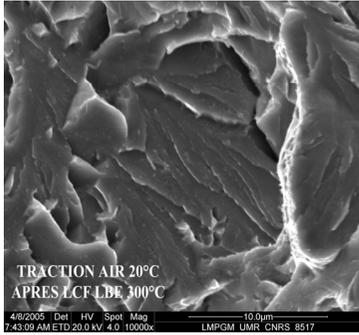
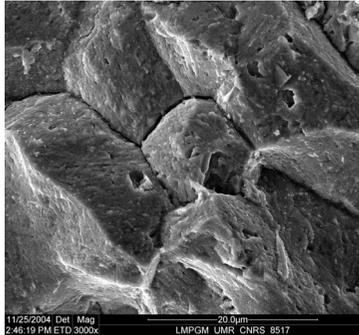
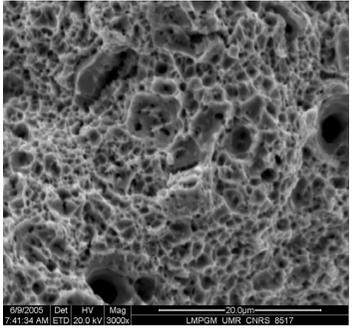
Tableau 1 : Différentes microstructures possibles des aciers inoxydables

<p><b><u>Ferritique</u></b></p> <p>Magnétique</p> <p>Structure cristallographique <math>\alpha</math></p> <p>Cubique Centrée (CC)</p>  <p>Figure 5 : Micrographie acier ferritique</p>	<p><b><u>Austénitique</u></b></p> <p>Amagnétique</p> <p>Structure cristallographique <math>\gamma</math></p> <p>Cubique Face Centrée (CFC)</p>  <p>Figure 6 : Micrographie acier 316</p>
<p><b><u>Martensitique</u></b></p> <p>Magnétique</p> <p>structure cristallographie varie du CC au quadratique centré selon la teneur en C</p>  <p>Figure 7 : Micrographie acier martensitique T91</p>	<p><b><u>Austeno-ferritique ou duplex</u></b></p> <p>Présentant à la fois une structure ferritique et austénitique</p>  <p>Figure 8 : Micrographie acier Duplex (24,8%Cr-6,5Ni-3,71Mo-0,24N)</p>

I.1.B. Mode de rupture

Les aciers peuvent se rompre selon deux modes de rupture : fragile et ductile

Tableau 2 : Présentation des différents modes de rupture

	Fragile		Ductile
Manifestation macroscopique	 <p>Pas de déformation plastique généralisée Faible énergie de rupture Rupture rapide sans signe avant coureur</p>		 <p>Déformation plastique Energie de rupture élevée Détection de l'endommagement possible</p>
Manifestations microscopique	 <p><b>rupture transgranulaire ou clivage</b> Décohésion selon les plans cristallographiques denses</p>	 <p><b>rupture intergranulaire</b> Décohésion aux joints de grains</p>	 <p>Germination, croissance de microcavités.</p>

### I.1.C. Déformation plastique

La déformation plastique des matériaux métalliques est expliquée par la théorie des dislocations dont nous rappelons ici quelques notions. C'est le **mouvement** des dislocations qui assure la déformation plastique. Le déplacement des dislocations est souvent thermiquement activé et selon la température plusieurs types de mouvements sont possibles :

#### Les mouvements sans transport de matière :

Les dislocations glissent dans un plan défini par leur vecteur de Burgers et le vecteur tangent à la ligne. Généralement les systèmes de glissement sont les plans et les directions denses du réseau cristallin puisqu'ils présentent les distances inter atomiques les plus courtes. Parfois les composantes vis des dislocations peuvent changer de plan de glissement ce que ne peuvent faire les dislocations coins : c'est le glissement dévié.

#### Les mouvements avec transport de matière :

Les composantes coins des dislocations peuvent, sous certaines conditions, se déplacer perpendiculairement à leur plan de glissement : c'est la montée des dislocations qui exige l'intervention de défauts ponctuels, lacunes ou interstitiels. Ce mouvement, nécessitant un transport de matière, est un phénomène associé à la déformation à chaud<sup>2</sup>.

Les mouvements des dislocations sont entravés par des obstacles de natures différentes. Les principales interactions dislocation-obstacle sont les suivantes :

Friction de réseau : c'est la résistance intrinsèque qu'oppose le réseau cristallin au mouvement des dislocations : elle est très importante dans les solides à liaisons covalentes fortes. Pour les métaux, elle est très faible en général pour les plans denses des matériaux de structure CFC mais elle est environ 100 fois plus importante pour les métaux de structure CC.

Interaction avec les autres dislocations : Des dislocations peuvent être immobiles (elles sont dites **sessiles**) et entravent alors le mouvement des dislocations mobiles

---

<sup>2</sup> Il faut entendre par déformation à chaud une déformation se faisant à une température élevée comparée à la température de fusion  $T_f$  du matériau considéré (ici  $T/T_f > 0,5$ )

(dites **glissiles**). On désigne cette interaction par le terme de blocage par « la forêt de dislocations ».

Désorientation entre grains: Chaque grain possède sa propre orientation cristallographique et les dislocations, lorsqu'elles traversent le grain et arrivent au niveau de l'interface qui sépare les grains (i.e. le joint de grains), peuvent être bloquées par celui-ci si la désorientation entre les systèmes de glissement des grains adjacents est trop importante. Il s'en suit un empilement de dislocations contre cette barrière qui va produire une concentration de contrainte (proportionnelle au nombre de dislocations empilées) au niveau du joint de grains. Plus les grains sont grands, plus le nombre de dislocations empilées est élevé et plus les contraintes en tête d'empilement sont élevées. On explique ainsi que la limite d'élasticité varie avec l'inverse de la racine carrée de la taille de grain. (Loi de Hall-Petch)

Précipités: Deux types de précipités existent : ceux **contournés** par les dislocations (parce que leur réseau cristallin est trop différent de celui de la matrice pour permettre le passage des dislocations) et ceux **cisaillés** par les dislocations (leur réseau cristallin permet le passage des dislocations). La distribution des précipités joue également un rôle dans le durcissement. Une distribution fine (beaucoup de précipités de petites tailles) épinglera mieux les dislocations qu'une distribution grossière (peu de gros précipités).

Atome dissous: Les atomes dissous peuvent également limiter le mouvement des dislocations en épinglant le cœur de celles-ci. (Effet Portevin Le Chatelier, vieillissement dynamique)

De nombreux paramètres interviennent simultanément sur le mouvement des dislocations et le rendent ainsi complexe. Le comportement plastique du matériau dépendra donc fortement de sa composition chimique (nature des liaisons, présence d'atomes en solution solide ...), de sa microstructure (taille de grain, état de précipitation ...), de la température à laquelle le matériau est sollicité puisqu'elle activera les différents types de glissements (glissement dévié, montée, friction de réseau réduite ...) mais aussi de la vitesse de déformation.

I.1.D. Mécanisme de rupture fragile et ductile

Les mécanismes avancés pour expliquer les ruptures ductiles et fragiles des aciers sont succinctement évoqués ci-dessous :

I.1.D.i. Rupture fragile par clivage

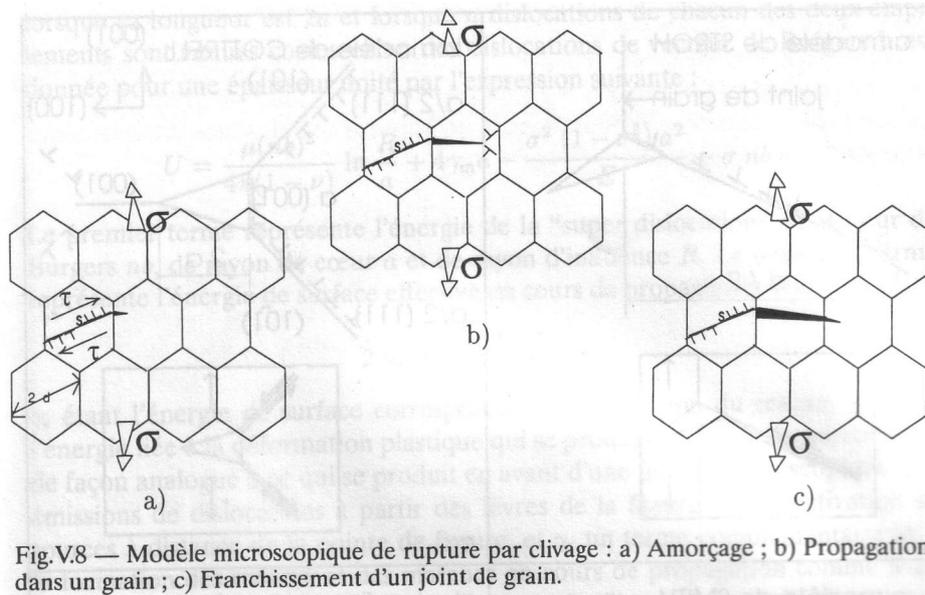


Fig.V.8 — Modèle microscopique de rupture par clivage : a) Amorçage ; b) Propagation dans un grain ; c) Franchissement d'un joint de grain.

Figure 9 : Schéma d'un rupture fragile [MIANNAY 1995]

La Figure 9 présente un modèle possible de rupture fragile par clivage en trois étapes :

- sous l'action d'une sollicitation extérieure, une microfissure de clivage est amorcée (« amorçage ») à la tête d'un empilement de dislocations (a).
- cette fissure se propage ensuite à l'intérieur d'un grain (« propagation ») (b).
- puis elle traverse un joint de grains (« franchissement de joint de grains ») (c).

Ces trois étapes étant réalisées, la fissure continuera à se propager naturellement à travers le matériau de manière identique si la sollicitation extérieure n'est pas diminuée. Différents modèles permettent d'expliquer les empilements de dislocations conduisant à la rupture en faisant intervenir différents types d'obstacles ont été proposés (Figure 10) :

- joint de grains (modèle de Stroh)
- dislocations sessiles (modèle de Cottrell)

- carbures (modèle de Smith).

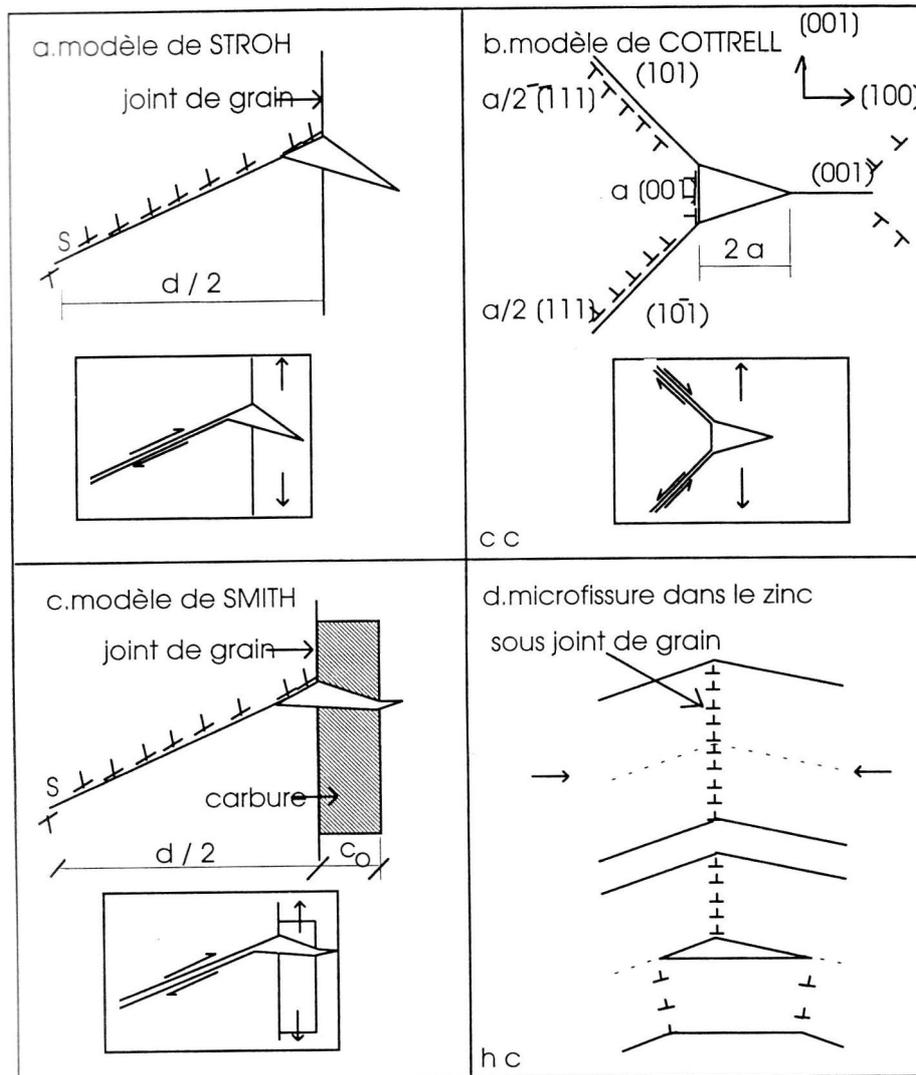


Figure 10 : Différents modèles illustrant les empilements de dislocations pouvant entraîner l'amorçage d'une rupture fragile [MIANNAY 1995]

### I.1.D.ii. Rupture ductile

Il y a trois stades dans le développement d'une rupture ductile : un stade d'amorçage de cavités par fissuration interne de précipités ou d'inclusions, un stade de croissance de ces cavités jusqu'à une dimension critique, un stade de coalescence de ces cavités qui se recouvrent pour donner la surface de rupture finale.

## I.1.E. La Transition Ductile Fragile (TDF)

Comme on l'a souligné précédemment, le mouvement des dislocations est thermiquement activé. Pour des structures de type CC ou HC, la force de friction de réseau peut être très importante, le mouvement des dislocations est très réduit pour des températures faibles (i.e.  $T/T_f$  bas) et entraîne ainsi un comportement fragile du matériau. Pour des températures plus élevées, l'activité des dislocations est plus importante et favorise un comportement ductile du matériau. La température qui sépare les domaines fragile et ductile est appelé **Température de Transition Ductile Fragile : TTDF (Ductile to Brittle Transition Temperature : DBTT)**. La TTDF est importante car elle permet de connaître les plages de température présentant un risque de rupture fragile pour les structures. Elle se détermine le plus souvent à partir d'essais de résilience où l'on mesure l'énergie absorbée par une éprouvette entaillée lors d'un choc. Avec ce type d'essai, l'effet de l'entaille et de la vitesse de déformation est important. La Figure 11 présente une courbe de TDF obtenue à partir d'essais Charpy sur un acier inoxydable à 13% de Cr. La TTDF sépare le domaine ductile, qui se caractérise par une déformation plastique et une énergie absorbée importante avant rupture, du domaine fragile où l'énergie dissipée est faible.

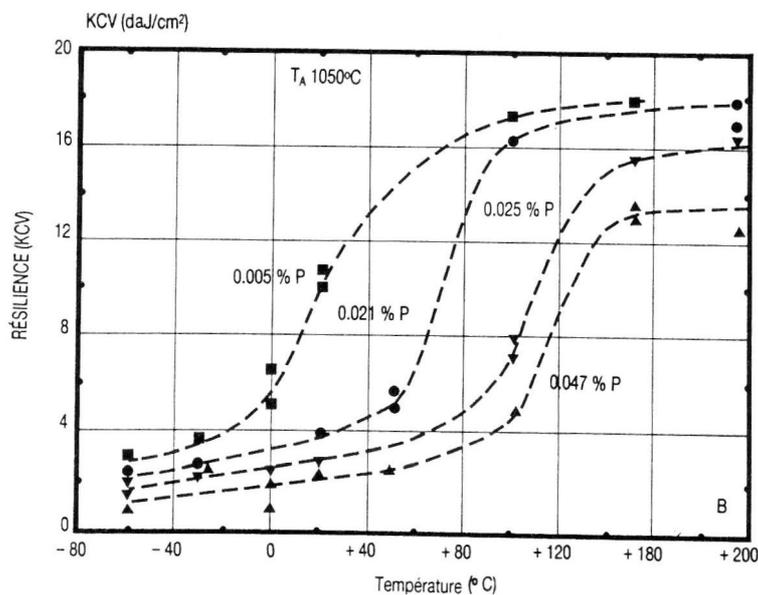


Figure 11 : Courbe de TDF sur un acier inox 13%Cr [BLETON 1990]

La TTDF est fonction de l'activité de la plasticité du matériau et, tous les paramètres influençant le mouvement des dislocations la modifient. Ainsi la microstructure (taille de grain, état de précipitation ...), la forme de l'entaille, les dégâts causés par l'irradiation (que nous évoquerons par la suite) modifieront la valeur de la TTDF. La Figure 12 présente

l'évolution de la TTDF en fonction de la taille de grain. Plus la taille de grain diminue et plus la TTDF diminue sur ce type d'acier.

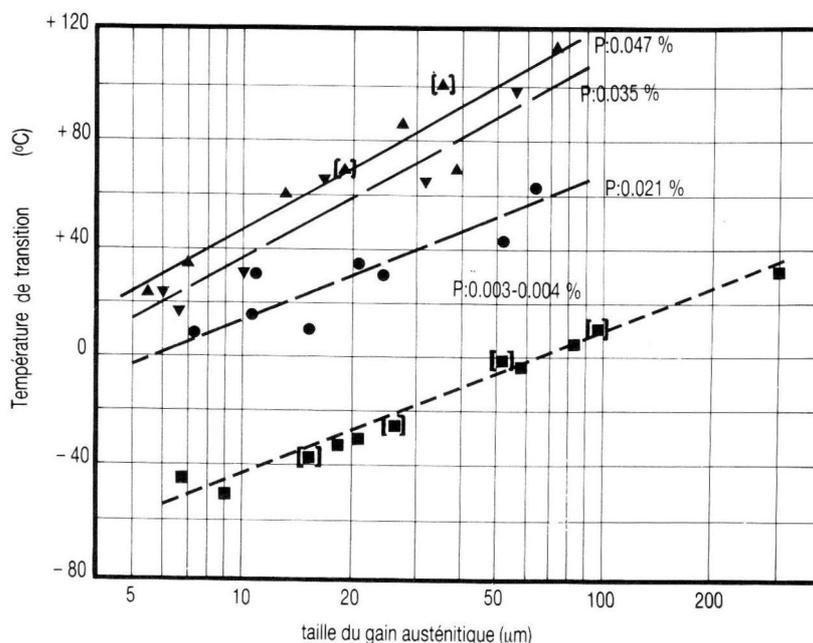


Figure 12 : Influence de la taille de grain austénitique sur la TTDF pour un acier inox à 13%Cr [BLETTON 1990]

On peut s'étonner qu'une diminution de la taille de grain qui permet l'augmentation de la limite d'élasticité (loi de Hall-Petch), et qui conduit donc à un durcissement de l'acier, ne favorise pas la fragilité. Une hypothèse possible est que l'affinement de la taille de grain permet un durcissement généralisé du polycristal mais ne conduit pas à une augmentation localisée des contraintes nécessaires à la rupture fragile.

## I.2. Propriétés physiques et mécaniques de l'acier T91

Le matériau utilisé pour la réalisation de la fenêtre sera soumis à un environnement sévère. Le matériau retenu devra avoir une bonne compatibilité avec le métal liquide cible, de bonnes propriétés mécaniques en température, de bonnes performances sous irradiation [PARK 2000]. Les matériaux qui posséderaient les caractéristiques requises pour une utilisation dans une cible de spallation fonctionnant grâce au LBE sont l'acier martensitique T91 et l'acier austénitique 316L.

I.2.A. Comparaison des aciers T91 et 316L

L'acier martensitique T91 a été choisi comme acier pour la réalisation de la fenêtre. Les propriétés physiques et mécaniques des aciers T91 sont comparées à celles des aciers de type 316L sur les Figure 13 et Figure 14. Par rapport aux austénitiques, cet acier possède un coût plus faible, un module d'élasticité, une limite d'élasticité et une charge à rupture plus importants. Son coefficient de dilatation faible et sa conductivité thermique plus élevée lui procurent également une meilleure résistance à la fatigue thermique [SWINDEMAN 2004].

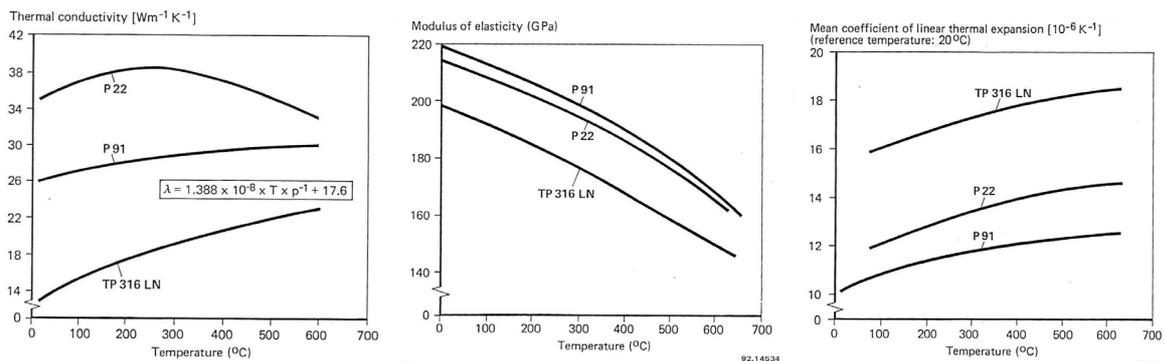


Figure 13 : Evolution du module d'Young, du coefficient moyen de dilatation thermique, de la conductivité thermique en fonction de la température pour des aciers 316LN et P91 [RASCHE 1992]

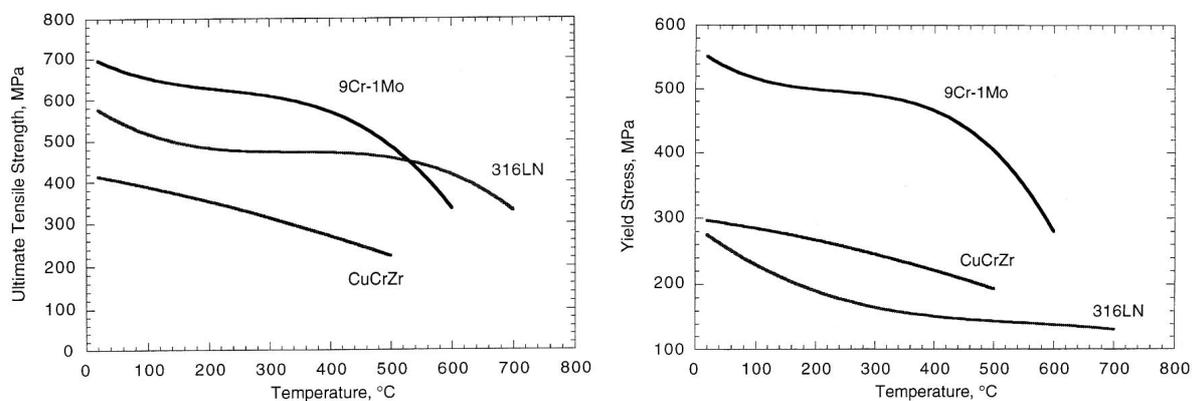


Figure 14 : Evolution de la charge à rupture et de la limite d'élasticité en fonction de la température pour des aciers 9Cr-1Mo et 316LN [TAVASSOLI 1998]

Afin d'élargir le domaine d'étude, d'autres nuances d'aciers martensitiques proches du T91 seront évoquées par la suite : 9Cr-1Mo, le F82H (8Cr-2WVTa), le Manet I-II (10-11Cr-0,5MoVNb), Eurofer((8-9)Cr-1WVTa), EM12 (9Cr2WVNb) et le JLF-1 (9Cr-2WVTa).

### I.2.B. Historique des aciers 9Cr-1Mo

L'acier de base 9Cr-1Mo fut développé en 1936 pour l'industrie pétrolière afin d'obtenir un acier présentant une plus grande résistance à la corrosion que les aciers type 2 ¼ Cr Mo [ORR and BURTON 1992]. Selon [RAJ 2004], les 9 Cr présentent également l'avantage par rapport au 2,25Cr d'avoir une microstructure constante sur de larges sections et donc des propriétés mécaniques constantes. Le 9Cr-1Mo fut utilisé dans un premier temps dans l'industrie énergétique au travers des programmes de « advanced gas cooled reactor » puis pour « experimental fast reactor ». Cet acier a alors montré d'excellentes propriétés pour des conditions d'utilisation allant jusqu'à 550°C.

Dans les années 50, afin notamment d'améliorer la tenue en fluage du 9Cr-1Mo, des ajouts de Nb et V ont conduit à l'acier EM12 de composition chimique 9%Cr 2%Mo Nb V. Toutefois, la présence de ferrite delta dans sa microstructure (jusqu'à 40%) ainsi que la possibilité d'une précipitation de phases de Laves durant une utilisation en service à 550°C le fragilisent et diminuent sa ductilité.

L'optimisation des teneurs en Nb et V a permis dans les années 70 d'aboutir au Grade 91 de composition 9%Cr 1%Mo Nb V. Cet acier possède une meilleure tenue au fluage que l'EM12 et ne présente pas ses inconvénients [ORR and BURTON 1992; FUJITA 2000]. [RAJ 2004] confirme également la bonne tenue au fluage du T91 grâce à la stabilité de sa microstructure à haute température due à la présence d'une précipitation fine de V(C,N) et Nb(C,N). Les principaux développements effectués sur les nuances d'acier martensitique à 9-12% Cr afin d'améliorer leur tenue en fluage sont présentés Figure 15. On peut noter qu'il est envisagé d'utiliser le T91 dans les futures centrales « ultra super critical » fonctionnant au charbon (650°C 300bar) [FUJITA 2000].

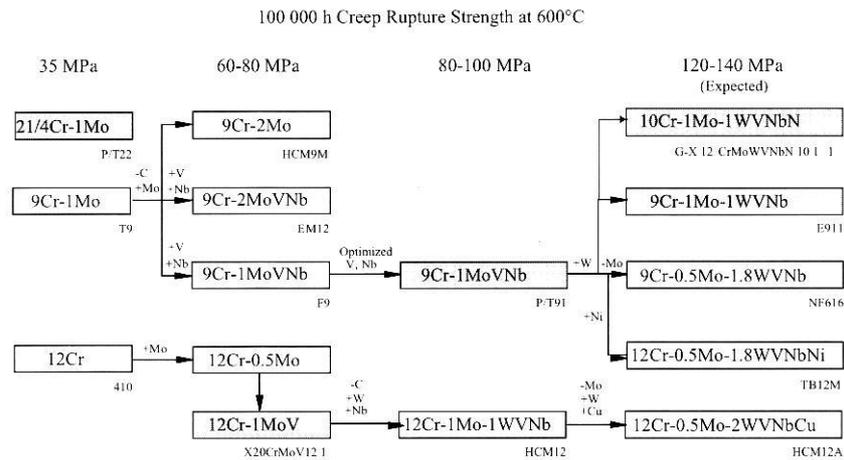


Figure 15 : Développement des nuances d'aciers à 9-12%Cr[CERJAK 1999]

### I.2.C. Microstructure de l'acier T91

Comme il a été évoqué précédemment, la composition chimique du grade 91 a été étudiée afin d'éviter la formation de la ferrite delta qui est reconnue pour diminuer certaines caractéristiques de l'acier. Elle est donnée dans le Tableau 3.

Tableau 3 : Composition chimique du T91 (ASTM) (% massique)

C	Mn	P	S	Si	Ni	Cr	Mo	V	Nb	Al	N
0,08-0,12	0,3-0,6	0,02 max	0,01 max	0,2-0,5	0,4 max	8-9,5	0,85-1,05	0,18-0,25	0,06-0,10	0,04 max	0,03-0,07

Le traitement thermique effectué sur l'acier conditionne la microstructure obtenue. Le diagramme TRC du T91 est présenté Figure 16. Après une austénitisation à 1050°C, la microstructure obtenue est totalement martensitique sauf pour des vitesses de refroidissement inférieures à 2°C/min. Cette vitesse de refroidissement critique très faible (qui a aussi été évaluée à 6°C/min par [SWINDEMAN 2004] et 2°C/min par [BRACHET 1990]) permet d'obtenir des structures martensitiques dans des pièces épaisses qui nécessitent un temps de refroidissement « long ». La dureté de la martensite est constante avec la vitesse de refroidissement  $Hv_{10kg}=410$ . La température de début de transformation  $M_s$  est de l'ordre de 400°C.

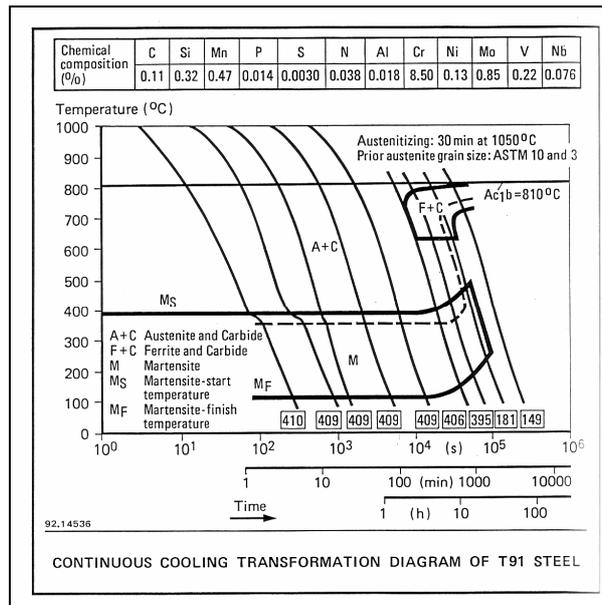


Figure 16 : Diagramme TRC de l'acier T91 [RASCHE 1992]

Le traitement thermique standard pour le grade 91 consiste en une austénitisation à 1050°C, suivie d'un refroidissement à l'air, d'un revenu à 750°C suivi par un refroidissement à l'air. La microstructure, avec ce traitement thermique standard, consiste en une structure martensitique en lattes avec une grande densité de dislocations stabilisées par des carbures  $M_{23}C_6$  et par des carbo-nitrures de type MX [BRACHET 1990; RASCHE 1992; RAJ 2004; SWINDEMAN 2004]. Lors de l'austénitisation, des carbures MX avec  $M=V$  et ou Nb et  $X=C$  et/ou N non dissous sont présents aux anciens joints de grains austénitiques. Pendant le revenu à 750°C, des précipités de chrome de type  $M_{23}C_6$  se forment aux joints de lattes martensitiques. On note également une précipitation secondaire de carbo-nitride VNb de type MX.

L'ancien joint de grains austénitique présente une taille de grain d'environ 20 $\mu$ m. [BRACHET 1990; ORR, BURTON 1992; RASCHE 1992] après une austénitisation d'une heure à 1050°C. Le niobium favoriserait la germination d'une distribution fine de carbures  $M_{23}C_6$  et la diminution de la taille de grain. Le vanadium entrerait dans les carbures et retarderait leur croissance ([4] de [NAGESHA 2002], [2] et [3] d'[EBI 1984]).

I.2.D. Propriétés mécaniques de l'acier T91

I.2.D.i. Chargement monotone

Certaines propriétés mécaniques de l'acier T91 diminuent avec l'augmentation de température (Figure 17) sur la plage de température comprise entre -200°C et 500°C. On peut remarquer un puits de ductilité (signalé par une flèche) pour des températures de l'ordre de 300°C ce qui laisse penser que cette température pourra être une température critique pour ce matériau. Cette diminution des propriétés mécaniques à cette température a été également observée par d'autres auteurs [CRAIG]

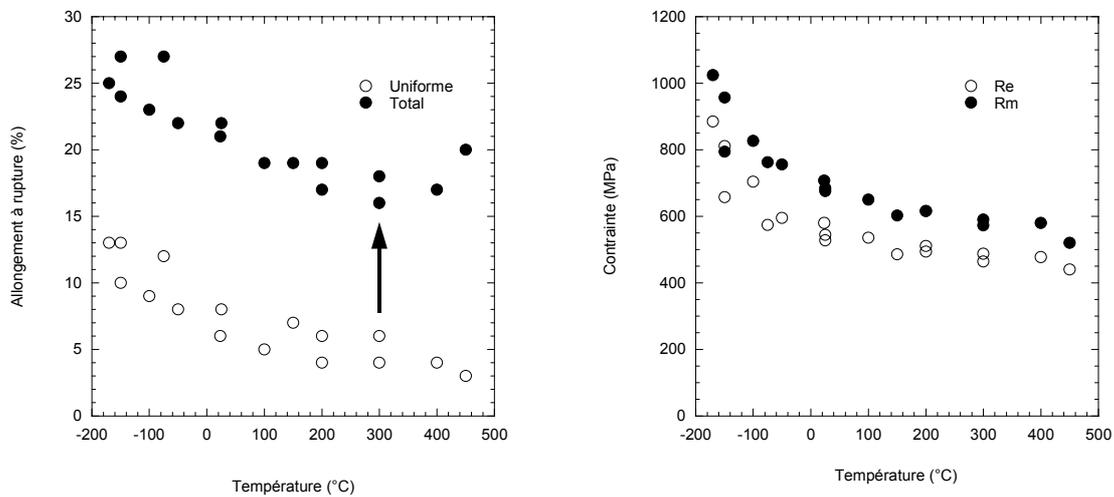


Figure 17 : Influence de la température sur les propriétés mécaniques de l'acier T91 [VAN DEN BOSCH 2005]

I.2.D.ii. Transition ductile fragile de l'acier T91

La structure cristallographique des aciers à 9%Cr étant cubique centrée, ils présentent une température de transition ductile fragile. La TTDF est assez faible pour le T91 (-54°C) mais peut être décalée en cas d'irradiation et/ou suite à une production d'He dans le milieu comme le montre la Figure 18.

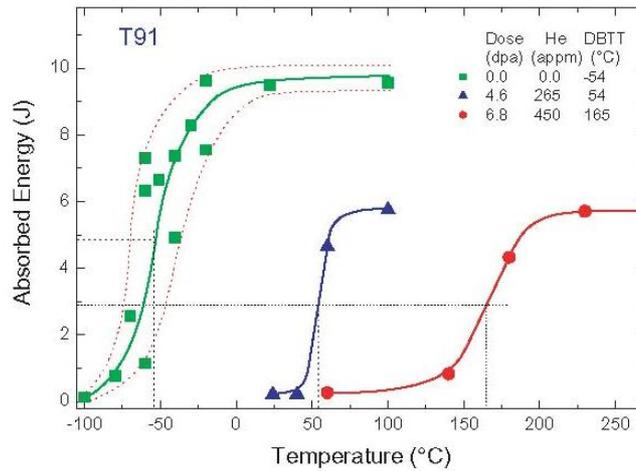


Figure 18 : Energie absorbée par l'acier T91 en fonction de la température lors d'essais Charpy [DAI 2005]

#### I.2.E. Corrosion de l'acier T91 dans le LBE

Des essais de corrosion dans le LBE ont été réalisés sur plusieurs types d'aciers inoxydables martensitiques. Selon les conditions expérimentales (température et teneur en oxygène du LBE, conditions statiques ou dynamiques, temps d'exposition, gradient thermique) le comportement de l'acier sera différent. On essaye ci-dessous de résumer brièvement l'effet des conditions expérimentales :

##### I.2.E.i. Teneur en oxygène du bain de métal liquide :

La teneur en oxygène dans le bain de métal liquide conditionne la réponse de l'acier :

- **Pour de faibles teneurs en oxygène, une dissolution par une attaque intergranulaire de l'acier intervient.** La vitesse de dissolution est fonction de la température ; à 300°C, elle est faible et la corrosion de l'acier n'est pas un obstacle majeur à son utilisation. Le Tableau 4 reprend quelques données bibliographiques sur le comportement en corrosion du T91 dans un bain de LBE en conditions réductrices.

Tableau 4 : Vitesse de corrosion d'un acier T91 dans un bain de LBE avec une teneur faible en oxygène

Référence	T (°C)	C <sub>O</sub> (wt%)	Temps d'exposition (h)	Condition	Vitesse de corrosion <sup>3</sup> (µm/h)
[AIELLO, AZZATI 2004]	400	$10^{-10} < C_O < 10^{-8}$	4500	Dynamique (Boucle LECOR)	$5 \cdot 10^{-3}$
[BALBAUD- CELERIER 2004]	400	$10^{-12}$	512	Dynamique (Boucle CICLAD)	$9,6 \cdot 10^{-3}$
[FAZIO 2003]	400	$10^{-10} < C_O < 10^{-8}$	1500	Dynamique (Boucle 1m/s)	$2,9 \cdot 10^{-3}$
[DELOFFRE 2004]	350	$10^{-14}$	3000	Statiques	$11 \cdot 10^{-6}$

- **Pour des teneurs importantes en oxygène il y a formation d'une couche d'oxydes.** Elle est composée d'une couche externe poreuse de magnétite Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> et d'une couche interne compacte de composition (Fe,Cr)<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. L'épaisseur de la couche varie avec la température. Le Tableau 5 reprend quelques données bibliographiques sur le comportement en corrosion du T91 dans un bain de LBE en conditions oxydantes.

<sup>3</sup> La vitesse de corrosion est souvent donnée en perte de masse par unité de surface et de temps. Ici nous avons converti en perte d'épaisseur par unité de temps en utilisant une densité de 8,2. Toutefois cette conversion n'a de sens que pour une corrosion généralisée homogène ce qui n'est pas forcément le cas ici...

Tableau 5 : Oxydation d'un acier T91 dans un bain de LBE avec une teneur en oxygène importante

Référence	T (°C)	C <sub>O</sub> (wt%)	Temps (h)	Conditions	Epaisseur Oxyde (µm)
[AIELLO, AZZATI 2004]	400	$10^{-5} < C_O < 10^{-6}$	3000	Boucle CHEOPE III	6
[BARBIER, BENAMATI 2001; BARBIER and RUSANOV 2001]	300	$10^{-6}$	3000	Boucle CU 1M (2m/s)	1
	470				17

L'influence de la teneur en oxygène a été également observée pour d'autres aciers. [FAZIO 2001] et [BENAMATI 2002] ont ainsi montré qu'après 5000h d'immersion à 300°C dans un bain stagnant de LBE saturé en oxygène l'acier martensitique Manet ne présentait pas de dissolution. **Il semble que la couche d'oxyde créée (1µm) joue un rôle de barrière contre la corrosion** (jusqu'à des températures de 550°C) et l'oxydation de l'acier inoxydable semble être un bon moyen de protection contre la corrosion. Des essais réalisés sur le F82H dans le LBE ont montré qu'une pré-oxydation avant immersion dans un milieu LBE pouvait même améliorer la tenue à la corrosion de l'acier [SOLER CRESPO 2001]

#### I.2.E.ii. Conditions hydrodynamiques

[BALBAUD-CELERIER 2004] a montré également une dissolution de l'acier T91 ( $C_O < 10^{-10}$ wt%, 400°C, 500h). Les auteurs soulignent également l'importance des conditions hydrodynamiques du bain de LBE sur la vitesse de corrosion du T91. Ainsi, la vitesse de corrosion du T91 en conditions statiques apparaît comme négligeable comparée à la vitesse de corrosion en conditions dynamiques.

### I.2.F. Propriétés mécaniques et effets d'environnement

Les propriétés mécaniques des matériaux peuvent être fortement altérées par l'environnement. Il convient d'évaluer les propriétés mécaniques du matériau dans des conditions se rapprochant des conditions de service mais également d'évaluer les conditions critiques qui pourraient conduire à un risque éventuel.

#### I.2.F.i. Vieillessement de l'acier

[DI GIANFRANCESCO 1992] a étudié l'effet d'un vieillissement sur les propriétés mécaniques de l'acier T91 à température ambiante. Pour des températures de vieillissement de 550°C et 600°C et pour des temps d'exposition allant jusqu'à 25000h, le vieillissement a peu d'effet sur la limite d'élasticité et sur l'allongement à rupture mais l'énergie à rupture est diminuée. [SWINDEMAN 2004] évoque quand à lui des travaux de A. Fleming et constate une diminution de la limite d'élasticité, de la charge à rupture et de la tenue au fluage après un vieillissement qu'il attribue à une structure en sous joints remplaçant celle en lattes, une densité de dislocations plus faible, une coalescence des précipités et une précipitation de phases de Laves.

#### I.2.F.ii. Traction dans le LBE

Les essais de traction menés sur les aciers à 9%Cr dans le milieu LBE sont nombreux et ont été effectués pour des conditions expérimentales variées. Les propriétés mécaniques de l'acier T91 (dans son état de traitement thermique standard) sont faiblement altérées par le milieu LBE et le matériau présente toujours un caractère ductile. Toutefois certains auteurs montrent qu'une modification du mode de rupture est possible lors d'essais dans le LBE. Ainsi [SCHMIDT 2001] évoque une perte de ductilité sur la périphérie des surfaces de rupture lorsque le système T91/LBE présente « un bon contact ». [GLASBRENNER 2002; GLASBRENNER 2003] évoque également l'importance de la mouillabilité du LBE sur l'acier Manet II. Ce système présente des signes de rupture fragile à 250°C ainsi que des pénétrations de LBE dans le volume du matériau. Ce type de fragilisation est connu sous le nom de **Fragilisation par les Métaux Liquides (FML)** que nous détaillerons par la suite.

L'acier T91 est généralement assez ductile pour permettre une relaxation des contraintes en avant du front de fissure et ainsi empêcher la rupture fragile du matériau. Néanmoins, [NICAISE, LEGRIS 2001; LEGRIS 2002] ont été les premiers à montrer la possibilité d'une FML

sur l'acier T91 lors d'essai de traction. En effet, une concentration de contrainte importante, due à une modification du traitement thermique standard (revenu à 500°C au lieu de 750°C) entraînant une perte de ductilité combinée à un effet d'entaille et à la présence de microfissures conduit à une diminution de ces propriétés mécaniques dans le LBE. Ces auteurs pensent que l'énergie de surface de l'acier T91 est diminuée en présence de LBE et que, combinée à la concentration de contrainte importante (due au traitement thermique, à l'entaille et aux microfissures), cela conduit à la rupture fragile du matériau à 260°C. Une augmentation de température permet de retrouver un caractère ductile notamment grâce à l'activité plastique accrue qui relaxe les contraintes en fond de fissures.

#### I.2.F.iii. Essais de flexion

[GLASBRENNER 2004] a testé des échantillons déformés en U dans le LBE à 300°C pendant 1000h en conditions oxydantes. Pour l'état métallurgique standard, aucune fissuration n'a été détectée. Certaines conditions combinées peuvent toutefois conduire à une fragilisation du matériau (acier T91 durci par un revenu à 500°C testé dans un milieu Pb-17Li ou Bi). [DELOFFRE 2004] a testé également des échantillons déformés en U dans le LBE statique en conditions réductrices pour des températures allant de 150°C à 600°C. Aucune fissuration n'a été observée après 3000h d'essai. Cela confirme que **la couche d'oxyde native du T91 est une barrière efficace contre l'interaction avec le LBE. Pour observer un effet fragilisant il faut rompre la couche d'oxyde afin de permettre le mouillage de l'acier par le métal liquide.** Toutefois, [GAMAOUN 2004] montre une importante présence de cavités et une relaxation de contrainte accélérée pour l'acier T91 sollicité en flexion 4 points pendant 30 jours dans un bain de plomb à 525°C. A l'air, aucune modification n'est observée et il montre également qu'un revêtement (alumine ou pré-oxydation) permet d'éviter la formation de cavités dans le LBE. On peut penser que les essais de [GAMAOUN 2004] permettent un contact entre le métal liquide et l'acier ce que ne permettent pas les essais de [DELOFFRE 2004; GLASBRENNER 2004].

#### I.2.F.iv. Effet d'une pré-corrosion<sup>4</sup> dans le LBE

Des essais sur des éprouvettes de T91 pré-corrodées en boucle dans un milieu LBE [FAZIO 2003; AIELLO, AGOSTINI 2004] (Boucle LECOR, conditions réductrices, 400°C) montrent une

---

<sup>4</sup> On entend ici par pré-corrosion une immersion dans des conditions réductrices (dissolution du matériau) et par une pré-oxydation une immersion dans des conditions oxydantes (oxydation du matériau)

diminution de la ductilité de l'acier à 400°C dans le LBE (on passe d'un coefficient de striction de 72% sur les échantillons testés à l'air avant pré-corrosion à un coefficient inférieur à 30% pour les échantillons pré-corrodés 4500h puis testés dans le LBE). Une perte de ductilité est observée là encore sur la partie périphérique des surfaces de rupture et, des pénétrations de LBE dans le volume sont également observées. Il semblerait que le bismuth soit un élément très fragilisant. La dégradation de l'état de surface en conditions réductrices conduit à une pénétration du LBE dans le volume ainsi qu'à une FML.

### I.2.G. Propriétés mécaniques et effets d'irradiation

Les dégâts causés par une irradiation et leurs effets sur le comportement mécanique de la fenêtre doivent être pris en compte. L'irradiation est connue pour dégrader les matériaux par des phénomènes tels que le durcissement, le gonflement (agglomération de lacunes), la fragilisation par irradiation (un matériau initialement ductile devenant fragile sous irradiation). Bien qu'intéressante, l'étude de l'irradiation nécessite des moyens importants qui n'ont pas été mis en œuvre dans cette étude<sup>5</sup>, mais nous évoquons ici les effets de l'irradiation sur les aciers martensitiques. La Figure 19 montre que la TTDF est plus basse pour des teneurs en Cr voisines de 9%.

---

<sup>5</sup> Le dommage causé par l'irradiation est bien entendu étudié mais indépendamment de notre étude dans le cadre du projet MEGAPIE-Test et du programme SPIRE du 5<sup>ème</sup> PCRD..

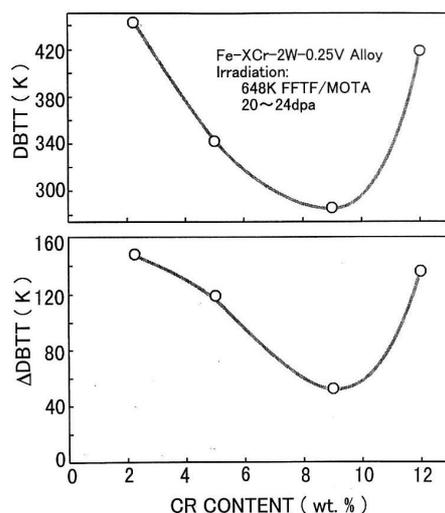


Figure 19 : Influence de la teneur en Cr sur la température de transition ductile fragile (DBTT) et sur son décalage engendré par l'irradiation [HISHINUMA 1998]

Par rapport aux austénitiques, les martensito-ferritiques présentent un gonflement sous irradiation<sup>6</sup> relativement faible. On peut souligner également le développement de nouvelles nuances telle le F82H, où les éléments d'alliage du T91, qui présentent des problèmes d'activité sous irradiation (Mo et Nb) sont remplacés par d'autres éléments (W et V) permettant de conserver les bonnes propriétés mécaniques mais sans poser de problème d'activité. De nombreuses études donnent les propriétés des différentes nuances sous irradiation [TAVASSOLI 1998; ZINKLE 1998; GORYNIN 2000; JITSUKAWA 2002; KLUEH 2002; TAVASSOLI 2002; HENRY 2003; SHIBA 2004; TAVASSOLI 2004]

[MALOY 2001; DAI 2003; FARRELL 2003] ont plus particulièrement étudié les dégâts produits par l'irradiation sur l'acier T91 observant une :

- Augmentation de la TTDF (cf §I.2.D.ii, Figure 18)
- Diminution de l'allongement à rupture et de l'allongement uniforme (Figure 20)
- Augmentation de la limite d'élasticité et de la charge à rupture (Figure 20)

<sup>6</sup> Pour des aciers inoxydables, on observe un phénomène de regroupement des lacunes sous forme de cavités. Leur présence se traduit par une diminution continue de la densité apparente du métal (gonflement)

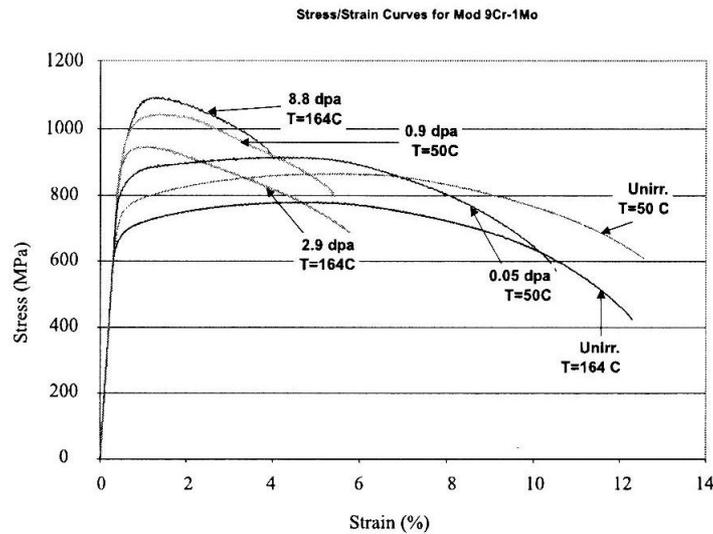


Figure 20 : Courbes contrainte-déformation pour des aciers 9Cr-1Mo modifiés après irradiation en environnement de spallation [MALOY 2001]

Dans le cas d'une réaction de spallation, des produits de spallation (H, He) sont créés dans la cible et sont susceptibles de diffuser dans la matrice de l'acier entraînant ainsi une dégradation des caractéristiques mécaniques (diminution de ductilité) [MANSUR 2003; DAI 2005]. Enfin de nombreux auteurs soulignent l'importance d'effectuer des essais de fatigue sous irradiation [HISHINUMA 1998; SHIBA 2004]. L'irradiation conduit à un durcissement de l'acier qui pourrait favoriser l'apparition d'un effet fragilisant.

### I.3. Conclusion sur la présentation de l'acier T91

L'acier T91 dans son état métallurgique standard présente un comportement ductile à 300°C. Sous certaines conditions, il peut voir ses propriétés mécaniques diminuées lorsqu'il est sollicité en présence de LBE. Cette diminution est le plus souvent faible mais peut se montrer importante pour des conditions d'essai particulières (Pré-immersion dans un bain de LBE en conditions réductrices, modification du traitement thermique ...). Il semble nécessaire d'obtenir un contact intime entre l'acier et le LBE pour induire l'apparition de la FML. La couche d'oxydes des aciers alliés au chrome constitue en général une barrière efficace contre la FML.

## **II. Fragilisation par les Métaux Liquides**

La Fragilisation par les Métaux Liquides (FML) se caractérise généralement par une **perte de ductilité d'un matériau** lorsqu'il est sollicité en présence de métal liquide. La FML est un cas de rupture assisté par l'environnement (tout comme la fragilisation par l'hydrogène ou la corrosion sous contrainte) dont les mécanismes ne sont pas clairement définis. D'excellentes synthèses bibliographiques existent et donnent une vue détaillée du phénomène [KAMDAR 1973; OLD 1980; STOLOFF 1982; FERNANDES 1997; JOSEPH 1999]

### II.1. Manifestation de la FML:

#### II.1.A. Perte de ductilité

La **perte de ductilité** provoquée par la FML se traduit lors d'un essai de traction par un allongement à rupture plus faible dans le milieu fragilisant par rapport à un milieu neutre. La Figure 21 représente des essais de traction réalisés sur un acier à 9%Cr à 400°C pour une vitesse de  $10^{-6} \text{ s}^{-1}$ . La diminution de l'allongement à rupture observée dans le sodium par rapport à l'argon est caractéristique d'une FML.

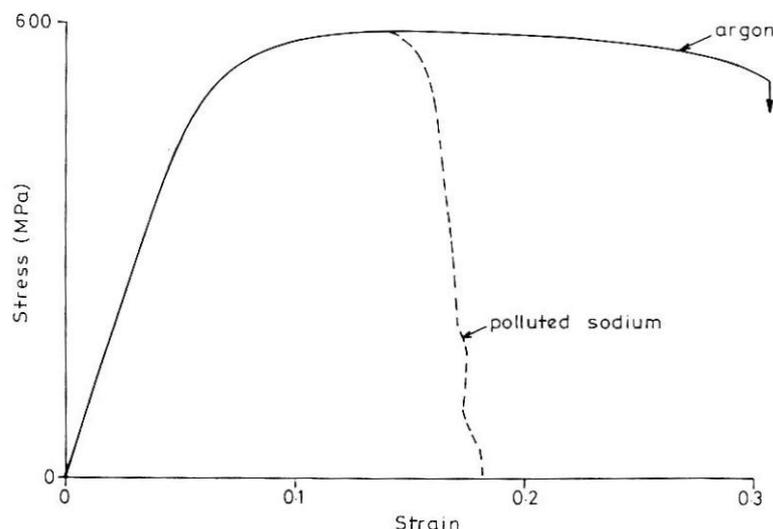


Figure 21 : Courbes contrainte-déformation d'un acier 9%Cr [SKELDON 1994]

La similitude des courbes dans les deux milieux jusqu'à la rupture prématurée dans le milieu métal liquide, semble indiquer que les **propriétés volumiques du matériau telles que le module d'Young, la limite d'élasticité et l'écroutissage du matériau sont inchangés**. De

nombreux auteurs ont reporté cette analogie pour les courbes contraintes-déformation entre les milieux fragilisant et neutre [ROBERTSON 1970; WESTWOOD 1979; OLD 1980; STOLOFF 1982; FERNANDES, CLEGG 1994].

La charge à rupture peut toutefois être considérablement modifiée, la rupture intervenant alors avant l'apparition d'une plasticité généralisée. La Figure 22 présente des courbes force-déplacement pour un acier T91 dans différents milieux fragilisants (LBE, Sn, Pb). **Seuls la force maximale et l'allongement à rupture sont ici modifiés.**

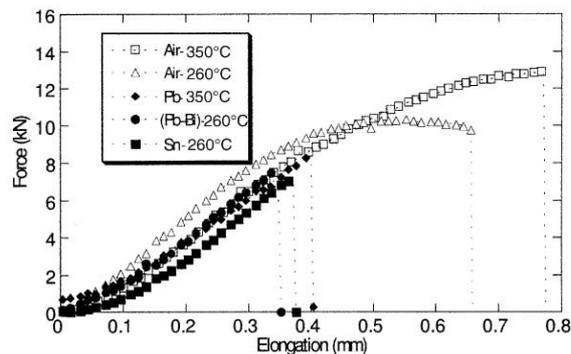


Figure 22 : Courbes force-déplacement pour un acier T91 dans différents milieux (revenu à 500°C et éprouvette entaillé) [LEGRIS 2002]

Néanmoins, on peut penser qu'un faible ratio surface/volume des échantillons testés (i.e. surface faible et volume important) masque la modification des propriétés plastiques du matériau sur les courbes contrainte-déformation. En effet, l'interaction métal solide/métal liquide ayant lieu uniquement en surface, les modifications induites par le métal liquide seront masquées par la plasticité qui se déroule dans le volume de l'échantillon et qui n'est pas affectée par le milieu. Afin de vérifier ces hypothèses une série d'essais avec des géométries d'éprouvettes différentes (et donc des ratios surface/volume différents) doit être effectuée.

### II.1.B. Vitesse de propagation

**Les vitesses de propagation lors d'une FML sont rapides**, elles peuvent atteindre quelques m/s [FERNANDES, CLEGG 1994; JOSEPH 1999]. [CLEGG 2003] souligne que, parfois, la propagation des fissures est si rapide que le métal n'arrive pas au fond de fissure. Dans ce cas l'étape de propagation n'est pas contrôlée par la présence de métal liquide en pointe de fissure. Kamdar différencie ainsi les matériaux où **la fragilisation est contrôlée par la phase d'amorçage de ceux où elle est contrôlée par la phase de propagation**. Pour les matériaux

où l'amorçage contrôle la fragilisation, l'apport en pointe de fissure de métal liquide est indispensable pendant l'amorçage mais ne l'est plus pendant la propagation dès lors que la fissure a atteint une taille critique. Ceci peut ainsi se produire pour les matériaux très durs qui peuvent être fragilisés sans métal liquide sous certaines conditions (ex : CC). Par contre pour les matériaux où la propagation contrôle la fragilisation, l'apport de métal en pointe de fissure est indispensable pour assurer l'avancée de la fissure. Une coupure de l'apport en métal liquide entraîne un émoussement du fond de fissure et l'arrêt de celle-ci (couple Cd/Ga [STOLOFF 1963]).

### II.1.C. Mode de fissuration :

La FML a souvent été réduite à un endommagement intergranulaire. Il s'avère pourtant que même si les joints de grains jouent un rôle important dans un grand nombre de couples métal solide / métal liquide, une fragilisation peut se manifester même sans joints de grains [NICHOLS 1961]. Ainsi [KAMDAR 1971] a montré la possibilité de FML sur des monocristaux.

**Selon les couples envisagés et les conditions expérimentales, tous les modes de fissuration ont été observés.** La liste ci-dessous donne des exemples de mode de rupture pour différents couples métal solide / métal liquide.

- Ductile  
[LYNCH 1988] sur de nombreux couples dont Al-Zn-Mg / Bi-Pb-Sn-In-Cd
- Transgranulaire  
[NAKAJIMA] sur le couple acier martensitique / Pb, [SKELDON 1994] sur le couple T91 / Na, [LEGRIS 2000] sur le couple Acier T91 / Pb, [FERNANDES 1997] sur le couple laiton / Ga
- Intergranulaire  
[NICHOLS 1960] sur le couple laiton / Hg, [PRICE 1986] sur le couple Monel (solution solide Cu/Ni) / Hg
- Mixte  
[REYNOLDS 1991] sur des essais de traction avec des couples alliages d'aluminium testés dans le mercure et dans un eutectique In-Cd-Bi-Sn-Pb

Le mode de fissuration ne dépend pas uniquement de la nature chimique des couples envisagés. [CLEGG 2003] étudie les différents modes de rupture d'un acier EM12 lors d'essais réalisés dans l'étain liquide. La Figure 23 présente ces modes de rupture obtenus en fonction

de la limite élastique du matériau et de la température d'essai. On distingue le type A de rupture ductile « cup and cone », et les types B, C, D synonymes d'une FML.

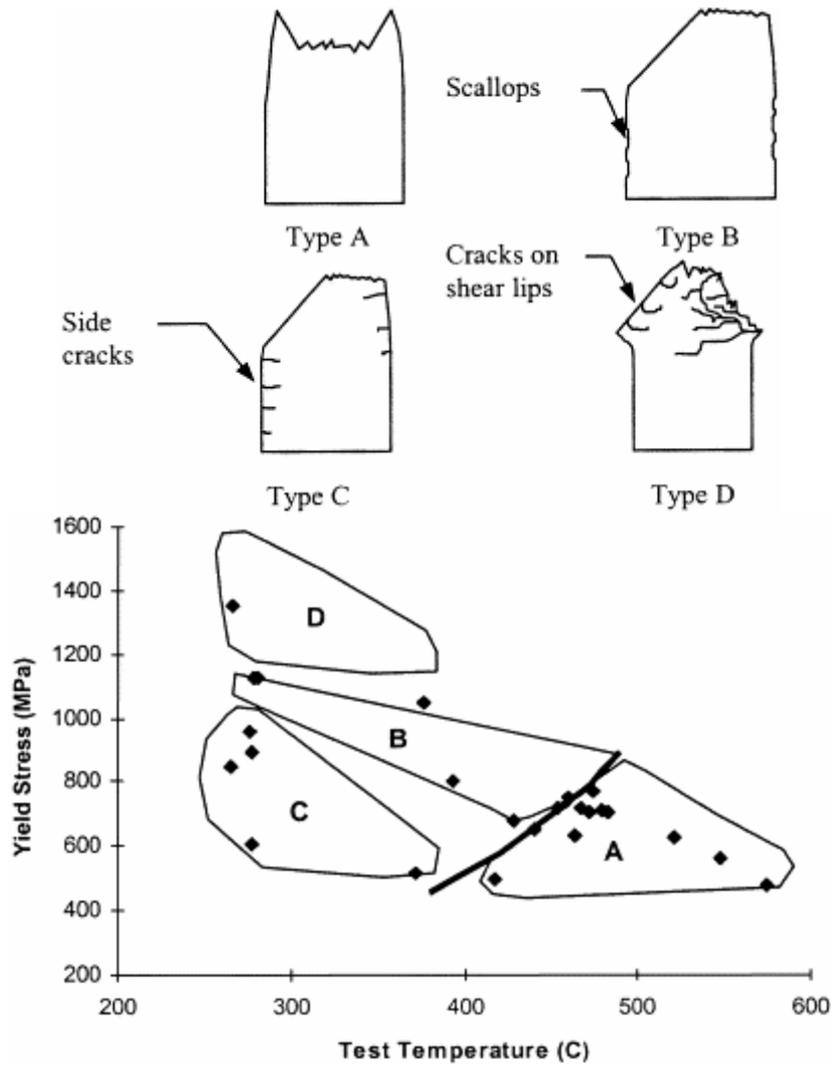


Figure 23 : Différents types de rupture selon la température d'essai et la limite élastique d'un acier EM12 dans l'étain liquide [CLEGG 2003]

## II.2. Conditions d'apparition de la FML

Certaines conditions semblent nécessaires pour observer la FML même si toutefois les mécanismes d'apparition de la FML sont encore mal connus :

### II.2.A. Contact intime ou mouillage du matériau solide par le métal liquide

**Si le métal solide est isolé du milieu extérieur, aucune fragilisation n'est possible.** Il faut cependant nuancer la nécessité de l'apport en fond de fissure. Comme nous l'avons évoqué précédemment il existe des couples où la FML joue essentiellement un rôle dans l'amorçage des fissures et d'autres où elle joue un rôle dans leur propagation. Ainsi [STOLOFF 1963] montre qu'une fissure entraînant une rupture fragile du cadmium s'arrête et s'é mousse s'il n'y a plus d'apport de Ga en tête de fissure ce qui montre le caractère indispensable du métal liquide en fond de fissure pour ce couple. [NICHOLAS 1979] indique aussi qu'une couche d'oxyde peut protéger la surface du contact avec le métal liquide. Selon [NICHOLS 1961] la couche d'oxyde naturelle des aciers inoxydables se révèle souvent être une barrière efficace contre les métaux liquides. [AUGER 2005] indique que le couple acier T91/Pb-Bi montre des signes de fragilité mais uniquement si l'acier ne présente pas de couche d'oxyde et qu'un contact intime entre le métal solide et le métal liquide intervient (ici le mouillage est favorisé grâce à un dépôt en phase vapeur de Pb-Bi sur la surface de l'acier T91 désoxydée par un bombardement ionique sous vide). Il remarque également que le mode de rupture redevient ductile dès que l'apport de Pb-Bi en tête de fissure est insuffisant. Toutefois d'autres auteurs pensent que l'apport n'est pas nécessaire durant la propagation pour tous les couples. L'amorçage d'une fissure dans le métal liquide peut conduire à l'obtention d'une fissure de taille critique qui se propagera indépendamment de l'apport du métal liquide. Cela se produit principalement pour des matériaux qui sont susceptibles de présenter une TTDF (Structure CC) sous certaines conditions de température, microstructure, vitesse de déformation. [NICHOLAS 1979], référence 28 de [OLD 1980] [KAMDAR 1973].

### II.2.B. Déformation plastique localisée qui engendre une concentration locale de contrainte

[STOLOFF 1982] indique que souvent c'est une **contrainte de traction** qui conduit à la fragilité mais évoque les travaux de Nikitin qui a montré une augmentation de la vitesse de fluage du cuivre à 350°C dans le bismuth sous une contrainte de compression. Il indique que

la fragilisation n'est possible **que si des obstacles** (joints de grains, sous joints, précipités, intersections de bandes de glissement, faute d'empilement importante dans les CFC) **gênent le mouvement des dislocations et conduisent à une concentration locale de contrainte**. Plus le franchissement d'obstacles est facile et plus faible sera la probabilité d'avoir de la FML. Kamdar évoque également le rôle de l'orientation des grains puisqu'ils influencent la fragilisation sur des monocristaux de Zn. On notera enfin, que comme les phénomènes de plasticité sont liés à la température du matériau, celle-ci aura une importance considérable sur l'apparition de la FML.

### II.2.C. Plage de température d'apparition de la FML

La FML se manifeste le plus souvent à partir de la température de fusion du métal liquide (parfois même en dessous) et disparaît au dessus d'une température de transition  $T_r$ <sup>7</sup>. Des analogies ont été faites avec le phénomène de transition ductile fragile de métaux à structure CC ou HC<sup>8</sup>. Un exemple de retour à la ductilité est donné Figure 24 où est représentée en fonction de la température, l'évolution de la perte de ductilité d'un acier EM12 dans milieu de Sn liquide par rapport à un milieu inerte (Argon). Un paramètre  $\alpha$  défini comme  $\alpha = 100 \frac{Ra_{Ar} - Ra_{Sn}}{Ra_{Ar}}$  (avec Ra=Réduction de l'aire de la surface utile de l'échantillon après rupture) caractérise l'intensité du phénomène. En dessous de 480°C, la perte de ductilité est importante (fragilisation avec 100% de perte de ductilité) tandis qu'au dessus on a un comportement identique à celui observé en milieu inerte (0% de perte de ductilité). On a une évolution similaire à ce qui est observé lors de la TDF avec l'introduction d'une T de retour à la ductilité après la FML (notée recovery temperature sur la Figure 24). Pour les essais réalisés à  $T > T_r$ , l'activité plastique accrue du matériau permet une rupture de type ductile.

---

<sup>7</sup> [Old 1980] souligne que la FML n'intervenant que dans une plage de température donnée, l'idée d'effectuer des essais à température plus élevée que prévue sous prétexte que les conditions corrosives seront plus sévères est dangereuse.

<sup>8</sup> Toutefois, au contraire de la TDF, la FML est fréquente pour des structures CFC

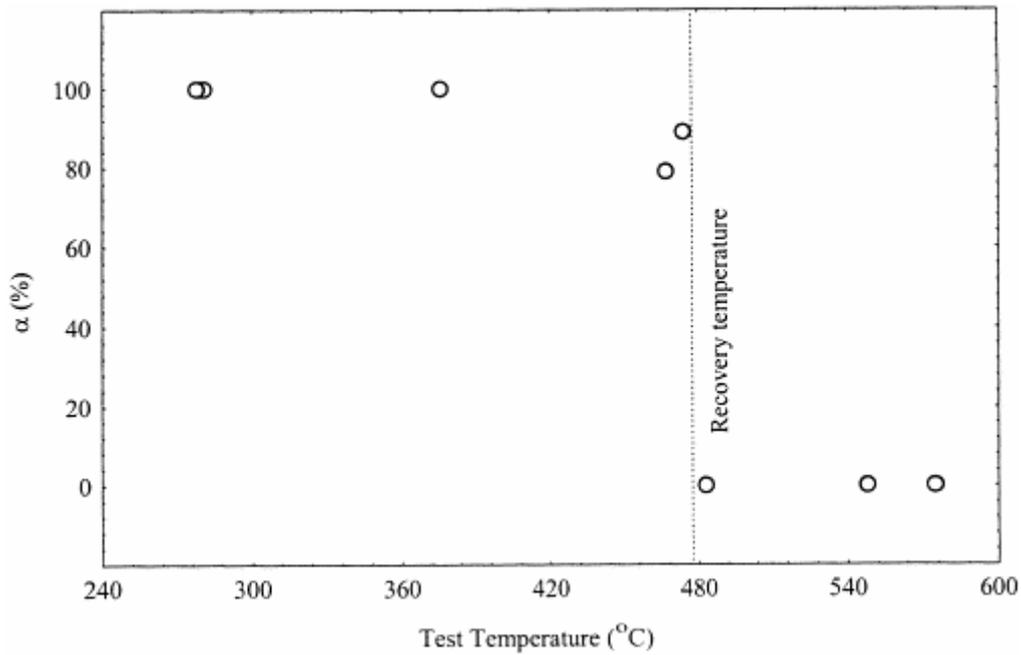


Figure 24 : acier EM12 (austénitisation 900°C 10 min trempe huile revenu 400°C 2h) / Sn  
[CLEGG 2003]

Les paramètres qui influencent de manière classique la TTDF (taille de grain, vitesse de déformation, microstructure) auront également une influence sur la FML. Toutefois, au contraire de la TFD, la FML se manifeste fréquemment par un **puits de ductilité** et n'apparaît **qu'à partir d'une température donnée** (le matériau pouvant présenter un comportement ductile en dessous de cette température). La sévérité de l'endommagement (profondeur du puits) ainsi que le domaine de fragilisation (largeur du puits) augmentent le plus souvent avec la vitesse de déformation comme le montre la Figure 25.

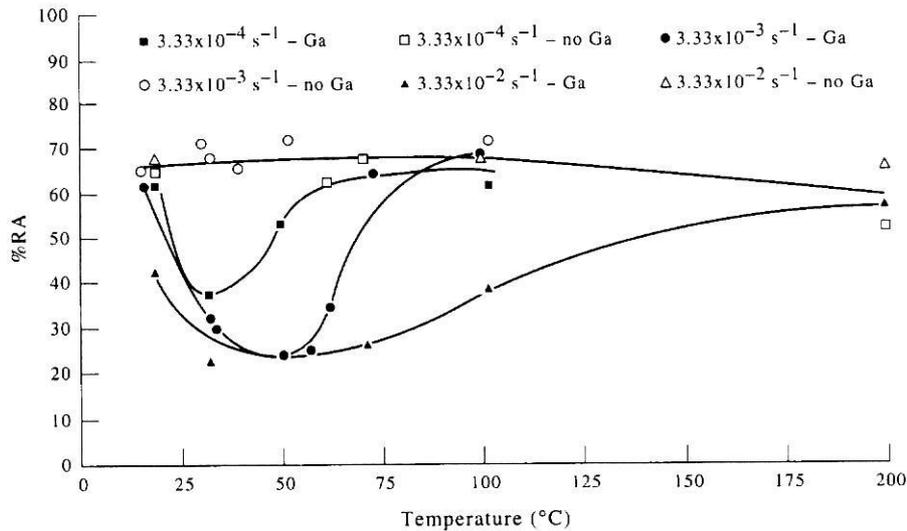


Figure 25 : Allongement à rupture en fonction de la température pour différentes vitesses de déformation pour un alliage de laiton à l'air et dans le Ga liquide [FERNANDES 1997]

La température de début de FML n'est pas clairement définie. Il semble qu'elle corresponde à la température de fusion du métal liquide pour certains couples alors que pour d'autres la FML n'apparaît que pour des  $T > T_{\text{fusion}}$ . Pour [GLASBRENNER 2003] une température faible ne permet pas la manifestation d'une FML sur le couple acier Manet II/LBE du fait que le LBE mouille mal l'acier [LESUEUR 2002]. Pour d'autres auteurs, l'augmentation de température permet surtout de favoriser la diffusion d'espèces fragilisantes en pointe de fissure (d'où l'effet de solubilité de l'atome fragilisant). Ainsi [HILDITCH 1995] et [SKELDON 1994] justifient la diminution de l'allongement avec la température par l'augmentation de la solubilité en impuretés non métalliques (O, H) couplée à l'activation thermique du mécanisme de FML (Figure 26).

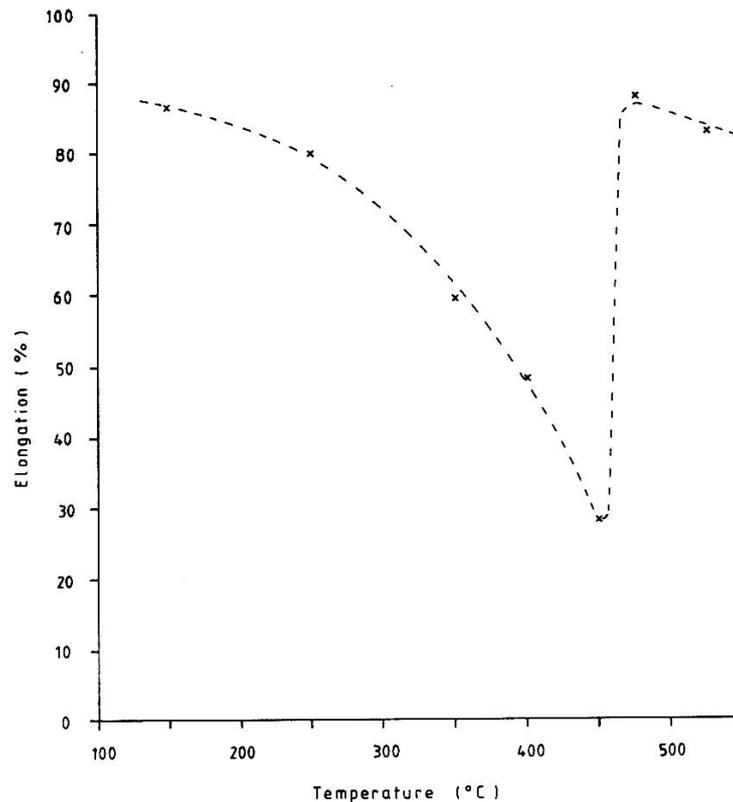


Figure 26 : Diminution de l'allongement du T91 dans le sodium  $10^{-6} s^{-1}$  (5 w/o NaOH)  
[SKELDON 1994]

D'autres paramètres entrent également en compte mais leurs effets ne sont pas clairement identifiés. Une **forte solubilité du métal solide dans le métal liquide** peut contribuer à l'émoussement de la pointe de fissure et empêcher l'obtention de la contrainte critique locale nécessaire à la fragilisation [STOLOFF 1982]. **La formation d'intermétallique** limite souvent l'apparition de la FML bien qu'il y ait des contre-exemples (Fe-Sn Figure 22)

### II.3. Paramètres internes influençant FML

De nombreux paramètres influencent la FML, on en donne ici une liste non exhaustive :

#### II.3.A. Composition du couple métal liquide / solide

Une classification de couples métal/liquide fragilisant existe mais elle est très discutable. En effet, la spécificité dépend **des conditions d'essai** et il semble réducteur d'attribuer la fragilisation éventuelle en ne tenant compte que des seuls couples métal solide / métal liquide. Un couple pourra en effet présenter un caractère fragile uniquement sous certaines conditions de température, vitesse de sollicitation... De plus, la modification même infime de la composition du couple métal solide / métal liquide peut modifier son comportement vis-à-vis

de la FML. Ainsi l'addition d'impuretés dans le métal liquide qui sert de « porteur » peut conduire à une fragilisation. La Figure 27 présente l'effet du milieu sur la fragilisation de l'aluminium. Un ajout même faible (quelques %) d'éléments d'additions dans le métal liquide peut conduire à une fragilisation.

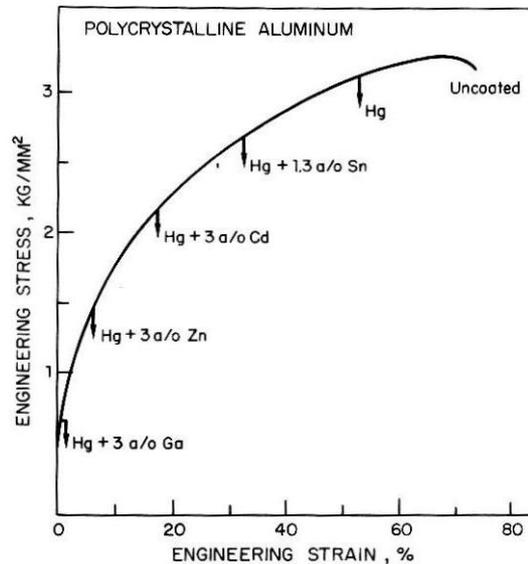


Figure 27 : Effet du milieu sur la fragilisation de l'aluminium [WESTWOOD 1979]

### II.3.B. Microstructure du métal solide

#### II.3.B.i. Structure cristallographique

Conformément à ce qui a été évoqué précédemment, les structures cristallographiques qui favorisent les concentrations de contraintes sont plus sensibles à la FML (les structures CC sont souvent plus sensibles que les CFC). Toutefois, même au sein d'une structure CFC une fragilisation peut intervenir si des obstacles s'opposent au mouvement des dislocations (macles, dislocations dissociées ...).

[FERNANDES 1997] étudie le comportement dans le gallium de deux alliages de laiton qui possèdent des structures cristallographiques différentes. Pour l'alliage de structure cristallographique CFC aucune fragilisation n'est décelée tandis que l'alliage de structure CC est fragilisé par le Ga liquide. L'auteur explique les différents comportements par les différents modes de glissement : planaire ou dévié. Dans le cas du CC le glissement est plutôt planaire ce qui conduit facilement à une concentration de contrainte locale favorisant la fissuration fragile sur la déformation plastique. Pour le CFC, le glissement est dévié, et la

concentration de contrainte est réduite puisque les dislocations peuvent plus facilement éviter les obstacles. L'activation du glissement dévié avec la température semble être pour ces auteurs un facteur important pour limiter la FML. L'interprétation de l'effet des conditions expérimentales sur le mouvement des dislocations permet dans bien des cas d'interpréter la FML.

[NICHOLS 1961] souligne que les joints de grains ne sont pas les seuls obstacles qui conduisent à la fragilisation puisque la rupture peut intervenir au centre de ceux-ci. La désorientation entre grains peut conduire ou non à une fragilisation. L'intersection des bandes de glissements peut conduire sous certaines conditions à une concentration de contrainte de la même manière que les joints de grains. La FML dépend donc de la nature cristallographique du solide mais aussi de la texture du matériau.

### II.3.B.ii. Eléments d'alliage :

Le durcissement par solution solide ainsi que la précipitation de carbures/nitrides sont souvent utilisés pour augmenter les caractéristiques mécaniques des aciers et notamment leur limite d'élasticité. La FML semble être plus importante pour les matériaux très durs où la limite d'élasticité est élevée provoquant ainsi des concentrations de contraintes locales importantes. (aciers martensitique (2,25Cr, 9Cr)/Na [HILDITCH 1995], acier EM12/Sn [CLEGG 2003], acier martensitique 10,7 CrMoVNbN/Pb à 623°K [NAKAJIMA])

### II.3.B.iii. Taille de grain

Généralement, il est montré que la fragilité est accentuée avec l'augmentation de la taille de grain. L'empilement de dislocations plus important dans les gros grains conduit sans doute à une concentration de contrainte locale importante qui couplée à l'effet du métal liquide conduit à la fragilisation. Ainsi [FERNANDES 1997] montre l'influence de la taille de grain sur le couple laiton CZ109/Ga (Figure 28). L'allongement à rupture diminue (et donc la fragilité augmente) avec une augmentation de la taille de grain. La température de retour à la ductilité est aussi fortement affectée. Un effet similaire d'augmentation de la température de retour à la ductilité se manifeste sur le couple laiton  $\alpha$ /Hg (Figure 29) et sur le couple Cd/Ga [STOLOFF 1963].

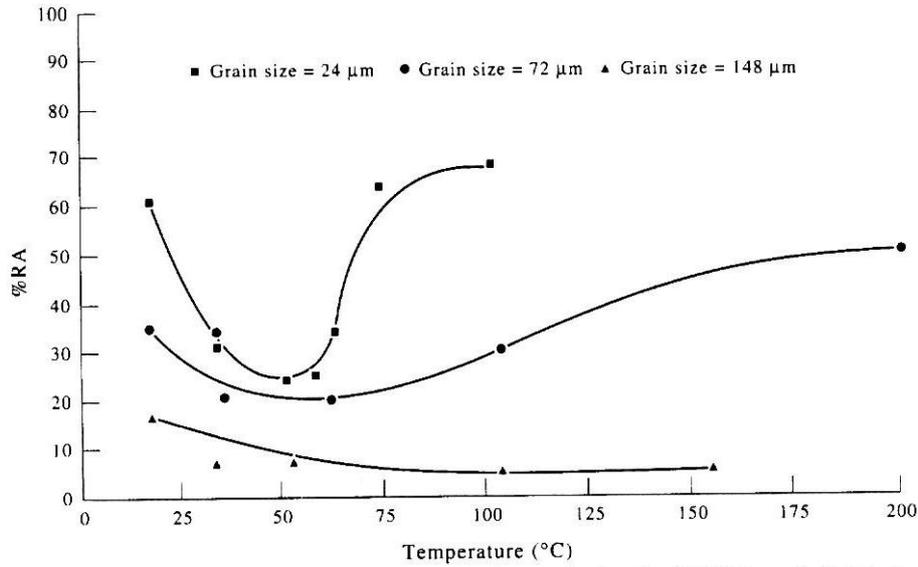


Figure 28 : Influence de la taille de grain sur l'allongement à rupture [FERNANDES 1997]

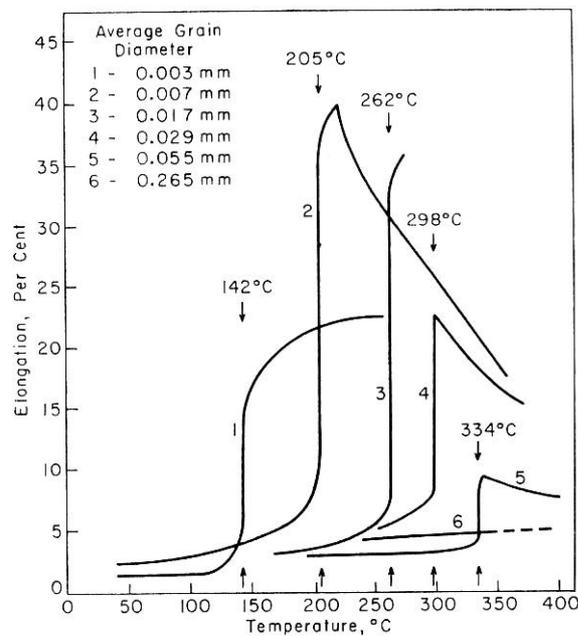


Figure 29 : Courbe de transition ductile fragile pour un alliage laiton 70/30 dans le mercure pour différentes tailles de grains [NICHOLS 1960]

[PRICE 1986] a étudié l'effet de la taille de grain sur la fragilisation du Monel 400 (une solution solide nickel-cuivre) par le mercure. Il observe deux régimes contrôlés par 2 stades différents :

- pour les petits grains (30 → 300 μm) l'amorçage de fissures dans le mercure est difficile c'est ce qui contrôle la fragilisation. On observe une dépendance similaire à

ce qui a été évoqué précédemment : plus la taille de grain augmente et plus la fragilisation augmente (l'allongement et la contrainte à rupture sont plus faibles)

- pour les gros grains (>300 $\mu\text{m}$ ) un émoussement important de la fissure intervient, la propagation étant plus difficile elle contrôle le mécanisme et on observe une dépendance inverse vis-à-vis de la taille de grain : Plus la taille de grain augmente et moins la fragilisation est accentuée (l'allongement et la contrainte à rupture sont plus importants)

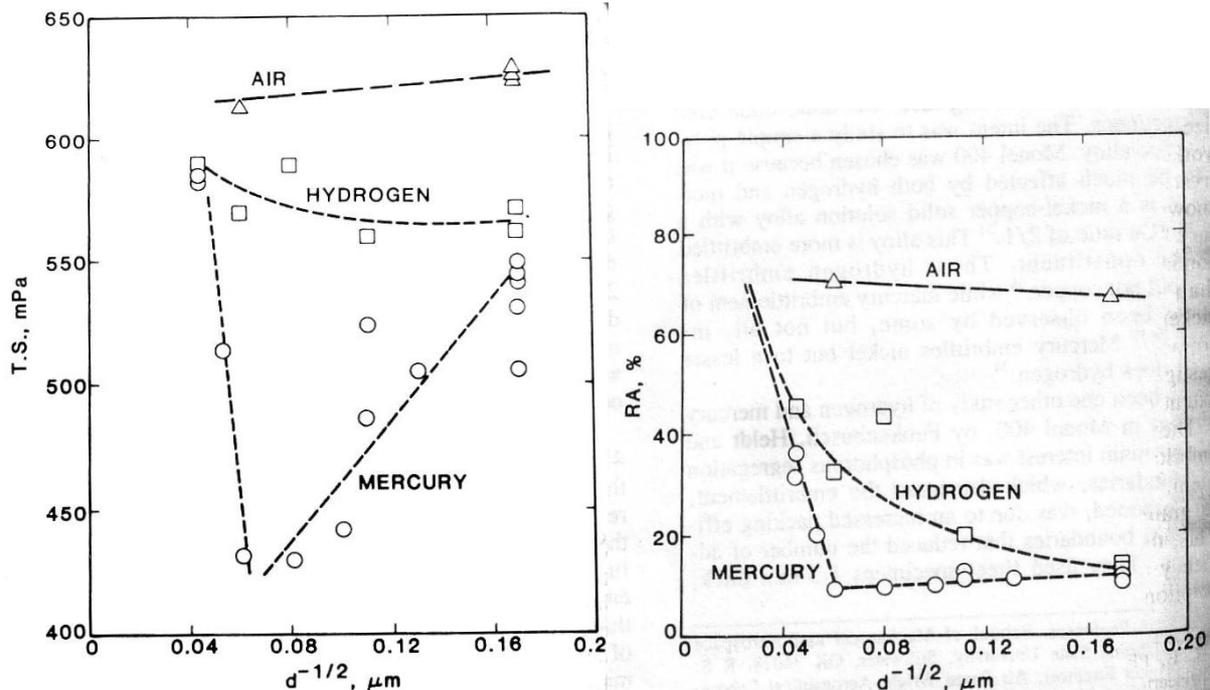


Figure 30 : Effet de la taille de grain sur l'allongement à rupture et la charge à rupture dans différents milieux pour un alliage Ni-Cu (Monel 400) [PRICE 1986]

Kamdar (d'après Gilman) différencie également deux régimes selon la taille de grain (Figure 31):

- **Un régime où la nucléation contrôle la fragilisation.** Les tailles de grains importantes conduisent à une concentration de contrainte importante contre le joint ce qui permet la nucléation et la propagation d'une fissure critique qui conduit rapidement à la rupture.
- **Un régime où la propagation contrôle la fragilisation** pour les tailles de grains faibles. L'empilement de dislocations ne conduit pas à une concentration de contrainte suffisante pour fragiliser le matériau. De nombreuses microfissures sont amorcées dans des grains favorablement orientés où l'on a dépassé localement la limite élastique.

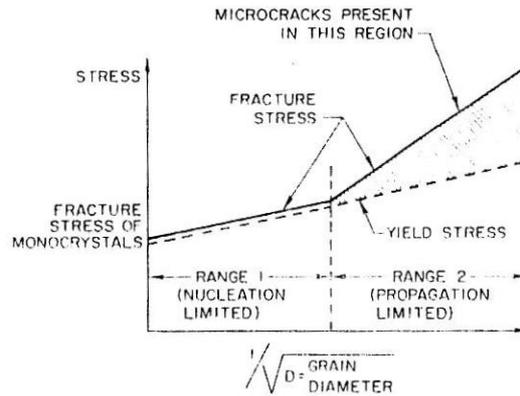


Figure 31 : Influence de la taille de grain sur l'amorçage et la propagation des fissures  
[KAMDAR 1973]

Cette séparation de Kamdar en deux régimes selon la taille de grain ne tient pas compte de l'émoussement possible de la fissure lors de sa propagation et ne doit être applicable que pour certains couples et/ou une certaine gamme de tailles de grains. Elle n'est par exemple pas applicable pour les tailles de grains importantes de la Figure 30.

## II.4. Facteurs extérieurs influençant la FML

### II.4.A. Vitesse de déformation

Selon de nombreux auteurs, une augmentation de la vitesse de sollicitation conduit généralement à une augmentation de la fragilité. En effet, les dislocations peuvent franchir plus facilement les obstacles à leur mouvement si la vitesse de sollicitation est lente ce qui permet ainsi d'éviter la fragilité. L'effet de la vitesse de déformation sur le couple laiton CZ109/Ga (Figure 25) confirme que la fragilité augmente avec la vitesse de déformation. L'évolution de l'allongement à rupture (donnée sous les points) d'un alliage de titane dans le cadmium liquide en fonction de la température et de la vitesse de déformation est représentée Figure 32. La ligne délimite les domaines de fragilité (sous la ligne) et de ductilité (au dessus de la ligne). Comme dans le cas de la TDF, une augmentation de la vitesse de déformation contribue à augmenter la température de retour à la ductilité. Plus la vitesse est importante, plus les dislocations ont des difficultés à accommoder la déformation et donc plus le matériau sera fragile.

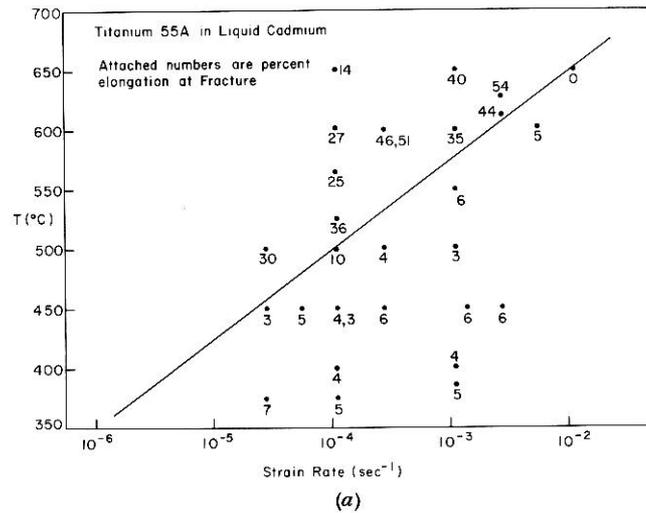


Figure 32 : Effet de la vitesse de déformation sur la TTDF d'un alliage de titane dans le cadmium liquide [ROBERTSON 1970]

Toutefois la diminution de la vitesse d'essai conduit à une augmentation du temps d'essai qui peut provoquer pour certains couples une pénétration intergranulaire favorisant la fragilisation. La Figure 33 montre une augmentation de la FML (diminution de la charge à rupture et la réduction d'aire) avec une diminution de la vitesse de déformation. [SKELDON 1994] montre également une augmentation de la susceptibilité de la FML avec une diminution de la vitesse de déformation sur le couple acier 9%Cr/Na qu'il attribue à une meilleure diffusion des éléments fragilisants (O, H) lors de l'augmentation de la température.

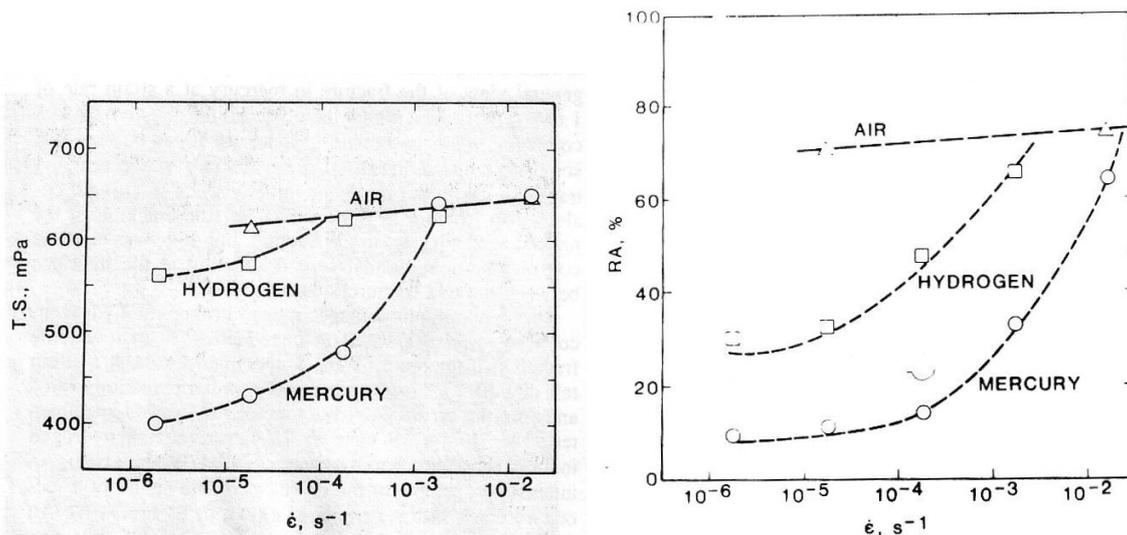


Figure 33 : Effet de la vitesse de déformation sur un alliage Ni-Cu (Monel 400) dans différents milieux [Price 1986]

#### II.4.B. Effet d'entaille

[FERNANDES 1997] montre qu'une entaille peut augmenter localement les contraintes jusqu'à un niveau où la fissuration fragile est favorisée par rapport à la déformation plastique. [NICAISE, LEGRIS 2001; LEGRIS 2002] montrent également l'importance de l'effet d'entaille sur la fragilisation du couple acier T91/Pb liquide

### II.5. Modèles

Une description sommaire des principaux modèles est réalisée ici. Il existe deux grandes familles de modèles selon qu'ils fassent intervenir ou pas une diffusion du métal liquide dans le métal solide. Nous n'évoquerons ici que les modèles qui semblent pertinents pour l'étude.

#### II.5.A. Modèle sans diffusion.

De nombreuses ruptures attribuées aux métaux liquides interviennent après des temps d'exposition très courts ce qui laisse à penser qu'il faut exclure, du moins dans certains cas, les mécanismes diffusionnels des interprétations.

##### II.5.A.i. Rehbinder :

Rehbinder a été le premier à introduire l'idée que l'adsorption d'atome sur une surface peut en réduire son énergie et conduire à une déformation plastique facilitée, un écrouissage rapide, et une formation de fissure plus rapide. Toutefois l'imprécision du mécanisme proposé ne permet pas d'expliquer clairement la FML et de plus ayant uniquement un caractère thermodynamique il ne donne aucune information sur la cinétique du phénomène.

Cette diminution conduit à une diminution de la contrainte  $\sigma$  nécessaire pour aboutir à une rupture fragile calculée par Griffith :  $\sigma_a = \sqrt{\frac{2E\gamma}{\pi a}}$  où E est le module d'Young, a la longueur de fissure,  $\gamma$  l'énergie de surface.

Les principales limitations sont que le modèle ne tient pas compte de la plasticité en tête de fissure et ne donne pas d'indication sur les mécanismes à l'échelle atomique.

##### II.5.A.ii. Rupture fragile: Stoloff, Johnson, Westwood and Kamdar

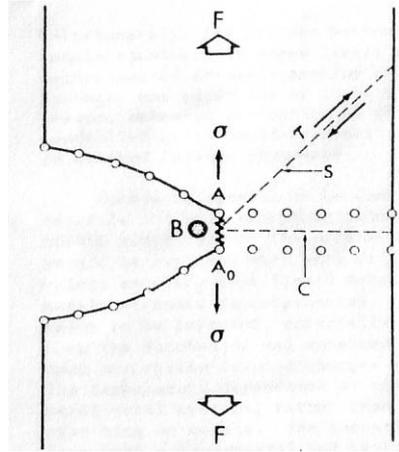


Figure 34 : Stoloff et Johnson [STOLOFF 1963] et Westwood and Kamdar dans des travaux séparés

Ce modèle est une extension à l'échelle atomique du modèle Rehbinder mais avec l'introduction d'une composante plastique. Il repose sur la fragilisation des liaisons interatomiques. L'adsorption d'un atome de métal liquide B en pointe de fissure engendre un réarrangement électronique qui conduit à une réduction des forces de cohésion des liaisons interatomiques. Les conditions qui permettent l'adsorption ne sont pas clairement définies. Il semble qu'il faut que la liaison A-A<sub>0</sub> soit déformée au delà d'une distance critique pour que l'adsorption ait lieu (la chimisorption doit également avoir lieu spontanément pour que le mécanisme fonctionne). La plasticité entraîne une modification du rayon de courbure de la fissure  $\rho$ . Le travail associé à la rupture est alors proportionnel à  $\gamma\rho/a_0$  où  $a_0$  est le rayon de courbure d'une fissure élastique et  $\gamma$  est l'énergie de surface. Chaque facteur qui engendre un émoussement de la fissure contribue à augmenter  $\rho$  et donc l'énergie absorbée cela pouvant conduire à l'arrêt de la fissure. Pour le milieu fragilisant on introduit un facteur environnemental  $\eta$  qui conduit à une énergie de rupture proportionnelle à  $\eta\gamma\rho/a_0$ <sup>9</sup>.

Les auteurs pensent donc que l'adsorption diminue la contrainte de cohésion  $\sigma_0$  mais également la contrainte critique locale  $\tau_c^l$  entraînant le déplacement des dislocations. Toutefois, cette diminution ne doit avoir que peu d'effets sur la contrainte de cisaillement macroscopique  $\tau_0$  ( $\tau_0 = \max_{x \in V_{\text{volume}}} \{\tau_c^l(x)\}$ ) qui entraîne la déformation plastique macroscopique (limite d'élasticité) à cause des effets d'écran présent dans le matériau. Enfin, selon la nature

<sup>9</sup> Contrairement à d'autres modèles, celui-ci multiplie (au lieu d'ajouter) la composante plastique à celle élastique.

du couple métal solide/liquide, l'atome étranger peut former un composé intermétallique ou diffuser dans le métal pour former une solution solide ce qui limite la fragilisation.

### II.5.A.iii. Rupture ductile: modèle de Lynch

Lynch pense au contraire que la contrainte de cisaillement  $\tau_0$  est modifiée par l'adsorption d'un atome en pointe de fissure facilitant ainsi l'émission de dislocations. L'influence de l'adsorption n'étant que de quelques distances interatomiques, seule la nucléation des dislocations en pointe de fissure ainsi que le mouvement des dislocations vis qui coupe la pointe de fissure sera modifiée [LYNCH 1988]. En milieu inerte, de nombreuses sources de dislocations sont activées en avant du front de la fissure pour des contraintes inférieures à ce qui est requis pour créer des dislocations en pointe de fissure. Peu de dislocations sont formées exactement en pointe de fissure et contribuent à l'avancée de celle-ci. La majorité des dislocations engendre l'ouverture de la fissure (émoussement) et participent uniquement à la déformation générale autour de la fissure. L'émission localisée de ces dislocations en tête de fissure dans le milieu fragilisant contribue fortement à l'avancée de fissure tandis que l'activité des dislocations dans un milieu inerte contribue surtout à l'émoussement de la fissure. L'activité des dislocations en avant du front de fissure permet également la création de cavités autour des particules de seconde phase. La coalescence de ces cavités et de la fissure émoussée permet l'avancée de la fissure.

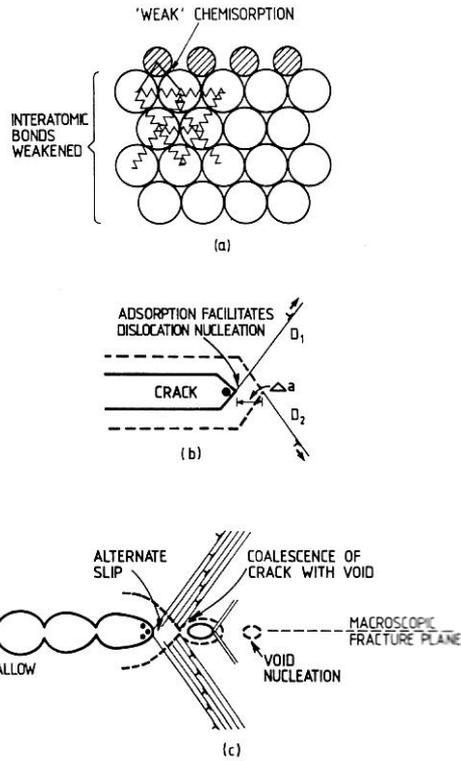


Figure 35 : Avancée de fissure dans un métal liquide [LYNCH 1988]

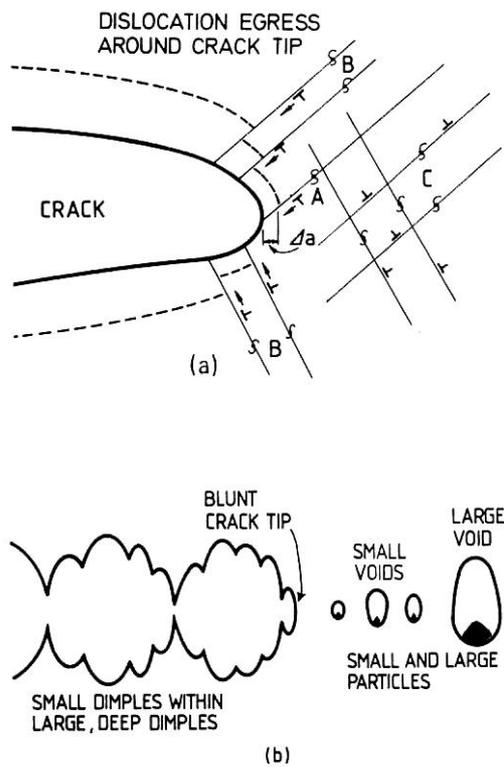


Figure 36 : Avancée de fissure dans un environnement inerte [LYNCH 1988]

II.5.B. Modèles avec diffusion

II.5.B.i. Diffusion dissolution : Robertson Glikman

Ces auteurs affirment qu'une dissolution du métal solide intervient à la pointe de fissure sous l'effet de la contrainte et contribue à l'avancée de fissure. Ce mécanisme étant thermiquement activé, la fragilité devrait augmenter avec la température puisque la solubilité augmente or on remarque le plus souvent que la fragilité diminue avec la température contredisant ce mécanisme [ROBERTSON 1970]

II.5.B.ii. Diffusion aux joints de grains : Gordon

Le modèle repose sur la pénétration des atomes fragilisants le long des joints de grains. Il comporte 4 phases : l'incubation qui contrôle le mécanisme, l'adsorption de l'atome fragilisant, la dissolution, puis la diffusion de l'atome dans le matériau qui est facilitée par la contrainte et/ou les dislocations. La diffusion se fait aux joints de grains, aux sous joints ou aux arrangements de dislocations. Les atomes fragilisants limitent alors le glissement et entraînent la fragilisation. La période incubation, même si celle-ci est courte, peut expliquer les ruptures retardées [GORDON 1982].

II.5.C. Lien entre la FML et les fragilisations par l'hydrogène et sous contrainte

Comme pour la FML, différents types de modèles existent pour expliquer les fragilisations par l'hydrogène et sous contrainte. Des questions se posent toujours pour savoir si elle est due à un mécanisme surfacique (nécessitant l'adsorption) ou volumique (nécessitant la diffusion). [PRICE 1986] a étudié les effets de l'hydrogène et du mercure sur une solution solide cuivre-nickel. Les deux milieux la fragilisent mais il semble que l'hydrogène facilite la nucléation des fissures tandis que le mercure favorise plutôt leur propagation.

La fragilisation par l'hydrogène semble favoriser la plasticité en tête de fissure et les mécanismes semblent être similaires à la FML selon certains auteurs. Ainsi [LYNCH 1988] pense que l'adsorption est le mécanisme responsable de ces différents types de fragilisations.

## II.6. Conclusion

La FML est encore mal connue, la complexité de ce phénomène réside dans le fait qu'une infime modification des conditions expérimentales peut permettre ou non son apparition. Il semble néanmoins nécessaire que plusieurs conditions soient réunies pour obtenir une FML :

- Concentration locale de contrainte (accentuée par la température d'essai, la microstructure du matériau, la vitesse de déformation, la géométrie de la fissure...)
- Contact direct entre le métal solide et le métal liquide
- Métal liquide fragilisant

La nature chimique du couple métal solide/métal liquide est ainsi déterminante dans l'apparition de la FML mais elle n'est pas une condition suffisante. Il faut généralement une combinaison particulière de propriétés mécaniques du matériau et de conditions expérimentales pour générer l'apparition d'une FML.

### III. La fatigue : généralités

#### III.1. Définition

On entend par fatigue, ou endommagement par fatigue, la modification des propriétés des matériaux consécutive à l'application de cycles d'efforts, cycles dont la répétition peut conduire à la rupture de la pièce. Le danger, bien particulier à la fatigue, est que la rupture peut se produire brutalement pour des contraintes inférieures à la limite d'élasticité macroscopique de la pièce et sans modification apparente de son aspect extérieur.

Lors d'un endommagement par fatigue, il est important de distinguer **l'amorçage** des fissures de leur **propagation**. Ces deux stades de l'endommagement interviennent à des degrés divers dans les structures. On peut schématiser, comme l'a fait Coffin, ces stades d'endommagement sur un composant. L'amorçage se fera préférentiellement aux endroits où l'on trouve des concentrations de contraintes importantes ce qui entraînera une plasticité généralisée de la zone. La propagation se fera dans une zone de dimension plus grande avec une plasticité réduite dans une zone présentant un état de contrainte globalement élastique. Pour étudier ces deux stades de l'endommagement, deux types d'essais distincts existent : les essais de fatigue amorçage et les essais de fatigue propagation.

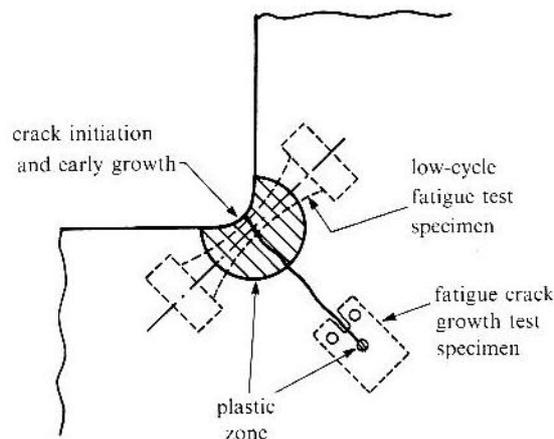


Figure 37 : Diagramme schématisant les différentes étapes de la fatigue d'un composant et les approches pour estimer les durées de vie en fatigue [SURECH 1991] d'après Coffin

La caractérisation de l'endommagement par fatigue dépend également de l'échelle d'observation. Ainsi l'amorçage d'une fissure aura une signification différente pour un

ingénieur qui contrôle les composants en service et pour un scientifique qui étudie les matériaux à une échelle plus fine. On peut distinguer des fissures :

- **Microstructurellement courtes** lorsque la taille des fissures avoisine la taille de grain.
- **Mécaniquement courtes** lorsque leur taille est proche de la dimension de la zone plastique.
- **Physiquement courtes** qui ont une taille de quelques dixièmes de millimètre.
- **Macroscopique** dont la taille est de quelques millimètres.

### III.2. Différentes étapes de l'endommagement

#### III.2.A. Amorçage

L'amorçage des fissures de fatigue résulte d'une concentration locale de contraintes en surface. Les origines de cette concentration peuvent être multiples. On peut citer entre autres l'état de surface initial de la pièce (rugosité, défauts d'usinage...) qui joue un rôle prépondérant lors de l'amorçage des fissures, les hétérogénéités métallurgiques du matériau (inclusions ...), des dégâts engendrés par l'environnement (piqûres...) Pourtant, même en soignant l'état de surface initial, on ne s'affranchit pas de l'endommagement en fatigue. Des modifications de l'état de surface due à la localisation de la déformation plastique vont en effet intervenir lors de la sollicitation cyclique.

La localisation de la déformation se manifeste en :

- Volume

Les dislocations vont permettre d'accommoder la déformation cyclique. Selon le matériau et selon le degré des sollicitations, elles vont très rapidement prendre des configurations qui vont « minimiser » l'énergie du système. On peut citer notamment les murs dipolaires, les bandes persistantes de glissement... (Figure 38).

## LES STRUCTURES DE DISLOCATIONS (Matériau à glissement dévié)

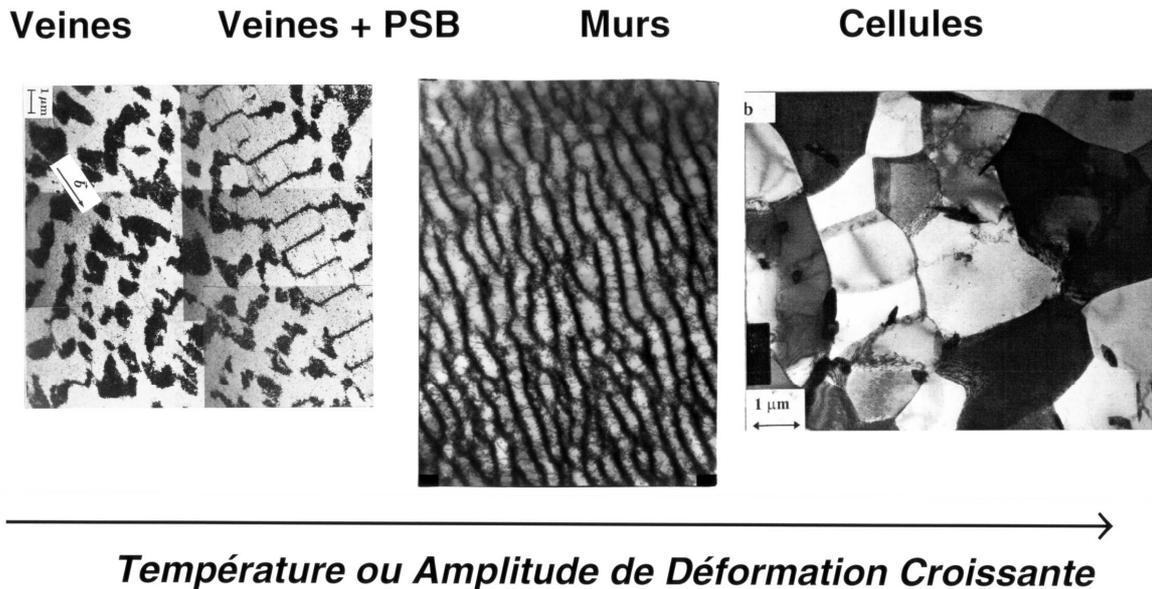


Figure 38 : Différents types de structures de dislocations pour des matériaux recuits [VOGT 2000]

- Surface

Ces lignes de glissement, témoins de la déformation plastique du matériau, vont plus ou moins rapidement se localiser en quelques régions pour former des bandes de glissements qui rencontrent la surface du matériau. Ces bandes de glissements peuvent être éliminées au début de l'endommagement (polissage électrolytique par exemple) et on augmente ainsi la durée de vie du composant. Mais à partir d'un certain degré d'endommagement par fatigue, ces bandes deviennent persistantes (**PSB : Persistent Slip Bands**). On ne peut plus les éliminer, le matériau a subi un dommage irréversible. Lors de l'émergence des PSB en surface, des extrusions et des intrusions sont alors formées et produisent une rugosité de surface (Figure 39). La formation de défauts ponctuels lors de l'annihilation des dislocations, la création de fautes d'empilements, la plus faible mobilité des composantes coins des dislocations jouent également un grand rôle dans la création des PSB. Une rugosité générée par les PSB va engendrer une concentration locale de contrainte qui permettra l'amorçage de microfissures (Figure 40).

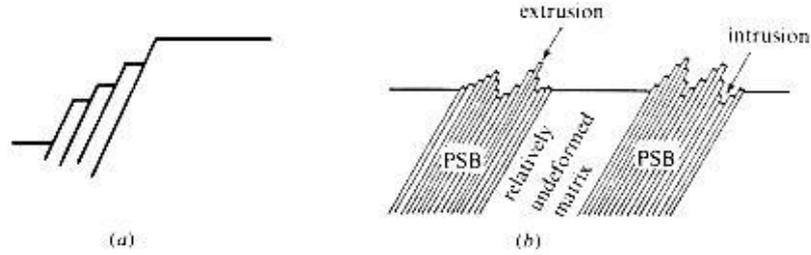


Figure 39 : Modification de la surface due à des déformations monotones (a) et cycliques (b)  
[SURECH 1991]

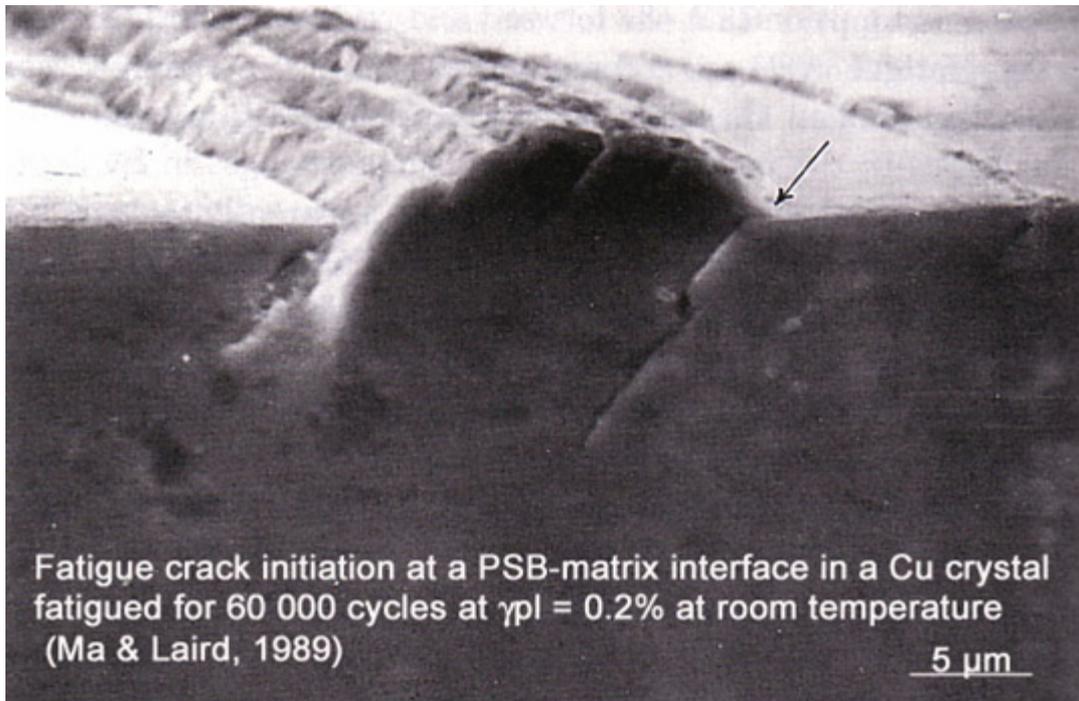


Figure 40 : Amorçage de fissures aux PSB

### III.2.B. Propagation

La propagation des fissures peut être décomposée en trois stades. La Figure 41 est une représentation schématique de ces stades sur une section d'une éprouvette.

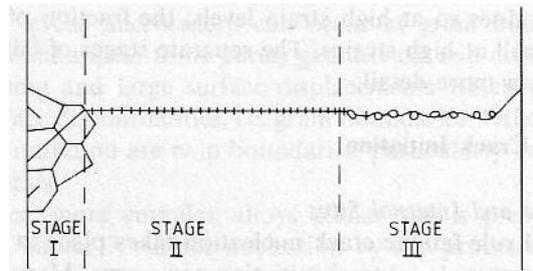


Figure 41 : Propagation schématique d'une fissure à travers un échantillon [WAREING 1983]

### Stade I

Le glissement des dislocations est entraîné par la contrainte de cisson. Lors d'essais uni axiaux, les plans orientés à  $45^\circ$  de l'axe de sollicitation sont les plans de cission maximale. Les grains orientés favorablement (dont le facteur de Schmid est proche de 0,5) peuvent donner lieu à des PSB et les microfissures s'amorceront plus facilement dans ces grains. C'est le stade I de la fissuration. La propagation de ces fissures courtes se fait de manière lente et selon certains plans cristallographiques. Les fissures seront ensuite arrêtées au niveau des interfaces qui délimitent les différentes orientations cristallographiques du matériau (joints de grains ...). On parle alors de barrières microstructurales dont l'importance est soulignée par de nombreux auteurs [STOLARZ 1997]. Elles sont la plupart du temps efficaces puisque beaucoup de fissures amorcées ne dépasseront jamais ce stade. La texture du matériau conditionne l'avancée des fissures, et la propagation dans les grains suivants ne pourra se faire qu'après le franchissement de ces obstacles. Une accumulation des dommages causés par l'endommagement par fatigue permet ensuite leur extension aux grains voisins. La fissure change ensuite de direction lorsqu'elle atteint une taille de 2-3 tailles de grains c'est le Stade II de la fissuration

### Stade II

Lorsque les fissures se sont propagées d'une distance qui dépend surtout de la dimension des grains, elles changent de direction pour suivre le plan de contrainte maximale (Stade II) qui est le plan normal à l'axe de sollicitation dans un essai uni axial. On explique ce changement de direction par un changement de régime des contraintes. En effet le rapport des contraintes de cisaillement par rapport aux contraintes normales diminue de la périphérie vers le centre ce qui entraîne un changement de direction de la fissure. Seul un petit nombre de fissures atteignent ce stade II de propagation. En effet, dès qu'une fissure se propage, elle provoque un effet

de décharge (diminution de la concentration de contraintes) qui ralentit la progression des autres fissures existantes. La fissuration dans ce stade II est le plus souvent transcristalline. On soulignera aussi que c'est dans ce stade II que l'on peut observer les stries souvent caractéristiques de la fatigue.

### Stade III

Une fissure va ensuite devenir prépondérante et se propager rapidement en volume à travers le matériau. Elle croît jusqu'à que la contrainte appliquée dépasse la contrainte admise par le matériau ce qui entraîne la rupture monotone : c'est le stade III.

#### III.2.C. Contribution des phases d'amorçage et de propagation dans l'endommagement par fatigue

Selon le niveau de sollicitation, l'amorçage et la propagation représenteront des proportions différentes de la durée de vie du matériau. Pour des niveaux de contraintes ou de déformations élevés, l'amorçage n'occupera qu'une faible proportion de la durée de vie du matériau alors que pour des sollicitations faibles l'amorçage occupera la majeure partie de l'endommagement. La Figure 42 présente le nombre de cycles nécessaires aux différentes phases d'amorçage et de propagation ([RABBE 1980; SURECH 1991]) et la proportion relative du nombre de cycles d'amorçage par rapport au nombre de cycles à rupture [Pineau 1980].

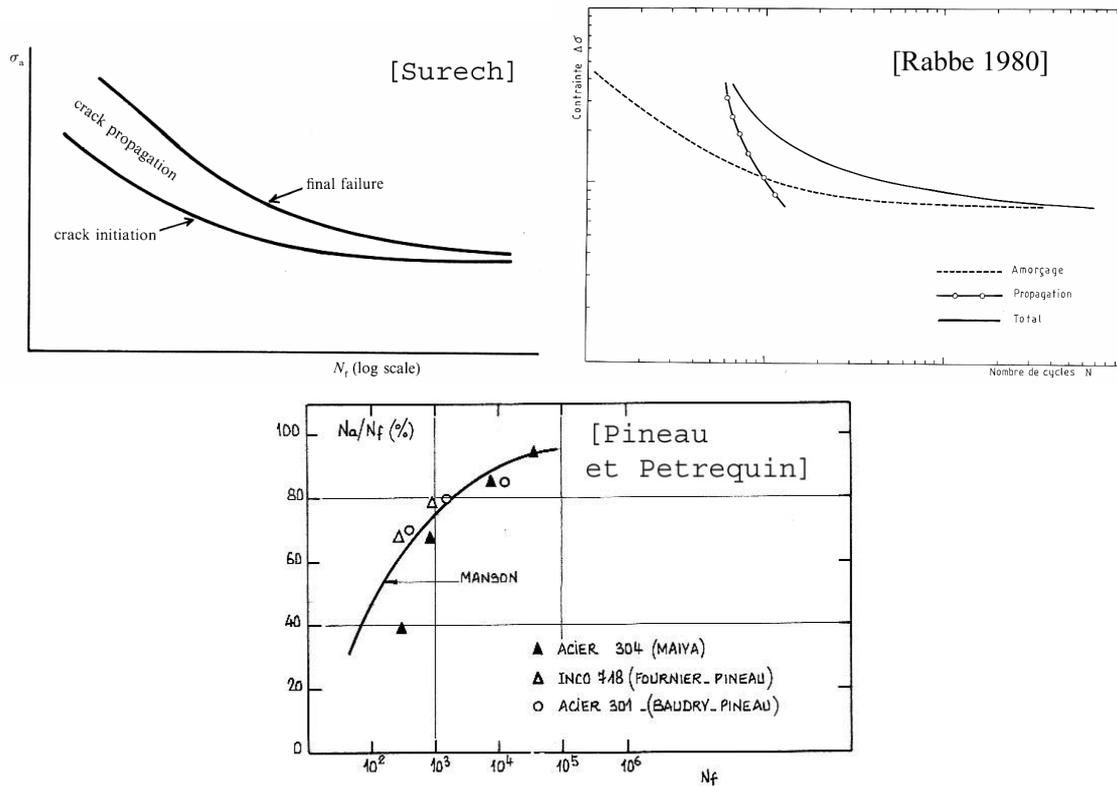
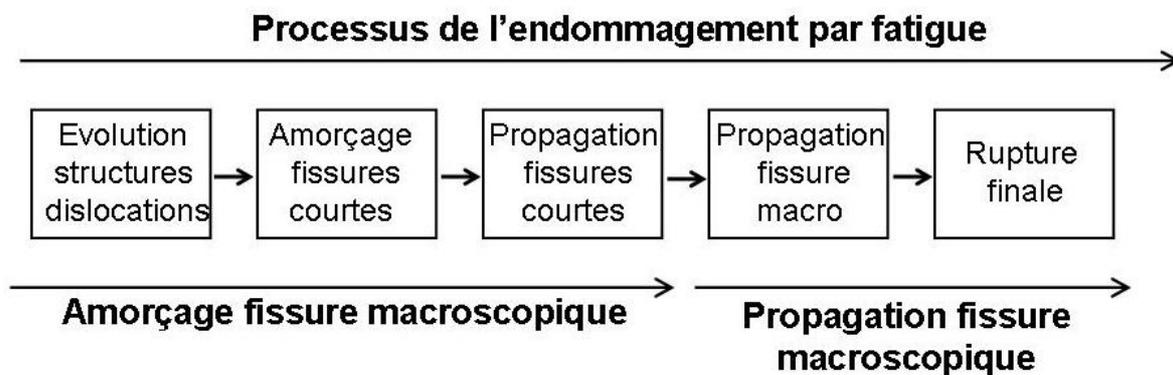


Figure 42 : Contribution de l'amorçage et de la propagation dans l'endommagement par fatigue

On peut schématiquement résumer le processus de fatigue comme ci-dessous :



### III.3. Caractérisations des différentes étapes de l'endommagement

Il existe deux types d'essais pour caractériser soit l'amorçage, soit la propagation. La première grande classe d'essais, qui permet d'étudier l'amorçage, s'effectue sur des éprouvettes lisses (c'est à dire non pré-fissurées). La propagation est étudiée, au contraire, sur des éprouvettes entaillées, pré-fissurées et ne contenant qu'une fissure unique.

III.3.A. Essai de fatigue amorçage

III.3.A.i. Fatigue endurance

Lors d'essais de **fatigue endurance**, les éprouvettes sont soumises à une contrainte cyclique. Les modes de sollicitations peuvent être variés (flexion, torsion, traction-compression...) et les paramètres d'essais nombreux (forme du signal, rapport de charge ...). On présente généralement les résultats à l'aide d'un diagramme de Wöhler qui représente la contrainte imposée en fonction du nombre de cycles à rupture (Figure 43).

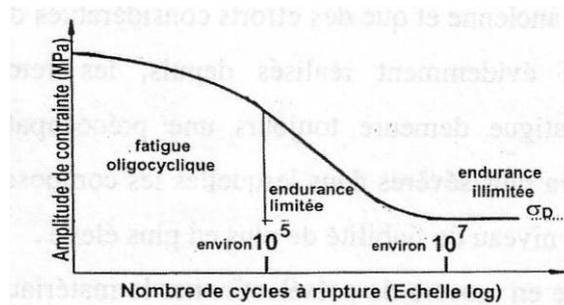


Figure 43 : Diagramme de Wöhler

On observe sur cette courbe 3 zones :

- Une zone où les durées de vie sont relativement courtes ( $< 10^5$  cycles), le matériau subissant une déformation plastique : c'est le domaine de la fatigue oligocyclique.
- Une zone d'endurance limitée où la rupture est atteinte après un nombre de cycles élevé, le matériau étant sollicité quasiment dans le domaine élastique.
- Une zone d'endurance illimitée où la rupture ne se produit pas avant un très grand nombre de cycles ( $> 10^7$ ). L'asymptote inférieure de la courbe constitue la limite d'endurance  $\sigma_d$  du matériau.

III.3.A.ii. Essais de fatigue oligocyclique ou **Low Cycle Fatigue (LCF)**

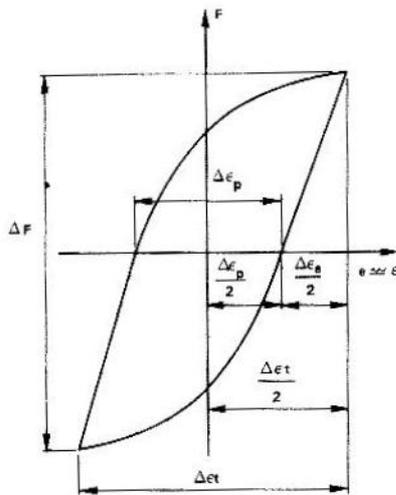
Dans de nombreux domaines tels que l'aéronautique ou la production d'énergie, les composants sont fortement sollicités au delà de la limite d'élasticité. On parle alors de fatigue oligocyclique puisque le matériau subit des déformations plastiques macroscopiques non négligeables conduisant à des durées de vie faibles ( $< 10^5$  cycles).

Ces essais sont réalisés le plus souvent en déformation totale imposée et doivent fournir deux informations principales :

**Le comportement cyclique du matériau** : Etude de l'évolution de la contrainte en fonction du nombre de cycles

**La durée de vie** : Etude du nombre de cycles à rupture

Pour obtenir cela, on relève des boucles d'hystérésis qui représentent l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation lors d'un cycle. Un exemple de boucle d'hystérésis comportant toutes les grandeurs caractéristiques de la fatigue est donné (Figure 44).



$\Delta \epsilon_t$  : Variation de déformation totale (%)

$\Delta \epsilon_p$  : Variation de déformation plastique (%)

$\Delta \epsilon_e$  : Variation de déformation élastique (%)

$\Delta \sigma$  : Variation de contrainte (MPa)

Figure 44 : Boucle d'hystérésis

III.3.A.ii.1.

Evolution cyclique

Si on suit l'évolution des boucles d'hystérésis au cours d'un essai (Figure 45), on visualise généralement trois phases distinctes :

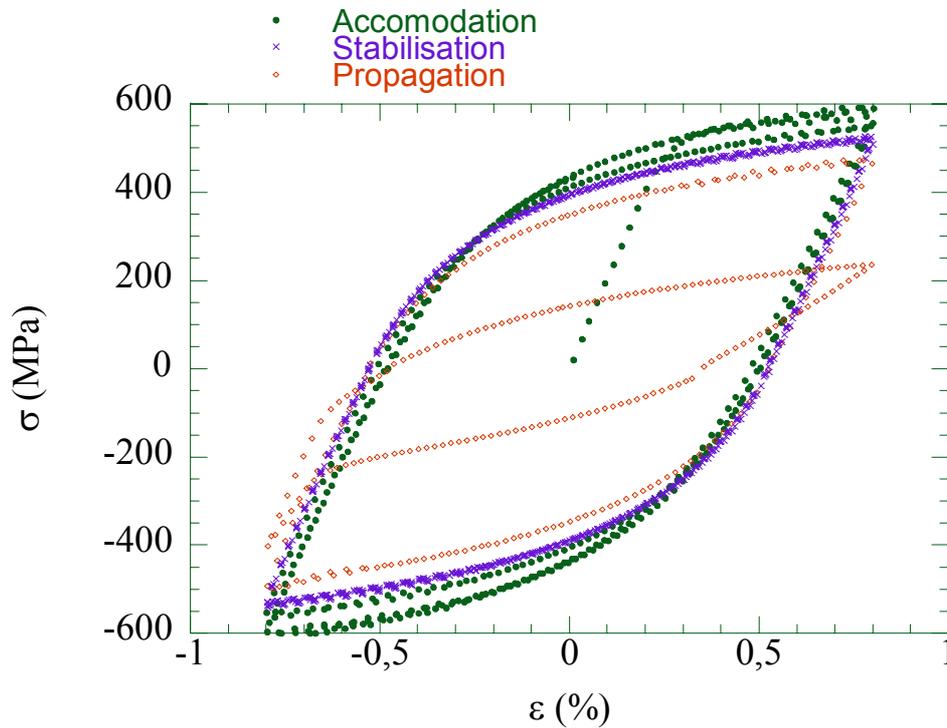


Figure 45 : Exemple de boucles d'hystérésis pour un acier T91 à 20°C et  $\dot{\varepsilon} = 4.10^{-3} s^{-1}$

Dès les premiers cycles, l'amplitude de contrainte varie. C'est la phase **d'accommodation du matériau**. Si l'amplitude de contrainte augmente, on parle alors de **durcissement cyclique**, si l'amplitude de contrainte diminue, on parle alors de **adoucissement cyclique**. La durée de cette phase d'accommodation dépend à la fois du matériau et des paramètres de l'essai (température, amplitude de déformation imposée, vitesse de déformation ...). La Figure 46 qui représente l'évolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles montre un exemple de durcissement et d'adoucissement cyclique.

Une fois le matériau accommodé les boucles d'hystérésis n'évoluent plus : c'est la **période stabilisée**. Les boucles enregistrées durant cette période seront considérées comme représentatives du comportement en fatigue du matériau. On utilise généralement le cycle à mi-durée de vie comme cycle de référence de l'essai de fatigue. Les données relevées sur ce cycle ( $\Delta\varepsilon_t$ ,  $\Delta\varepsilon_p$ ,  $\Delta\varepsilon_e$ ,  $\Delta\sigma$ ) seront prises comme caractéristiques de l'endommagement par fatigue du matériau pour les conditions d'essai données.

Enfin, une diminution de la contrainte en traction apparaît. Elle résulte de la **propagation en volume d'une fissure macroscopique**. On définit un nombre de cycles à rupture conventionnel  $N_{25}^{10}$  qui est le nombre de cycles au bout duquel on observe une chute de 25% de la contrainte maximale en traction par rapport au cycle stabilisé.

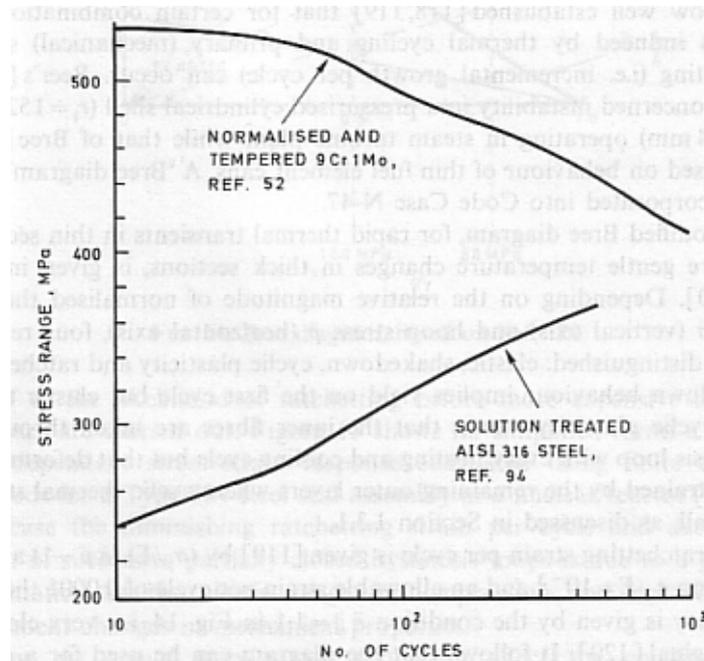


Figure 46 : Exemples de durcissement cyclique (acier de type 316) et d'adoucissement cyclique (acier 9Cr1MO) [Skelton 1983]

Pour visualiser ces stades d'endommagement par fatigue, on trace l'évolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles en échelle logarithmique. Cette représentation, somme toute pratique, donne toutefois une importance exagérée à la phase d'accommodation (Figure 47 gauche). Afin de mieux apprécier la durée réelle des étapes de l'endommagement, on utilise plutôt une échelle linéaire qui introduit le pourcentage de durée de vie. Il est égal à

$$100 \frac{N}{N_{25}}$$

où N est le nombre de cycles et  $N_{25}$  le nombre de cycles à rupture (Figure 47 droite).

Ces deux représentations sont complémentaires.

<sup>10</sup> On utilise également le nombre de cycles  $N_f$  au bout duquel l'échantillon s'est scindé en deux parties

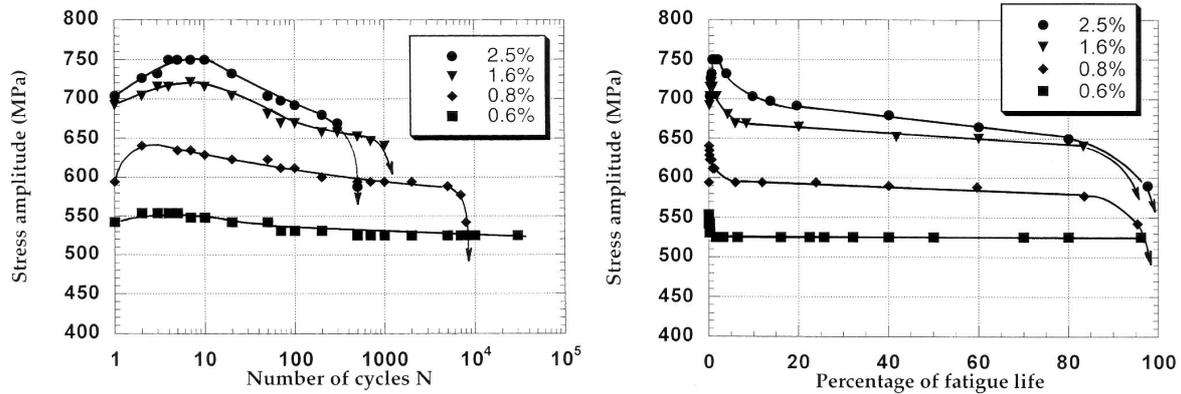


Figure 47 : Exemples d'évolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles en échelle logarithmique (gauche) et en fraction de durée de vie (droite) [VOGT 1999]

### III.3.A.ii.2. Comparaison des caractéristiques monotones et cycliques

Comme cela a été évoqué précédemment, la sollicitation cyclique entraîne des modifications (adoucissement ou durcissement) du matériau. Afin de permettre le dimensionnement des structures, il convient de connaître parfaitement les modifications engendrées sur les propriétés mécaniques par rapport à leur état initial. Les caractéristiques mécaniques représentatives de l'état « fatigué » doivent ainsi être comparées à celles déterminées comme représentatives de l'état initial. Pour cela, on utilise le premier quart de cycle d'un essai de fatigue (ou un essai de traction) pour obtenir les caractéristiques monotones et le cycle stabilisé, généralement pris à mi durée de vie pour obtenir les caractéristiques cycliques. Pour chaque essai, on reporte les points  $(\epsilon_{pa0}, \sigma_{a0})$  et  $(\Delta\epsilon_p/2, \sigma_a)$  qui constitueront les courbes d'érouissages monotone et cyclique (Figure 48). Les équations des courbes d'érouissages s'écrivent sous la forme :

Ecrouissage monotone

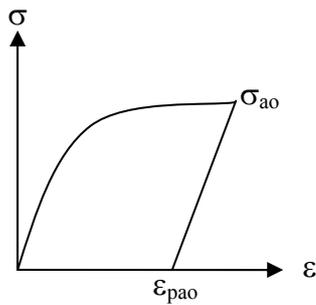
$$\sigma_{ao} = K \varepsilon_{pao}^n \quad (1)$$

K : coefficient de résistance

n : coefficient d'écrouissage

$\varepsilon_{pao}$  : amplitude de déformation plastique mesurée au  $\frac{1}{4}$  cycle

$\sigma_{ao}$  : amplitude de contrainte mesurée au  $\frac{1}{4}$  cycle



Ecrouissage cyclique

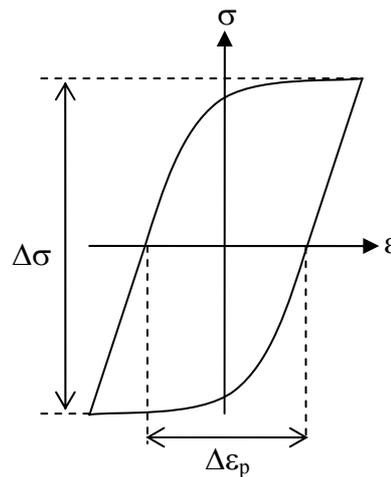
$$\sigma_a = K' \left( \frac{\Delta \varepsilon_p}{2} \right)^{n'} \quad (2)$$

K' : coefficient de résistance cyclique

n' : coefficient d'écrouissage cyclique

$\frac{\Delta \varepsilon_p}{2}$  : Amplitude de déformation plastique

$\sigma_a = \frac{\Delta \sigma}{2}$  : Amplitude de contrainte



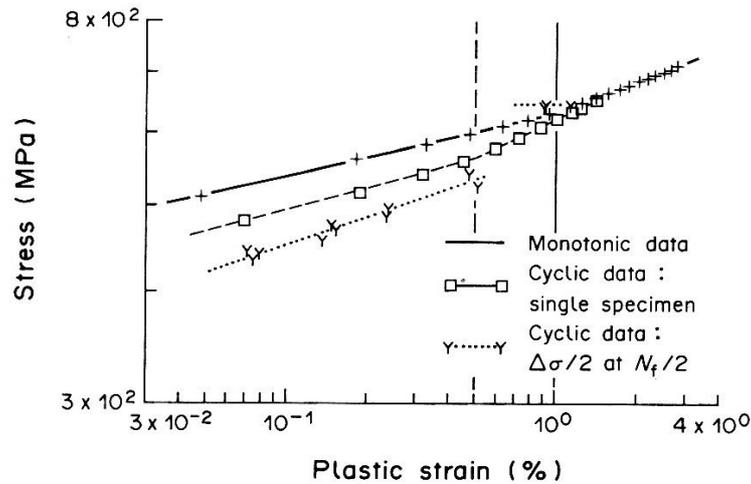


Fig. 4. Monotonic and cyclic plastic strain–stress curves.

Figure 48 : Exemple de courbes d'érouissage [VOGT 1988]

### III.3.A.ii.3. Durée de vie

Connaître le nombre de cycles à atteindre avant d'aboutir à la ruine d'une structure est indispensable. Pour étudier la durée de vie du matériau, on trace l'évolution des variations de déformation mesurées sur le cycle stabilisé en fonction du nombre de cycles à rupture. Afin de mieux interpréter les différents mécanismes, on distingue les composantes élastique et plastique des déformations et on relie ces déformations au nombre de cycles à rupture au moyen des lois suivantes:

- Loi de résistance aux déformations élastiques (loi de Basquin)

$$\Delta \varepsilon_e = K_e (N_{25})^{C_e} \quad (3)$$

$C_e$  exposant de résistance à la fatigue

$K_e$  coefficient de résistance à la fatigue

- Loi de résistance aux déformations plastiques (loi de Manson-Coffin)

$$\Delta \varepsilon_p = K_p (N_{25})^{C_p} \quad (4)$$

$C_p$  exposant de ductilité en fatigue

$K_p$  coefficient de ductilité en fatigue

- Loi de résistance à la déformation totale

$$\Delta \varepsilon_t = \Delta \varepsilon_e + \Delta \varepsilon_p = K_e (N_{25})^{C_e} + K_p (N_{25})^{C_p}$$

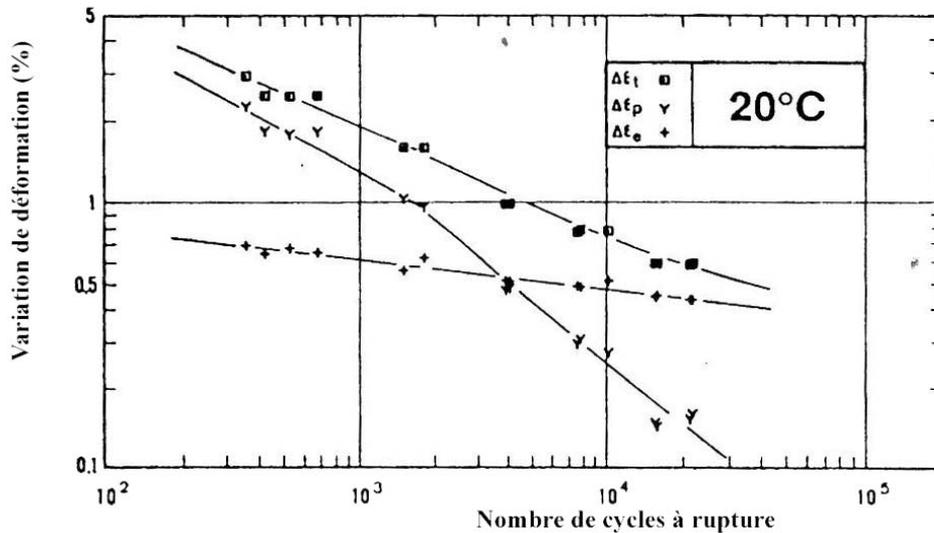


Figure 49 : Exemple de courbes de durée de vie [DEGALLAIX 1990]

### III.3.B. Essai de fatigue propagation

Les essais sont réalisés sur des pièces pré-fissurées comme celles représentées Figure 50. On relie la vitesse d'avancée de fissure en fatigue (**FCG** : **F**atigue **C**rack **G**rowth), définie comme le rapport  $\frac{da}{dN}$  qui donne l'accroissement de la fissure au cours d'un cycle, au facteur d'intensité de contrainte  $K$  qui tient compte à la fois de la contrainte appliquée, de la géométrie et de la taille de la fissure.

$$K = \frac{FY}{BW^{\frac{1}{2}}} \quad (5)$$

Avec  $W$  : largeur utile de l'éprouvette,  $B$  : épaisseur de l'éprouvette,  $F$  : charge appliquée,  $Y$  : polynôme qui dépend de la forme de l'éprouvette

Le calcul du facteur d'intensité de contrainte  $K$  repose sur les concepts de la mécanique linéaire de la rupture. Il n'est valable que pour une géométrie de fissure donnée et que pour une zone plastique générée en tête de fissure de dimension réduite. Plusieurs types d'éprouvettes, dont les dimensions respectent ces conditions nécessaires au déroulement de

l'essai et dont le facteur d'intensité de contrainte a été déterminé, sont disponibles (Figure 50).

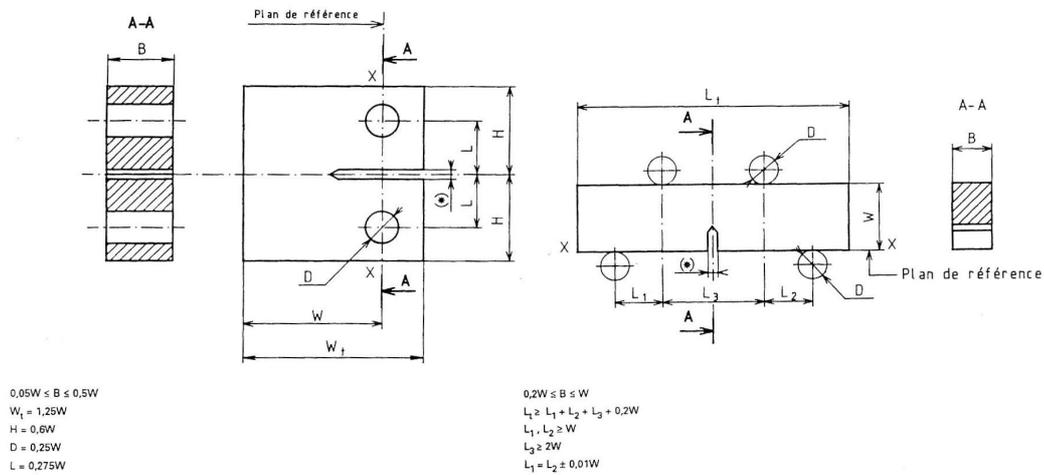


Figure 50 : Exemples d'éprouvettes de traction compacte (CT) et de flexion 4 points (SENB4) A partir des résultats obtenus lors des essais de fatigue propagation, les vitesses d'avancée de fissure sont tracées en fonction de la variation du facteur d'intensité de contrainte  $\Delta K = K_{\max} - K_{\min}$ . Un exemple de courbe est donné Figure 51.

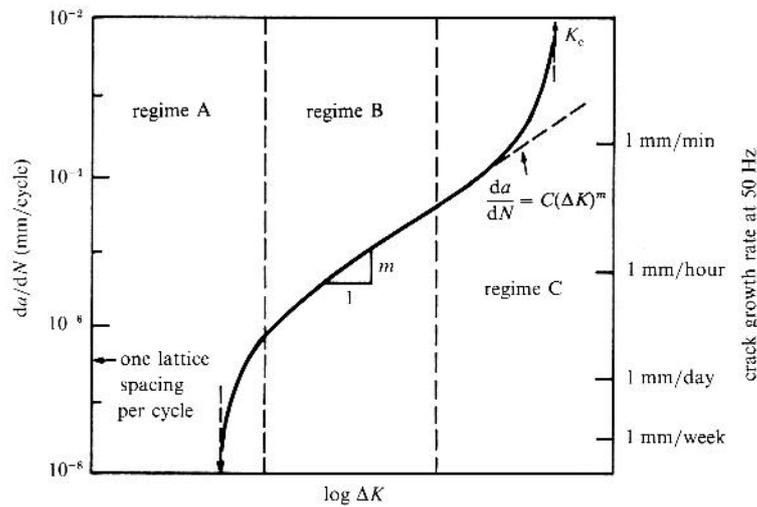


Figure 51 : Illustration schématique des différents régimes de propagation d'une fissure par fatigue [SURECH 1991]

Dans le **régime A**, il existe un seuil de non fissuration  $\Delta K_s$  en dessous duquel on n'observe aucune avancée de fissure. Au dessus de ce seuil, la propagation de la fissure se fait le plus souvent de manière cristallographique. On observe une forte influence de la microstructure, de la contrainte moyenne, de l'environnement sur la valeur du  $\Delta K_s$ .

Le **régime B** est le stade où il est courant de mettre l'avancée de fissure sous la forme d'une loi de Paris

$$\frac{da}{dN} = C \cdot \Delta K^m \quad (6)$$

C et m sont des constantes du matériau déterminées expérimentalement.

Dans ce régime on a une faible influence de la microstructure, de la contrainte moyenne, de l'environnement et de l'épaisseur du matériau. La propagation conduit à un faciès à stries.

Le **régime C** se traduit par une avancée brutale de la fissure qui va entraîner la ruine du matériau. Ce stade intervient lorsque le  $\Delta K$  atteint une valeur critique le  $K_{Ic}$  (appelé aussi ténacité). On note une forte influence de la microstructure, de la contrainte moyenne, de l'épaisseur et une faible influence de l'environnement.

### III.4. Comportement en fatigue oligocyclique du T91

Le comportement en fatigue oligocyclique d'aciers martensitiques a été étudié par de nombreux auteurs : F82H : [Stubbins 1996; Armas 1998; Ishii 1998], JLF1 [Hirose 2000; Nishimura 2000], 9Cr-1Mo [Choudhary 1992; Moorthy 1999; Rai 1999], T91 [Ebi 1984; Kim 1988; Park 2001; Nagesha 2002; Shankar 2004]

Ces matériaux présentent un comportement quasi identique qui peut être suivi sur la Figure 52 :

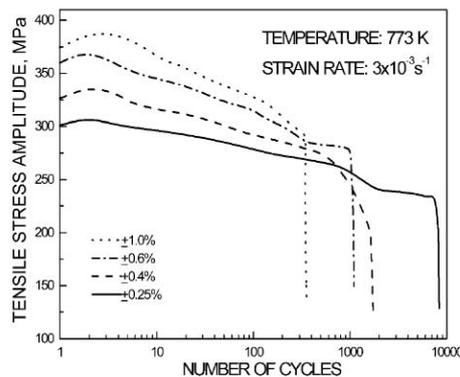


Figure 52 : Evolution de la contrainte en fonction du nombre de cycles pour un acier 9Cr-1Mo modifié [NAGESHA 2002]

1. Une légère phase de durcissement cyclique apparaît parfois en début d'essai.

2. Un adoucissement cyclique rapide suit cette éventuelle phase de durcissement. L'intensité de l'adoucissement dépend de la déformation imposée durant l'essai. [NISHIMURA 2000] montre que plus la déformation imposée est importante et plus l'adoucissement est important. [STUBBINS 1996] souligne que l'adoucissement est quasi nul pour des niveaux où la composante élastique est dominante.
3. Une phase de quasi stabilisation, où l'adoucissement est faible voir nul, intervient ensuite jusqu'à la chute finale de contrainte relative à la propagation en volume de la fissure macroscopique.

Selon les comparaisons de [CRAIG] la durée de vie de l'acier T91 est supérieure à celle de l'acier 9Cr-1Mo à 550°C. Pour [STUBBINS 1996], l'acier F82H et l'acier T91 ont une durée de vie similaire à température ambiante

#### III.4.A.i. Influence de la température sur le comportement en fatigue oligocyclique du T91

Le T91 a été développé pour une utilisation à des températures de l'ordre de 500°C-600°C. De nombreux essais ont donc été réalisés à ces températures [EBI 1984; CHOUDHARY 1992; ISHII 1998; PARK 2001; NAGESHA 2002; SHANKAR 2004]. Ils montrent qu'une augmentation de la température d'essai conduit à :

- Des niveaux de contraintes atteints plus faibles
- Un adoucissement cyclique plus marqué
- Une diminution importante de la durée de vie en fatigue.

A ces températures, de nombreux mécanismes interviennent :

- Modification de la microstructure, vieillissement : modification de l'état de précipitation, nucléation de nouvelles phases, coalescence de précipités
- Mouvement des dislocations favorisé
- Oxydation du matériau

L'interaction entre l'endommagement en fatigue et l'oxydation du matériau qui intervient à ces températures explique en grande partie la diminution de durée de vie. En effet, la formation d'une couche d'oxyde diminue la réversibilité des glissements durant la déformation cyclique et favorise ainsi l'amorçage par fatigue des fissures. [Park 2001; Nagesha 2002; Shankar 2004]. Des essais réalisés sous vide [Ebi 1984] confortent cette

hypothèse. En effet, un matériau testé sous vide présente une durée de vie beaucoup plus importante que ce même matériau testé à l'air. Cependant, hormis l'oxydation, le matériau est soumis aux mêmes mécanismes (vieillessement, plasticité facilitée ...). L'oxydation du matériau explique donc en grande partie la réduction de durée de vie pour les essais réalisés à des températures élevées.

#### III.4.A.ii. Influence de la forme du signal

Les essais de fatigue classiques (signal continu sinusoïdal ou triangulaire) sont peu représentatifs des conditions rencontrées par les composants en service. Un signal de pilotage trapézoïdal comportant un temps de maintien en traction et/ou en compression est plus représentatif des conditions réelles de service. L'introduction d'un temps de maintien dans le signal de pilotage engendre le plus souvent **une augmentation de la durée des essais** (On passe d'une durée d'une dizaine d'heures pour un essai de fatigue piloté avec un signal triangulaire à une centaine pour un essai piloté avec un signal trapézoïdal) et si l'essai se déroule à des températures importantes, les dommages évoqués précédemment (**vieillessement, oxydation ...**) ainsi qu'un **dommage de relaxation** (dû au maintien d'une déformation importante à température élevée) vont alors se combiner aux dommages de fatigue et réduire la durée de vie du composant.

Selon les conditions d'essai (température, milieu, vitesse de déformation, durée du temps de maintien, vitesse lors des phases de traction et de compression) les effets seront plus ou moins marqués. [ISHII 1998] indique que la durée de vie de l'acier F82H est diminuée à 400°C avec l'introduction d'un temps de maintien de 5 minutes en traction dans le signal de pilotage.

[KIM 1988] montre que, pour l'acier 9Cr1Mo modifié, à 593°C un temps de maintien de 2 minutes contribue à diminuer la durée de vie et que le maintien en compression est plus endommageant que celui en traction. **Il montre également que l'oxydation, qui est prépondérante dans la diminution de durée de vie lors d'essai sans temps de maintien, n'est pas le seul facteur à prendre en compte lorsque l'on introduit un temps de maintien.** En effet, l'introduction d'un temps de maintien lors d'un essai sous vide conduit également à une diminution de durée de vie (cette fois ci plus importante en traction qu'en compression) alors que les mécanismes d'oxydation n'interviennent pas. Il existe également une durée de temps de maintien critique à partir de laquelle la différence entre l'air et le vide est constante ([32] de [RAJ 2004]).

### III.5. Fatigue et irradiation.

Les effets d'une irradiation sur le comportement en fatigue du F82H sont multiples. Le durcissement induit par l'irradiation conduit à des niveaux de déformation plastique atteints plus faible lors d'essais de fatigue contrôlés en déformation totale ainsi qu'à une diminution de la durée de vie. Les mécanismes de fissuration sont également différents [TANIGAWA 2002].

[BERTSCH 1996] a étudié l'effet d'une pré-irradiation (et pré-implantation en He) et d'une irradiation (et implantation de He) in situ sur le comportement en fatigue d'aciers Manet I et II à 250°C. Il remarque que pour les échantillons irradiés in situ à fortes amplitudes de déformation  $\Delta\varepsilon_t > 0,6\%$  **les dommages causés par l'irradiation n'ont pas d'effets sur la durée de vie du matériau à cause du temps d'exposition trop court.** Pour les échantillons pré-irradiés et ceux irradiés in situ à faibles niveaux de déformation, une diminution de durée de vie associée à un durcissement de l'acier est observée.

[BERTSCH 2000] montre que l'acier F82H pré-irradié et pré-implanté en He testé en fatigue oligocyclique à 200°C présente une diminution de durée de vie et des mécanismes de rupture différents pour une déformation de  $\Delta\varepsilon_t = 0,9\%$ .

Les échantillons non-irradiés suivent le processus classique de fissuration :

**Amorçage** de nombreuses fissures de fatigue orientées à environ 50° de l'axe de sollicitation. Ces fissures croissent lentement et sont bloquées aux barrières microstructurales (i.e. joint de grains) pendant une longue période.

**Croissance et coalescence.** Avec l'accumulation des dommages de fatigue les fissures sont alors capables de franchir les barrières microstructurales et/ou de coalescer avec les fissures voisines.

Pour les échantillons irradiés et testés à  $\Delta\varepsilon_t = 0,9\%$ , **le durcissement induit par l'irradiation semble permettre aux fissures de croître facilement en permettant un franchissement aisé des joints de grains ce qui conduit à une diminution de la durée de vie d'un facteur 5.** Toutefois pour une déformation de  $\Delta\varepsilon_t = 0,51\%$  les niveaux de contraintes atteints (même avec le durcissement induit par la pré-irradiation) ne permettent pas de franchir facilement ces barrières et les mécanismes de fissuration sont similaires à ceux observés sans irradiation et conduisent à des durées de vie similaires.

[MARMY 2003] montrent que l'acier F82H testé en fatigue oligocyclique à  $\Delta\varepsilon_t=0,8\%$  à  $300^\circ\text{C}$  et irradié in situ subit une plus forte diminution de durée de vie que le F82H pré-irradié puis testé en fatigue. Il constate également qu'un temps de maintien de 2min, qui n'a aucun effet sans irradiation, conduit à une diminution de durée de vie importante lorsque l'échantillon est irradié in situ.

Les essais de fatigue irradiation montrent qu'un endommagement d'irradiation couplé à un endommagement par fatigue peut conduire à **une modification du processus de fissuration et à une diminution de durée de vie** si le temps d'irradiation et les niveaux de contraintes sont suffisants. L'introduction d'un temps de maintien conduit également à une augmentation du dommage.

### III.6. Fatigue et FML

#### III.6.A. Fatigue endurance

[STRIZAK 2001; TIAN 2001; STRIZAK 2003; TIAN 2003] étudient le couple 316LN/Hg à température ambiante et montrent une diminution de la durée de vie en fatigue dans le Hg pour certaines conditions expérimentales.

Une fragilisation est possible, elle se manifeste par une **diminution du nombre de cycles à rupture, de la limite d'endurance** et par des **zones de fragilité intergranulaire sur les faciès de rupture**. La fragilisation n'intervient que pour des **rapports de charge**<sup>11</sup> **de 0,1, 0,3**, et est plus marquée pour des **niveaux de contraintes élevées** associées à une **fréquence d'essai faible**. Un meilleur mouillage de l'acier par le mercure dû à un temps de contact plus long combiné à une ouverture plus grande de la fissure pourrait expliquer cet effet de synergie.

Toutefois, pour des rapports de charge de  $R=-1, 0,5, 0,75$  le Hg a moins d'influence sur la durée de vie.

---

<sup>11</sup> Le rapport de charge noté R correspond au rapport des forces minimales et maximales appliquées durant l'essai  $R = \frac{\text{Force min}}{\text{Force max}}$

### III.6.B. Fatigue oligocyclique

[KALKHOF 2003] a montré que la durée de vie des aciers MANET II et 316L est diminuée dans un milieu LBE par rapport à l'air à 260°C. Pour les deux aciers, la diminution est plus marquée pour les niveaux de déformation importants et l'acier Manet II est plus affecté que le 316L. Peu de fissures secondaires sont détectées sur les échantillons après essai. Il semble que la vitesse de fissuration soit plus importante dans le LBE et que la rupture de l'échantillon intervienne rapidement après l'apparition des premières fissures. Une diminution de fréquence engendre une augmentation de la sensibilité à la FML pour le couple Manet II/LBE.

### III.6.C. Fatigue propagation

L'influence des conditions expérimentales des essais de fatigue propagation telles que la fréquence de l'essai, le rapport de charge, la forme du signal sur la FML a été étudiée par peu d'auteurs. La difficulté majeure dans la réalisation de ce type d'essai est la mesure de l'avancée de fissure. Ainsi [FERNANDES and JONES 1994] et [CLEGG 1994] ont pu mesurer optiquement la longueur de fissure car ils ont travaillé avec un couple (Brass/Ga), le bas point de fusion du Ga permettant de telles mesures.

[FERNANDES and JONES 1994] ont étudié l'influence du rapport de charge et de la fréquence sur le couple laiton/Ga et ont mis en évidence une plus grande vitesse de fissuration dans le Ga qu'à l'air Figure 53.

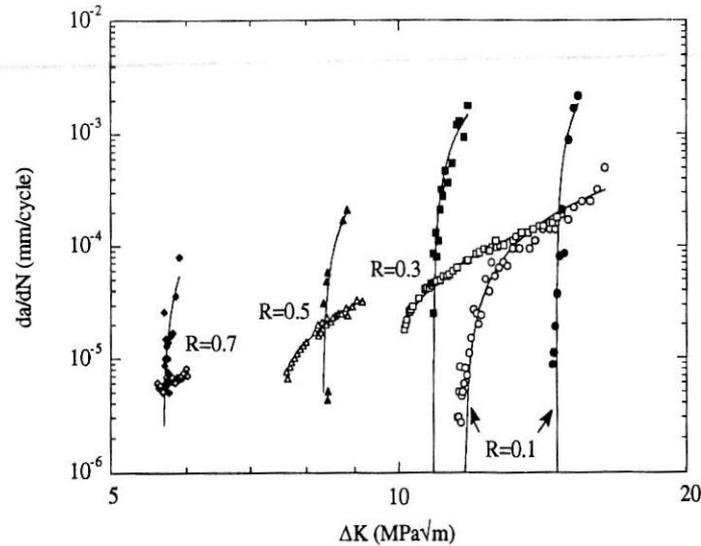


Figure 53 : Influence du rapport de charge sur la vitesse de fissuration en fatigue [FERNANDES and JONES 1994]

Selon ces auteurs, l'influence du rapport de charge doit être attribuée à l'effet de fermeture de la fissure qui ne peut être évalué par une mesure optique de la longueur de fissure. A  $R=0,1$  une partie non négligeable du chargement correspond à une période de fermeture de la fissure. On remarque que pour de faibles valeurs de  $\Delta K$ , la vitesse de fissuration dans le Ga peut être inférieure à celle observée à l'air. Plusieurs explications sont données :

- Le caractère intergranulaire de la rupture peut accentuer le phénomène de fermeture induite par rugosité.
- Les valeur de  $\Delta K$  faibles ne permettent peut être pas un apport suffisant en Ga au fond de fissure.
- Une dissolution du métal intervient dans le Ga et conduit à un émoussement de la fissure qui ralentit sa progression. Cette hypothèse semble confirmée par la Figure 54 où l'on observe qu'une augmentation de la fréquence d'essai conduit à une augmentation de la vitesse de fissuration dans le milieu Ga alors qu'à l'air l'effet est peu marqué. On note enfin qu'une augmentation de la fréquence de sollicitation par le seul effet mécanique (diminution du temps alloué à la relaxation des contraintes) pourra entraîner un endommagement plus important.

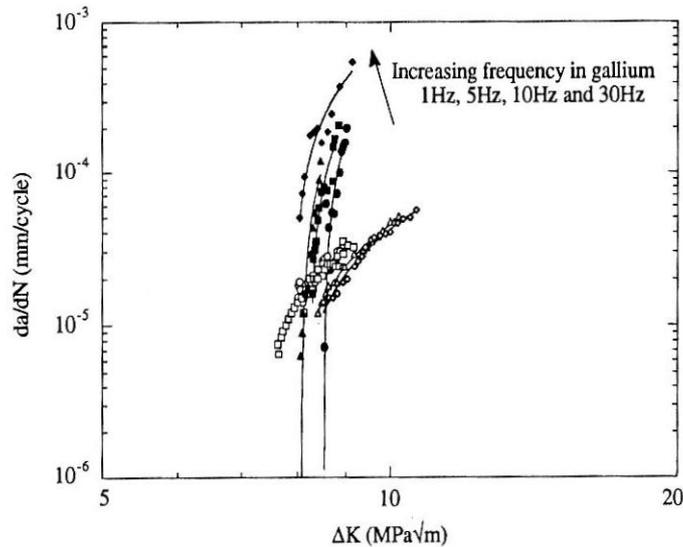


Figure 54 : Influence de la fréquence sur la vitesse de fissuration en fatigue [FERNANDES and JONES 1994]

Des essais ont été effectués par [CLEGG 1994] sur le couple laiton/Ga. Ils montrent notamment que l'effet du rapport de charge n'est pas très marqué si on enlève les effets de fermeture et que les modèles classiques de fatigue corrosion (superposition d'une composante inerte et d'une environnementale) ne sont pas applicables à ce couple.

#### III.6.D. Effet bénéfique du métal liquide en fatigue

[MISHRA 1997] étudie le couple 316LN/Na à 813K avec une teneur en oxygène faible (1-2 ppm) et il compare ses résultats à ceux que d'autres auteurs ont réalisé sur le même acier dans l'air et l'argon. La FCG est plus faible dans le sodium que dans l'argon et l'air. Le sodium semble moins oxydant et joue ici le rôle d'un environnement inerte.

[JAMES 1975] montre également une vitesse de propagation plus faible dans le Na (avec une teneur en oxygène de 2-3 ppm) qu'à l'air pour un couple acier 304/Na à 427°C et 438°C. Les valeurs de vitesse de propagation dans le sodium sont similaires à celles obtenues sous vide ce qui semble confirmer le caractère inerte du sodium.

### III.7. Conclusion

Les mécanismes de fatigue classiques présentés dans ce chapitre peuvent être modifiés par les conditions expérimentales. Ainsi les effets d'un dégât d'irradiation, d'une augmentation de la température d'essai, d'une modification du milieu, de l'introduction d'un temps de maintien ... sont autant de facteurs qui couplés avec l'endommagement par fatigue peuvent avoir une importance primordiale.

Des données sur le comportement en fatigue des aciers inoxydables martensitiques existent mais pour des températures de l'ordre de 500-600°C. Aux conditions d'utilisations de la cible de spallation envisagées (300°C, environnement LBE), peu de données sont disponibles pour l'acier T91. La thèse doit permettre de fournir ces données mais aussi d'étudier l'influence éventuelle du LBE sur les propriétés en fatigue de l'acier T91.

#### ***IV. Conclusion de la partie I***

L'acier T91 est candidat pour la réalisation de la fenêtre d'une cible de spallation en plomb-bismuth liquide. D'après les études menées jusqu'à présent, les propriétés mécaniques de ce matériau ne semblent pas être altérées dans les conditions qui seront vraisemblablement rencontrées dans la cible de spallation. Néanmoins, certaines conditions d'essais particulières peuvent être critiques et entraîner une diminution importante des caractéristiques mécaniques de l'acier T91 (modification du traitement thermique de l'acier, pré-immersion dans un bain de plomb-bismuth en conditions réductrices...).

Une diminution des propriétés mécaniques par une fragilisation par les métaux liquides n'intervient le plus souvent que pour des conditions de sollicitation précises qui nécessitent le plus souvent : une concentration de contrainte locale et un contact direct entre le métal solide et le métal liquide. Le processus d'endommagement par fatigue qui conduit à l'obtention de fissures courtes pourrait permettre d'atteindre ces conditions. Il est donc important d'étudier attentivement les effets du plomb-bismuth liquide sur le comportement en fatigue en s'approchant au plus près des conditions expérimentales. Ainsi lors de l'étude expérimentale, on étudiera en détail l'effet du plomb-bismuth liquide sur les propriétés en fatigue oligocyclique et en fatigue propagation de l'acier T91.

Certaines conditions expérimentales se sont révélées néfastes sur la tenue mécanique de l'acier T91. L'étude de l'introduction d'un temps de maintien sur la durée de vie en fatigue de l'acier T91 nous semble importante car la modification de la forme du signal, surtout si elle est couplée à un autre endommagement (irradiation, oxydation...), se montre le plus souvent préjudiciable. L'effet d'une pré-immersion dans un bain de plomb-bismuth liquide avant un essai de fatigue nous apparaît également comme primordial pour l'étude au vu des résultats présentés précédemment.

tel-00011551, version 1 - 7 Feb 2006

# Deuxième Partie : Etude expérimentale

## I. Présentation de l'acier grade 91 utilisé pour l'étude

### I.1. Microstructure de l'acier T91

L'acier étudié provient d'Ascométal. Sa composition chimique est donnée dans le Tableau 6.

Tableau 6 : Composition chimique du T91 (% massique)

C	Mn	SI	S	P	Ni	Cr	Mo	Al	Cu	Sn
0,105	0,437	0,226	0,0037	0,014	0,127	8,526	0,954	0,017	0,105	.006
As	Co	Pb	Ca	Ti	V	B	Nb	N	H	
.006	0,017	0,003	37ppm	0,002	0,211	4ppm	0,065	460ppm	1,56ppm	

Le traitement thermique standard consiste en une austénitisation à 1050°C pendant 1h suivie d'une trempe à l'air et enfin d'un revenu à 750°C pendant 1h.

Une analyse par Diffraction des Rayons X (DRX) a été effectuée à l'aide d'un diffractomètre X-Pert utilisant une anticathode au cobalt (Figure 55). On se trouve en présence de la phase  $\alpha'$  de structure cubique centrée et de paramètre de maille  $a=2,88\text{\AA}$  caractéristique d'une structure martensitique (la quadraticité de la structure martensitique n'apparaît que pour des teneurs en carbone supérieures à 0,2% [BLETTON 1990]).

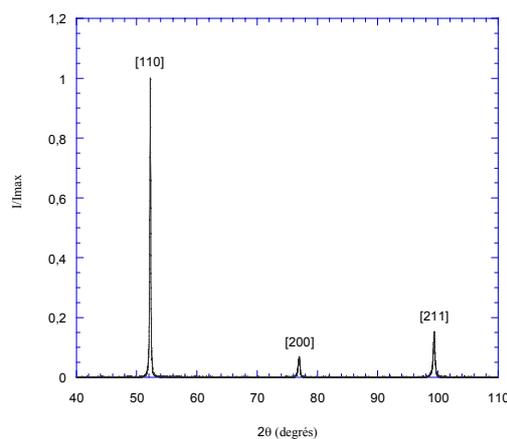


Figure 55 : Spectre de DRX de l'acier T91

Des micrographies de l'acier étudié ont été réalisées après mise en évidence de la microstructure grâce à une attaque d'une durée de 30s à l'aide du réactif de Villela (100ml

d'alcool éthylique, 5ml d'acide chlorhydrique, 1g acide picrique) (Figure 56). La structure est martensitique avec un diamètre moyen des anciens grains austénitiques de  $20\mu\text{m}$ . La valeur de macro dureté obtenue est de  $220\text{HV}_{10}$ .

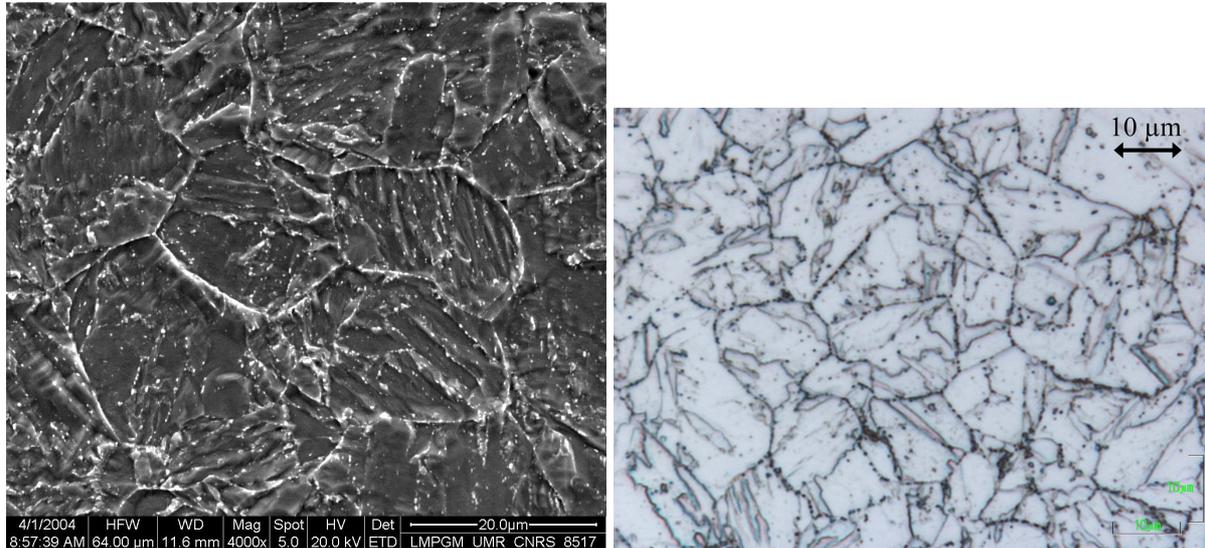


Figure 56 : Micrographies optique (droite) et par MEB mode électrons secondaires (gauche) de l'acier T91

## I.2. Propriétés Mécaniques de l'acier T91

Des éprouvettes cylindriques de diamètre 4 mm et de longueur utile 20mm sont utilisées pour mener des essais de traction à l'air et dans le LBE. Le déplacement de la traverse mobile imposé est de 4,8mm/min correspondant à une vitesse de déformation de  $4.10^{-3}\text{ s}^{-1}$ . Les courbes sont présentées Figure 57 et les caractéristiques mécaniques données dans le Tableau 7.

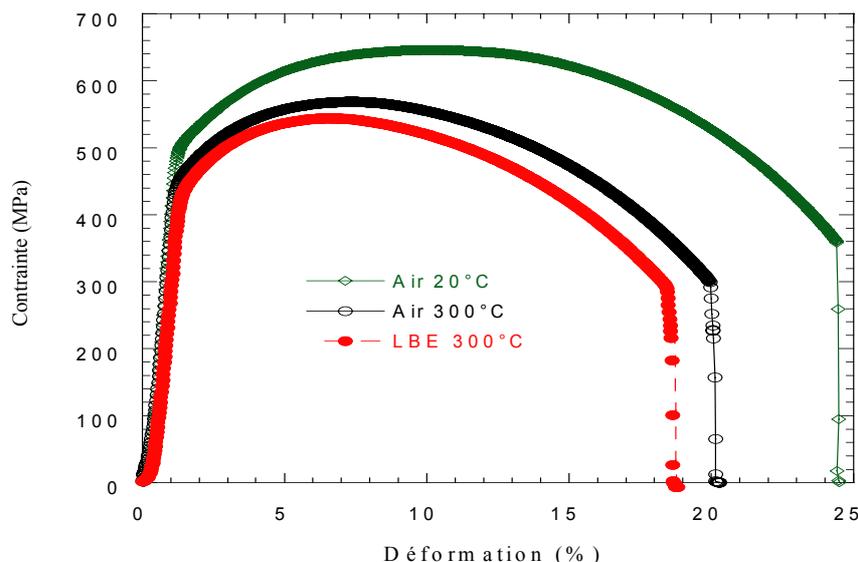


Figure 57 : Courbes de traction du T91 ( $4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ )

Tableau 7 : Propriétés mécaniques du T91

Milieu	Température °C	Rp <sub>0,2%</sub> (MPa)	Rm (MPa)	Re (MPa)	A (%)	Ag (%)	Z (%)
Air	20	500	650	480	24,5	8	73
Air	300	450	570	450	20	6	78
<b>LBE</b>	<b>300</b>	<b>440</b>	<b>550</b>	<b>435</b>	<b>19</b>	<b>5</b>	<b>73</b>

Les propriétés mécaniques du T91 diminuent avec la température (diminution du Re, Rm, A%). A 300°C le comportement est quasi identique à l'air et dans le LBE. La rupture est accompagnée d'une déformation plastique importante. Les faciès de rupture sont de type cône et cratère et l'observation par MEB de la zone de rupture finale révèle la présence de cupules typiques d'une rupture ductile (Figure 58). Dans le cas de l'essai mené dans le LBE, le comportement est similaire (Figure 59).

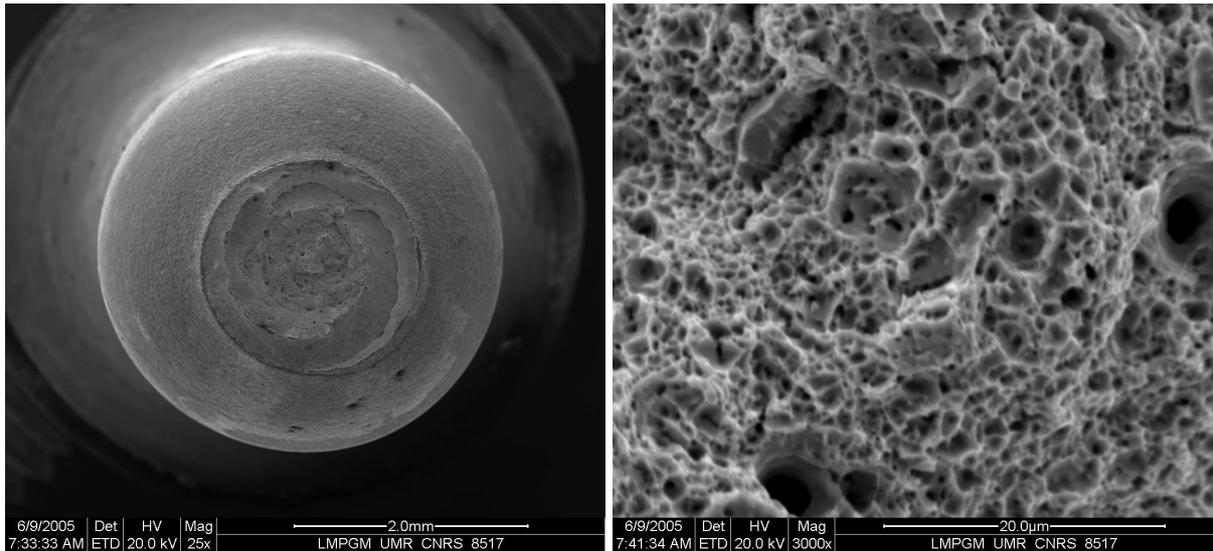


Figure 58 : Observation au MEB de l'acier T91 après un essai de traction à 300°C à l'air

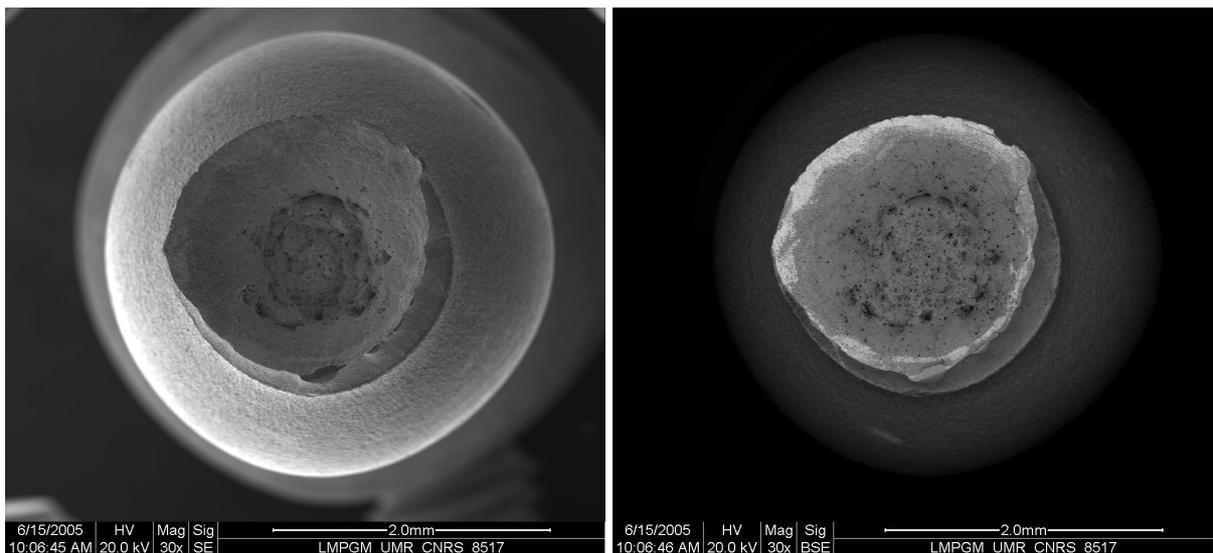


Figure 59 : Observation au MEB de l'acier T91 après un essai de traction à 300°C dans le LBE



II.1.B. Résultats expérimentaux

Les résultats expérimentaux sont donnés dans le **Erreur ! Source du renvoi introuvable.**

Tableau 8 : Résultats des essais de LCF pour l'acier T91 (air, 20°C,  $\dot{\varepsilon} = 4.10^{-3} s^{-1}$  )

Valeur au ¼ cycle			Valeur au cycle stabilisé				Endurance
E (GPa)	$\sigma_{ao}$ (MPa)	$\varepsilon_{pao}$ (%)	$\sigma_a$ (MPa)	$\Delta\varepsilon_t$ (%)	$\Delta\varepsilon_p$ (%)	$\Delta\varepsilon_e$ (%)	$N_{25}$ (Cycles)
193	565	0,83	545	2,39	1,63	0,76	620 <sup>12</sup>
207	582	0,45	529	1,59	1,01	0,58	1620 <sup>13</sup>
222	548	0,24	489	0,99	0,55	0,44	3060
207	513	0,05	430	0,60	0,16	0,44	28555

II.1.C. Comportement cyclique

On peut suivre l'évolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles en échelle logarithmique sur la Figure 61 et en fonction du pourcentage de durée de vie en échelle linéaire sur la Figure 62.

<sup>12</sup> Eprouvette prélevée dans le sens travers

<sup>13</sup> Eprouvette prélevée dans le sens travers

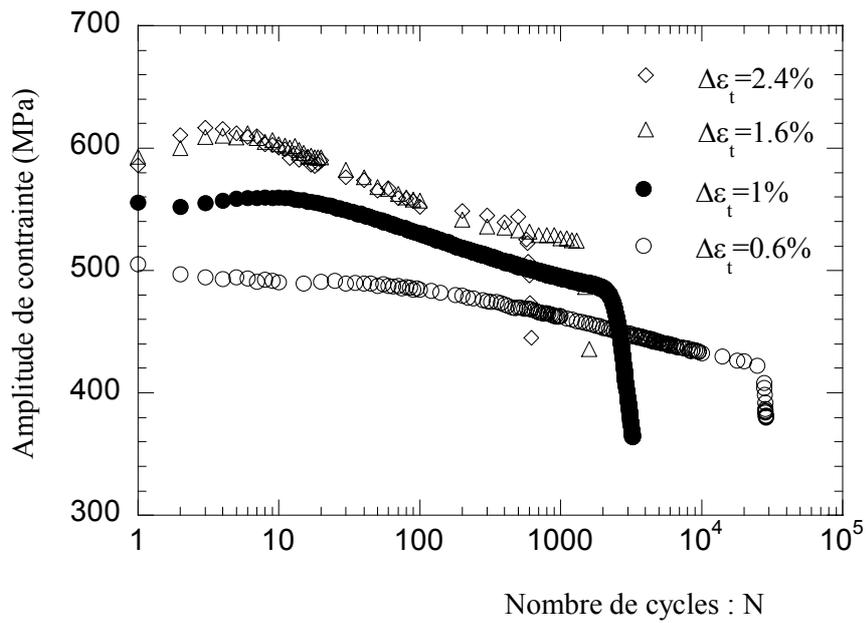


Figure 61 : Evolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles pour l'acier T91 (air, 20°C)

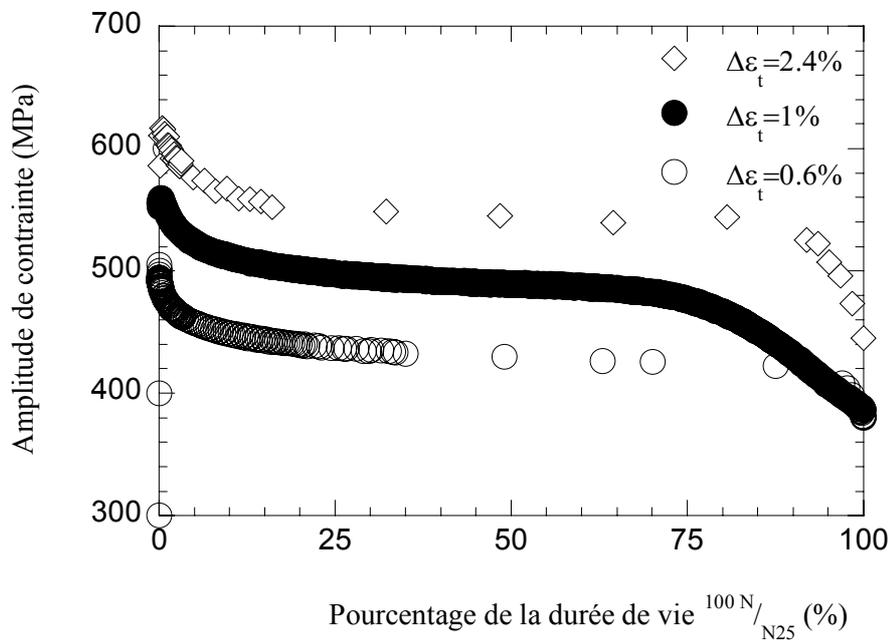


Figure 62 : Evolution de l'amplitude de contrainte en fonction du pourcentage de durée de vie pour l'acier T91 (air, 20°C)

On observe les trois stades de l'endommagement par fatigue :

- ① Accommodation du matériau pour toutes les variations de déformation testées **avec un adoucissement cyclique du T91**. Ce type de comportement est classique chez les matériaux trempés revenus qui contiennent une quantité importante de dislocations. Les mécanismes avancés pour expliquer l'adoucissement dans ce type de matériau sont : (i) l'annihilation de dislocations introduites lors de la transformation martensitique, (ii) la réorganisation de la structure initiale en latte en une structure en cellules ou en joints equiaxes. La phase d'accommodation occupe environ 25% du pourcentage de durée de vie du matériau quelle que soit la déformation imposée.
- ② Phase stabilisée s'étalant à 65% de la durée de vie.
- ③ Propagation volumique d'une fissure macroscopique d'autant plus rapide que la déformation imposée est grande et qui occupe moins de 10% de la durée de vie.

On peut quantifier l'adoucissement cyclique en introduisant un taux d'adoucissement  $\tau$  pris comme le pourcentage de diminution de l'amplitude de contrainte maximale observée pendant l'essai par rapport à l'amplitude de contrainte mesurée à mi durée de vie.

$$\tau = \frac{\Delta\sigma_{\max} - \sigma_a}{\Delta\sigma_{\max}} \quad (7)$$

avec  $\Delta\sigma_{\max}$  l'amplitude de contrainte maximale observée pendant l'essai et  $\sigma_a$  l'amplitude de contrainte mesurée à mi durée de vie. L'adoucissement cyclique varie peu avec la déformation mais semble plus faible lorsque celle-ci est importante comme en atteste le Tableau 9.

Tableau 9 : Adoucissement de l'acier T91 (air, 20°C)

$\Delta\varepsilon_t$ (%)	0,6	1	1,6	2,4
$\tau$ (%)	14,8	12,6	13,5	11,6

#### II.1.D. Courbes d'écrouissage

Les courbes d'écrouissage cyclique et monotone sont présentées Figure 63.

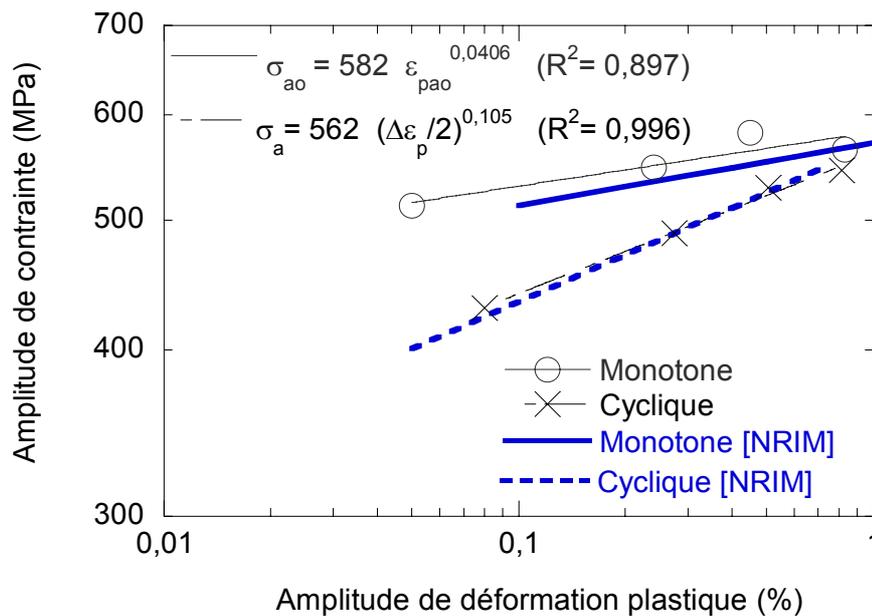


Figure 63 : Courbes d'érouissage monotone et cyclique de l'acier T91 (air, 20°C)

Les courbes de régression correspondant aux équations  $\sigma_{ao} = K \varepsilon_{pao}^n$  pour la courbe monotone et  $\sigma_a = K' \left(\frac{\Delta \varepsilon_p}{2}\right)^n$  pour la courbe cyclique ont été tracées. La courbe cyclique se place sous la courbe monotone ce qui caractérise l'adoucissement cyclique.

L'écart entre les deux courbes se réduit lorsque la déformation plastique augmente ce qui confirme que l'adoucissement cyclique diminue avec la déformation imposée. Toutefois, cet écart semble très faible pour les fortes déformations en comparaison des valeurs de  $\tau$  évoquées précédemment. Il faut ici rappeler que la courbe monotone ne tient pas compte de la phase de durcissement initiale alors que le paramètre  $\tau$  en tient compte. Les résultats obtenus sur le T91 par le [NRIM 1993] reportés comme référence sur la Figure 63 sont proches des nôtres. L'étude de l'adoucissement est importante et permet d'indiquer la modification de limite d'élasticité du matériau suite à l'endommagement par fatigue. Pour le T91 (20°C,  $\dot{\varepsilon} = 4.10^{-3} s^{-1}$ ) la limite d'élasticité à 0,2% passera de 545 MPa en chargement monotone à 475 MPa en chargement cyclique.

II.1.E. Durée de vie

La courbe de résistance à la fatigue présentée Figure 64 permettra le dimensionnement des structures grâce aux relations paramétriques évoquées au chapitre précédent :

$$\Delta\varepsilon_e = K_e(N_{25})^{C_e} \quad (3)$$

$$\Delta\varepsilon_p = K_p(N_{25})^{C_p} \quad (4)$$

$$\Delta\varepsilon_t = \Delta\varepsilon_e + \Delta\varepsilon_p = K_e(N_{25})^{C_e} + K_p(N_{25})^{C_p}$$

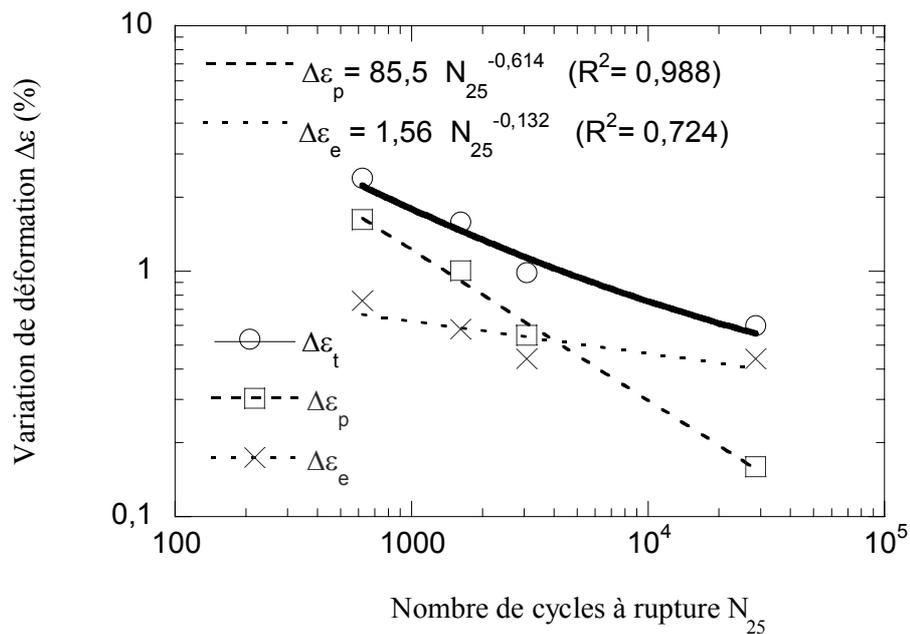


Figure 64 : Courbes de résistance à la fatigue de l'acier T91 à 20°C

II.1.F. Comparaison avec les données de la bibliographie

Une comparaison de nos résultats concernant la durée de vie du T91 à l'ambiante a été effectuée avec des données bibliographiques disponibles (Figure 65). **On s'aperçoit que les résultats sont similaires à ceux obtenus par de nombreux auteurs sur la même nuance.**

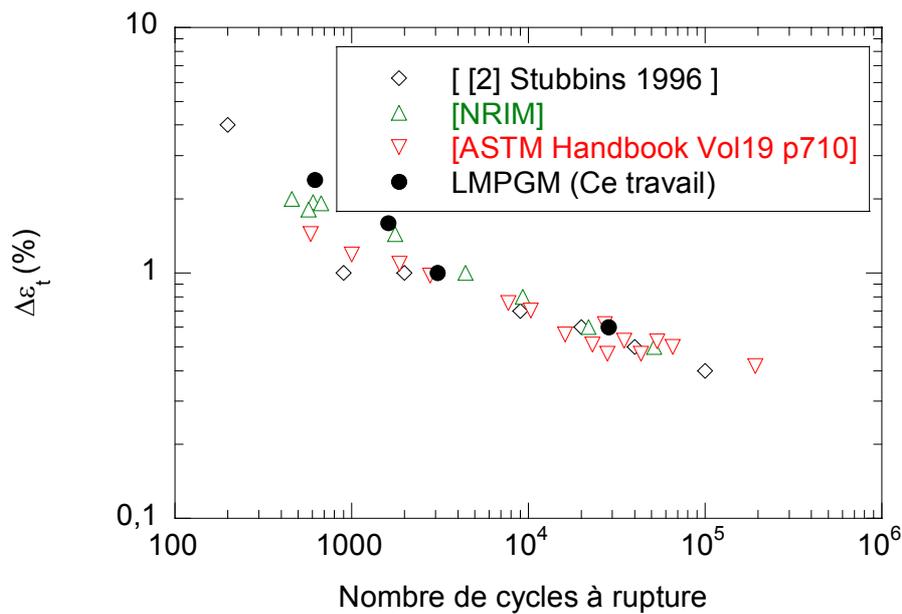


Figure 65 : Courbe de résistance à la fatigue d'acier T91 (air, 20°C)

## II.2. Comportement en LCF de l'acier T91 (Air, 300°C)

### II.2.A. Montage expérimental

La réalisation d'essais dans un milieu métal liquide n'est pas une expérience facile à réaliser. En effet la nécessité de travailler à des températures élevées et dans des milieux agressifs impose le développement d'un montage expérimental adapté. Ce montage ne doit pas être d'un coût prohibitif, ne doit pas faire intervenir de grandes quantités de LBE et doit tenir compte du matériel disponible au laboratoire. Le montage expérimental est présenté Figure 66. Les éprouvettes ont un diamètre de 10mm, une longueur utile de 13mm et présentent une collerette qui permet d'assurer l'étanchéité avec une cuve pouvant contenir du LBE (Figure 66). Le chauffage s'effectue à l'aide d'un collier chauffant mis en place sur la cuve et contrôlé par un régulateur de température. Un thermocouple placé dans la cuve permet la mesure de la température pendant les essais. Cette dernière est maintenue constante à  $\pm 2^\circ\text{C}$ . Du sable est mis dans la cuve afin d'homogénéiser la température autour de l'éprouvette lors des essais effectués à l'air. La mesure de la déformation se fait à l'aide d'un extensomètre placé sur des tiges de renvoi. Cette mesure indirecte implique évidemment la superposition d'une réponse élastique du montage à la mesure de la déformation de l'éprouvette dont il faudra bien entendu tenir compte. Une calibration a été effectuée en utilisant deux extensomètres (l'un

collé sur la partie utile de l'éprouvette, l'autre étant monté sur les tiges) afin d'établir une relation entre la déformation lue sur les tiges et la déformation lue sur la zone utile de l'éprouvette.

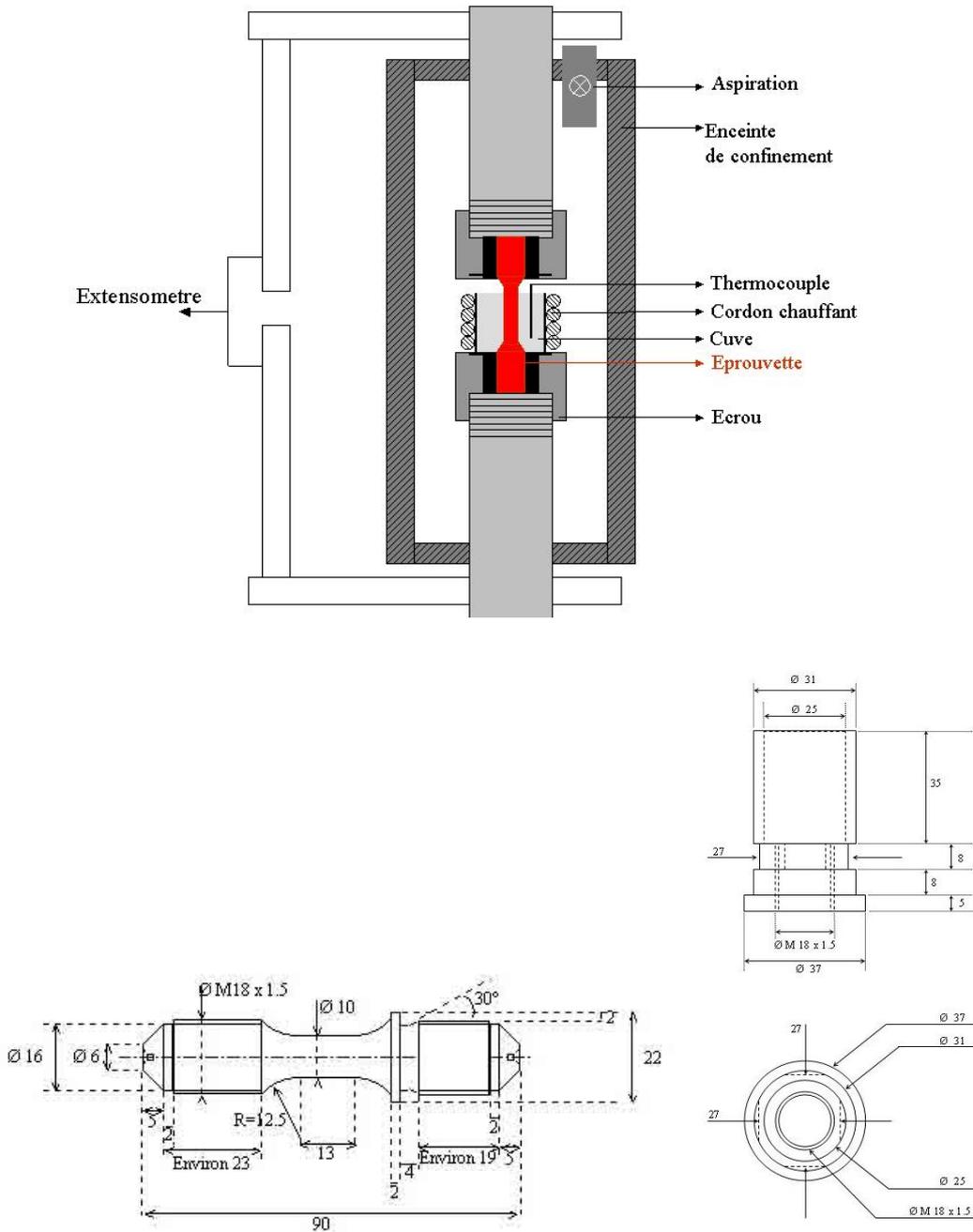


Figure 66 : Schéma du montage expérimental, de la cuve et des éprouvettes utilisées pour les essais du T91 à 300°C

II.2.B. Résultats expérimentaux

Le Tableau 10 récapitule les résultats obtenus lors des essais de LCF à l'air à 300°C.

Tableau 10 : Résultats des essais de LCF pour l'acier T91 (300°C, air,  $\dot{\varepsilon} = 4.10^{-3} s^{-1}$ )

Valeur au 1/4 cycle		Valeur au cycle stabilisé				Durée de vie
$\sigma_{ao}$ (MPa)	$\varepsilon_{pao}$ (%)	$\sigma_a$ (MPa)	$\Delta\varepsilon_t$ (%)	$\Delta\varepsilon_p$ (%)	$\Delta\varepsilon_e$ (%)	$N_{25}$ (Cycles)
530	0,89	493	2,69	2,18	0,51	285
527	0,78	473	2,41	1,93	0,48	591
495	0,44	438	1,68	1,23	0,45	1050
505	0,36	462	1,67	1,20	0,47	890
447	0,11	427	1,27	0,84	0,44	3080
475	0,05	416	0,92	0,49	0,43	3220
		404	0,56	0,15	0,41	6520
		389	0,54	0,14	0,40	11290
		390	0,50	0,10	0,40	14084
		371	0,41	0,03	0,38	28181
		356	0,38	0,01	0,37	64300

II.2.C. Courbes d'érouissage

Les Figure 67 et Figure 68 présentent respectivement les courbes d'érouissage et les courbes de résistance à la fatigue.

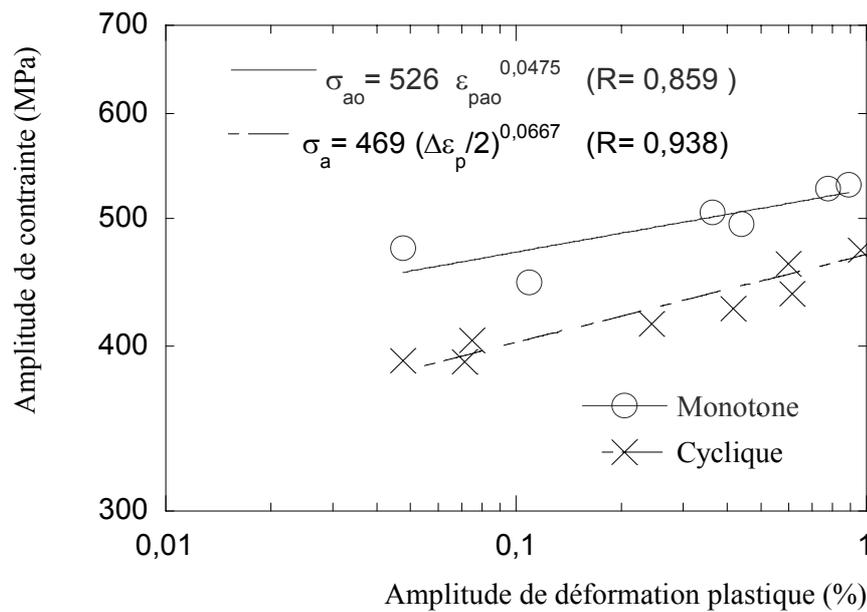


Figure 67 : Courbes d'érouissage monotone et cyclique de l'acier T91 (air, 300°C)

Les courbes d'érouissage monotone et cyclique du T91 à 300°C représentées Figure 67 permettent de constater que les niveaux de contraintes à 300°C sont inférieurs à ceux obtenus à 20°C. La déformation plastique des matériaux étant un phénomène thermiquement activé, ce résultat n'est guère surprenant. Comme à 20°C, le taux d'adoucissement à 300°C diminue également avec la déformation imposée mais de manière beaucoup moins marquée. On peut penser que l'activation thermique permet un mouvement des dislocations plus aisé et favorise leur annihilation.

#### II.2.D. Durée de vie

La Figure 68 présente les courbes de durée de vie de l'acier T91 à 300°C à l'air. Le nombre de cycles à rupture n'est que peu affecté par le changement de température pour les taux de déformation supérieurs à 1% mais, par contre, on remarque une diminution du nombre de cycles à rupture pour le taux de déformation de 0,6% (Figure 69).

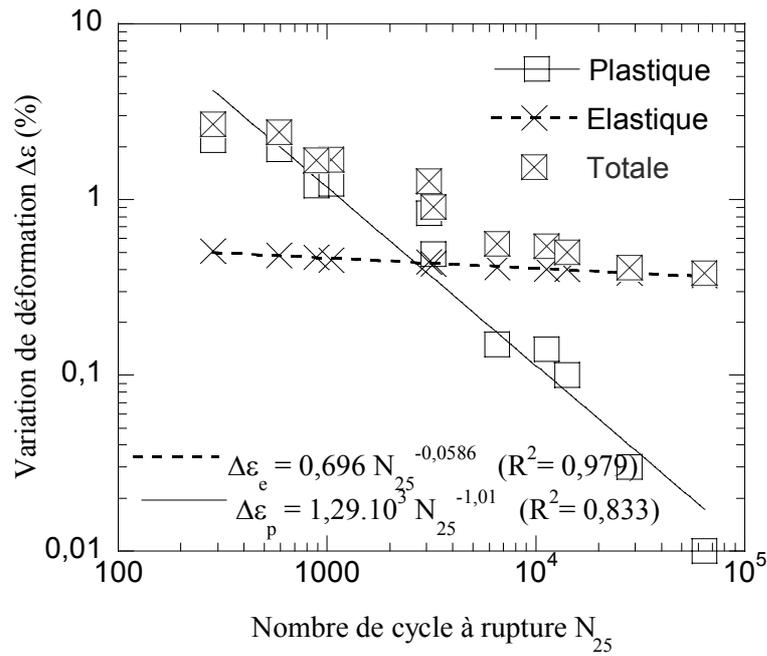


Figure 68 : Courbes de résistance à la fatigue de l'acier T91 (air, 300°C)

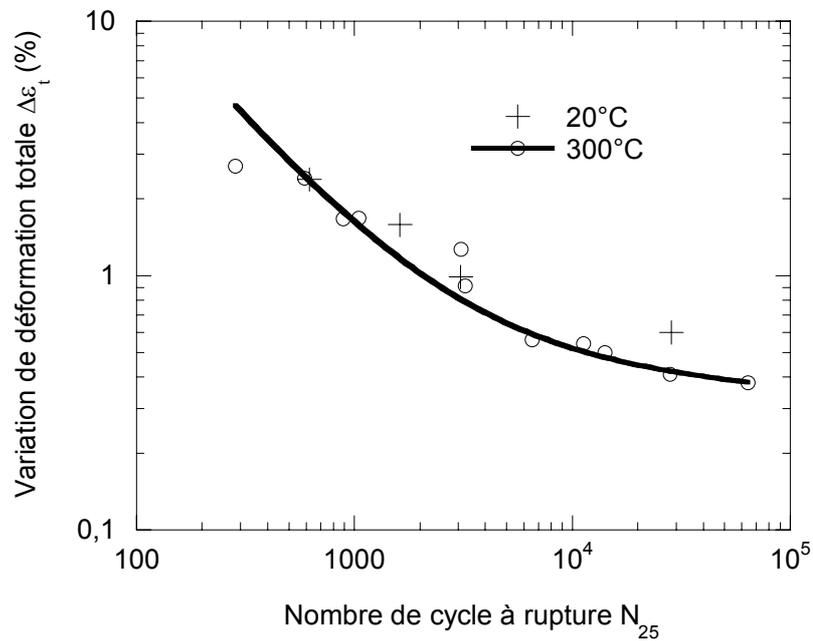


Figure 69 : Comparaison des durées de vie de l'acier T91 à 20°C et 300°C

II.2.E. Comparaison avec les données de la bibliographie

Une comparaison de nos résultats avec ceux disponibles dans la bibliographie s'est avérée difficile à cause du faible nombre de données disponibles sur le comportement en fatigue de l'acier T91 à 300°C. Ainsi nous avons dû élargir nos recherches bibliographiques et prendre en compte les nuances d'aciers proches du T91 telles que le F82H le Manet et le JLF1 pour une plage de température comprise entre 250 et 300°C.

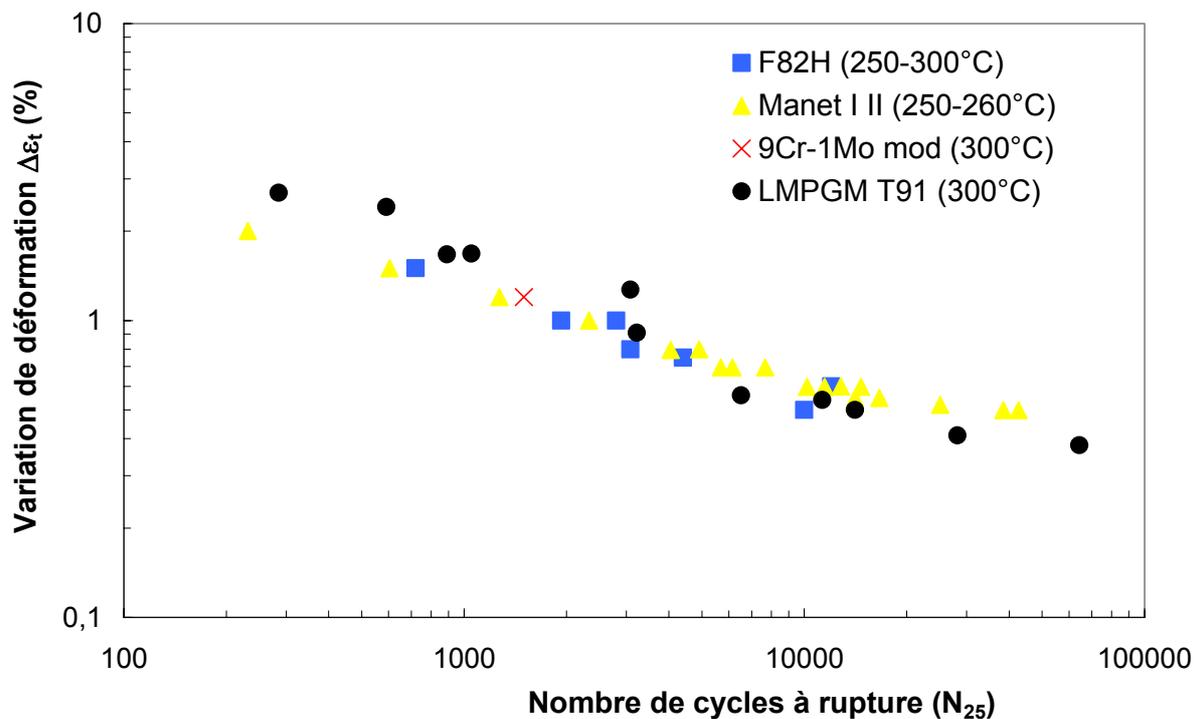


Figure 70 : Synthèse bibliographique des durées de vie d'aciers martensitiques à 9%Cr entre 250°C et 300°C (F82H :[ARMAS 2002; JITSUKAWA 2002; MARMY 2003], Manet : [BERTSCH 1996; KALKHOF 2003], 9Cr1Mo mod :[NAGESHA 2002])

Nos données sont proches de celles disponibles dans la bibliographie (Figure 70). Ceci nous permet d'affirmer que notre montage expérimental, même s'il ne permet pas une mesure directe de la déformation sur la zone utile de l'éprouvette, et pourrait donc paraître moins précis qu'une mesure classique de la déformation, permet de rendre compte correctement du comportement en fatigue oligocyclique. Enfin on soulignera que ce montage permet surtout **une comparaison directe entre les essais réalisés à l'air et ceux réalisés dans le LBE** puisque le montage est identique dans les deux milieux.

II.3. Comportement en LCF de l'acier T91 (LBE, 300°C)

II.3.A. Procédure expérimentale

Les essais de LCF dans le LBE à 300°C sont réalisés avec le même montage expérimental que les essais de LCF à l'air à 300°C. La seule modification est que le LBE remplace la sable dans la cuve. Les essais ont été réalisés sans contrôle de la teneur en oxygène du bain de LBE ce qui laisse à penser que le bain était en condition oxydante puisqu'aucune mesure particulière n'a été prise pour en limiter l'oxydation. Les résultats expérimentaux sont donnés dans le Tableau 11.

Tableau 11 : Résultats des essais de LCF pour l'acier T91 (300°C, LBE,  $\dot{\varepsilon} = 4.10^{-3} s^{-1}$ )

Valeur au ¼ cycle		Valeur au cycle stabilisé				Durée de Vie
$\sigma_{ao}$ (MPa)	$\varepsilon_{pao}$ (%)	$\sigma_a$ (MPa)	$\Delta\varepsilon_t$ (%)	$\Delta\varepsilon_p$ (%)	$\Delta\varepsilon_e$ (%)	$N_{25}$ (Cycles)
522	0,78	484	2,47	1,97	0,50	172
498	0,42	445	1,65	1,19	0,46	322
483	0,48	447	1,64	1,18	0,46	294
459	0,05	432	1,17	0,73	0,44	657
477	0,13	434	0,99	0,55	0,44	975
460	0,09	419	0,91	0,48	0,43	700
456	0,03	412	0,76	0,34	0,42	1982
		380	0,54	0,15	0,39	5561
		386	0,49	0,09	0,40	6324
		373	0,46	0,08	0,38	10060
		350	0,36	< 0,01	0,36	55370
		355	0,37	0,01	0,36	38580 <sup>14</sup>

II.3.B. Courbe d'écrouissage

La Figure 71 présente les courbes d'écrouissage de l'acier T91 dans le LBE à 300°C

<sup>14</sup>  $N_5$ : 5% de chute de contrainte finale

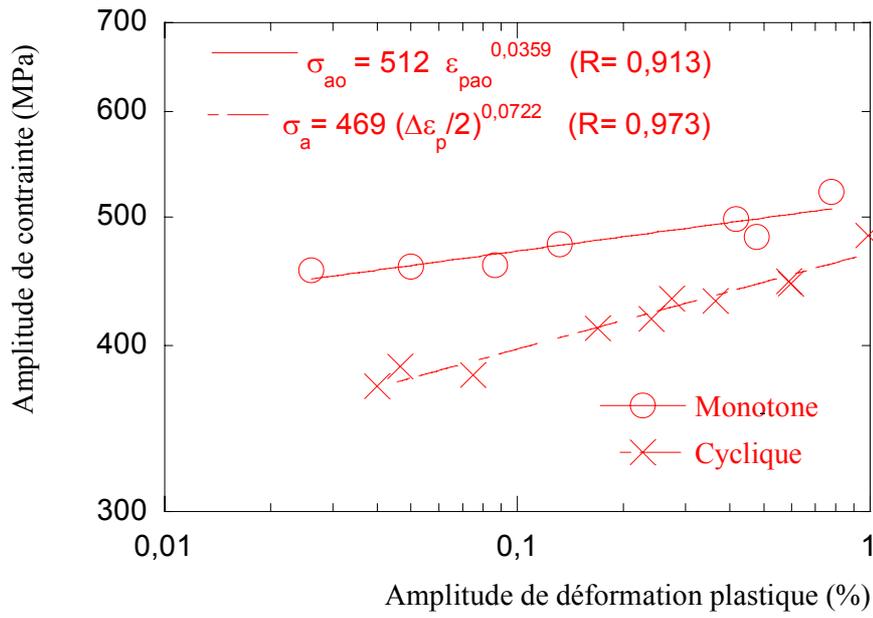


Figure 71 : Courbes d'érouissage monotone et cyclique de l'acier T91 (LBE, 300°C)

II.3.C. Durée de vie

La Figure 72 présente les courbes de résistance à la fatigue de l'acier T91 dans le LBE à 300°C.

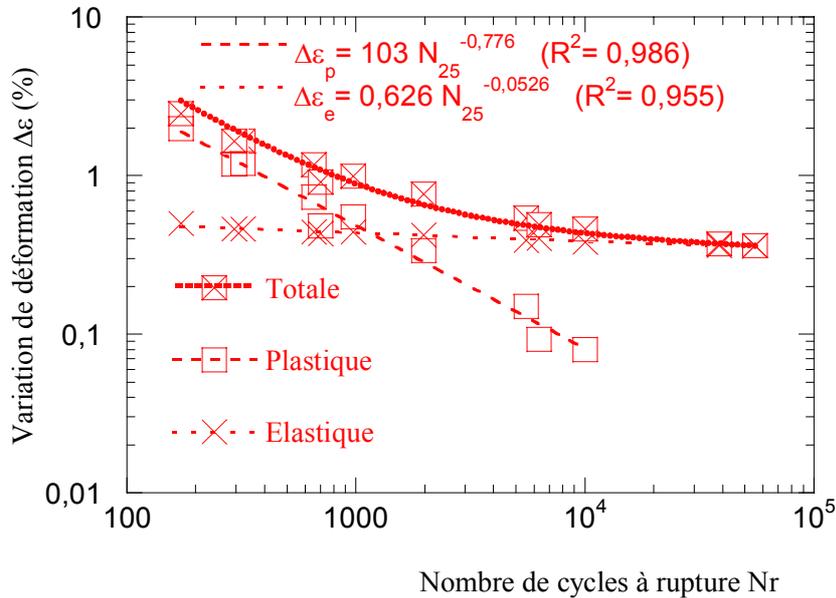


Figure 72 : Courbes de résistance à la fatigue de l'acier T91 (LBE, 300°C)

II.4. Comparaison des résultats air et LBE à 300°C

Le Tableau 12 compile les résultats obtenus pour différentes conditions expérimentales. Afin de mieux visualiser les résultats, un code couleur sera utilisé par la suite selon le type d'essai réalisé : noir : essais réalisés à l'air, rouge : essais réalisés dans le LBE, gris : essais réalisés dans le LBE sur des échantillons pré-oxydés testés dans le LBE, vert : essais réalisés dans le LBE sur des échantillons pré-corrodés testés dans le LBE.

Tableau 12 : Comparaison des résultats de LCF sur l'acier T91  $\dot{\epsilon} = 4.10^{-3} s^{-1}$

Milieu	Température	Ecroûissage				Fatigue			
		Monotone		Cyclique		Elastique		Plastique	
		K	n	K'	n'	K <sub>e</sub>	C <sub>e</sub>	K <sub>p</sub>	C <sub>p</sub>
Air	20°C	582	0,0406	562	0,105	1,55	-0,132	85,4	-0,614
Air	300°C	526	0,0575	467	0,0595	0,696	-0,059	1275	-1,013
LBE	300°C	512	0,0359	459	0,0722	0,627	-0,0528	103	-0,776

### II.4.A. Comparaison de la réponse cyclique entre les différents milieux

Les réponses cycliques du T91 à l'air et dans le LBE à 300°C sont présentées Figure 73. On retrouve les trois stades de l'endommagement par fatigue : Accommodation, quasi stabilisation, et propagation volumique de la fissure macroscopique. On observe un adoucissement cyclique du T91 à 300°C dans les deux milieux. Les niveaux de contraintes atteints pendant les essais sont quasi similaires mais on remarque que les niveaux de contrainte dans le LBE sont légèrement inférieurs à ceux obtenus dans l'air. On pourrait penser que le LBE favorise le mouvement des dislocations (et ainsi diminue les niveaux de contraintes à atteindre) mais cet effet doit sans doute être attribué à la bonne capacité calorifique du LBE. Le LBE doit maintenir l'éprouvette à des températures légèrement supérieures à ce qui est obtenu avec le sable pour l'air. Les propriétés volumiques du matériau ne semblent pas être altérées par le métal liquide. Les courbes d'érouissages monotone et cyclique comparées Figure 74 confirment ces observations puisqu'elles sont semblables dans les deux milieux.

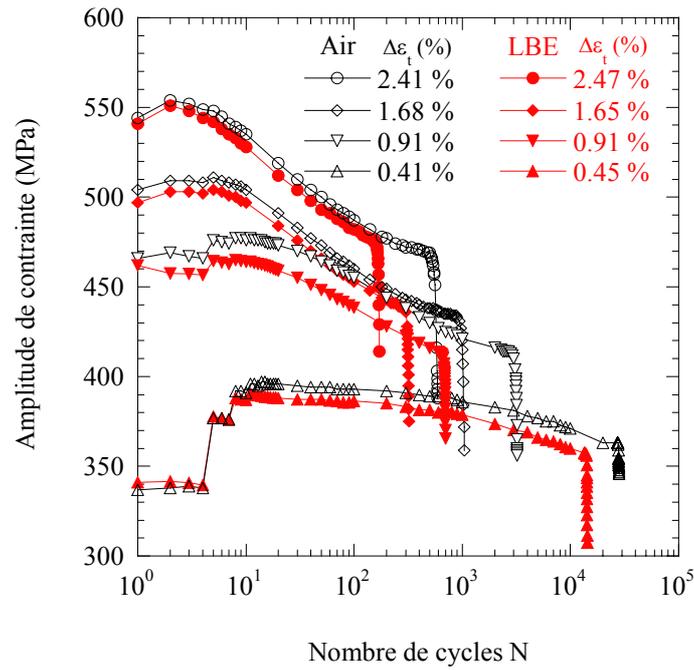


Figure 73 : Evolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles pour l'acier T91 à 300°C

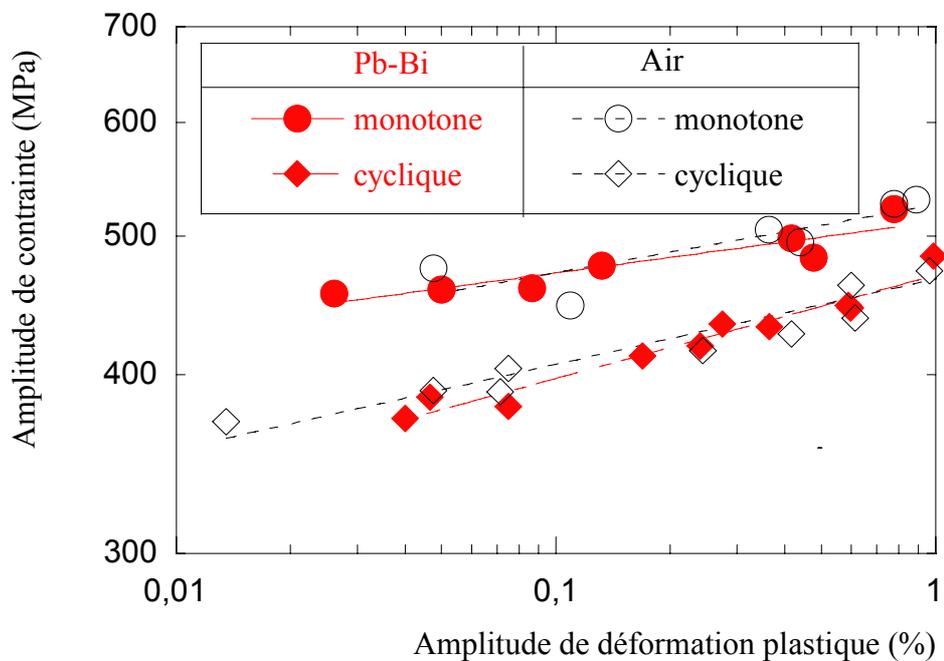


Figure 74 : Courbes d'écrouissage monotone et cyclique du T91 à 300°C

L'évolution de l'amplitude de contrainte en fonction de la fraction de durée de vie pour différents niveaux de déformation (Figure 75) montre que l'adoucissement du T91 semble moins marqué dans le LBE qu'à l'air. Cela est dû à ce type de représentation qui ne permet pas de prendre en compte le nombre de cycles effectués lors de chaque essai mais qui permet plutôt de comparer **les proportions relatives des différents stades d'endommagement**. L'adoucissement à l'air et dans le LBE, comme nous l'avons vu sur les courbes d'écroutissements, sont similaires, mais comme la durée des essais dans le LBE est plus courte, l'adoucissement au final est moindre dans ce milieu.

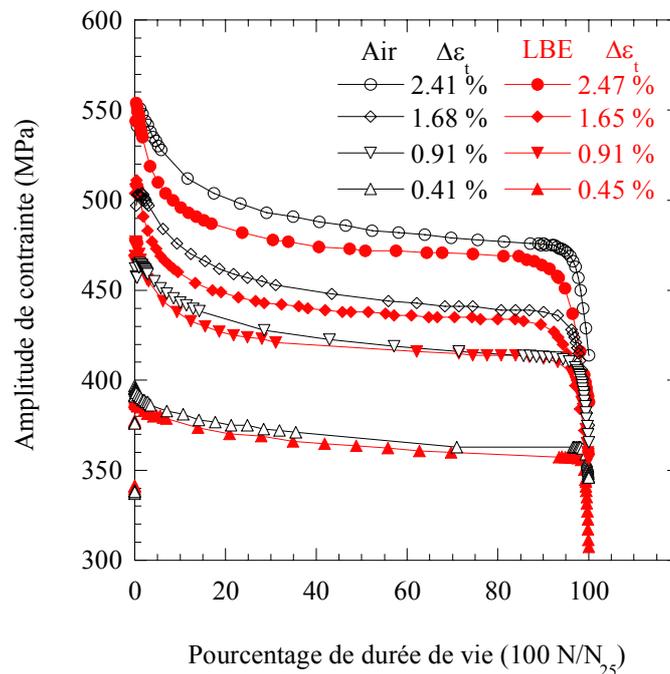


Figure 75 : Evolution de l'amplitude de contrainte en fonction du pourcentage de durée de vie pour l'acier T91 à 300°C

L'adoucissement du matériau étant essentiellement fonction de la déformation plastique, si l'on trace l'évolution du pourcentage d'adoucissement en fonction de la déformation plastique mesurée à mi durée de vie, on s'aperçoit que l'adoucissement dans l'air semble plus marqué que dans le LBE (Figure 76). Cela est encore dû au fait que dans cette représentation la mesure de l'adoucissement ne se fait pas au même nombre de cycles dans les deux milieux.

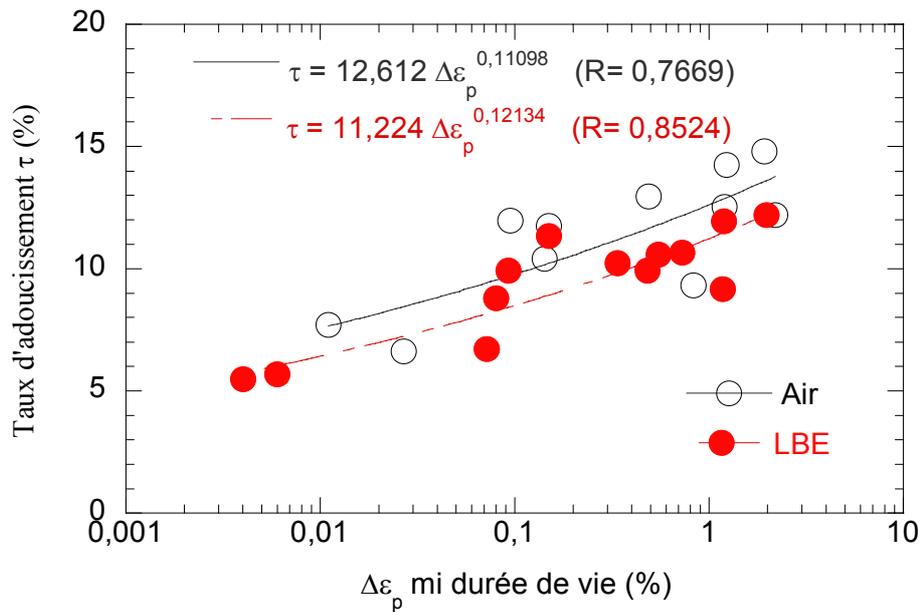


Figure 76 : Evolution du taux d'adoucissement en fonction de la déformation plastique mesurée à mi durée de vie

Il serait plus judicieux de tracer l'évolution de l'adoucissement en utilisant la déformation plastique cumulée (Figure 77) que l'on approchera par  $N_{25} \times \Delta \epsilon_p$ , on s'aperçoit que l'adoucissement est similaire dans les deux milieux dès lors que l'on introduit le nombre de cycles dans la représentation.

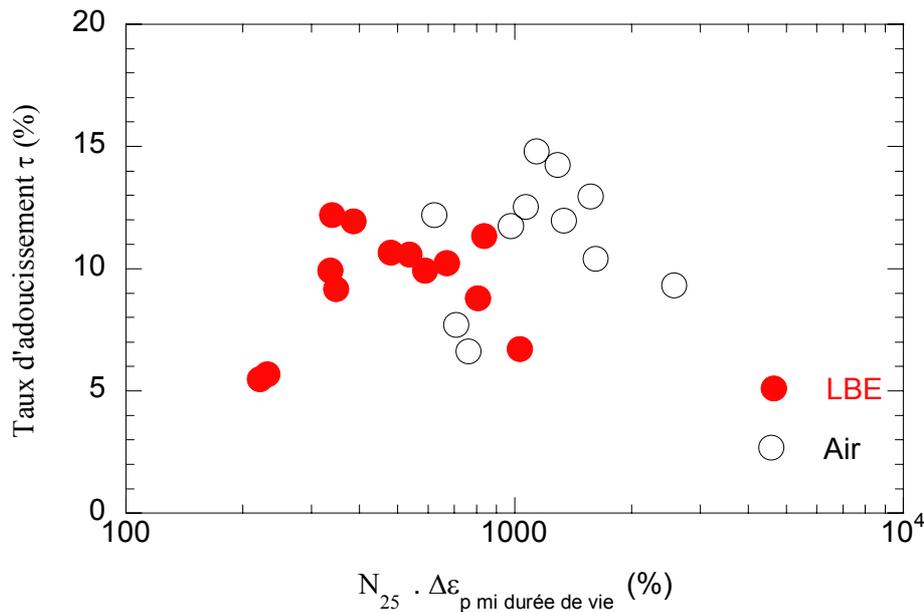


Figure 77 : Evolution du taux d'adoucissement en fonction de la déformation plastique cumulée

#### II.4.B. Comparaison de la durée de vie en LCF entre les différents milieux

Les courbes de durée de vie présentées Figure 78 montrent une importante réduction de la durée de vie en fatigue à 300°C dans l'eutectique plomb bismuth liquide par rapport à l'air. Cette réduction avoisine les 20% pour les niveaux de déformation faibles, mais elle peut atteindre 70% pour les niveaux les plus importants. On peut se demander pourquoi le métal liquide conduit à une telle réduction de durée de vie sans pour autant avoir d'effet sur les niveaux de contraintes. On peut émettre l'hypothèse que l'important ratio volume/surface des échantillons utilisés masque ces effets.

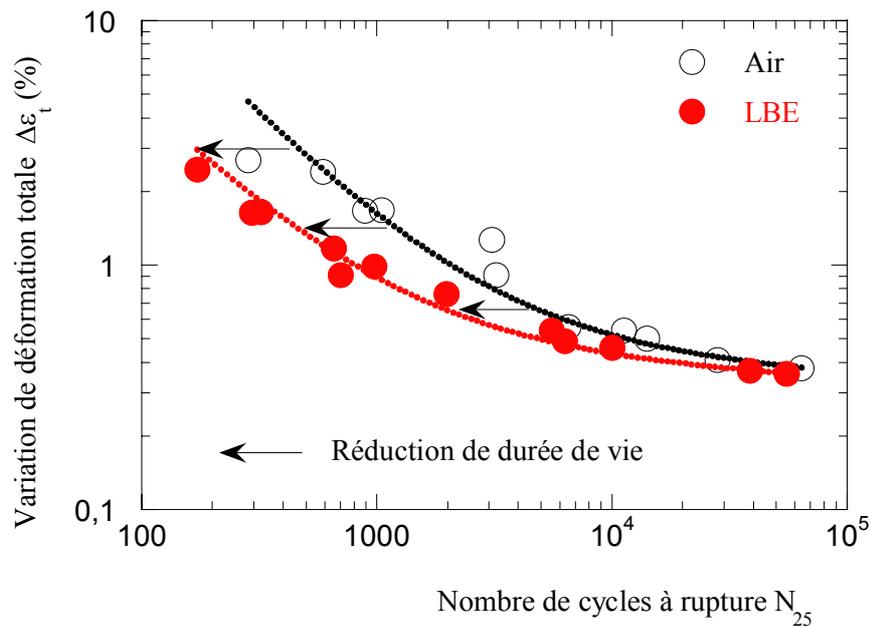


Figure 78 : Courbe de résistance à la fatigue de l'acier T91 à 300°C

#### II.4.C. Origine de la diminution de durée de vie

L'influence du métal liquide ne semble pas visible sur la courbe d'évolution de la contrainte en fonction du pourcentage de durée de vie (Figure 75). Pourtant si on focalise notre attention sur la partie relative à la propagation, des différences notables apparaissent (Figure 79). La proportion relative de la phase de propagation de la fissure macroscopique diminue :

- pour un même milieu lorsque la déformation imposée diminue comme évoqué au III.2.C
- dans le LBE par rapport à l'air pour une même déformation

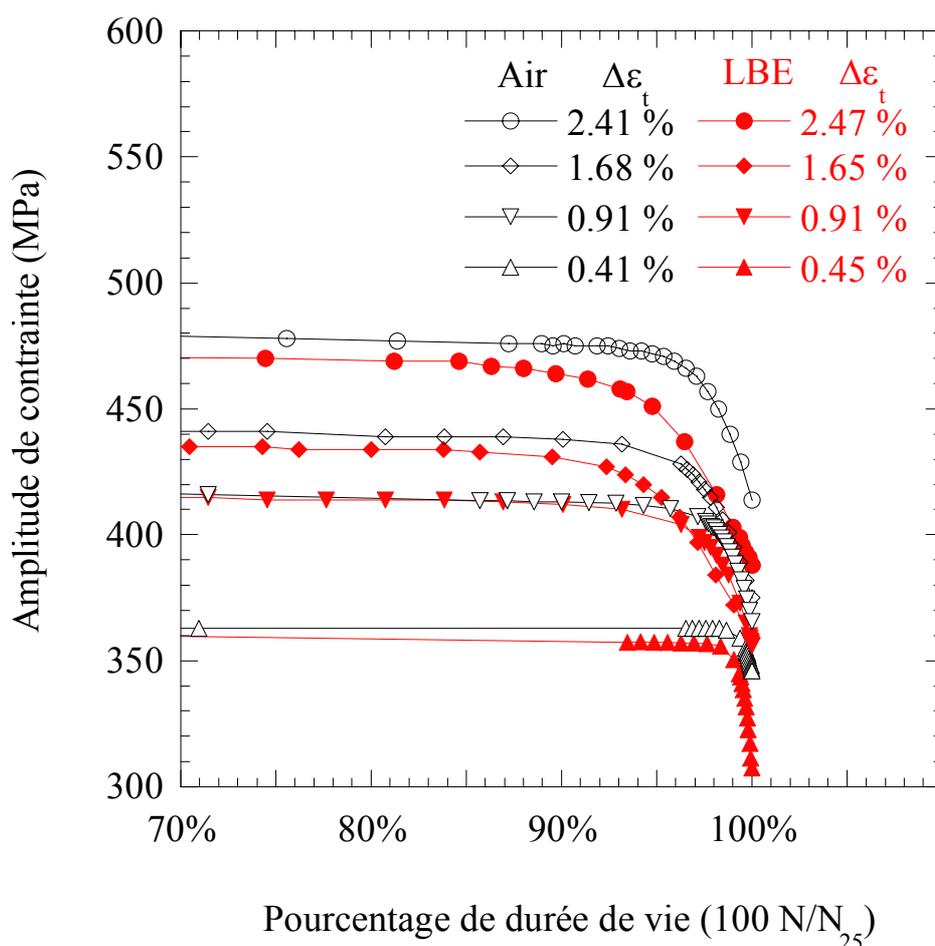


Figure 79 : Evolution de l'amplitude de contrainte en fonction du pourcentage de durée de vie pour l'acier T91 à 300°C (zoom)

**La réduction de durée de vie dans le LBE lors des essais de fatigue doit être associée à la diminution de la phase de propagation dans ce milieu mais, comme nous verrons par la suite, c'est surtout la phase d'amorçage qui conditionne la durée de vie du matériau.**

Ainsi on peut penser que la vitesse de propagation de la fissure macroscopique augmente dans ce milieu et pour le confirmer une étude plus approfondie de la chute de contrainte finale a été réalisée. Une diminution de 5% par rapport au cycle stabilisé de la contrainte de traction semble être une bonne évaluation du début de propagation de la fissure macroscopique. On note  $N_{5\%}$  le nombre de cycles nécessaires à l'amorçage de la fissure fatale, et noté  $\Delta N_{5\%-25\%} = N_{25\%} - N_{5\%}$  le nombre de cycles nécessaires à la propagation volumique de la fissure macroscopique. Pour chaque essai le nombre de cycle  $\Delta N_{5\%-25\%}$  a été relevé et son évolution en fonction de la déformation imposée est présentée sur la Figure 80.

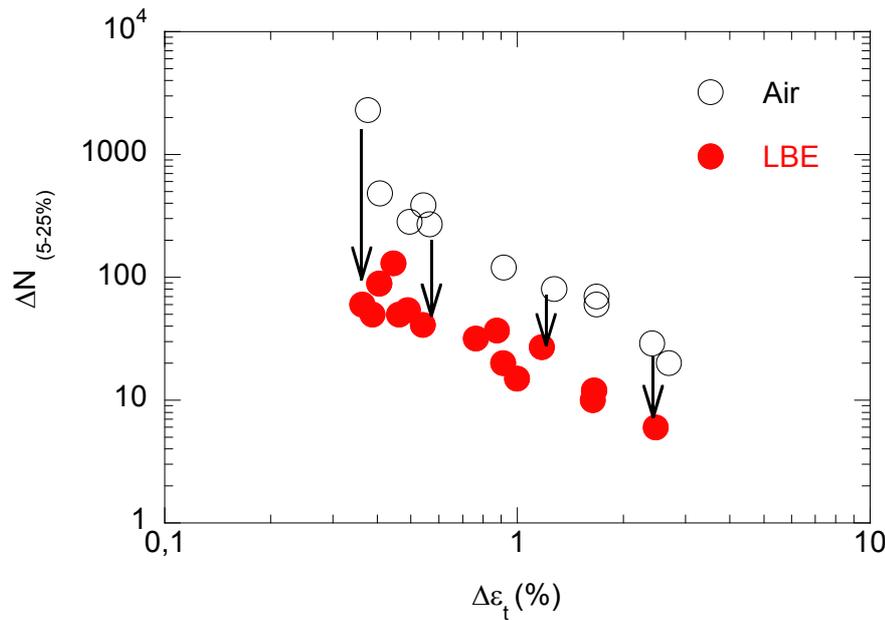


Figure 80 : Evolution du nombre de cycles nécessaires à la propagation de la fissure macroscopique dans un acier T91 à 300°C

Le nombre de cycles nécessaires à la propagation de la fissure macroscopique est d'une décade plus faible dans le cas du LBE. Ceci permet d'affirmer que **la vitesse de propagation des fissures est plus rapide dans le LBE qu'à l'air** puisqu'il faut beaucoup moins de cycles pour propager la fissure dès lors que celle-ci est amorcée. Nous reviendrons sur l'étape d'amorçage une fois que les observations au microscope auront été présentées.

## II.5. Observations des échantillons après les essais de LCF à 300°C.

Des observations ont été réalisées après les essais de LCF pour les différentes conditions d'essais, on les notera selon leur type :

- Type  $A_i$  : Observation des fissures sur une coupe longitudinale après  $N=N_{25}$  cycles.
- Type  $B_i$  : Observation de la surface de l'échantillon après  $N=N_{25}$  cycles.
- Type  $C_i$  : Observation du faciès de rupture après séparation en deux parties distinctes de l'échantillon (après  $N=N_r$  cycles).

- Type  $D_i$  : Observation de la surface de l'échantillon après séparation en deux parties distinctes de l'échantillon (après  $N=N_r$  cycles).
- Type  $E_i$  : Observation du faciès de rupture grâce à une rupture en traction post essai à température ambiante de l'échantillon (après  $N=N_{25}$  ou  $N=N_5$  cycles).
- Type  $F_i$  : Observation de la surface de l'échantillon après à une rupture en traction post essai à température ambiante (après  $N=N_{25}$  ou  $N=N_5$  cycles).

L'indice  $i$  fait référence à l'essai réalisé :

- $i=Air$  pour les essais réalisés à l'air à 300°C
- $i=LBE$  pour les essais réalisés dans le LBE à 300°C
- $i=ox$  pour les essais réalisés dans le LBE sur les éprouvettes pré-oxydées à 300°C
- $i=cor$  pour les essais réalisés dans le LBE sur les éprouvettes pré-corrodées à 300°C

Le Tableau 13 récapitule les différentes observations réalisées pour différentes conditions.

Tableau 13 : Récapitulatif des observations microscopiques effectuées

	LCF Air	LCF LBE	LCF LBE	LCF LBE
Découpe Longitudinale	A <sub>Air</sub>	A <sub>LBE</sub>	A <sub>ox</sub>	A <sub>cor</sub>
Rupture LCF 300°C	C <sub>Air</sub>	C <sub>LBE</sub>	C <sub>ox</sub>	C <sub>cor</sub>
Traction ambiante	E <sub>Air</sub>	E <sub>LBE</sub>	X	X
	F <sub>Air</sub>	F <sub>LBE</sub>		

II.5.A. Observations de la surface des échantillons après rupture par LCF (type D<sub>Air</sub> et D<sub>LBE</sub>)

Afin de permettre une étude fractographique, des essais ont été menés jusqu'à rupture des éprouvettes en deux parties distinctes ( $N=N_r$ ). Sur la Figure 81, les vues macroscopiques des échantillons après essai de fatigue montrent deux morphologies différentes. **Pour les essais à l'air, le chemin de fissuration est tortueux tandis que pour les essais dans le LBE le plan de rupture est perpendiculaire à l'axe de sollicitation.**

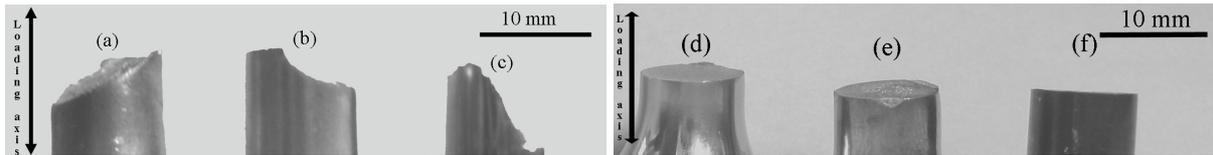


Figure 81 : Vues macroscopiques après rupture pour des essais de fatigue réalisés à l'air  $\Delta\varepsilon_t=2,69\%$  (a),  $\Delta\varepsilon_t =1,67\%$  (b),  $\Delta\varepsilon_t =0,50\%$  (c) et dans le LBE  $\Delta\varepsilon_t =2,47\%$  (d),  $\Delta\varepsilon_t =1,65\%$  (e),  $\Delta\varepsilon_t =0,46\%$  (f)

#### II.5.B. Observations du faciès de rupture des échantillons après rupture par LCF (type $C_{Air}$ et $C_{LBE}$ )

Une observation à la loupe binoculaire des faciès de rupture (Figure 82) montre que **le relief est très accidenté pour les essais réalisés à l'air tandis que le faciès est plan pour les essais réalisés dans le LBE. Un site d'amorçage unique ainsi que des stries dont l'espacement est important sont visibles sur les échantillons testés dans le LBE. On note également une augmentation de la distance inter-stries lorsque l'on s'éloigne du site d'amorçage et, lorsque la déformation appliquée augmente.** La flèche indique le sens de propagation de la fissure macroscopique.

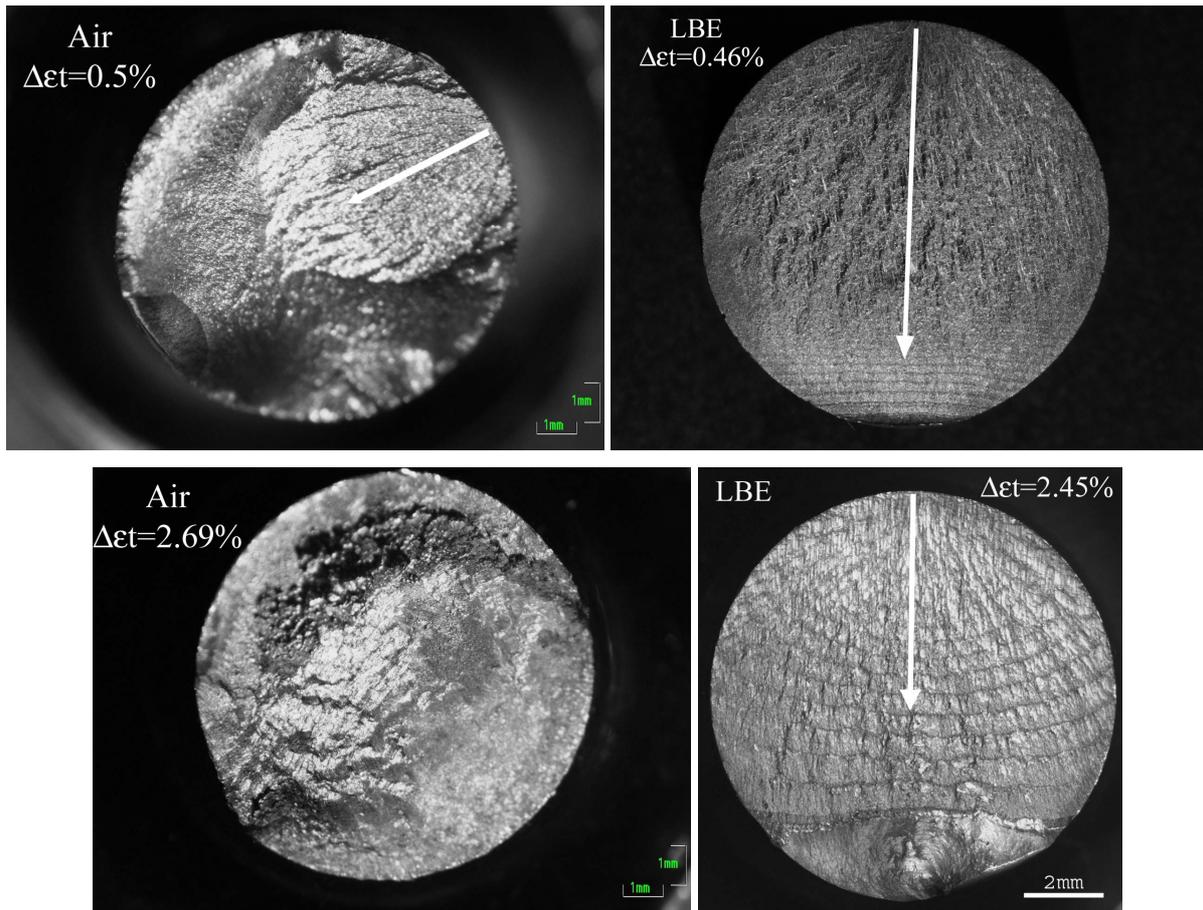


Figure 82 : Vue macroscopique à la loupe binoculaire de faciès de rupture obtenus après essais de fatigue à l'air (gauche) et dans le LBE (droite)

Les observations au MEB de ces faciès de rupture (Figure 83) confirment ce qui a été évoqué ci-dessus. Pour les essais réalisés à l'air, plusieurs sites d'amorçages sont présents (indiqués par des étoiles). Lors de l'essai de fatigue, des fissures croissent à partir de ces sites et la rupture intervient lors du regroupement des différents plans de propagation ce qui conduit à un faciès tortueux. Pour des essais réalisés dans le LBE, un site unique d'amorçage est visible. La fissure se propage à partir de ce site dans le volume de l'éprouvette (la flèche indique le sens de propagation) en suivant le plan perpendiculaire à l'axe de sollicitation et ce jusqu'à rupture. **Une distance inter-stries importante est observée lors d'essais réalisés dans le LBE par rapport à ceux réalisés à l'air.**

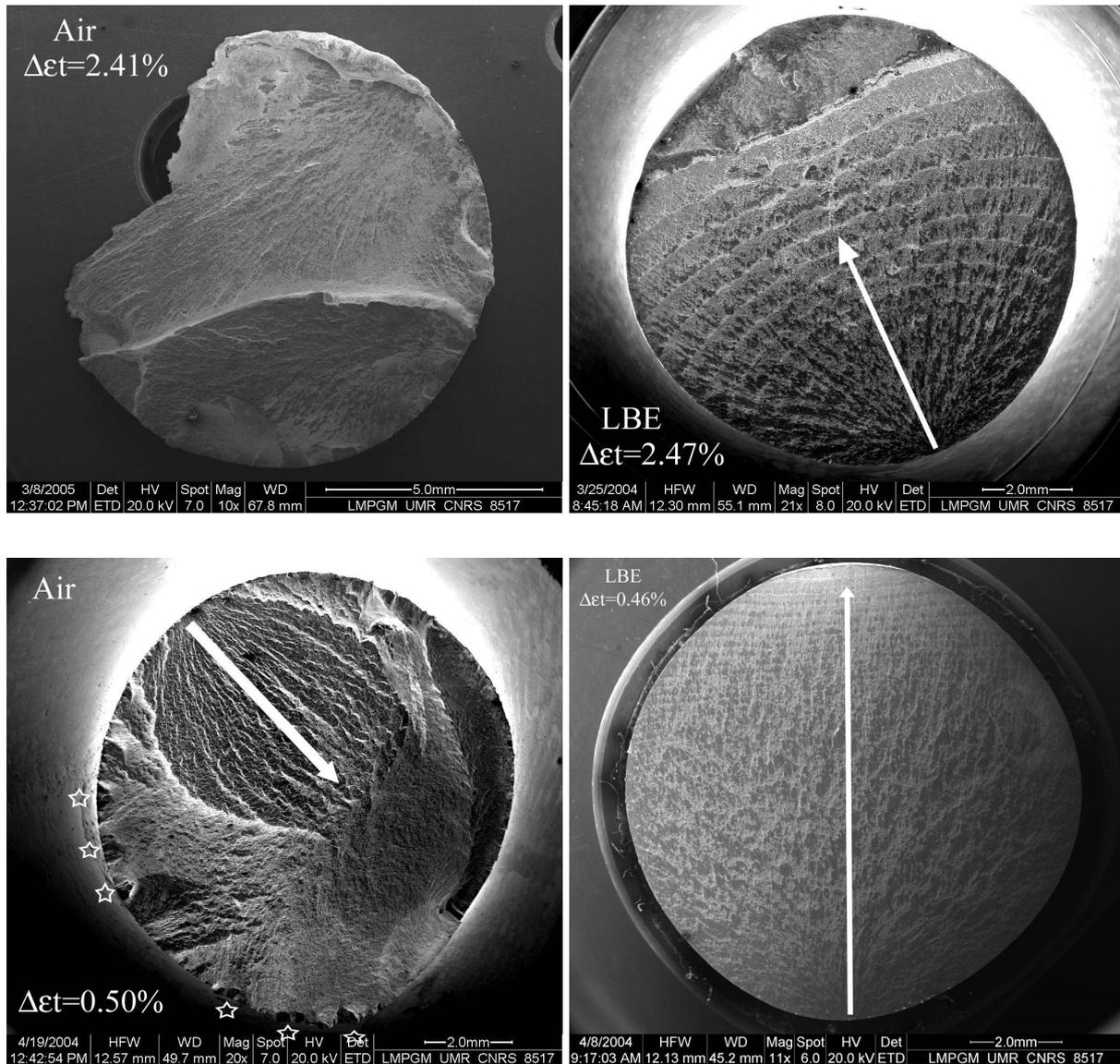


Figure 83 : Observation au MEB de faciès de rupture

Les stries de fatigue sont un enregistrement visuel du processus de fissuration. Il a été montré que sous certaines conditions, une strie se forme à chaque cycle de chargement. La distance inter-stries correspond donc à l'avancée de la fissure lors d'un cycle de chargement dans le régime de Paris. Certains auteurs déterminent la vitesse d'avancée de fissure à partir d'une étude de la distance inter-stries [WAREING 1977]. Nous avons donc mesuré la distance inter-stries sur les faciès de rupture et remarqué que cette distance est supérieure d'une décade sur les échantillons testés dans le LBE. Cette **plus grande distance inter-stries semble indiquer que la vitesse de fissuration est plus importante dans le LBE qu'à l'air**. Toutefois, du fait de l'important matage (frottement) qui intervient lors des essais réalisés à l'air (peut être dû au stade de propagation qui est plus long à l'air que dans le LBE), les stries sont plus

difficilement observables dans ce milieu. De plus, les différences dans les sites d'amorçage (multiples à l'air, unique dans le LBE) et dans le chemin de fissuration initial (perpendiculaire à l'axe de sollicitation dans le LBE, à 45° à l'air) rendent les comparaisons discutables.

Afin de s'affranchir des différences dues à l'amorçage des fissures entre les deux milieux, un essai de fatigue a été réalisé dans le LBE jusqu'à la chute de contrainte de 25% de la contrainte puis l'éprouvette a été décontaminée et testée à l'air à 300°C jusqu'à rupture. L'unicité de la fissure et sa forme identique dans les deux milieux permet de s'affranchir des réserves émises précédemment sur l'utilisation de la distance inter-stries. La Figure 84a montre le faciès de rupture de cette éprouvette. La zone au dessus de la ligne en pointillé est la zone d'essai en fatigue dans le LBE à 300°C tandis que sous les pointillés se trouvent la zone de fatigue à l'air à 300°C.

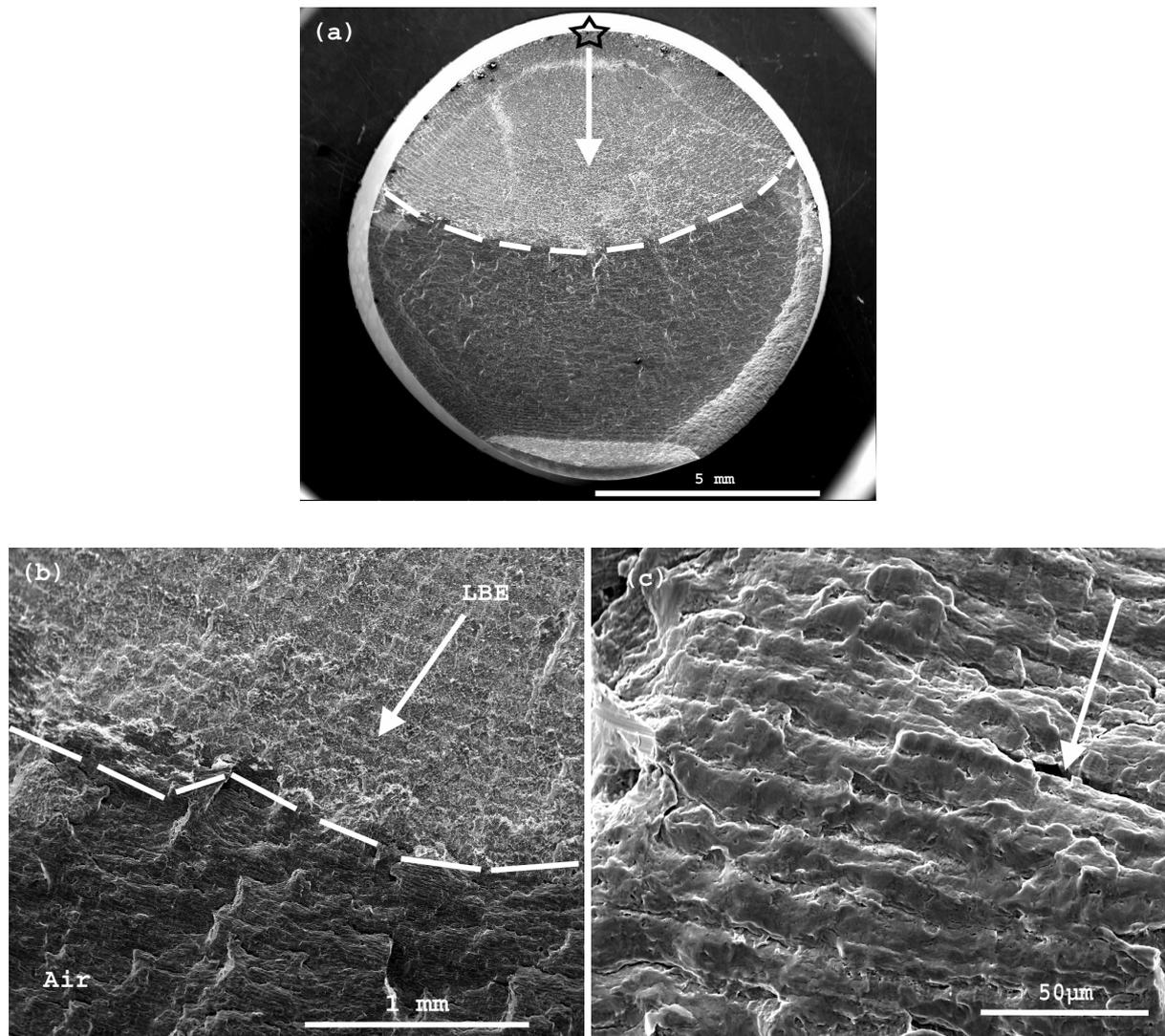


Figure 84 : Faciès de rupture observé au MEB d'un échantillon testé en LCF dans le LBE puis à l'air ( $\Delta\varepsilon_t = 0,76\%$ ) vue globale (a), zoom de la limite d'interaction avec le LBE/air (b) et détail des stries observées à l'air après la limite (c)

La distance inter-stries augmente avec la distance au site d'amorçage sur tout le faciès. Au niveau de la limite LBE/Air (donc pour une même distance par rapport au site d'amorçage), elle est plus faible à l'air (15  $\mu\text{m}$  voir Figure 84c) que dans le LBE (100  $\mu\text{m}$  voir Figure 84b). **Cette constatation permet de confirmer que le LBE augmente la vitesse de propagation des fissures longues de fatigue à la vue des distances inter-stries dans ce milieu.**

La vitesse de propagation des fissures dans le LBE semble plus rapide qu'à l'air. Néanmoins elle reste cependant difficile à évaluer car elle dépend de nombreux paramètres (distance au site d'amorçage, niveau de déformation imposé, nombre de fissures initiales ...). Afin de relier quantitativement la vitesse de fissuration aux paramètres expérimentaux, **la réalisation**

**d'essais de fatigue propagation est nécessaire.** Enfin, le stade de propagation de la fissure macroscopique, comme nous l'avons évoqué au paragraphe III.2.C, ne représente tout au plus que 20% de la durée de vie du matériau et **ne peut expliquer à lui seul** l'importante diminution de la durée de vie observée (jusque 70%). Afin de mieux expliquer la diminution de durée de vie, on s'intéresse par la suite **aux stades de propagation des fissures courtes** grâce aux observations des surfaces et des coupes longitudinales des échantillons testés en LCF.

### II.5.C. Observations des surfaces après LCF (type B<sub>Air</sub> et B<sub>LBE</sub>)

L'observation des surfaces des échantillons testés en fatigue oligocyclique (Figure 85) met en évidence un nombre beaucoup plus important de fissures sur les échantillons testés à l'air par rapport à ceux testés dans le LBE pour un même niveau de déformation.

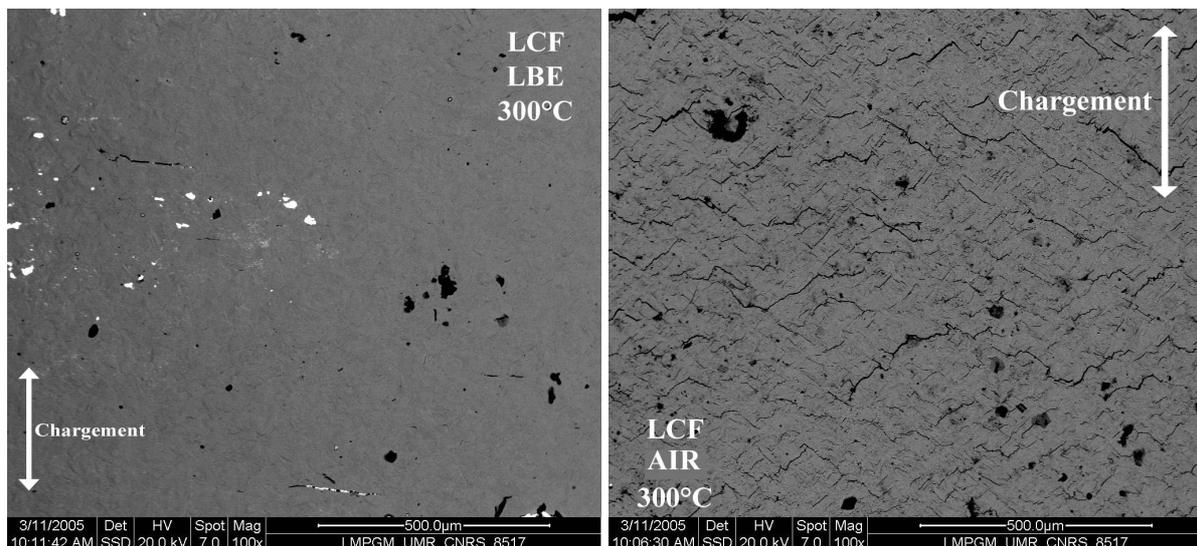


Figure 85 : Surfaces des échantillons après essais de LCF ( $\Delta\epsilon_t=1,65\%$ ,  $Nr_{LBE}=291$  et  $Nr_{Air}=1050$ )

La Figure 86 nous indique que l'amorçage des fissures semble provenir des intrusions-extrusions (a,b), d'inclusions ou de piqures (c). Lors des essais de fatigue oligocyclique dans le LBE, des décohésions intergranulaires ont parfois été observées dans l'ouverture de la fissure macroscopique (d) ce qui nous laisse penser que le LBE puisse favoriser parfois un amorçage intergranulaire.

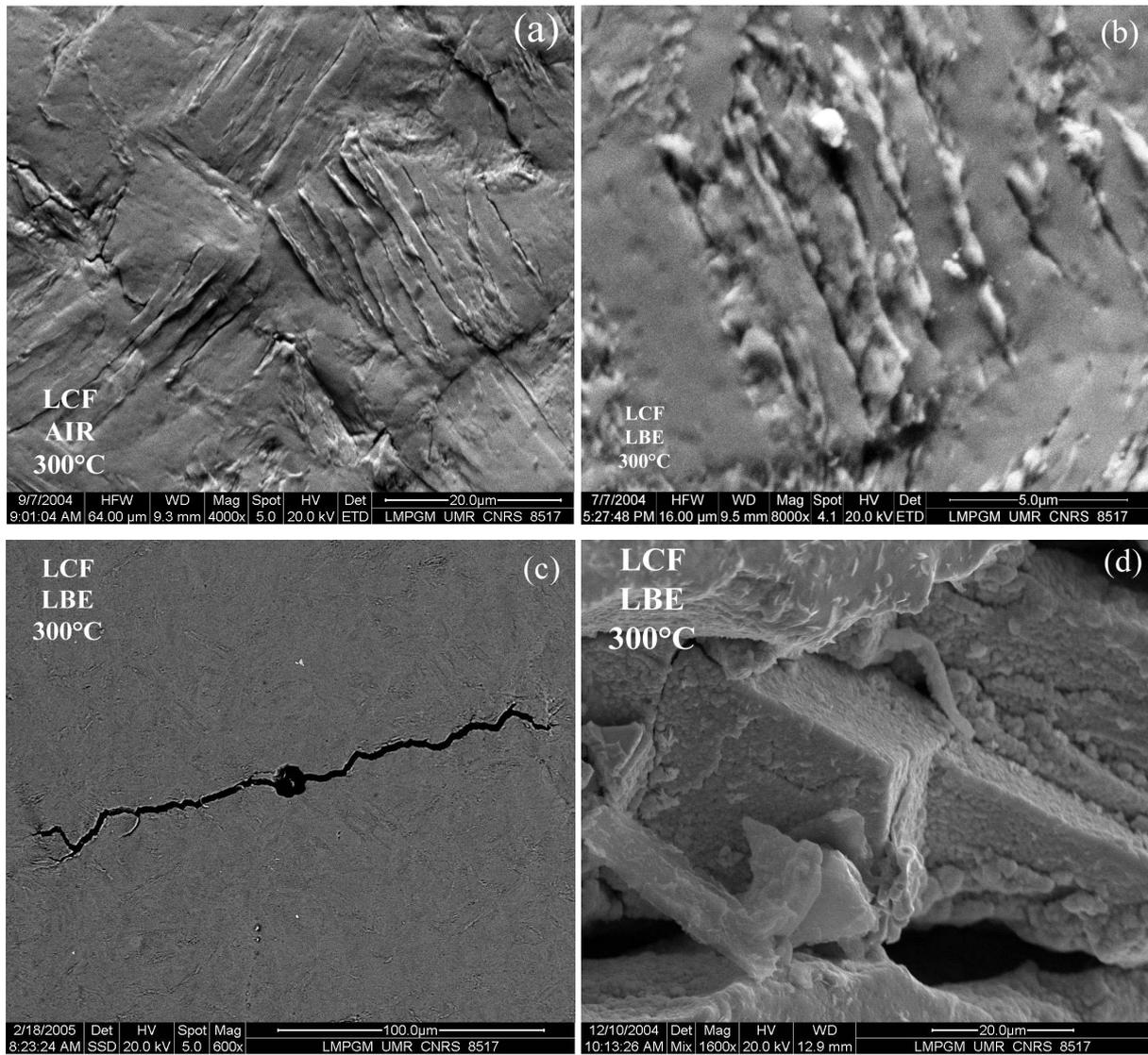


Figure 86 : Vues de surfaces d'échantillons testés en LCF (a  $\Delta\varepsilon_t=1,68\%$ , b  $\Delta\varepsilon_t=0,49\%$ , c  $\Delta\varepsilon_t=0,36\%$ , d  $\Delta\varepsilon_t=0,91\%$ )

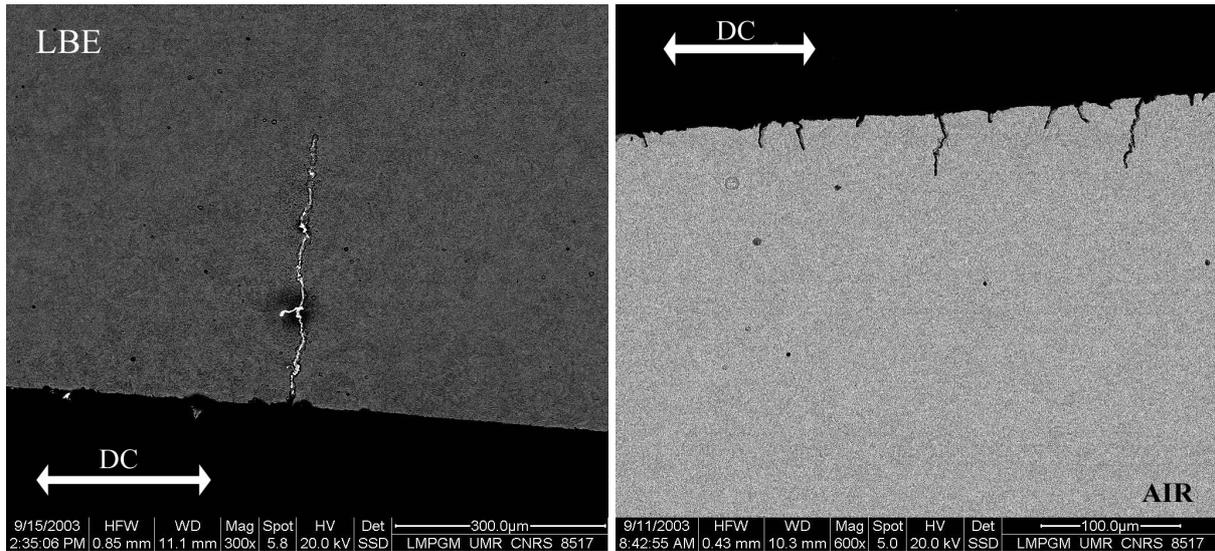
II.5.D. Observations des coupes longitudinales ( $A_{\text{air}}$   $A_{\text{LBE}}$ )

Figure 87 : Observation de coupes longitudinales après LCF dans le LBE (gauche) et l'air (droite)  $\Delta\epsilon_t=1,69\%$

L'observation des coupes longitudinales (Figure 87) permet d'analyser le processus de fissuration en volume. Dans le cas d'essais réalisés à l'air, on observe sur les coupes la **fissure principale** qui a entraîné la ruine du matériau lors de sa propagation en volume, **mais aussi de nombreuses fissures secondaires**. Ces fissures sont amorcées pour la majorité d'entre elles à  $50^\circ$  de l'axe de sollicitation mais se propagent ensuite perpendiculairement à celui-ci. L'amorçage et la propagation se font majoritairement de manière trans-granulaire.

Lors d'essais réalisés **dans le LBE, le processus de fissuration est différent. Ainsi peu ou pas de micro fissures sont observées sur les coupes longitudinales**. Du LBE est toujours présent dans la fissure principale (comme le montre la cartographie EDX Figure 88) attestant que le métal liquide est toujours présent en pointe de fissure lors de sa propagation.

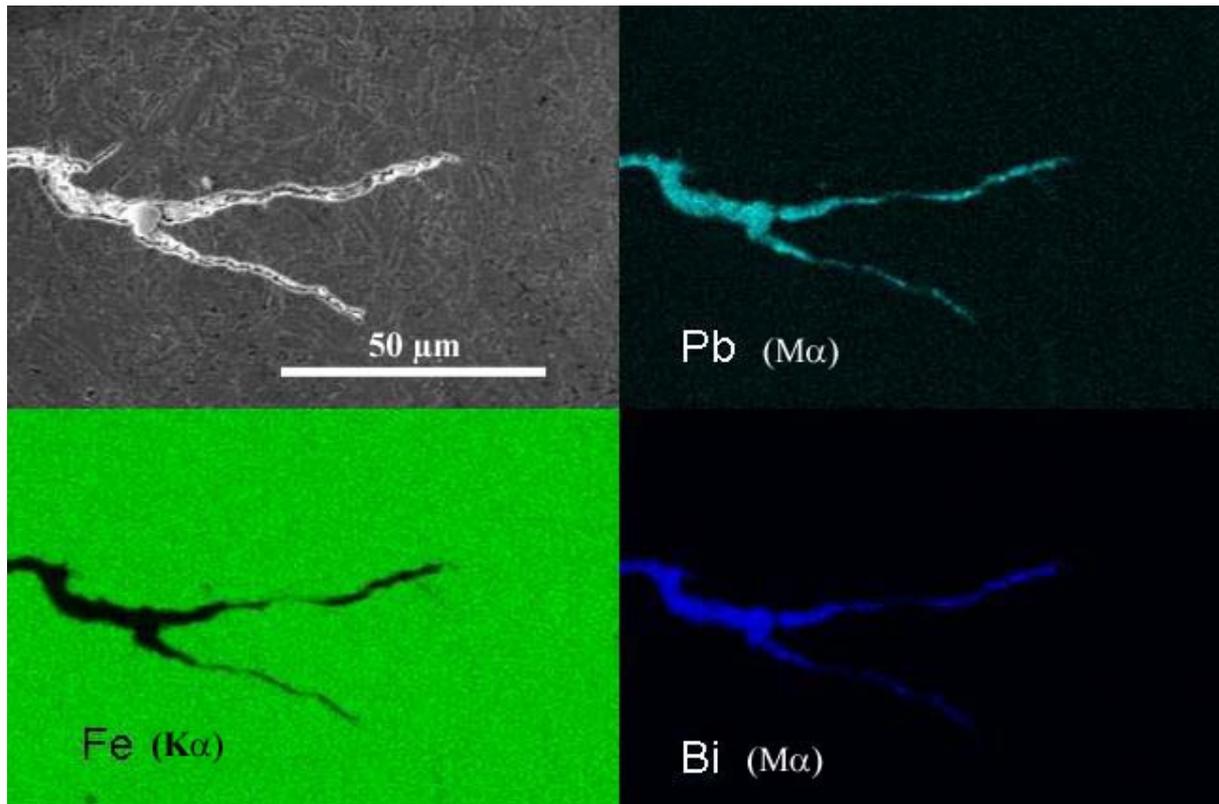


Figure 88 : Cartographie EDX de la pointe de fissure (mode électrons rétrodiffusés pour l'image en haut à gauche)

#### II.5.E. Comptage des fissures ( $A_{\text{air}}$ $A_{\text{LBE}}$ )

Afin de mieux étudier les processus de fissuration, une distribution du nombre de fissures observées sur les coupes longitudinales en fonction de la déformation imposée durant les essais est représentée ci-dessous. Chaque échantillon a été découpé en 4 morceaux et le nombre de fissures représente la moyenne du nombre de fissures observées sur ces coupes. Selon des nombreux auteurs tels [STOLARZ 1997], on peut classer les fissures selon leur taille. Nous avons défini 3 types de fissures :

- Les fissures dont la taille n'excède pas la taille de grain de l'ancien joint de grains austénitique (taille < 20 μm) et qui sont bloquées par les barrières microstructurales.
- Les fissures dont la taille est comprise entre 2 et 3 tailles de grain (20 μm < taille < 60 μm)
- Les fissures dont la taille est supérieure à 3 tailles de grain (taille > 60 μm)

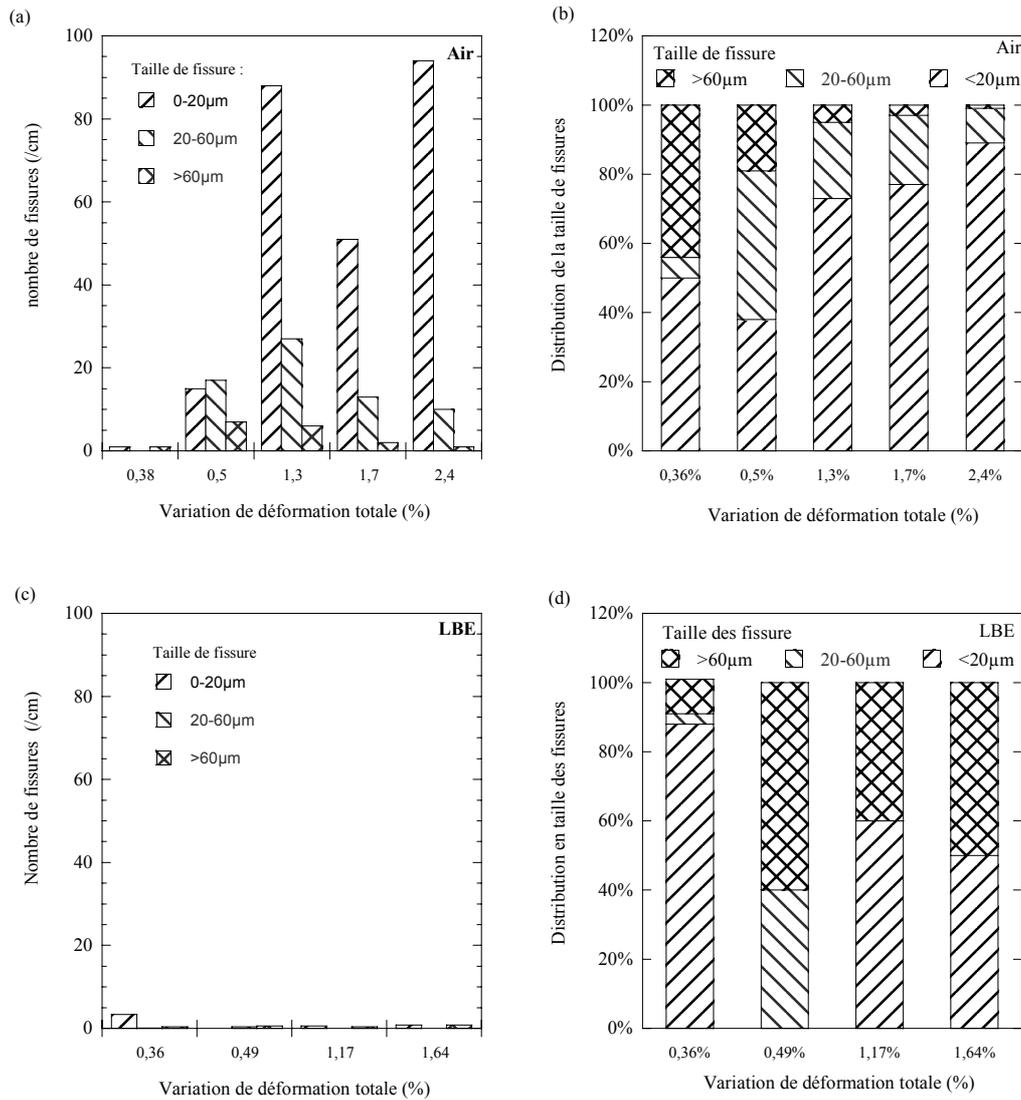


Figure 89 : Distribution du nombre de fissures selon leur longueur en fonction de la déformation totale appliquée durant les essais de LCF

### II.5.E.i. Distribution du nombre de fissures après un essai à l'air

La distribution du nombre de fissures présentée sur la figure ci-dessus, montre que la majorité des fissures est arrêtée avant d'atteindre une taille supérieure à la taille de l'ancien joint de grains austénitique (20µm) lors d'essais réalisés à l'air. Les joints de lattes, de paquet de lattes et des anciens joints de grains austénitiques sont autant de barrières microstructurales qu'il faut franchir et qui s'avèrent ici efficaces. Certaines fissures croissent ensuite pour atteindre une taille de 2-3 tailles de grains (20-60 µm) mais peu dépasseront ce stade pour atteindre des tailles supérieures à 60µm. La distribution en nombre et en taille des fissures dépend du niveau de déformation imposé durant l'essai. Le taux de nucléation mais aussi la vitesse de

croissance des fissures augmentent tout deux avec la déformation et une compétition entre les deux phénomènes conditionne la distribution en tailles des fissures. On remarque toutefois que le nombre de fissures augmente globalement avec la déformation et la proportion de fissures de tailles importantes ( $>60\mu\text{m}$ ) diminue avec celle-ci.

Pour de très faibles déformations ( $\Delta\varepsilon_f=0,38\%$ ) l'amorçage est très difficile et contrôle donc le mécanisme d'endommagement par fatigue car il est très lent par rapport au stade de propagation. Une fois une fissure amorcée dans cette gamme de déformation, elle croît jusqu'à rupture sans que d'autres fissures puissent être créées du fait du très faible taux d'amorçage.

Pour de faibles déformations ( $\Delta\varepsilon_f=0,5\%$ ), peu de fissures s'amorcent. Leur croissance est lente et aucune fissure ne conduit rapidement à la rupture du matériau permettant ainsi la croissance d'autres fissures qui peuvent atteindre ainsi des tailles importantes (60% des fissures ont une taille de plus de  $20\mu\text{m}$ ). On peut également ajouter que la croissance d'une fissure limite la croissance des autres par un effet de décharge de contrainte.

Pour de fortes déformations ( $\Delta\varepsilon_f=2,4\%$ ), l'amorçage est facile et un grand nombre de fissures sont créées. Toutefois, la propagation rapide de la fissure macroscopique conduit rapidement à la rupture sans permettre une croissance des nombreuses autres fissures présentes dans le matériau (moins de 10% des fissures ont une taille de plus de  $20\mu\text{m}$ ).

Il peut paraître surprenant que l'échantillon testé à  $\Delta\varepsilon_f=1,3\%$  contienne plus de fissures que l'échantillon testé à  $\Delta\varepsilon_f=1,7\%$  puisque le taux d'amorçage (que l'on définit comme le nombre de fissures créées par unité de surface et par cycle) de fissure doit être plus faible à  $\Delta\varepsilon_f=1,3\%$  qu'à  $\Delta\varepsilon_f=1,7\%$  puisqu'il est raisonnablement une fonction croissante de la déformation plastique imposée. Toutefois il faut avoir présent à l'esprit que le nombre de fissures dépend également du nombre de cycles réalisés pendant l'essai qui n'est pas pris en compte par notre représentation. Or le nombre de cycles à rupture est trois fois plus élevé à  $\Delta\varepsilon_f=1,3\%$  qu'à  $\Delta\varepsilon_f=1,7\%$ , la croissance plus rapide des fissures à  $\Delta\varepsilon_f=1,7\%$  conduit plus rapidement à la rupture de l'échantillon ce qui inhibe la croissance des fissures déjà existantes mais qui conduit aussi bien évidemment aussi à l'arrêt de l'amorçage de nouvelles fissures. Pour  $\Delta\varepsilon_f=1,3\%$  le taux d'amorçage est plus faible qu'à  $\Delta\varepsilon_f=1,7\%$  mais le nombre de cycles effectué durant l'essai est plus important ce qui permet de créer plus de fissures.

II.5.E.ii. Distribution du nombre de fissures après un essai dans le LBE

Pour les essais réalisés dans le LBE, **peu de microfissures sont créées**, la création d'une fissure conduit rapidement à la rupture limitant ainsi l'amorçage d'autres fissures. **Les barrières microstructurales ne semblent plus être un obstacle important à la propagation des fissures courtes dans le LBE** puisque peu de fissures de moins de 20 $\mu$ m sont observées. La propagation des fissures courtes semble ici beaucoup plus facile ce qui conduit à la réduction de durée de vie observée.

II.5.F. Conclusion

L'étude du nombre de cycles  $\Delta N$  5-25% nécessaire à la propagation de la fissure macroscopique ainsi que la comparaison des distances inter-stries ont montré que la vitesse de la fissure macroscopique était fortement augmentée dans le LBE. Toutefois il ne semble pas que ce stade corresponde à la phase critique de l'endommagement. En effet, la propagation finale de la fissure macroscopique ne correspond pas à plus de 10% de la durée de vie du matériau lors d'essais de fatigue oligocyclique et l'augmentation de la vitesse de la fissure finale n'explique donc pas à elle seule les diminutions de durée de vie importantes relevées dans le LBE (jusque 70%). Il semble qu'au vu de ce que nous avons souligné précédemment, ce soit surtout la diminution de la période nécessaire à la croissance des fissures courtes qui soit principalement responsable de la diminution de la durée de vie dans le LBE. L'absence d'efficacité des barrières microstructurales lors des premiers stades de la propagation des fissures semble une hypothèse envisageable pour rendre compte du phénomène. Enfin il convient de souligner que ce mécanisme de fissuration spécifique dans le LBE (1 fissure unique) conduit également à l'obtention d'une morphologie de fissuration particulière qui peut présenter quelques risques.

II.6. Etude de l'amorçage des fissures macroscopiques ( $E_{Air}$ ,  $E_{LBE}$ ).

Afin de mieux étudier l'amorçage de la (les) fissure(s) macroscopique(s), une traction à l'air et à température ambiante a été effectuée sur des éprouvettes testées en fatigue dans les deux

milieux. Pour limiter la propagation de la fissure, des essais de fatigue ont été arrêtés suite à une chute de contrainte classique de 25% ( $N=N_{25}$ ) mais aussi après une chute de 5% ( $N=N_5$ ). Les faciès de rupture ont été observés au MEB (Figure 90).

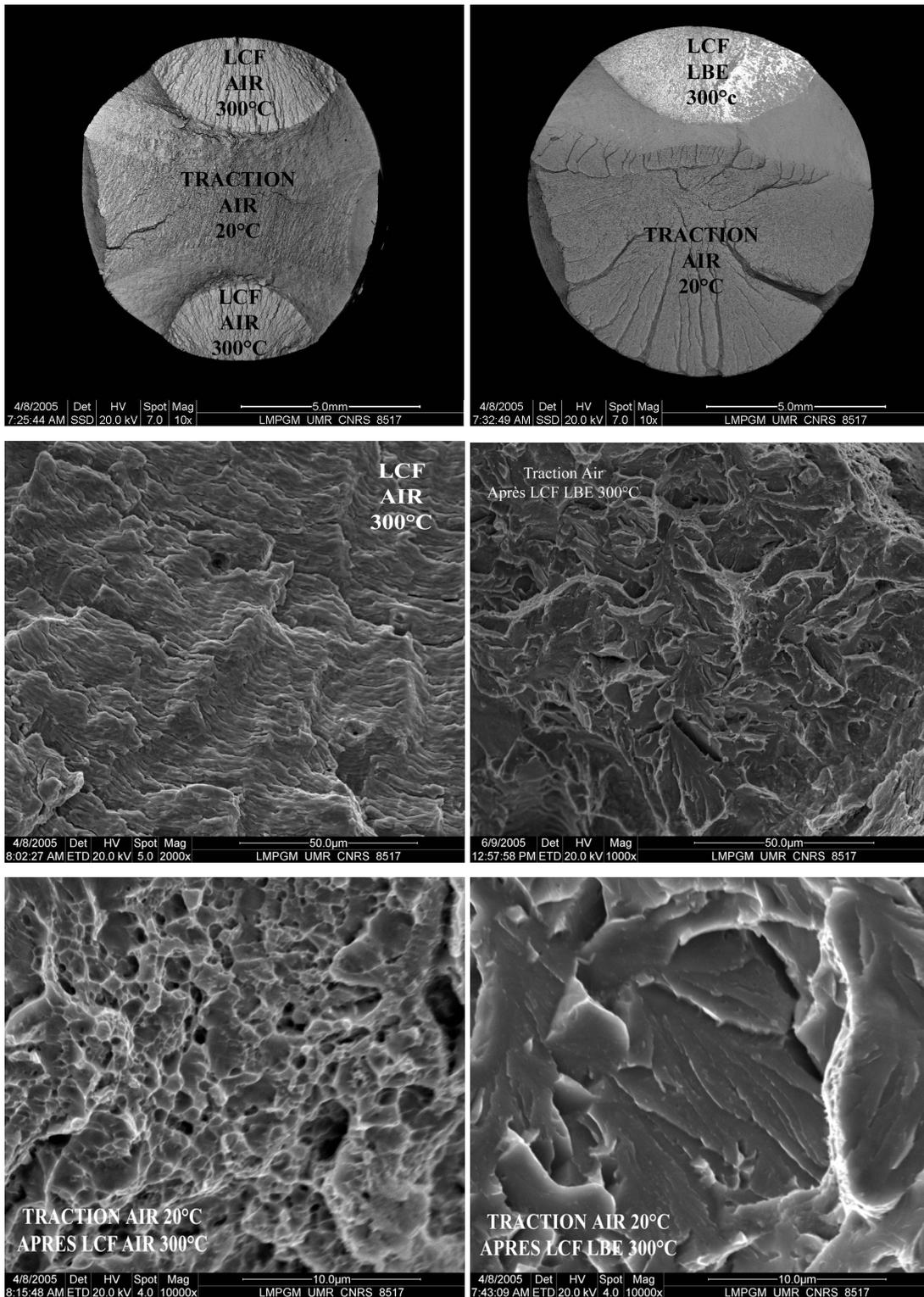


Figure 90 : Faciès de rupture observés au MEB d'une éprouvette rompue en traction à l'ambiante après un amorçage de fissure à  $\Delta\epsilon_f=0,37\%$ , 300°C en LCF à l'air (gauche) et dans le LBE (droite)

L'échantillon testé à l'air comporte 2 sites d'amorçages distincts d'où des fissures se sont propagées par fatigue. Dans ces zones de LCF (Air, 300°C) les stries sont facilement observables (Figure 90). La vue macroscopique montre une fois de plus que le plan de rupture se trouve orienté à 45° de l'axe de sollicitation. Les manifestations de rupture ductile sont nombreuses : échantillon déformé (forme d'ellipse), présence de cupules (Figure 90, gauche).

Pour l'échantillon testé en fatigue dans le LBE, on note un site d'amorçage unique, un plan de fissuration perpendiculaire à l'axe de sollicitation et une rupture finale de type fragile (Figure 90, droite) sans déformation plastique macroscopique importante (forme circulaire conservée).

La fragilité du T91 à l'ambiante peut paraître surprenante puisque ce matériau est d'ordinaire ductile. La fissure unique obtenue par fatigue dans le LBE soumise à un chargement uniaxial à 20°C entraîne une concentration et une triaxialité de contrainte qui permet d'atteindre la ténacité du matériau. Pour obtenir une telle condition, on peut se demander si le LBE ne modifierait pas également le fond de fissure en le rendant pointu. Par contre, pour l'essai à l'air, de nombreuses fissures croissent lors des essais de fatigue, avec probablement un front de fissure émoussé, ce qui entraîne une rupture ductile.

**L'influence du LBE sur la résistance en LCF entraîne une augmentation de la vitesse de fissuration mais peut également avoir des conséquences indirectes néfastes. L'endommagement ne se limite pas à une augmentation de la vitesse de fissuration mais aussi à une modification de la morphologie de la fissure, qui devenant plus aigue dans le LBE, peut ensuite se propager de façon fragile même à l'air.**

### II.6.A.i. Mouillage avec le LBE

Il est à souligner que lors des essais au plus faible taux de déformation ( $\Delta\varepsilon_t=0,36\%$ ) des microfissures ne contenant pas de LBE ont été observées. L'absence de LBE dans les fissures limite leur croissance car les barrières microstructurales ont vraisemblablement la même efficacité qu'à l'air. La question des conditions d'adsorption du LBE se pose alors :

- Faut-il une contrainte/déformation seuil afin que le LBE adsorbe ?
- Faut-il une ouverture de fissure minimale pour faire pénétrer le LBE ?
- Faut-il une surface fraîche et propre pour adsorber ?

## II.7. Effet d'une modification de la forme du signal

### II.7.A. Conditions expérimentales

Lorsque l'on modifie la forme du signal de pilotage cela entraîne parfois, comme nous l'avons vu dans le paragraphe III.4.A.ii de la première partie, des modifications du comportement en fatigue du matériau étudié. Nous avons introduit un temps en maintien de 600s en traction dans notre signal (Figure 91) tout en conservant les autres conditions expérimentales (vitesses de déformation, température, milieu) utilisées pour les essais de fatigue réalisés sans temps de maintien.

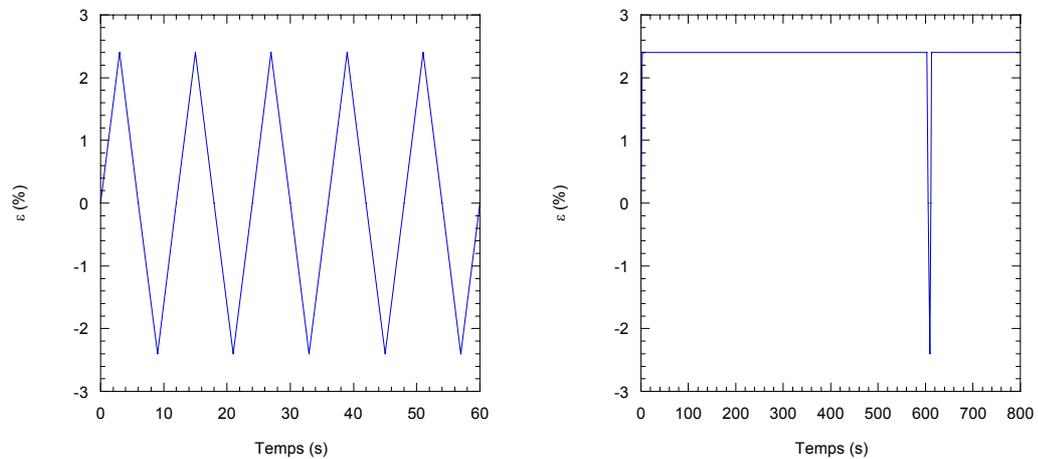


Figure 91 : Signal de pilotage lors d'un essai de LCF classique (à gauche) et lors d'un essai de LCF avec un temps de maintien en traction de 600s (à droite)

II.7.B. Résultats

Le Tableau 14 présente les résultats obtenus lors de l'introduction d'un temps de maintien en traction dans le signal.

Tableau 14 : Résultats des essais de LCF pour l'acier T91 ( $300^{\circ}\text{C}$ ,  $\dot{\varepsilon} = 4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ) avec l'introduction d'un temps de maintien de 600s en traction

Milieu	Valeur au 1/4 cycle		Valeur au cycle stabilisé			Endurance	
	$\sigma_{ao}$ (MPa)	$\varepsilon_{pao}$ (%)	$\sigma_a$ (MPa)	$\Delta\varepsilon_t$ (%)	$\Delta\varepsilon_p$ (%)	$\Delta\varepsilon_e$ (%)	$N_{25}$ (Cycles)
Air	497	0,42	458	1,6	1,13	0,47	1536
Air	538	0,95	510	2,65	2,12	0,52	350
LBE	473	0,54	447	1,62	1,16	0,46	209
LBE	511	0,90	482	2,47	1,97	0,49	110
LBE	484	0,35	445	1,26	0,8	0,46	466
LBE	478	0,09	421	0,71	0,28	0,43	1160

L'effet du temps de maintien sur la morphologie des boucles d'hystérésis est faible. Les niveaux de contrainte atteints sont similaires à ceux des essais de fatigue réalisés avec un signal triangulaire et on ne remarque **pas de diminution significative de la contrainte lors du temps de maintien.**

II.7.C. Durée de vie

Avec l'introduction du temps de maintien en traction, **la durée de vie de l'acier T91 est inchangée à l'air alors que dans le LBE une diminution importante est observée** (Figure 92).

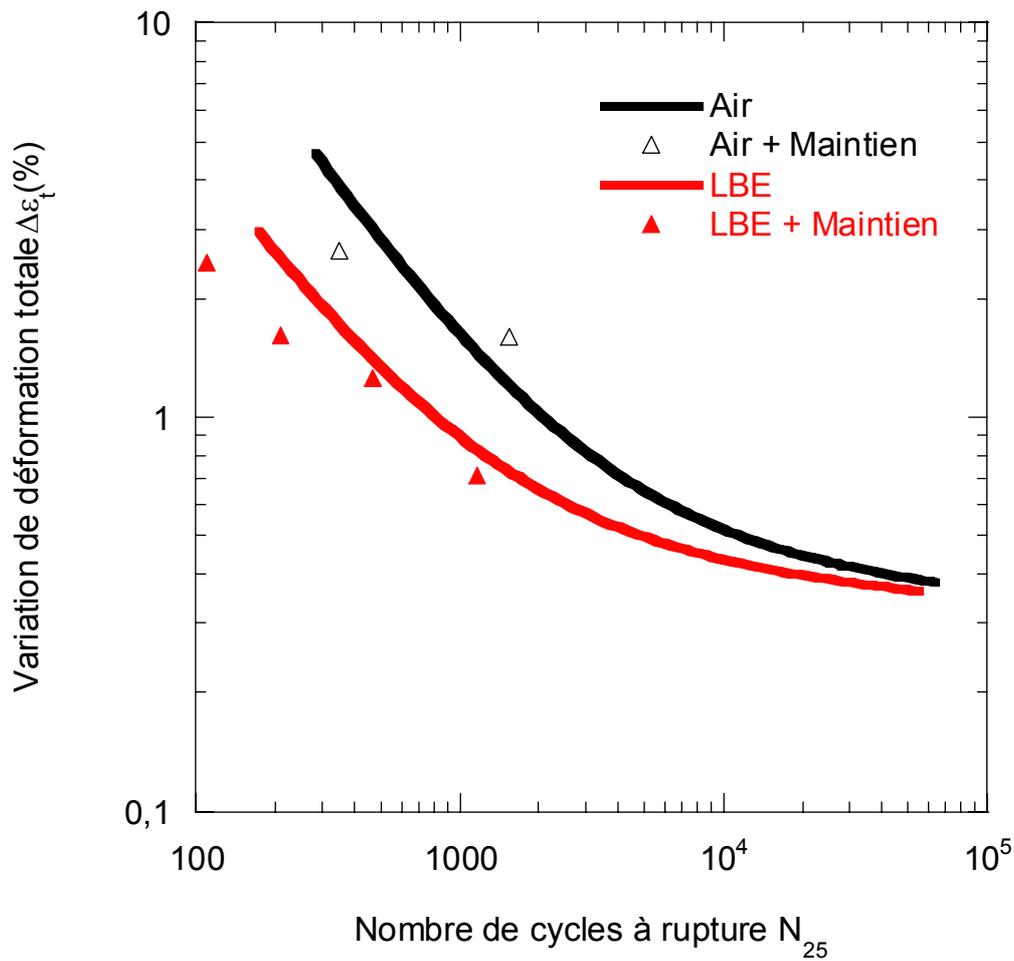


Figure 92 : Courbes de résistance à la fatigue pour le T91 à 300°C avec et sans temps de maintien en traction

#### II.7.D. Coupes longitudinales

Sur les coupes longitudinales, on observe une augmentation du nombre de fissures lorsque qu'un temps de maintien est introduit dans le signal (Figure 93). Le temps de maintien limite sans doute la réversion des glissements en oxydant et/ou modifiant la forme du fond de fissure ce qui conduit à l'augmentation du taux d'amorçage des fissures. La vitesse de propagation des fissures à l'air avec le temps de maintien ne semble pas être plus importante que sans temps de maintien car aucune modification de la durée de vie n'est visible.

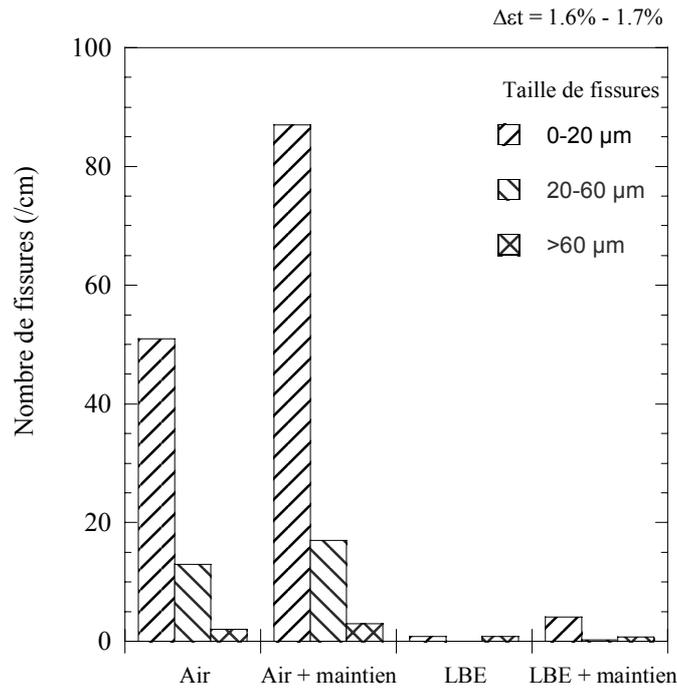


Figure 93 : Distribution du nombre de fissures en fonction de leur taille lors d'un essai de LCF à 300°C avec et sans temps de maintien en traction

Comme nous l'avons signalé, les micro-fissures créées lors d'essais de fatigue sans temps de maintien dans le LBE ont une vitesse de propagation importante ce qui inhibe la création d'autres fissures. En fatigue avec un temps de maintien, on observe plusieurs fissures qui ont pu croître dans le LBE ce qui semble indiquer que le temps de maintien permet d'amorcer de nouvelles fissures mais sans pour autant accélérer la propagation fatale de celles déjà existantes.

**C'est sans doute le nombre de réversions traction-compression (le nombre de cycles) qui contrôle la vitesse d'avancée de fissure tandis que le temps de maintien en traction permet quand à lui une germination plus importante des fissures.**

#### II.7.E. Fractographie

Sur le faciès observé après essai réalisé avec un temps de maintien à l'air (Figure 94) on n'observe aucune différence notable avec les essais réalisés à l'air en fatigue sans temps de maintien (i.e. plan incliné à 45%, sites d'amorçages multiples).

Le faciès après essai dans le LBE présente 3 sites d'amorçages distincts d'où se sont propagées les fissures macroscopiques. La flèche indique le chemin suivi par les différentes fissures.

Le maintien permet un amorçage plus important des fissures mais ne semble pas accélérer leur propagation (la distance inter-stries est similaire à celle observée sur les échantillons testés sans temps de maintien). De plus si la vitesse de propagation était plus importante, on aurait certainement retrouvé le cas de la fatigue sans temps de maintien (i.e. 1 site d'amorçage).

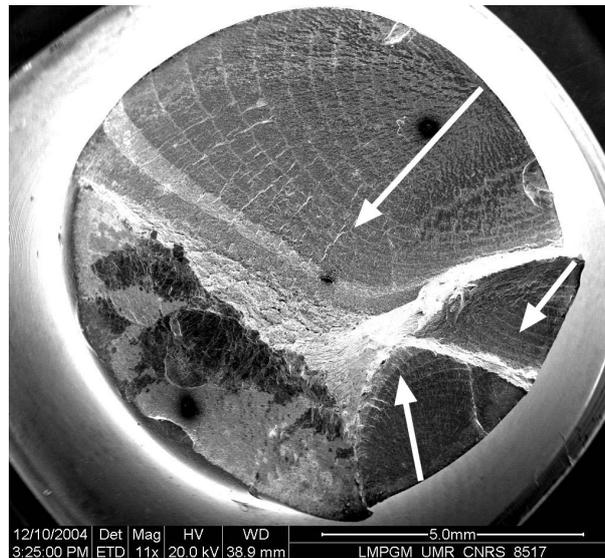


Figure 94 : Faciès de rupture (LBE, maintien traction de 600s, 300°C)

#### II.7.F. Durée des essais

Il faut toutefois nuancer l'action néfaste du temps de maintien. En effet, **même s'il contribue à diminuer le nombre de cycles à rupture, il augmente également le temps d'essai.** Ainsi si l'on traçait l'évolution de l'amplitude de déformation en fonction du temps d'essai à rupture on s'apercevrait que le temps de maintien n'est pas néfaste en termes de durée de vie réelle.

## II.8. Conclusion sur les essais de LCF

Les essais de LCF montrent une réduction de durée de vie dans le LBE par rapport à l'air. La diminution de durée de vie est d'autant plus importante que les niveaux de contrainte atteints pendant l'essai sont importants. Cette diminution peut être expliquée par l'augmentation de la vitesse d'avancée de fissure macroscopique mais surtout par la modification des mécanismes de franchissement des barrières microstructurales pour la propagation (absence d'efficacité des barrières microstructurales pour la propagation des fissures de taille inférieure à la taille de grain dans le cas des essais dans le LBE).

En présence de LBE, l'introduction d'un temps de maintien favorise l'amorçage des fissures macroscopiques et réduit la durée de vie (nombre de cycles à rupture) dans le LBE. En revanche, à l'air aucune modification significative n'est relevée.

### ***III. Comportement en fatigue propagation de l'acier T91***

#### **III.1. Protocole expérimental**

Un montage de fatigue propagation (Figure 95) a été réalisé afin d'effectuer des essais en milieu métal liquide. Ce type d'essai nécessite de connaître la longueur de la fissure afin de déterminer l'avancée de celle-ci et d'évaluer le facteur d'intensité de contrainte.

Plusieurs méthodes existent pour la mesure de la longueur de fissure :

Visuelle : fastidieuse, pas de mesure en direct, pas de prise en compte de la fermeture et de la courbure de la fissure

Potentiométrique : l'évolution de la longueur de fissure induit une variation de résistance électrique de l'éprouvette. Un étalonnage préalable permet d'établir une relation entre la tension électrique et la longueur de fissure. Ici le LBE empêche l'utilisation d'une telle technique puisqu'il est conducteur

Complaisance : La rigidité de l'éprouvette peut être reliée à la longueur de fissure. Cette relation n'est valable que pour une géométrie donnée.

La méthode de complaisance semble la seule envisageable pour la réalisation des essais. Elle nécessite toutefois la mesure de l'ouverture des lèvres des fissures. Cette mesure ne peut se faire directement sur l'éprouvette du fait de la présence du métal liquide à température importante. L'utilisation de tiges de renvoi est ainsi nécessaire pour permettre la mesure de l'ouverture de la fissure.

Des éprouvettes sollicitées en flexion 4 points semblent les mieux adaptées pour répondre à toutes les contraintes imposées (étanchéité du montage, volume de métal liquide faible, température, tiges de renvoi ...). De plus ce type de sollicitation permet d'obtenir un moment constant sur la partie centrale de l'éprouvette.

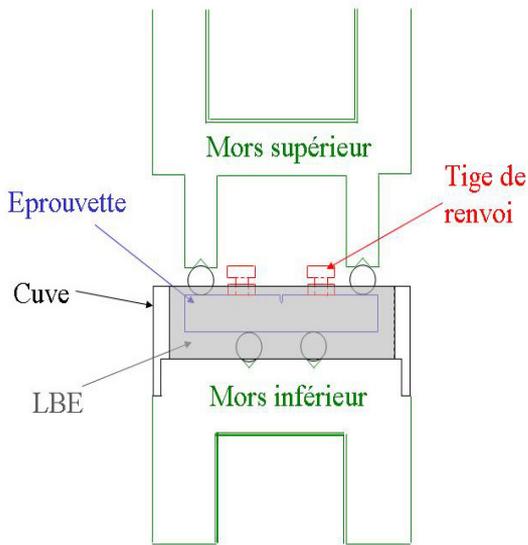


Figure 95 : Montage expérimental permettant la réalisation d'essais de fatigue propagation en présence de métal liquide.

Avec ce type de montage le polynôme  $Y$  nécessaire à l'obtention du facteur d'intensité de

contrainte  $K$  ( $K = \frac{FY}{BW^{\frac{1}{2}}}$ ) est

$$Y = \frac{S}{2W} \frac{3(2 \tan \vartheta)^{1/2} (0.923 + 0.199(1 - \sin \vartheta)^4)}{\cos \vartheta} \quad [\text{AFNOR 1991 juin}]$$

Avec  $\vartheta = \frac{\pi a}{2W}$  et  $S = L_1 + L_2 = 3W =$  distance entre les appuis

Un schéma de l'éprouvette ainsi que le détail de l'entaille sont donnés Figure 96. Les dimensions sont les suivantes  $W = B = 10$  mm,  $L_t = 60$  mm,  $e = 1$  mm,  $h = 1,5$  mm,  $S = 30$  mm, rayon de courbure en fond d'entaille = 0,133. Les éprouvettes ont été prélevées par électroérosion (entaille dans le sens longitudinal, direction de propagation dans le sens radial).

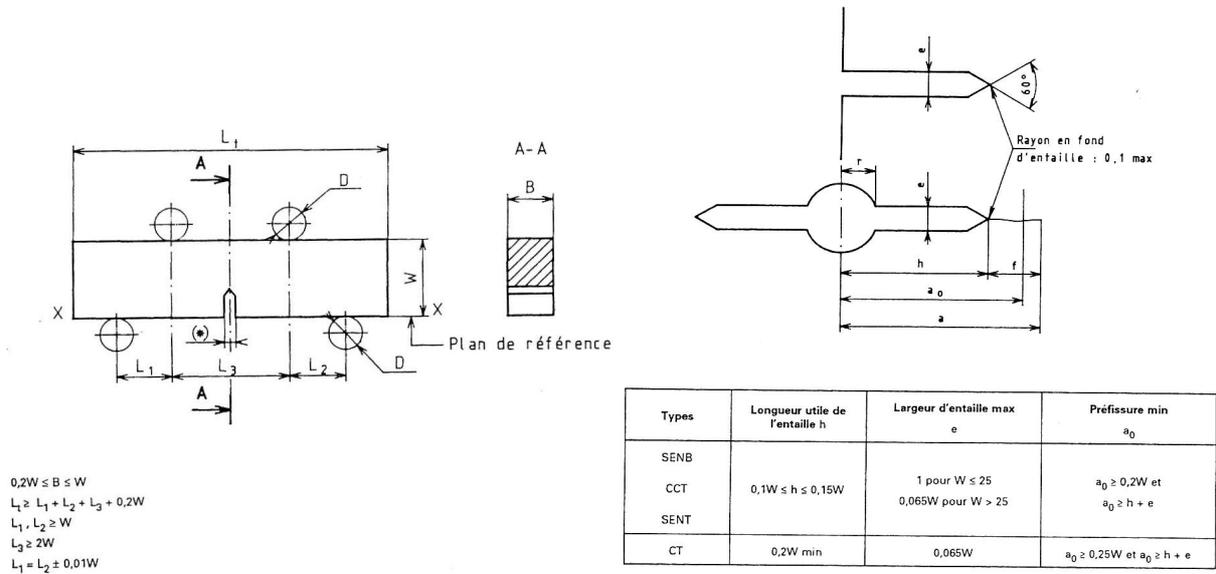


Figure 96 : Schéma des éprouvettes utilisées en fatigue propagation

Une calibration a été effectuée afin de connaître la relation liant la complaisance à la longueur de fissure. Afin de permettre la mesure visuelle de la longueur de fissure, les surfaces latérales ont été polies. Une pré-fissuration de 1 mm a été effectuée en suivant les recommandations de la norme AFNOR A03-404. Pour chaque essai, la longueur de fissure après la pré-fissuration et après essai a été mesurée au MEB pour tenir compte de la courbure du front de fissure et pour recalculer la relation complaisance/longueur de fissure. Pour l'expression des résultats  $da/dN = f(\Delta K)$  la méthode de la sécante est utilisée.

Compte tenu des dimensions de la zone plastique admise, la validité des résultats dépend du matériau, du type d'éprouvette, du ligament non rompu  $W-a$  et de la force maximale  $F_{max}$  appliquée pendant l'essai. **Nos essais ne seront valables que pour un  $K_{max} < 25 \text{ MPa.m}^{1/2}$**  (soit  $\Delta K < 22,5 \text{ MPa.m}^{1/2}$  pour  $R=0,1$  et  $\Delta K < 12,5 \text{ MPa.m}^{1/2}$   $R=0,5$ ). Au delà de cette valeur la zone plastique devient trop importante et les éprouvettes sont sollicitées dans le domaine plastique du matériau.

La Figure 97 présente nos résultats (10 Hz, R=0,1) sur l'acier T91 (noir) ainsi que ceux d'autres auteurs (bleu).

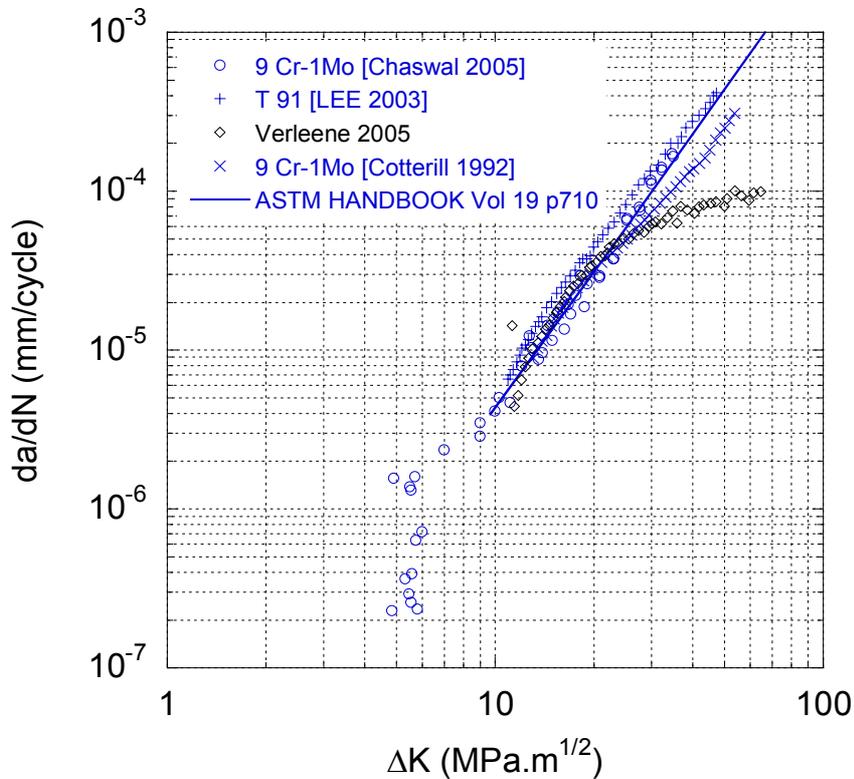


Figure 97 : Vitesse de propagation de fissures pour des matériaux à 9Cr-1Mo, 20°C

Nos résultats sont similaires à ceux obtenus par d'autres auteurs sur les 9Cr-1Mo et le T91. Toutefois, au delà d'un  $\Delta K > 25 \text{ MPa.m}^{1/2}$  nous constatons une augmentation plus lente de la vitesse d'avancée de fissure qui est due à la zone plastique générée.

## III.2. Fatigue propagation de l'acier T91 à 300°C

A 300°C la vitesse de propagation est légèrement supérieure à celle enregistrée à l'ambiante. L'oxydation des lèvres de la fissure doit être à l'origine de cette augmentation [COTTERILL 1992]. Une nouvelle fois nous constatons la fiabilité du montage dans la limite de validité de notre  $\Delta K$  (25 MPa.m<sup>1/2</sup>) (Figure 98).

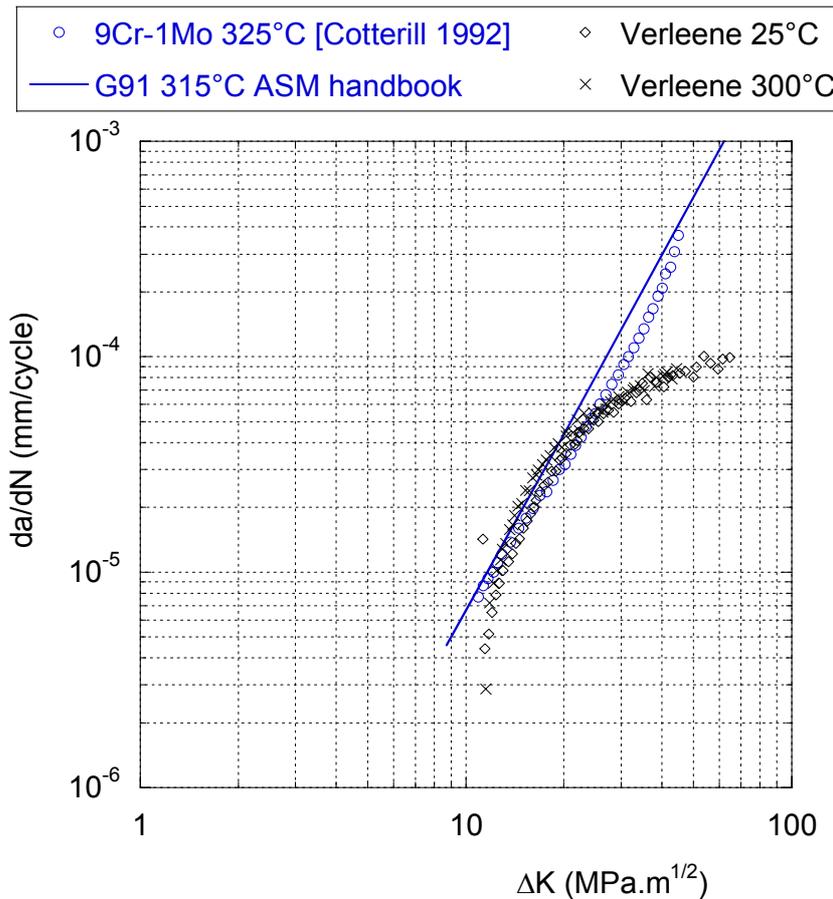


Figure 98 : Influence de la température sur la vitesse de fissuration d'acier 9Cr-1Mo

### III.3. Influence de LBE

Sur les courbes expérimentales comparatives pour les deux milieux (Figure 99), on observe une légère augmentation de la vitesse de fissuration dans le LBE. Cette faible augmentation n'est pas significative du fait de la dispersion des résultats lors des essais de fatigue propagation (selon [AFNOR 1991 juin], une dispersion d'un facteur 2 est attendu pour les vitesses  $>10^{-5}$  mm/cycle et un facteur 5 pour les vitesses inférieures à  $10^{-5}$  mm/cycle)

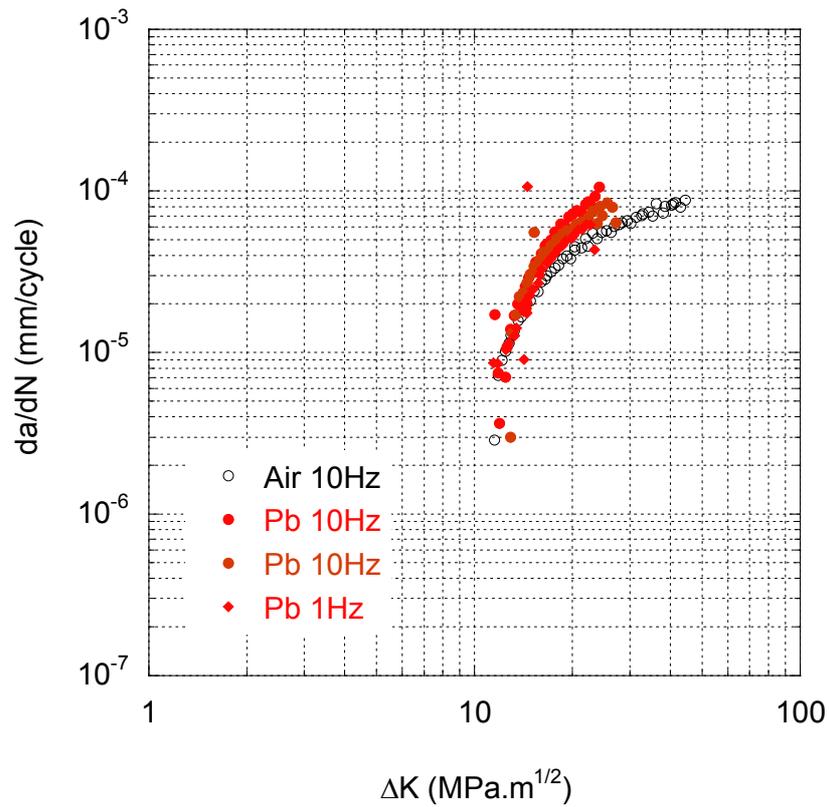


Figure 99 : Influence du milieu et de la fréquence sur la vitesse de fissuration en fatigue de l'acier T91 (300°C R=0,1)

### III.3.A. Fractographie

La Figure 100 présente un faciès classique obtenu après un essai de fatigue propagation à 300°C.

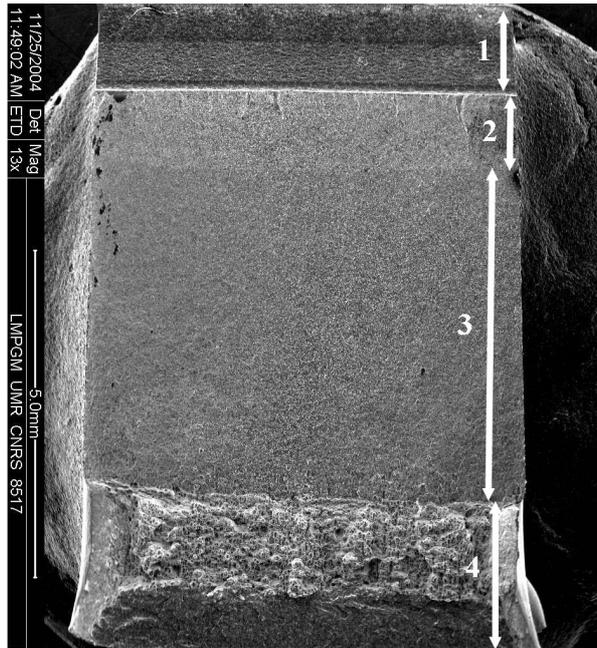


Figure 100 : Faciès de rupture d'un acier T91, 300°C, R=0,1, Air

On observe 4 parties distinctes sur chaque échantillon <sup>15</sup> :

1. L'entaille mécanique
2. La pré-fissuration obtenue à l'air à température ambiante
3. La zone de propagation dans le milieu considéré à 300°C
4. La zone de rupture finale obtenue par rupture de l'échantillon par flexion à température ambiante.

Le front de fissure est rectiligne et la courbure du front de fissure est faible. Dans le LBE, les faciès de rupture sont similaires. Bien que l'échantillon ait été totalement recouvert par le métal liquide, on ne trouve pas de trace de LBE sur son faciès. Le LBE ne semble pas avoir pénétré à l'intérieur de l'échantillon. Le « non mouillage » du fond de fissure par le LBE semble expliquer la faible différence de vitesse entre les deux milieux.

Les conditions expérimentales qui permettent le mouillage du fond de fissure ne sont pas totalement maîtrisées. En effet certains essais, malheureusement menés sans extensomètre (et donc sans mesure de la vitesse de propagation), ont montré qu'un mouillage par le LBE sur le matériau entraînait une modification du mode de fissuration. Sur la Figure 101 (faciès de rupture lors d'un essai avec une interaction avec le LBE), on observe les 4 zones classiques

<sup>15</sup> Les surfaces de rupture font parfois moins de 10 mm de large car les côtés ont été découpés après l'essai et avant la rupture finale à froid pour conserver les surfaces latérales intactes.

(entaille, pré fissuration, propagation et rupture finale) mais ici, une zone de propagation présentant des signes d'interactions avec le LBE notée (3<sub>LBE</sub>) a été trouvée sur le faciès.

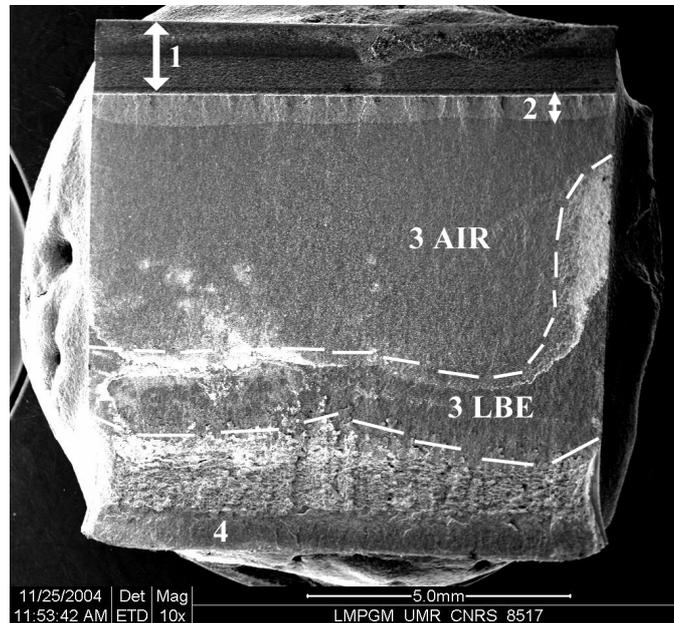


Figure 101 : Faciès de rupture LBE 300°C, R=0,1, 10Hz

La zone qui a interagi avec le LBE présente des signes de rupture mixte avec une forte proportion de décohésion intergranulaire come le montre la Figure 102.

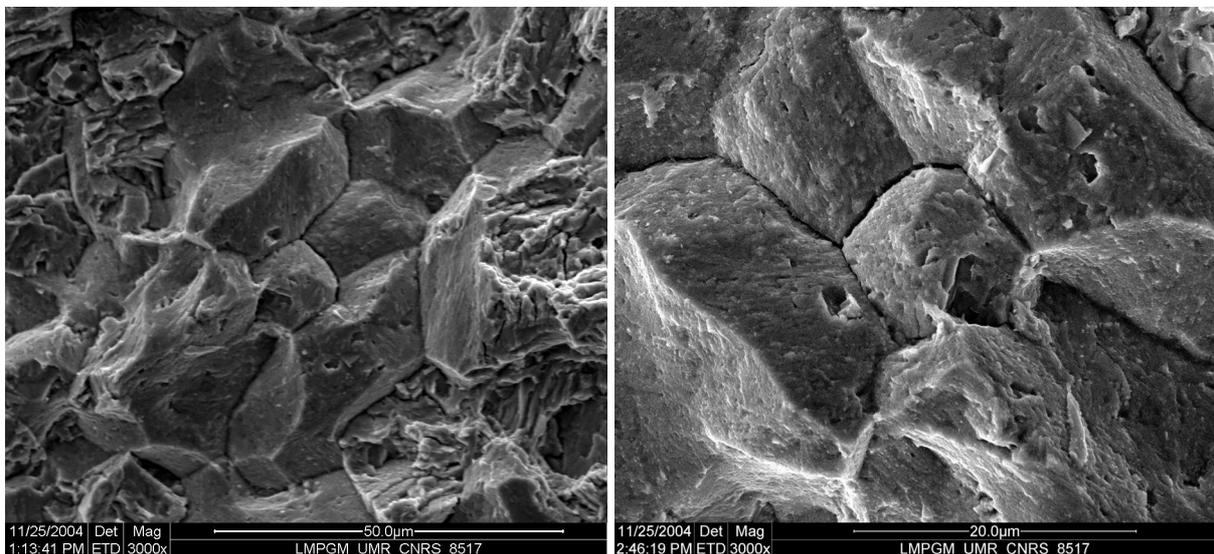


Figure 102 : Signes de rupture mixte (gauche) et détail d'une zone intergranulaire (droite)  
LBE 300°C, R=0,1, 10Hz

On peut observer que paradoxalement le LBE ne s'introduit pas par l'entaille mécanique mais rentre plutôt par les faces latérales de l'éprouvette. Le faible mouillage du LBE sur l'acier

T91 empêche sa pénétration par l'entaille mécanique mais l'interaction sur les faces latérales avec une surface fraîche permet tout de même, de le faire pénétrer en fond de fissure.

### III.3.B. Influence de la fréquence d'essai

Afin de favoriser le mouillage pendant les essais et de reproduire l'interaction avec le LBE, nous avons effectué un essai à une fréquence de 1 Hz. En diminuant la fréquence d'essai, nous augmentons le temps d'essai et donc favorisons la possibilité de mouillage. Malgré cette diminution de fréquence aucune modification notable de la vitesse d'avancée de fissure n'est observée (Figure 99) et on ne trouve toujours pas de LBE sur le faciès de rupture (Figure 103).

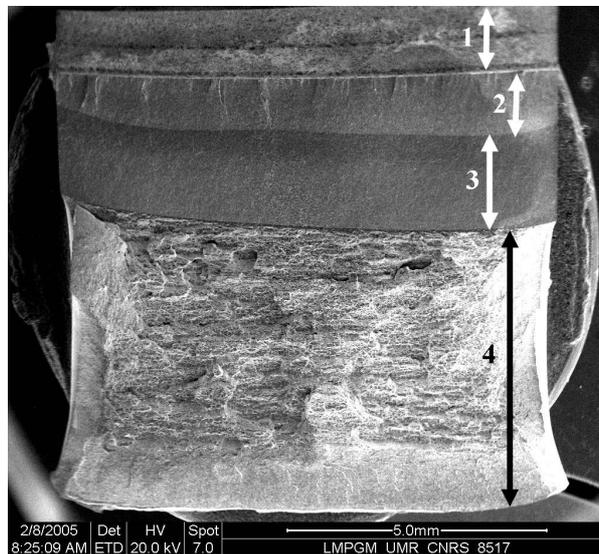


Figure 103 : LBE 300°C 1Hz R=0,5

### III.3.C. Influence du rapport de charge

Nous avons ensuite augmenté le rapport de charge à R=0,5. Avec ce rapport, la fissure est toujours ouverte car on ne remarque pas de changement de pente sur les courbes force-ouverture de fissure. Le changement de rapport a pour effet de décaler la courbe de vitesse de propagation et les résultats ne sont pas directement comparables à ceux obtenus à R=0,1. Ceci est dû à l'effet de fermeture de la fissure qui est plus important pour R=0,1. Pour avoir une continuité des courbes pour différentes valeurs de R, il faudrait tracer une courbe  $da/dn = f(\Delta K_{\text{eff}})$  où le  $\Delta K_{\text{eff}}$  est le facteur d'intensité de contrainte qui prend en compte l'effet de fermeture de la fissure.

Même avec ce rapport de charge  $R=0,5$ , le LBE n'a pas interagi avec le fond de fissure car on n'en détecte pas sur le faciès et aucun changement du mode de fissuration n'est observé sur le faciès.

Comme entrevu lors des essais de fatigue oligocyclique pour les plus faibles taux de déformation, le LBE n'est pas toujours présent dans les fissures. Les conditions expérimentales qui permettent le mouillage du fond de fissure, ne sont pas clairement identifiées (temps d'exposition, fermeture de la fissure ( $\Delta K$ ,  $K_{\max}$ ), ouverture, contrainte ou plasticité localisée, propreté de la surface, écrouissage superficiel ...).

### III.3.D. Influence d'une pré-tension

Des essais ont été réalisés avec un maintien en pré-tension (et donc un pré-mouillage) à la valeur de  $K_{\min}$  pendant 12h. Les courbes d'évolution de la vitesse de propagation (Figure 104) montrent clairement une augmentation de la vitesse de propagation dans le milieu LBE. Pour une même valeur de  $\Delta K$ , la vitesse de propagation de la fissure est d'une décade plus importante dans le LBE par rapport à l'air.

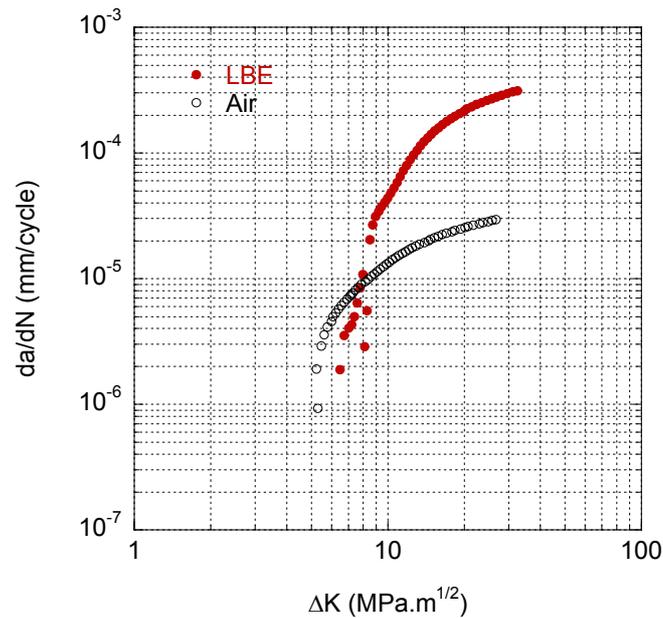


Figure 104 : Influence du milieu sur la vitesse de fissuration en fatigue de l'acier T91 (300°C  
R=0,5, pré-contrainte 12h à  $K_{\min}$ )

L'analyse des faciès de rupture (Figure 105) nous montre que le LBE a clairement interagi avec l'acier puisque du LBE est retrouvé sur la surface de rupture. On trouve ici 5 zones : entaille, pré fissuration à l'ambiante, propagation sans interaction avec le LBE, propagation avec interaction avec le LBE et enfin rupture finale. Le LBE n'interagit pas immédiatement avec le matériau et une partie de la propagation se déroule avec de manière transgranulaire similaire à celle observée à l'air.

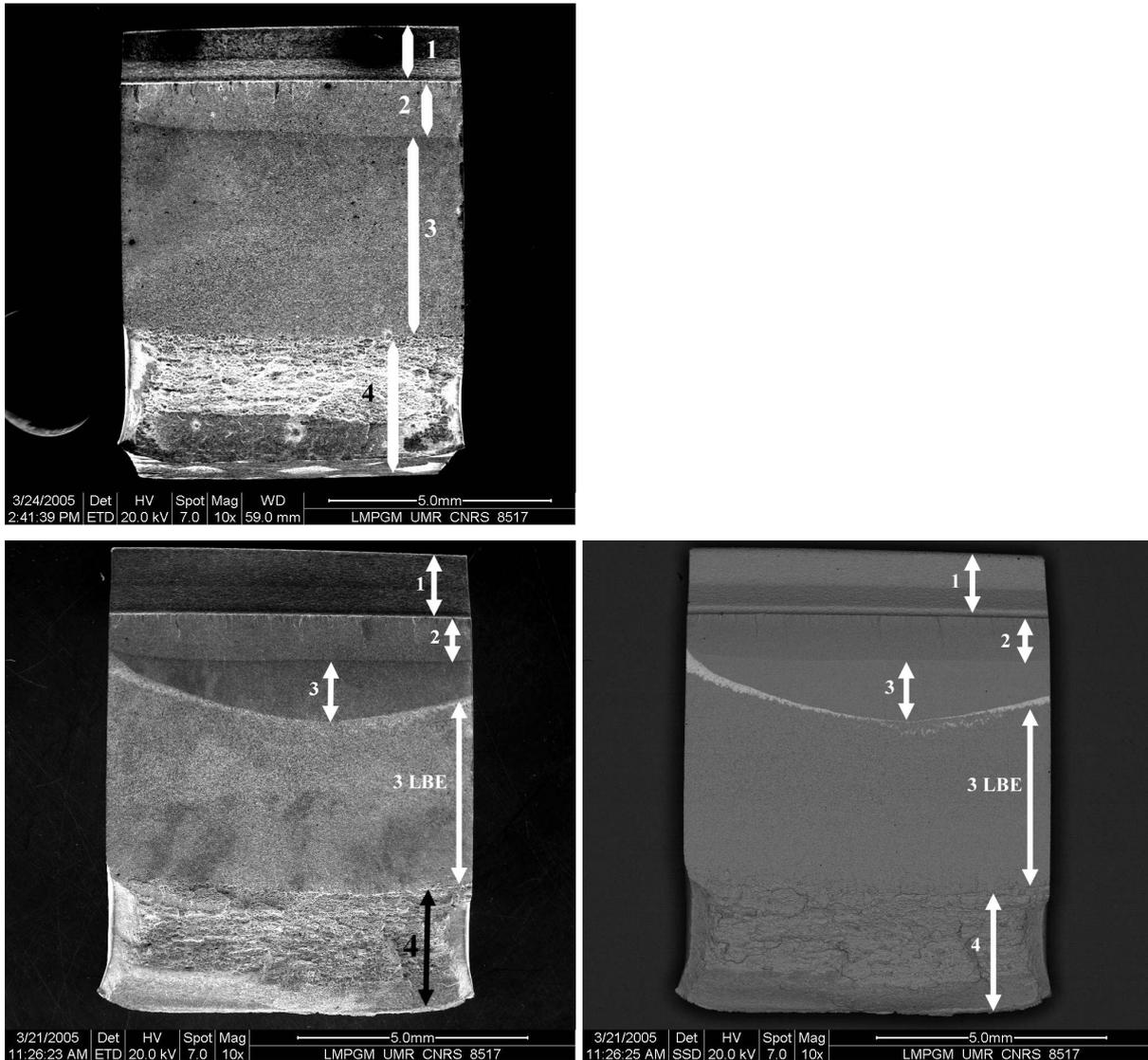


Figure 105 : Faciès de rupture 300°C, R=0,5, pré-contrainte 12h, air (haut), LBE électrons secondaires (bas gauche) et rétrodiffusés (bas droite)

Lorsque le LBE interagit avec l'acier (zone 3LBE sur la Figure 105) on remarque un changement du mode de fissuration (Figure 106), on passe d'un mode transgranulaire (comme lors des essais à l'air) vers un mode mixte avec une forte proportion intergranulaire. La proportion de rupture intergranulaire diminue lorsque l'on augmente le  $\Delta K$ . Sur la Figure 106, la limite d'interaction air/LBE se trouve au centre, les images en partie haute correspondent à un agrandissement de la zone n'ayant pas interagi avec le LBE et les images en partie inférieure correspondent à un agrandissement de la zone ayant interagi avec le LBE.

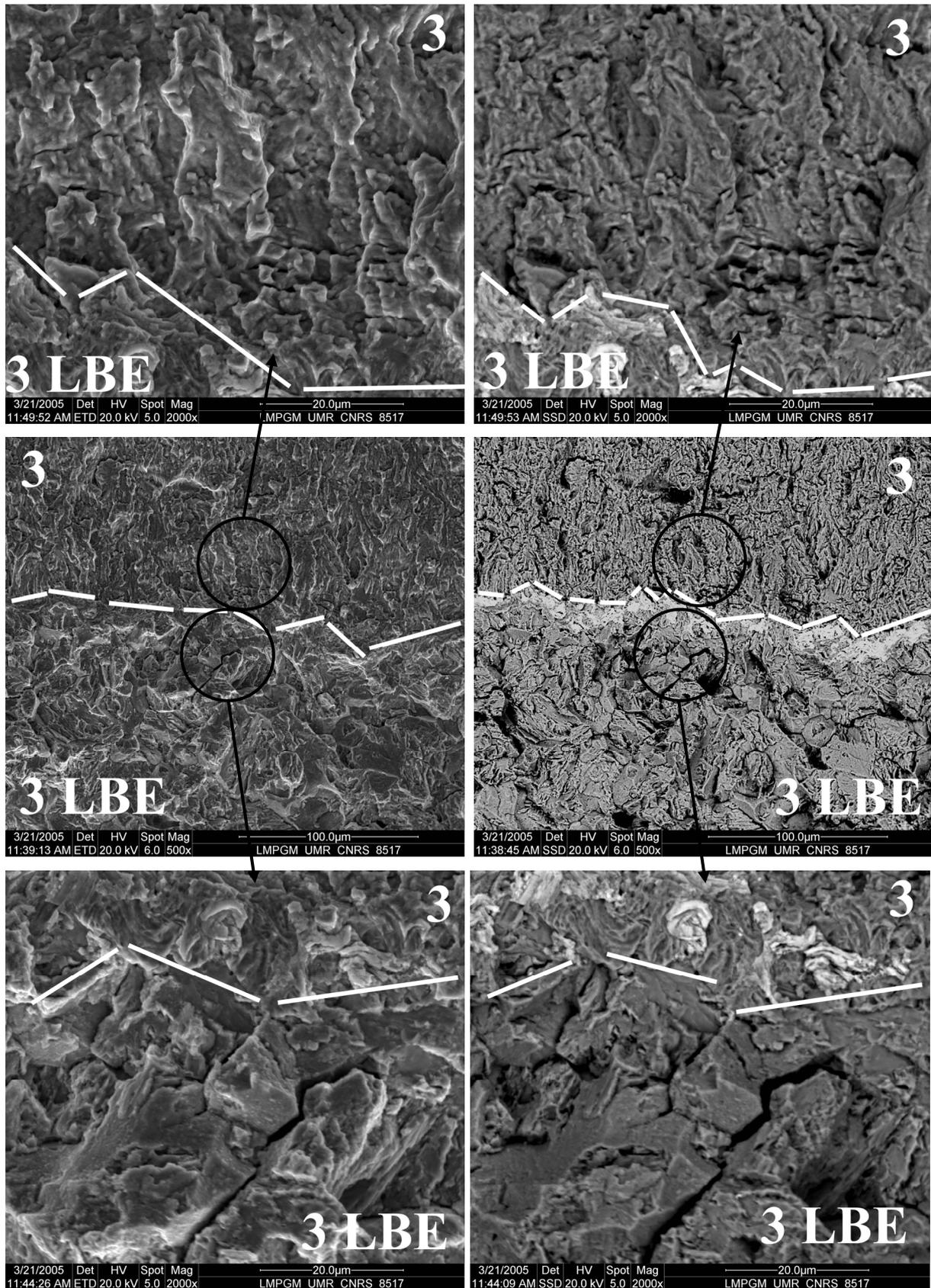


Figure 106 : Changement du mode de fissuration lors d'un essai dans le LBE électrons secondaires (gauche) rétrodiffusés (droite)

### III.4. Conclusion

Les essais de fatigue propagation ont permis de mettre en évidence une augmentation de la vitesse de fissuration par fatigue dans un environnement d'eutectique plomb-bismuth. L'augmentation de vitesse n'est effective que s'il y a mouillage du fond de fissure par le métal liquide. L'interaction avec le métal liquide se traduit également par un changement du mécanisme de rupture (décohésion intergranulaire).

Le mouillage d'une fissure qui probablement se produit in-situ est très difficile. Les conditions de pénétration du métal liquide (Ouverture, contrainte seuil, activité plastique, temps de contact...) et leurs interactions entre elles ne sont pas connues.

#### ***IV. Effet d'une pré-immersion dans un bain de LBE sur le comportement en LCF de l'acier T91***

##### **IV.1. Intérêts de l'étude d'une pré-immersion sur le comportement en fatigue**

L'état de surface initial du matériau joue un rôle prépondérant dans l'endommagement par fatigue. Une pré-immersion peut conduire à une dégradation de surface et ces dégâts combinés à ceux engendrés par la fatigue ne sont pas simplement additifs. En effet, il existe **un effet synergique** entre les deux endommagements qu'il est important d'étudier.

##### **IV.2. Protocole expérimental**

Le comportement vis-à-vis de la corrosion du T91 dans le LBE dépend principalement de la teneur en oxygène dissout dans le bain. Afin d'étudier l'influence d'une pré-immersion dans un bain de LBE, des éprouvettes ont été pré immergées dans un bain de LBE au CEA Saclay<sup>16</sup> dans les conditions suivantes :

- oxydantes conduisant à la formation d'une couche d'oxyde d'environ 5 $\mu$ m. (502h, 470°C avec une surpression d'air de 200mbar)

L'avantage de l'oxydation naturelle est la compatibilité entre le revêtement et le substrat. Les éprouvettes pré-immersées dans les conditions oxydantes présentent un gain de masse consécutif à la formation d'une couche d'oxyde. Cette couche d'oxyde d'après la littérature [MARTINELLI 2005] est constituée de 2 parties distinctes :

- une couche externe de magnétite Fe poreuse Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>
- une couche interne compacte de structure spinelle (Fe,Cr)<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

Une mesure par analyse EDS du profil de concentration en Cr, Fe, O de cette couche semble confirmer la composition des couches. L'épaisseur de la couche d'oxyde avoisine les 5 $\mu$ m.

---

<sup>16</sup> Département de Physico-Chimie, Service de la corrosion et du comportement des Matériaux dans leur Environnement, Laboratoire d'Etude de la Corrosion Non aqueuse

## *Effet d'une pré-immersion dans un bain de LBE sur le comportement en LCF de l'acier T91*

- corrosives (au sens dissolution) conduisant à une attaque intergranulaire du matériau sur environ 7 $\mu$ m. (613h, 600°C avec [O] < 10<sup>-10</sup> (W%))

Les éprouvettes pré-immergées dans les conditions corrosives présentent une perte de masse faible. L'état de surface est considérablement dégradé comme le montre l'observation en coupe (Figure 107). On peut souligner que le traitement subi par les éprouvettes ne modifie pas la macro dureté du matériau. Toutefois les anciens joints de grains austénitiques semblent mieux définis.

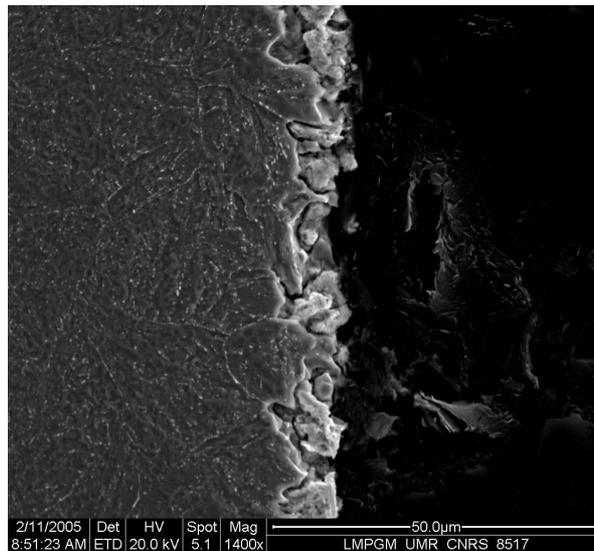


Figure 107 : Observation en coupe d'un échantillon immergé dans des conditions corrosives

### IV.3. Conditions réductrices : pré-corrosion

#### IV.3.A. Résultats

Les résultats des essais de fatigue oligocyclique réalisés sur les échantillons pré-corrodés sont présentés dans le Tableau 15.

## *Effet d'une pré-immersion dans un bain de LBE sur le comportement en LCF de l'acier T91*

Tableau 15 : Résultats des essais de LCF (LBE, 300°C) pour l'acier T91 pré-corrodé

Valeur au ¼ cycle		Valeur au cycle stabilisé				Endurance
$\sigma_{a0}$ (MPa)	$\epsilon_{pao}$ (%)	$\sigma_a$ (MPa)	$\Delta\epsilon_t$ (%)	$\Delta\epsilon_p$ (%)	$\Delta\epsilon_e$ (%)	$N_{25}$ (Cycles)
473	0,16	445	0,87	0,41	0,4-	228
452	0,06	407	0,88	0,46	0,42	1427 <sup>17</sup>
454	0,04	435	0,72	0,28	0,45	300
		376	0,41	0,02	0,39	2169
		368	0,39	0,01	0,38	3530

### IV.3.B. Evolution cyclique

Les niveaux de contraintes atteints pendant les essais sur les éprouvettes pré-corrodées semblent légèrement inférieurs à ceux obtenus lors des essais sur des éprouvettes non pré-corrodées (Figure 108). Cela est peut être dû au vieillissement du matériau qui conduit à une coalescence des précipités aux joints de grains ce qui diminue la résistance à la propagation des dislocations et donc diminue les niveaux de contraintes atteints.

<sup>17</sup> Lors de cet essai la pré-immersion ne semble pas avoir d'effet sur la durée de vie du matériau

## Effet d'une pré-immersion dans un bain de LBE sur le comportement en LCF de l'acier T91

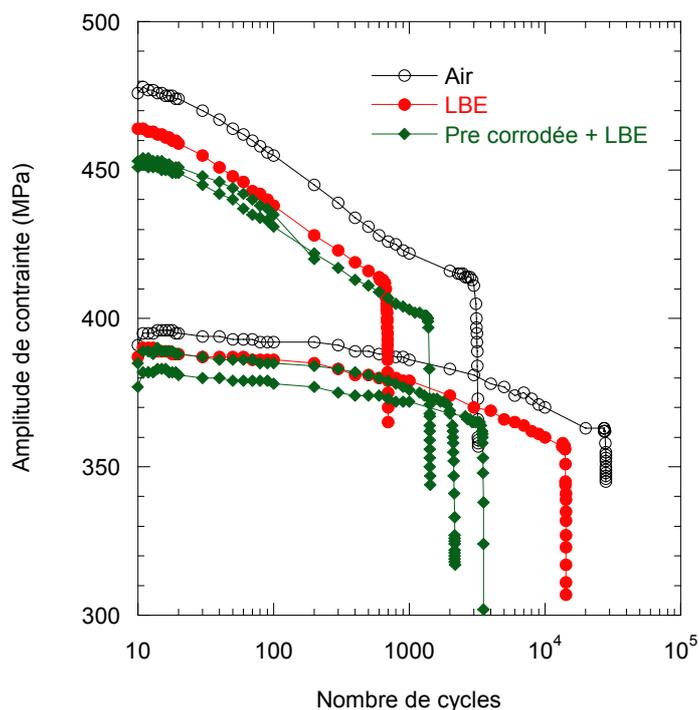


Figure 108 : Réponse cyclique de l'acier T91 (300°C) après une pré-corrosion

### IV.3.C. Durée de vie

La durée de vie du matériau est considérablement diminuée par la pré-immersion en conditions corrosives (Figure 109). La pré-corrosion qui semblait minime en perte de masse conduit à une diminution d'une décade en durée de vie. L'état de surface (rugosité et pré-immersion dans le LBE) a ici une importance considérable.

## Effet d'une pré-immersion dans un bain de LBE sur le comportement en LCF de l'acier T91

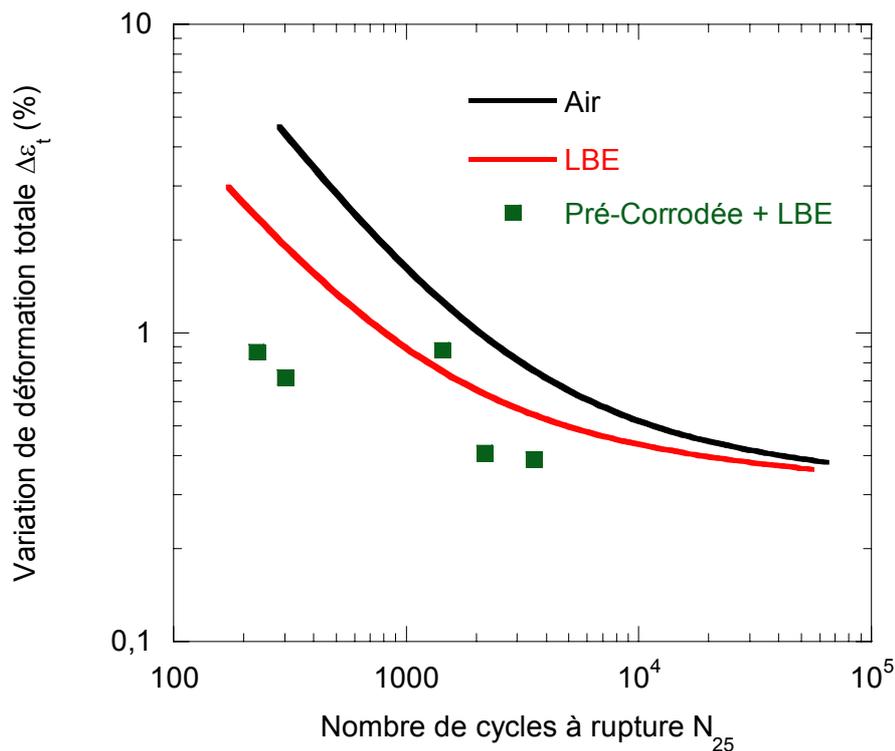


Figure 109 : Durées de vie de l'acier T91 à 300°C après une pré-corrosion

### IV.3.D. Observations des surfaces ( $B_{cor}$ )

L'observation des surfaces au MEB (Figure 110) après les essais de fatigue montre que de larges plages de matériau ont été corrodées de manière intergranulaire (lors de la phase de pré-corrosion). Toutes les fissures **existantes sur la surface de cette éprouvette sont localisées dans les zones corrodées**, les zones non corrodées ne présentant, pour leur part, pas de fissures. Il semble que la pré-corrosion ait facilité l'amorçage de fissures (notamment à cause de la rugosité importante de la surface) mais aussi leur croissance (du fait de l'interaction directe avec le LBE sur une surface non protégée). Lors de l'essai de fatigue des fissures ont pu se créer, interagir et croître facilement avec le LBE **car l'oxyde natif ne protégeait plus ces zones**.

# Effet d'une pré-immersion dans un bain de LBE sur le comportement en LCF de l'acier T91

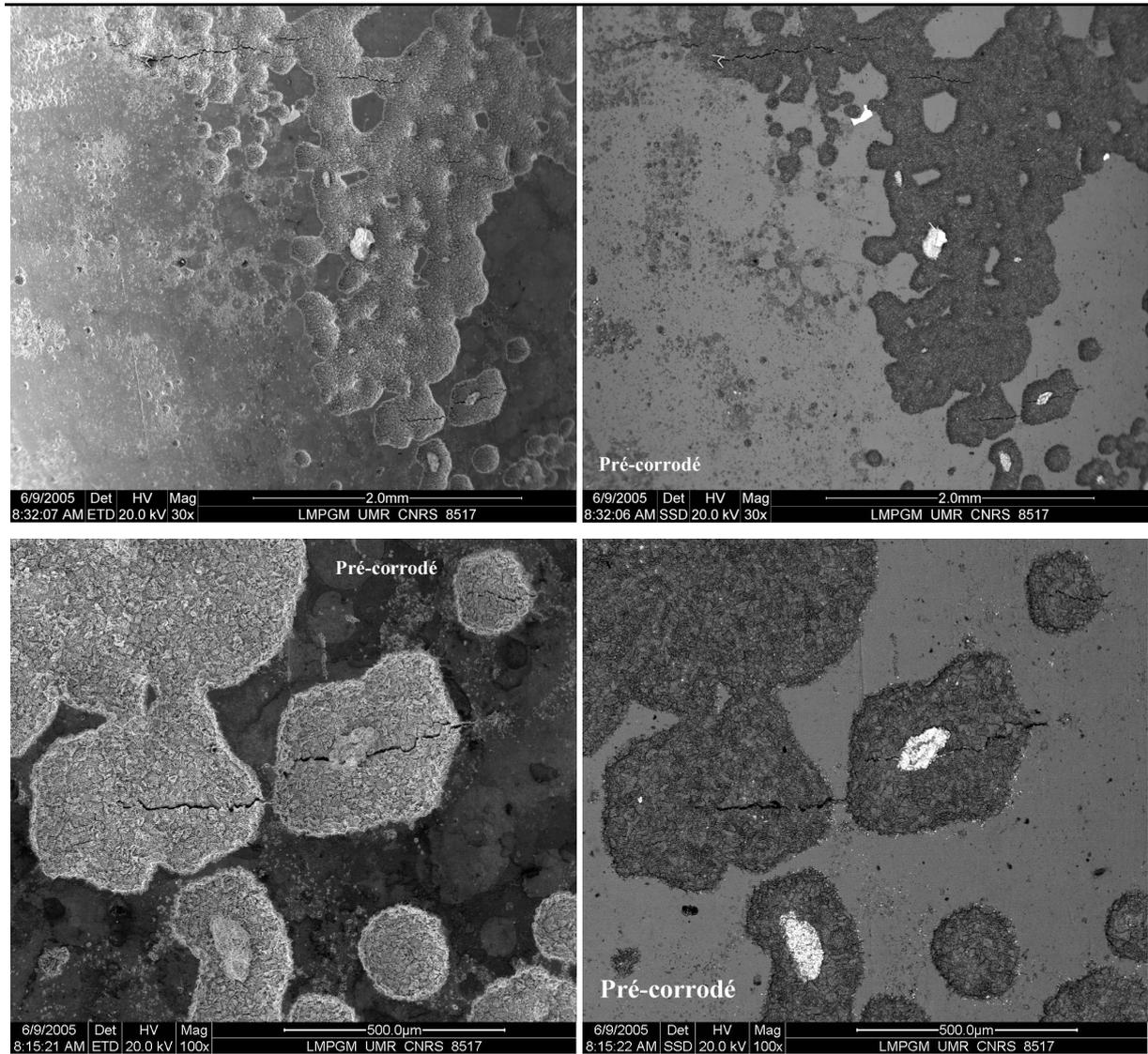


Figure 110 : Surface d'un échantillon pré-corrodé après essai de fatigue dans le LBE  $\Delta\varepsilon_f=0,39\%$ , 300°C (mode électrons secondaires à gauche et mode électrons rétrodiffusés à droite)

## IV.3.E. Analyse fractographique

Le faciès de rupture reste plan mais ici, contrairement à ce qui est observé lors d'essai de LCF dans le LBE sur des éprouvettes non pré-immergées, de nombreux sites d'amorçages sont observés (Figure 111). La pré-corrosion facilite sans doute l'amorçage des fissures à cause de la dissolution de la couche d'oxyde naturelle qui n'isole plus le matériau du milieu ainsi que par la rugosité qui contribue à créer des concentrations de contraintes importantes.

*Effet d'une pré-immersion dans un bain de LBE sur le comportement en LCF de l'acier T91*

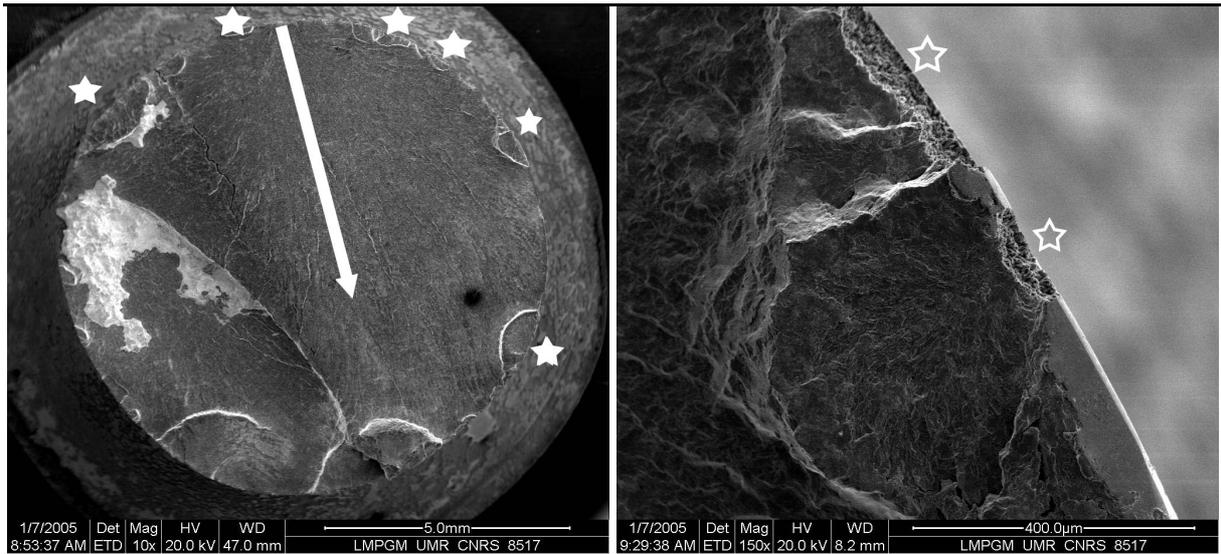


Figure 111 : Faciès de rupture d'un échantillon pré-corrodé après un essai de fatigue dans le LBE ( $\Delta\varepsilon_t=0,72\%$ ,  $300^\circ\text{C}$ ) vue générale à gauche et vue détaillée d'un amorçage à droite ( $C_{\text{cor}}$ )  
Sur les coupes longitudinales Figure 112 ( $A_{\text{cor}}$ ), on trouve de nombreuses fissures qui s'amorcent à partir de rugosités de surface.

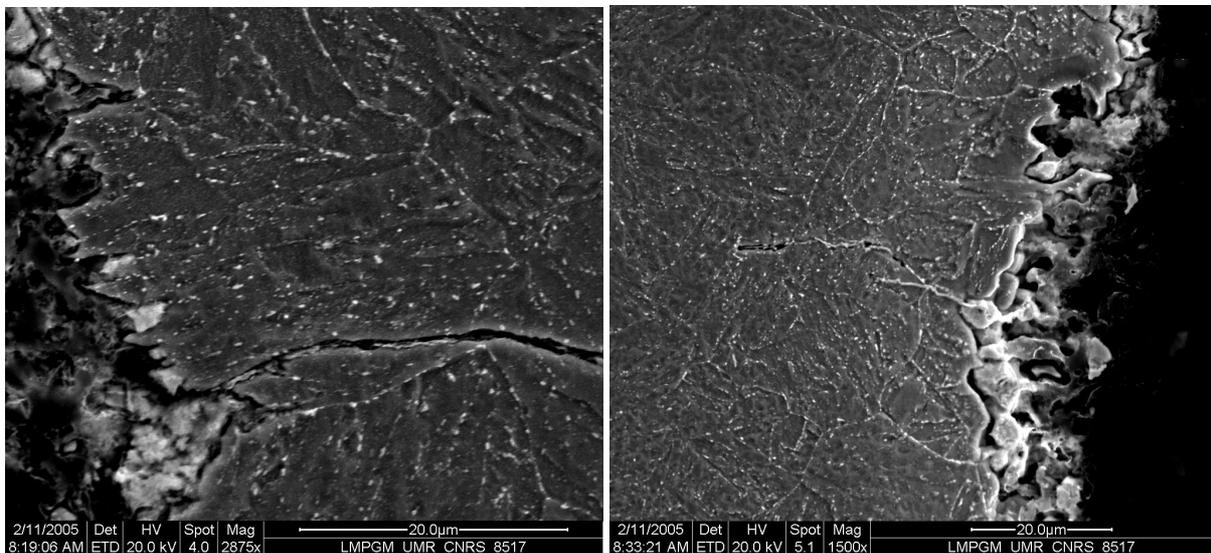


Figure 112 : Coupes longitudinales sur un échantillon pré-corrodé puis testé en fatigue dans le LBE ( $300^\circ\text{C}$ ,  $\Delta\varepsilon_t=0,39\%$ )

# Effet d'une pré-immersion dans un bain de LBE sur le comportement en LCF de l'acier T91

## IV.4. Conditions oxydantes : pré-oxydation

### IV.4.A. Résultats

Le Tableau 16 récapitule les résultats des essais de fatigue réalisés sur ces éprouvettes.

Tableau 16 : Résultats des essais de LCF (300°C, LBE,  $\dot{\varepsilon} = 4 \cdot 10^{-3} s^{-1}$ ) pour l'acier T91 pré-oxydé

Valeur au 1/4 cycle		Valeur au cycle stabilisé				Endurance
$\sigma_{a0}$ (MPa)	$\varepsilon_{pao}$ (%)	$\sigma_a$ (MPa)	$\Delta\varepsilon_t$ (%)	$\Delta\varepsilon_p$ (%)	$\Delta\varepsilon_e$ (%)	$N_{25}$ (Cycles)
459	0,13	423	0,85	0,41	0,43	2979
463	0,12	420	0,78	0,35	0,43	2969
		363	0,38	0,01	0,37	52257
		366	0,38	0	0,38	34889

### IV.4.B. Evolution cyclique

Les niveaux de contraintes atteints pendant les essais sur les éprouvettes pré-oxydées semblent également inférieurs à ceux obtenus lors des essais sur des éprouvettes non pré-corrodées Figure 113.

# Effet d'une pré-immersion dans un bain de LBE sur le comportement en LCF de l'acier T91

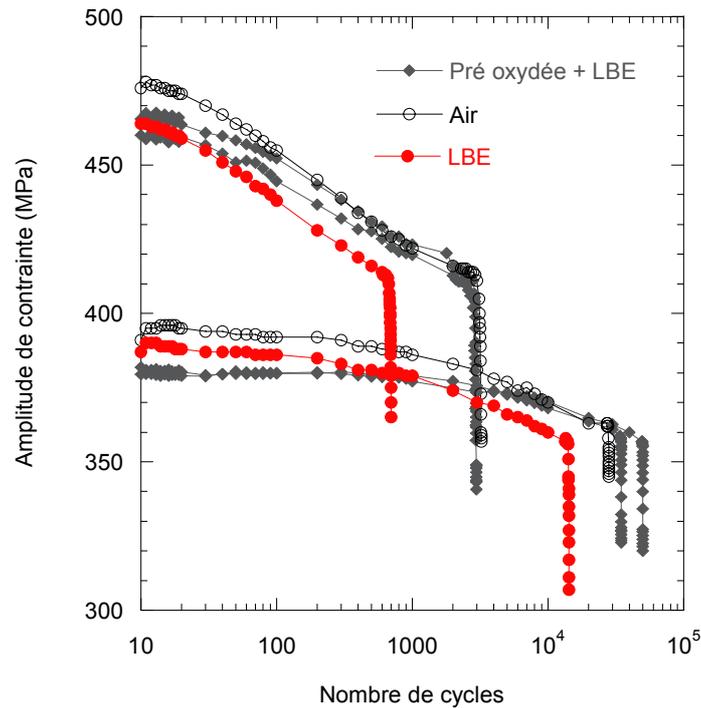


Figure 113 : Réponse cyclique du T91 à 300°C après une pré-oxydation

## IV.4.C. Durée de vie

La durée de vie des éprouvettes pré-oxydées testées dans le LBE est supérieure à celle des éprouvettes non pré-oxydées testées dans le LBE (Figure 114). La durée de vie est comparable à celle obtenue pour les essais réalisés à l'air sur des éprouvettes non pré immergées.

## Effet d'une pré-immersion dans un bain de LBE sur le comportement en LCF de l'acier T91

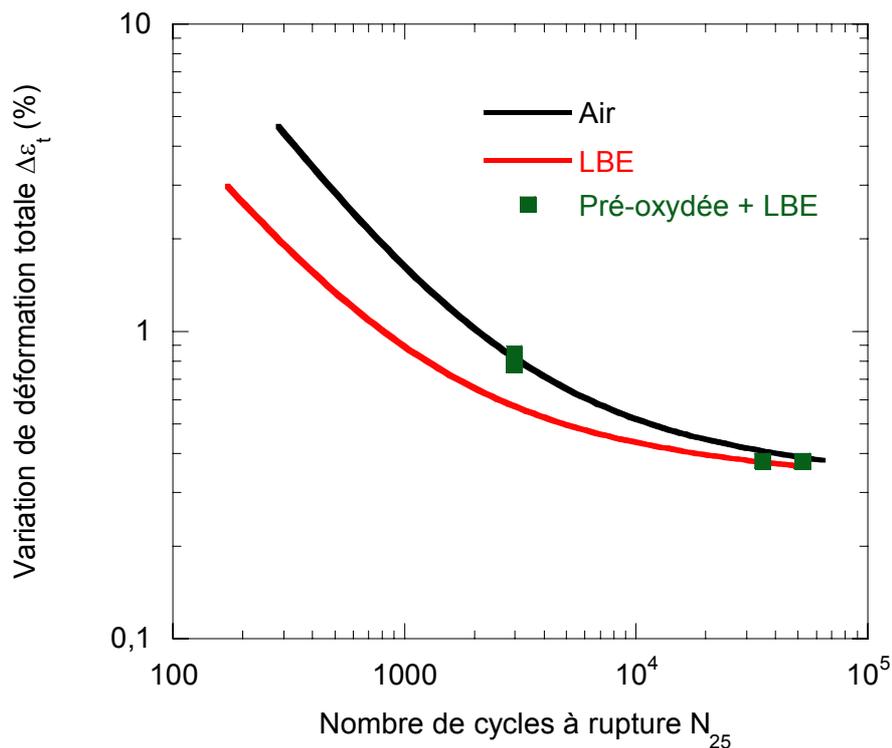


Figure 114 : Durée de vie en fatigue du T91 à 300°C après une pré-oxydation

### IV.4.D. Observations des surfaces ( $B_{ox}$ )

Sur les surfaces des échantillons testés en fatigue dans le LBE après une pré-oxydation (Figure 115), on observe des zones sans oxyde externe qui présentent le plus souvent des fissures. On remarque que les fissures semblent s'amorcer autour de défauts circulaires (piqûres, inclusions ...) et dans une zone qui n'est composée que d'oxydes internes (Figure 116).

*Effet d'une pré-immersion dans un bain de LBE sur le comportement en LCF de l'acier T91*

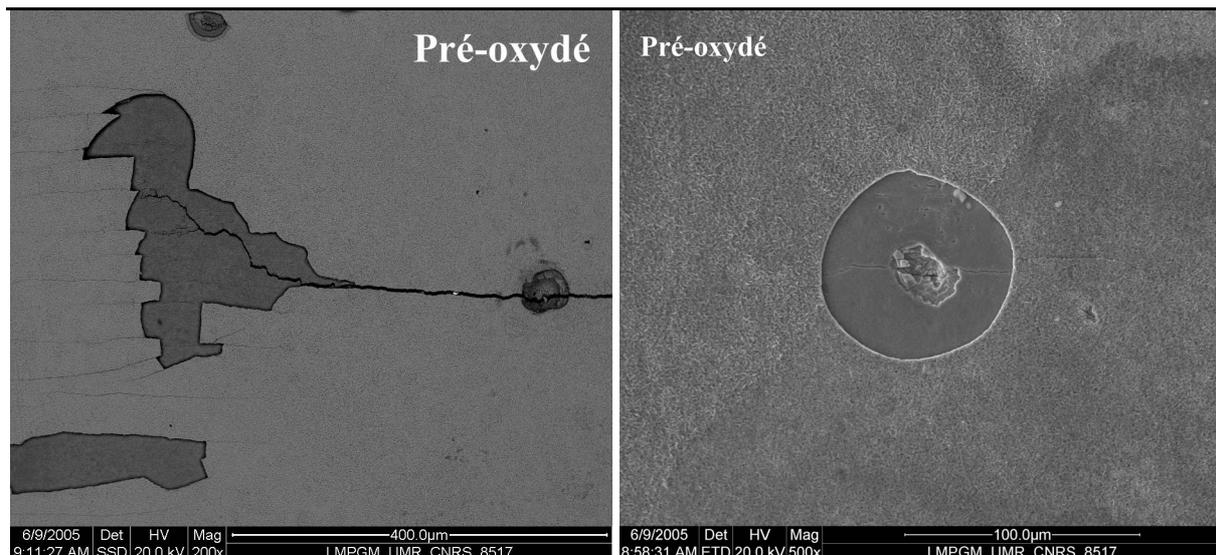


Figure 115 : Surface d'un échantillon pré-oxydé puis testé en fatigue dans le LBE,  $\Delta\varepsilon_f=0,38\%$

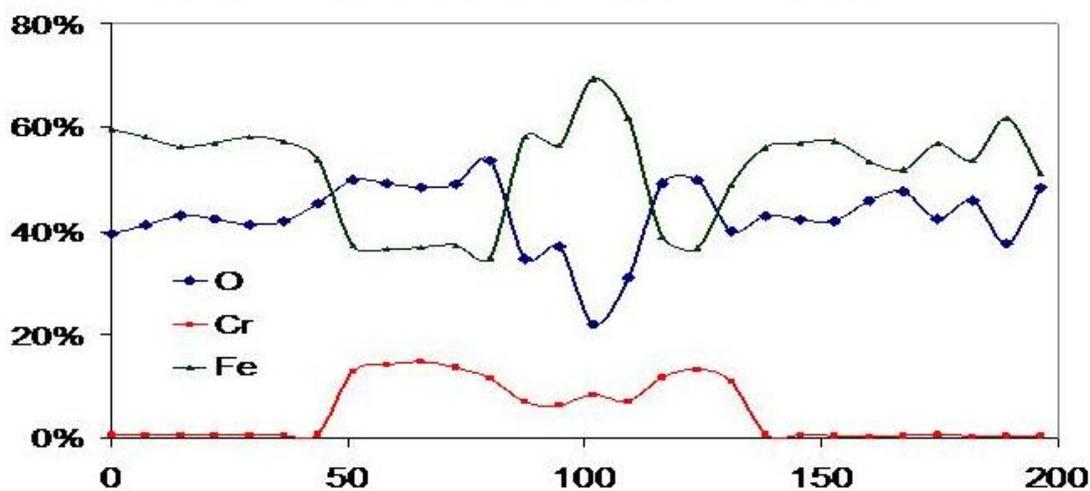
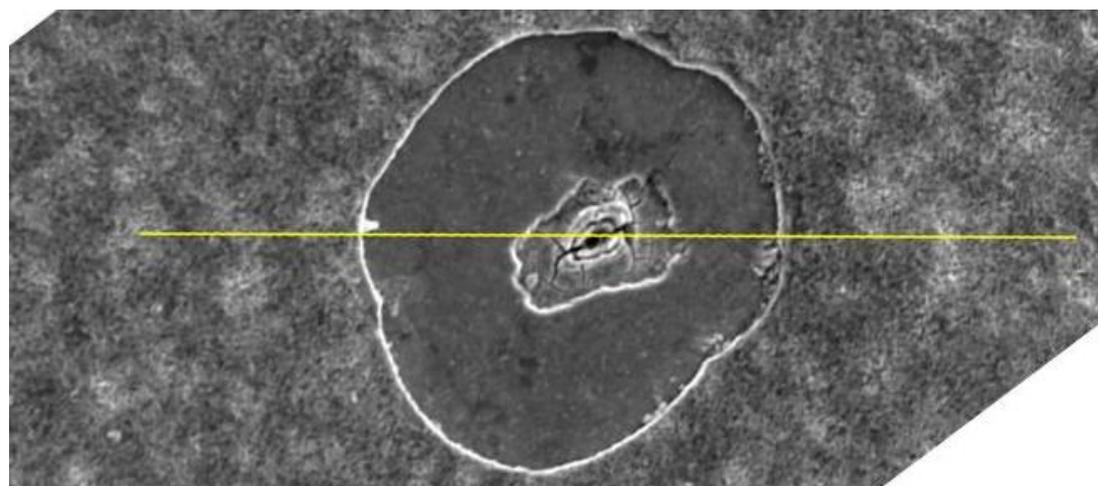


Figure 116 : Analyse EDX d'une zone dépourvue d'oxyde externe

## *Effet d'une pré-immersion dans un bain de LBE sur le comportement en LCF de l'acier T91*

### IV.4.E. Fractographie et processus de fissuration

Sur le faciès de rupture (Figure 117), de nombreux sites d'amorçage sont visibles (étoiles), toutefois ceux-ci sont peu étendus et ne paraissent pas influencer sur la propagation de la fissure principale (la flèche indique le sens de propagation). Celle-ci se propage perpendiculairement à l'axe de sollicitation et des distances inter-stries importantes sont observées comme lors d'essais dans le LBE sans pré-oxydation.

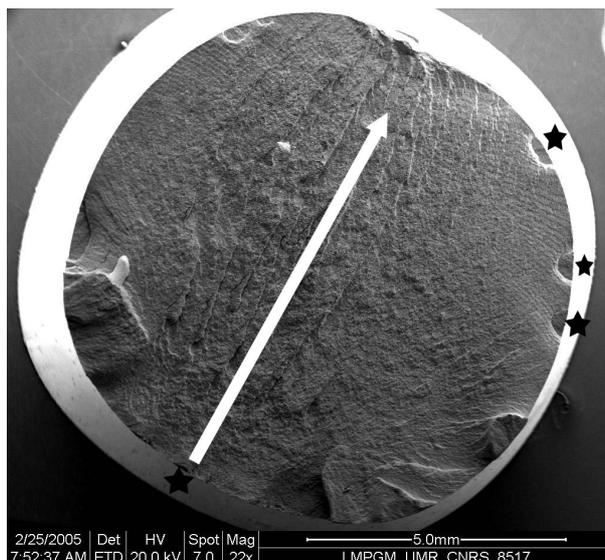


Figure 117 : Faciès de rupture échantillon pré-oxydé après un essai de fatigue dans le LBE ( $300^{\circ}\text{C}$ ,  $\Delta\varepsilon_f=0,78\%$ ) ( $C_{ox}$ )

A partir des coupes longitudinales (Figure 118), on s'aperçoit que les sites d'amorçages secondaires correspondent à des fissurations où le LBE n'a pas interagi. La couche d'oxyde semble empêcher la pénétration du LBE dans ces fissures permettant ainsi une propagation de fissures courtes identiques à ce qui est observé à l'air c'est-à-dire avec un rôle important des barrières microstructurales. Sur les coupes longitudinales (Figure 118) on observe de nombreuses fissures secondaires ne présentant pas de LBE (droite). Néanmoins, la fissure principale en contient (Figure 118 gauche) ce qui prouve que le LBE a pénétré dans celle conduisant à une propagation finale très rapide de la fissure comme ce qui est observé pour les échantillons non pré corrodés testés dans le LBE. La pré-oxydation semble empêcher l'interaction des fissures courtes avec le LBE pendant une certaine période ce qui permet d'augmenter la durée de vie en fatigue dans le LBE.

## Effet d'une pré-immersion dans un bain de LBE sur le comportement en LCF de l'acier T91

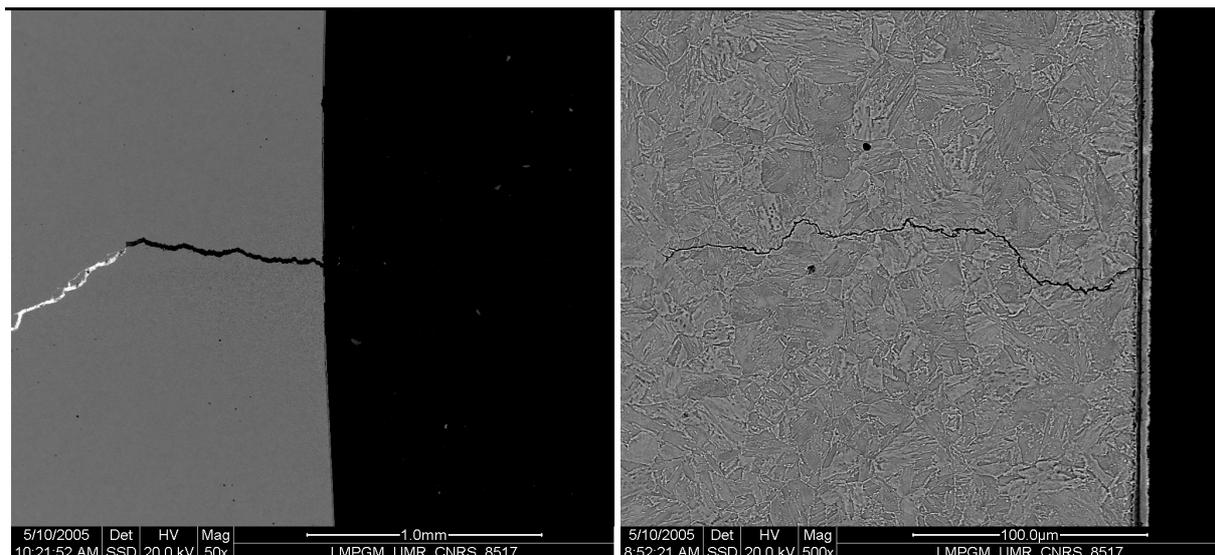


Figure 118 : Coupe longitudinale d'un échantillon pré-oxydé après un essai de LCF dans le LBE ( $\Delta\varepsilon_t=0,38\%$ ) : fissure principale à gauche contenant du LBE et fissure secondaire à droite n'en contenant pas ( $A_{ox}$ )

Le processus de fissuration est ici totalement différent. Les couches d'oxyde semblent se fissurer de façon distincte comme en atteste la Figure 119 et de nombreuses questions restent en suspend :

- Qui se fissure : le matériau puis l'oxyde, l'interface matériau oxyde, l'interface des deux sous couches d'oxydes, une des couches d'oxyde puis le matériau ?
- Pourquoi une fois la fissuration de l'oxyde effective n'a-t-on pas interaction avec le LBE ? Est-il nécessaire d'avoir une surface fraîche pour interagir avec le LBE lorsque l'ouverture de la fissure est faible ?

## Effet d'une pré-immersion dans un bain de LBE sur le comportement en LCF de l'acier T91

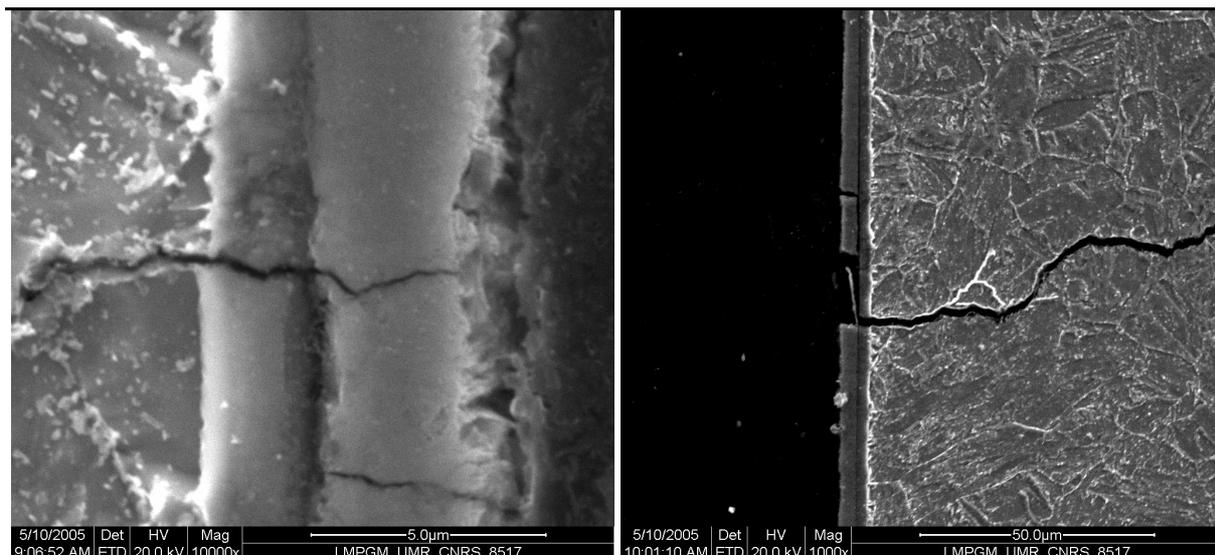


Figure 119 : Détail d'une fissuration secondaire observée sur une coupe longitudinale d'un échantillon pré-oxydé testé en LCF ( $\varepsilon_f=0,38\%$ ) ( $A_{ox}$ )

### IV.5. Discussion sur l'effet d'une pré-immersion

La phase de propagation des fissures étant très rapide dans le LBE, c'est la phase d'amorçage des fissures qui contrôle le mécanisme d'endommagement puisque c'est cette phase qui est la plus lente. Les essais sur éprouvettes pré-immergées permettent de vérifier cette hypothèse.

La **pré-corrosion** conduit à une dégradation de la surface ce qui a en fatigue une importance prépondérante sur l'amorçage des fissures. Elle **augmente la rugosité de surface** (et donc crée des concentrations locales de contraintes), **détruit la couche d'oxyde protectrice de l'acier** permettant ainsi le contact direct entre l'acier et le LBE. Les vues de surfaces montrent bien que les fissures s'amorcent dans les zones pré-corrodées où il y a le plus de concentrations locales de contrainte et où l'interaction avec le LBE est aisée. L'amorçage facilité des fissures conduit à une **réduction de durée de vie très importante en fatigue (facteur 10)**.

La **pré-oxydation** joue un rôle protecteur en isolant le matériau du métal liquide. Les effets de la pré-oxydation semblent bénéfiques sur la tenue en fatigue car **la durée de vie est augmentée dans le milieu LBE et avoisine même la durée de vie à l'air**. La couche d'oxyde permet d'isoler les fissures créées du LBE, permettant ainsi des mécanismes de propagation semblables à ceux observés à l'air. Les barrières microstructurales jouent de

## *Effet d'une pré-immersion dans un bain de LBE sur le comportement en LCF de l'acier T91*

---

nouveau un rôle important et de multiples fissures courtes sont observées. Toutefois on peut se demander pourquoi le LBE ne pénètre pas dans les micro-fissures. On peut émettre l'hypothèse que le LBE a besoin de surface fraîche métallique pour entrer dans la fissure et que l'oxyde fissuré ne remplit sans doute pas les conditions favorables à l'adsorption du LBE. L'ouverture de la fissure est sans doute trop faible pour permettre l'entrée immédiate du LBE et permettre une réaction avec la surface fraîche au fond de celle-ci. L'adsorption doit être impossible dans le cas d'éprouvette pré-oxydée du fait de la faible activité plastique de l'oxyde combiné à la faible ouverture de la fissure. Le LBE ne pénètre uniquement que lorsque l'ouverture de la fissure est assez importante et cela ne semble se produire que pour la propagation macroscopique finale puisque du LBE n'est retrouvé que dans cette fissure.

On peut enfin souligner que, comme évoqué précédemment, la propagation finale de la fissure macroscopique n'est pas le facteur prépondérant dans l'endommagement par fatigue dans le LBE. En effet, l'interaction avec le LBE n'intervient uniquement que pendant la propagation de la fissure finale dans les essais menés sur les éprouvettes pré-oxydées (puisque du LBE n'est retrouvé que dans la fissure principale) et ne conduit pas à une diminution significative de la durée de vie malgré une vitesse de fissuration importante comme en atteste l'importante distance inter-stries. C'est la diminution de la vitesse de propagation des fissures courtes qui conduit à l'augmentation de durée de vie dans le cas d'éprouvettes pré-oxydées confirmant que c'est surtout le stade de franchissement des premières barrières microstructurales qui contrôle la durée de vie du matériau.

*Effet d'une pré-immersion dans un bain de LBE sur le comportement  
en LCF de l'acier T91*

---

IV.6. Conclusion sur l'effet d'une pré-immersion

Les essais sur éprouvettes pré-immergées confirment que c'est le stade de franchissement des premières barrières microstructurales qui est la phase critique lors des essais de LCF dans le LBE. Une pré-oxydation semble limiter l'effet du LBE sur l'acier T91 et ses effets néfastes sur les propriétés en LCF de ce matériau. Toutefois les mécanismes de fissuration ne sont pas clairement définis et les résultats doivent être approfondis. On peut également se demander quelle sera la résistance de l'oxyde pour des niveaux de déformations plus importants.

tel-00011551, version 1 - 7 Feb 2006

# Troisième Partie : Discussion et conclusion générale

## Discussion

### I. Mécanismes de fissuration

Les mécanismes de fissuration en fatigue oligocyclique sont différents selon le milieu et l'état du matériau avant l'essai. La Figure 120 schématise les différentes étapes de la fissuration pour les différentes conditions d'essais.

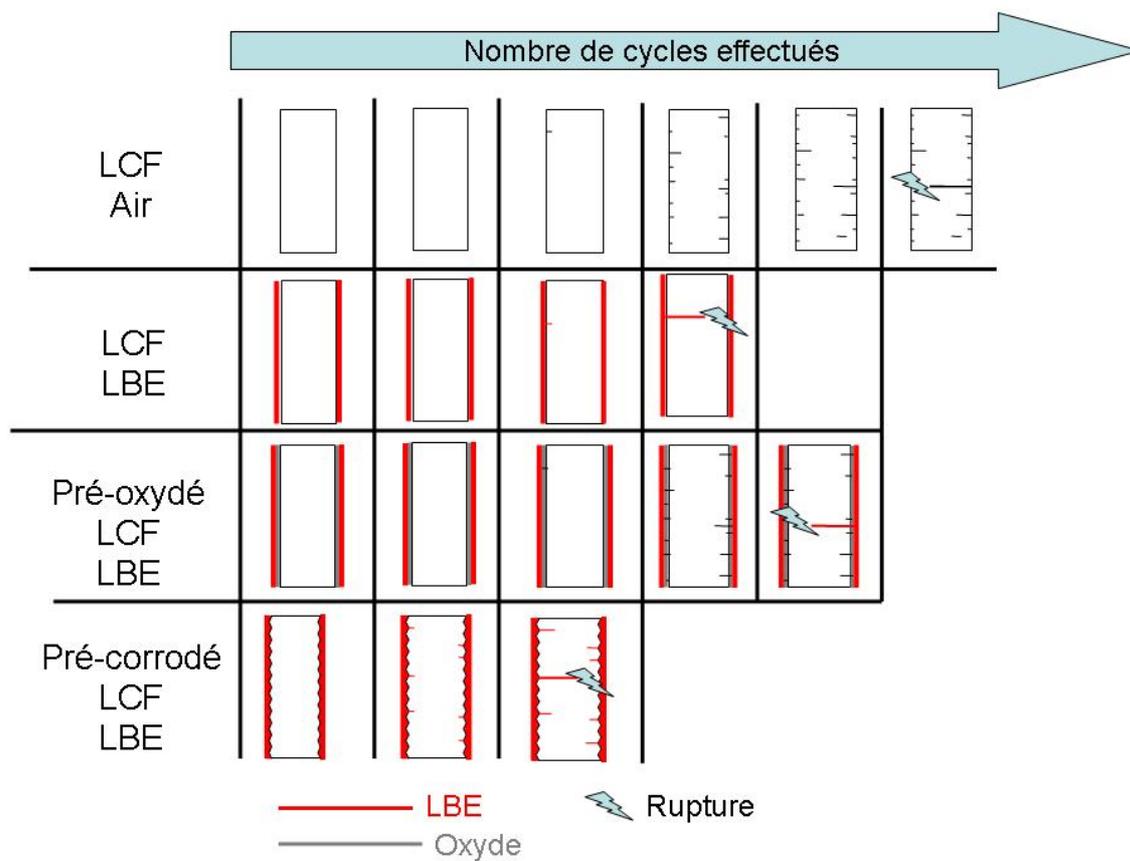


Figure 120 : Les différentes étapes de la fissuration selon le type d'essai effectué.

Le Tableau 17 résume les étapes de la fissuration en LCF.

Tableau 17 : Présentation des différentes étapes de la fissuration

	LCF Air	LCF LBE	Pré-dissolution LBE LCF LBE	Pré-oxydation LBE LCF LBE
Etapes de l'endommagement	Amorçage de microfissures	Amorçage d'une microfissure	Amorçage de microfissures (facilité par la surface dégradée)	Amorçage de microfissures
	Croissance des fissures courtes	Croissance de cette fissure courte	Croissance des fissures courtes	Croissance des fissures courtes
	Coalescence des fissures courtes	Interaction avec LBE	Interaction avec LBE	Coalescence des fissures courtes
				Interaction avec LBE
	Croissance de la fissure macroscopique	Croissance de la fissure macroscopique	Croissance de la fissure macroscopique	Croissance de la fissure macroscopique
Rôle des barrières microstructurales important	Oui	Non	Non	Oui

Pour d'obtenir une influence notable du LBE, il faut créer une fissure en sa présence afin qu'une surface métallique fraîche soit disponible pour permettre son adsorption.

Pour les échantillons testés en LCF dans le LBE, l'interaction est immédiate. Le LBE s'infiltré dans la fissure, même si l'ouverture de celle-ci est faible, ce qui conduit au mouillage du fond de fissure par le LBE et donc à l'accélération de l'endommagement.

Par contre, pour les échantillons pré-oxydés, la couche d'oxyde semble suffisante pour empêcher le mouillage du fond de fissure par le LBE. La fissuration de l'oxyde ne conduit pas à la création de surface fraîche métallique qui favorise l'entrée du LBE dans la fissure. Le LBE ne rentrera dans la fissure et n'interagira avec une surface fraîche métallique que lorsque l'ouverture de la fissure sera suffisante.

Les conditions d'adsorption ne sont pas clairement définies. Il faut semble-t-il une contrainte ou une déformation minimale pour adsorber (pour les faibles taux de déformation imposée, des fissures exemptes de LBE étaient présentes dans le matériau) et/ou une ouverture de fissure suffisante pour permettre l'introduction du LBE dans la fissure.

Pour que l'endommagement s'accélère il semble ensuite que :

- **Le LBE adsorbé en pointe de fissure modifie les conditions locales de propagation de la fissure** et permet notamment de franchir facilement les premières barrières microstructurales qui sont habituellement des obstacles majeurs à la propagation des micro fissures.
- **Le LBE permet sans doute de maintenir un front de fissure aigu** (et ainsi augmente l'état de triaxialité des contraintes) ce qui contribue à une propagation rapide de la fissure.

## ***II. Manifestation de l'effet du LBE***

On peut se demander quels mécanismes microscopiques expliquent que le LBE favorise la propagation des fissures. Les manifestations de la modification du fond de fissure ne sont pas évidentes. Néanmoins une localisation de la déformation plastique à l'échelle macroscopique peut être observée sur les éprouvettes testées dans le LBE après les essais de fatigue oligocyclique. On remarque que la plasticité se concentre dans des bandes orientées à 45° de l'axe de sollicitation pour les essais dans le LBE (Figure 121) tandis que cela n'est pas aussi marqué lors des essais réalisés à l'air.

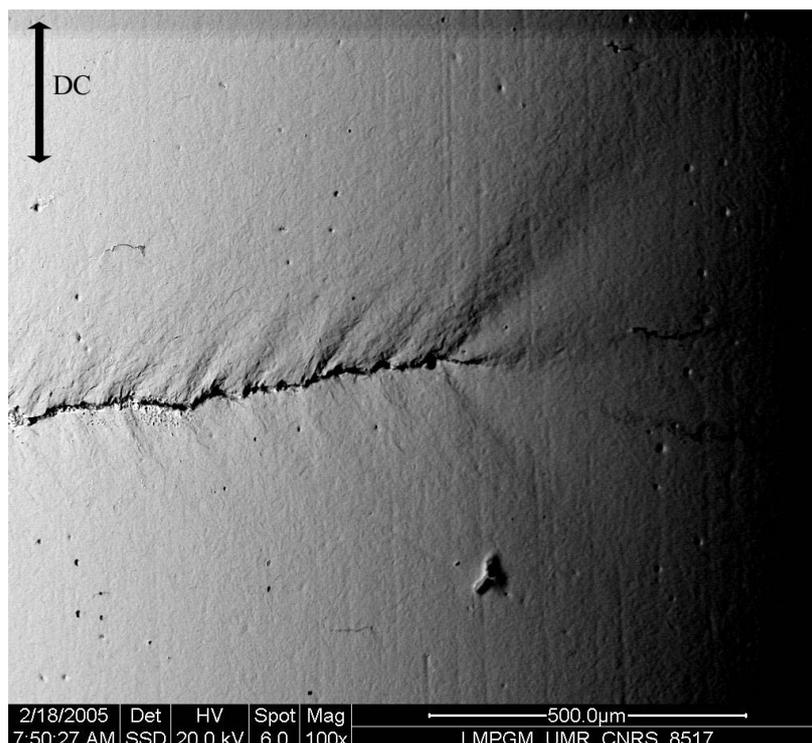


Figure 121 : Zone plastique sur la surface d'un échantillon après un essai de LCF dans le LBE ( $\Delta\varepsilon_t=0,36\%$ )

Nos résultats expérimentaux semblent pouvoir être expliqués par le mécanisme de Lynch présenté précédemment (II.5.A.iii). Toutefois la morphologie de la fissuration (une fissure unique pour les essais dans le LBE, de multiples fissures dans le cas de l'air) impose de ne pas tirer de conclusions hâtives et ne peuvent permettre de valider l'hypothèse d'une localisation de l'émission de dislocations.

Les essais de fatigue propagation où une fissure unique est présente nous donnent une indication plus précise. La Figure 122 montre la zone plastique (grâce au contraste topographique obtenu avec les électrons rétrodiffusés) des échantillons testés à l'air et dans le LBE à 300°C. La zone plastique de l'échantillon testé dans le LBE paraît plus rectiligne et orientée à 45° de la fissure tandis que celle à l'air paraît plus circulaire ce qui semble accréditer l'hypothèse de l'émission de dislocations facilitée dans des bandes orientées à 45° du plan de la fissure.

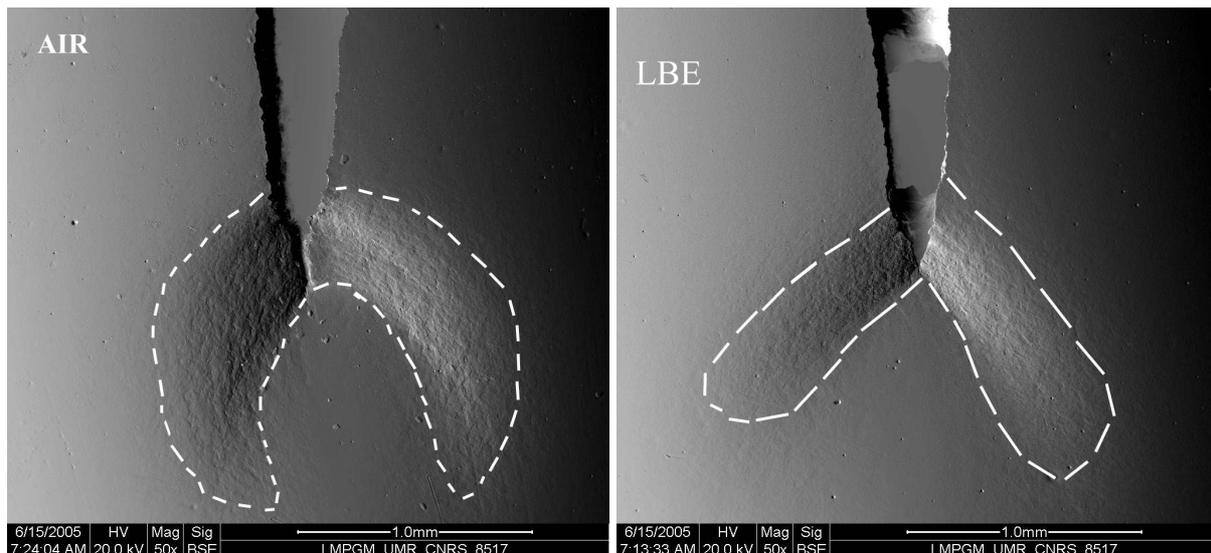


Figure 122 : image SEM en contraste topographique de la zone plastique à l'air (gauche) et LBE (droite)

Des différences existent également dans la forme du fond de fissure. Un agrandissement (Figure 123) montre que celui-ci est émoussé à l'air tandis qu'il apparaît pointu dans le LBE. Cela semble conforter l'idée que l'émission des dislocations est favorisée en pointe de fissure lors des essais dans le LBE ce qui conduit à une avancée rapide de la fissure et à l'obtention d'un fond de fissure pointu. A l'air, l'activité des dislocations en avant du front de fissure conduit à son émoussement ce qui ralentit sa propagation.

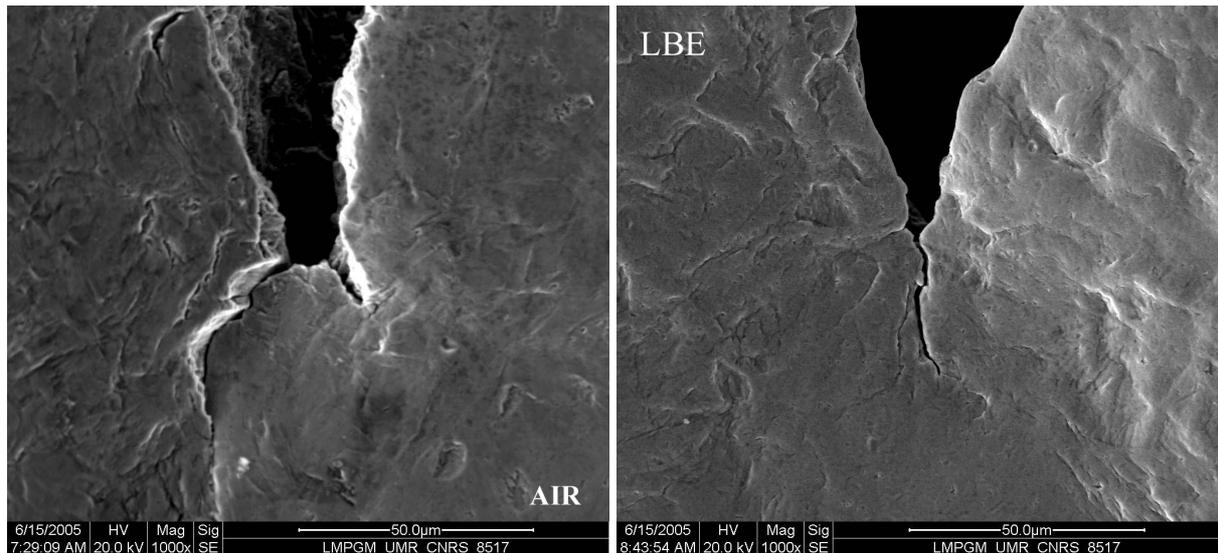


Figure 123 : Pointe de la fissure après un essai de fatigue propagation  $R=0,5$  à l'air (gauche) et dans le LBE (droite)

Les observations des coupes longitudinales des essais réalisés avec un temps de maintien semblent confirmer cet effet du LBE sur la forme du fond de fissure. Ainsi une fissure qui dans le plomb possède une ouverture importante à cause du temps de maintien, conserve tout de même une pointe de fissure très aigüe comme en atteste la Figure 124.

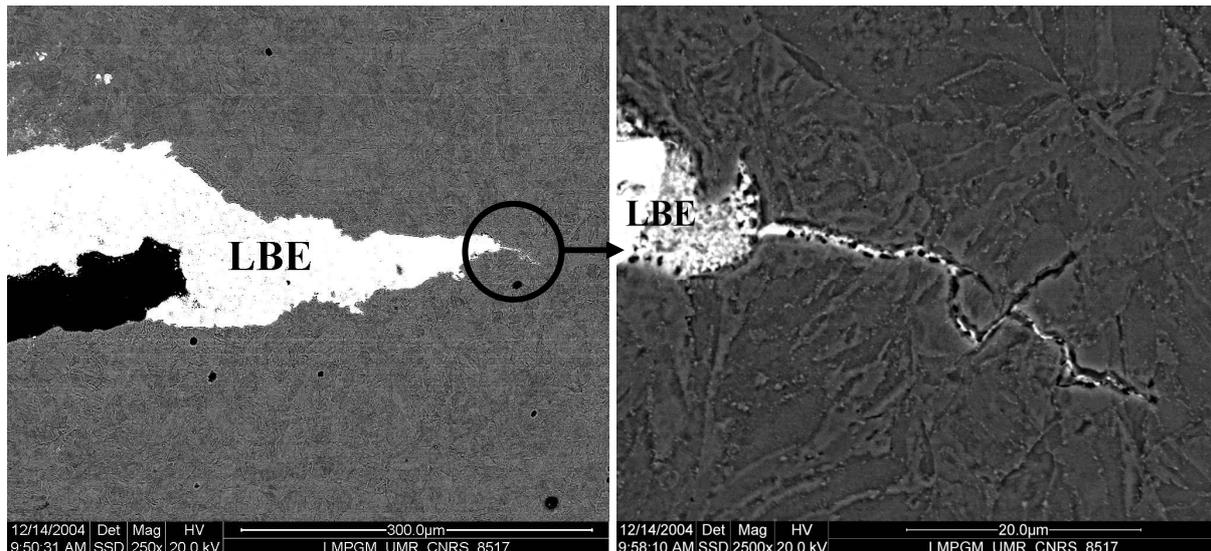


Figure 124 : Pointe de fissure après un essai de LCF dans le LBE avec un temps de maintien en traction ( $\Delta\varepsilon_t=1,62\%$ )

### *III. Mécanisme d'accélération de l'endommagement par les métaux liquides au cours d'un endommagement par fatigue*

#### III.1. Mécanisme proposé

La Figure 125 décrit un mécanisme possible qui rend compte de la propagation des fissures en LCF.

##### Etape I :

Etat initial

##### Etape II :

A l'air, la contrainte n'est pas suffisante pour permettre le mouvement de dislocations en tête de fissures.

Dans le LBE, **s'il y a mouillage par le LBE** de la pointe de fissure et **que la contrainte est suffisante il y a adsorption d'atomes de métal liquide**. L'adsorption entraîne une diminution de la cission critique pour l'émission de dislocations en fond de fissure ( $\tau_c^l$ ). Les seules sources de dislocations en fond de fissure sont activées provoquant ainsi une **localisation de la déformation plastique** par un « **effet chimique** » et le

franchissement aisé des barrières microstructurales. De plus cette localisation permet également de maintenir un fond de fissure aigu ce qui entraîne une concentration de contrainte importante qui va également favoriser l'avancée de la fissure mais cette fois par un « **effet mécanique** ».

Etape III :

A l'Air, lorsque la contrainte augmente les sources de dislocations en avant de la fissure (Sa et Sb) sont activées ce qui contribue à l'avancée de la fissure mais surtout à son **émoussement**.

Le LBE ne modifie pas l'activité des sources en avant du fond de fissure car elles ne sont pas affectées par l'adsorption du métal liquide. La fissure s'émousse donc mais doit conserver une pointe de fissure aiguë à cause de l'activité des sources de dislocations qui restent affectées par le LBE en pointe de fissure. Néanmoins, **l'activation des sources en avant du front de fissure doit limiter l'effet du LBE sur l'avancée de fissure.**

Etape IV :

Fermeture de la fissure

Etape V :

Etape similaire à l'étape II

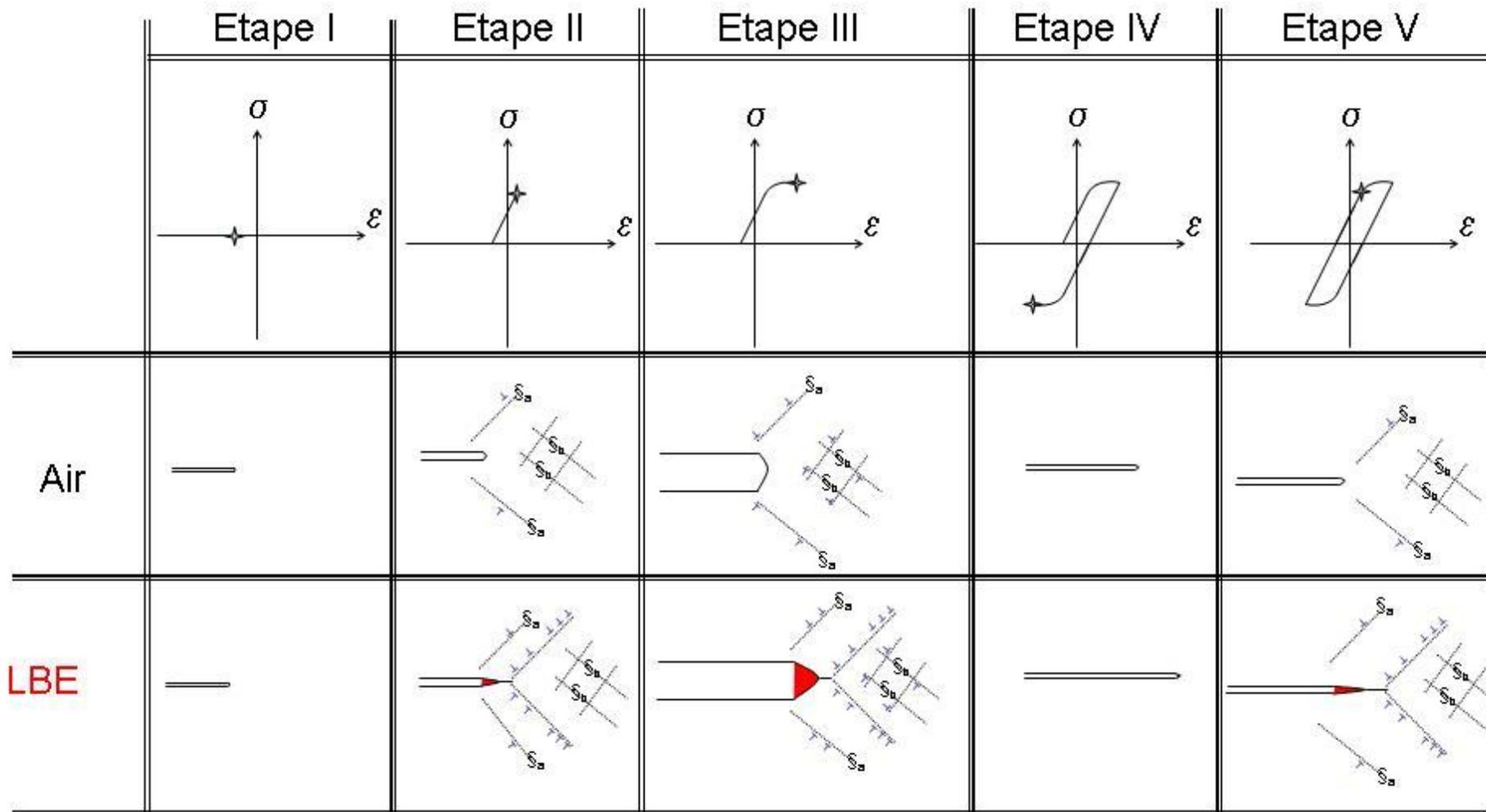


Figure 125 : Mécanismes de FML en fatigue

### III.2. Remarque sur le mécanisme proposé :

#### III.2.A. Diminution de la cission critique en fond de fissure :

Nos résultats sont compatibles avec la diminution de la cission critique pour l'émission de dislocations en fond de fissure ( $\tau_c^l$ ) en présence de LBE. Par ailleurs, cette hypothèse est compatible avec des résultats de simulation numérique à l'échelle atomique qui montrent que  $\tau_c^l$  est une fonction croissante de  $\gamma$ . Une explication possible est la suivante. Lors de l'émission de dislocations en fond de fissure, une marche atomique est créée ce qui nécessite entre autre une énergie de surface  $S\gamma$  où  $S$  est la surface de la marche et  $\gamma$  l'énergie de surface. Une diminution de  $\gamma$  peut ainsi entraîner une diminution de  $\tau_c^l$  comme le montrent des simulations à l'échelle atomique [ZHOU 1994].

#### III.2.B. Etape critique dans la propagation de la fissure

**L'étape II de ce mécanisme semble être l'étape critique de la propagation de fissure.** En effet, lors des essais de fatigue oligocyclique avec un temps de maintien en traction, la vitesse d'avancée de la fissure macroscopique n'est pas modifiée (le nombre de cycles  $\Delta N_{5-25\%}$  et la distance interstries sont similaires à ceux obtenus lors des essais effectués sans temps de maintien). L'étape III ne doit donc pas être critique pour la propagation de la fissure et c'est le nombre de passages par l'étape II (et donc le nombre de cycles) qui contrôle la vitesse d'avancée de la fissure. Le temps de maintien doit favoriser l'amorçage des fissures et n'a que peu d'effets sur leur vitesse de propagation.

#### III.2.C. Effet chimique et mécanique :

L'effet mécanique microscopique évoqué ci-dessus (pointe de fissure très aiguë) combiné à l'effet mécanique macroscopique évoqué précédemment (une seule fissure dans le cas d'essais dans de LBE, de multiples fissures dans le cas d'essais à l'air) n'est pas à négliger. En effet, les seuls effets mécaniques du métal liquide peuvent entraîner une rupture fragile de l'acier T91 à l'air à 20°C (partie II, §II.6).

### III.2.D. Essais monotones et cycliques :

L'interaction du LBE avec l'acier se manifeste en LCF par l'augmentation de la vitesse de propagation des fissures. Dans le cas d'essais monotones, l'effet du LBE est sans doute masqué rapidement par l'activité plastique du matériau en avant du fond de fissure (et dans le reste du volume) qui n'est pas affectée par le LBE. Par contre, en fatigue, à chaque cycle on passe par un stade critique où l'activité plastique favorisée par le LBE n'est ni affectée, ni masquée par l'activité plastique volumique du matériau ce qui explique que l'effet du métal liquide soit plus marqué.

### III.2.E. Franchissement des barrières microstructurales

La localisation de la déformation plastique permet sans doute le franchissement aisé des barrières microstructurales lors des essais de LCF dans le LBE ce qui conduit aux diminutions de durée de vie.

## ***IV. Influence de la taille de la zone plastique :***

L'obtention d'un faciès fragile mixte avec une forte proportion de décohésion intergranulaire peut paraître surprenante dans le cas de la fatigue propagation du fait que peu de décohésions de ce type ont été observées sur les échantillons testés en LCF. La différence de taille de la zone plastique et la différence dans la nature des contraintes entre les deux types d'essais pourrait expliquer cette différence dans les mécanismes de rupture.

Lors des essais de fatigue, des dislocations sont émises en tête de fissure grâce à l'adsorption de LBE. Ces dislocations vont ensuite s'empiler sur les barrières microstructurales et conduisent à des concentrations de contrainte.

- **Lors des essais de FCG** la dimension de la zone plastique est faible et les sources en avant du fond de fissures ne sont sûrement pas activées et ne permettent donc pas de relaxer les concentrations de contrainte qui conduisent à une rupture trans ou intercrystalline localisée. L'augmentation du  $\Delta K$  entraîne l'agrandissement de la zone plastique et permet ainsi une meilleure relaxation de contraintes en avant de la fissure d'où la proportion de décohésions intergranulaires qui diminue lors de l'augmentation du  $\Delta K$ .

- **Dans les essais de LCF** la dimension de la zone plastique est importante dans tout le volume de l'échantillon. Les concentrations de contraintes créées par l'activité des dislocations en tête de fissure sont sûrement relaxées par l'activation de sources de dislocations en avant du front de fissure permettant d'éviter la rupture intergranulaire.

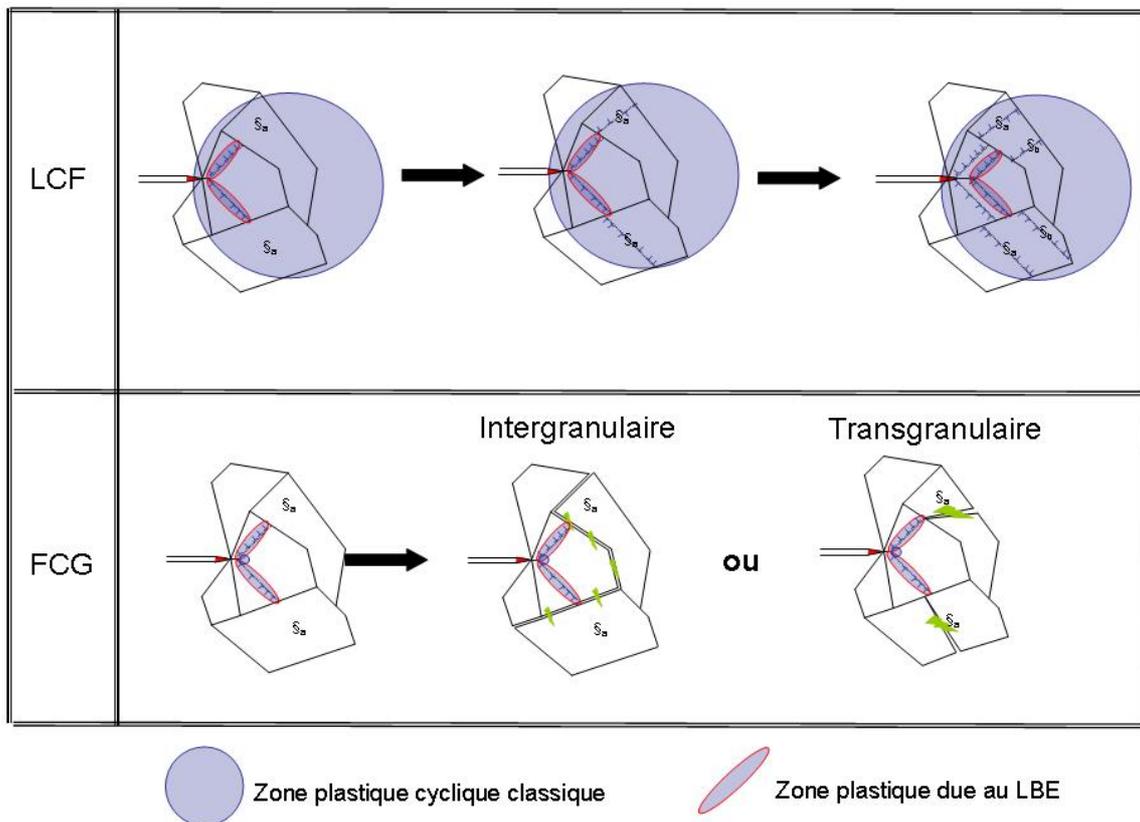


Figure 126 : Effet de la taille de la zone plastique

### V. Risques encourus par la cible :

Même s'ils restent obscurs, les mécanismes de FML semblent nécessiter une déformation plastique locale conduisant à une concentration de contrainte ainsi qu'un mouillage entre le métal solide et le métal liquide. Dans le cas de MEGAPIE-Test les contraintes attendues (50MPa) sont bien en dessous de la limite d'élasticité du matériau ce qui devrait limiter les risques de fragilisation. Nous avons pu constater que lors des essais de LCF à faibles contraintes qui étaient proches de la limite d'élasticité, et donc au dessus des contraintes attendues dans MEGAPIE-Test, le LBE ne conduisait pas à une réduction importante de la durée de vie. En effet, ces faibles contraintes **ne permettent pas de créer de fissures et ne sont sans doute pas suffisantes** pour permettre l'adsorption du LBE en pointe de fissure. Le

risque éventuel réside sans doute dans des zones où localement on pourrait dépasser la limite d'élasticité à cause de la texture locale du matériau mais aussi surtout à des défauts de conception de la cible (usinage, soudure...).

La durée de vie du matériau est fortement diminuée lorsque les éprouvettes sont pré-corrodées dans une atmosphère réductrice. Toutefois, il faut aussi souligner que les conditions de pré-corrosion étaient très sévères lors de ces essais (600°C) et que la température de service de MEGAPIE-Test est beaucoup plus faible (300°C) ce qui permettra sans doute d'éviter les plages d'attaques intergranulaires <sup>18</sup> (et donc les concentrations de contrainte locales et le contact direct entre le métal liquide et l'acier T91) qui sont néfastes pour la tenue en fatigue. De plus, l'environnement au démarrage de la cible sera oxydant (puis deviendra progressivement réducteur à cause de la production des produits de spallation) ce qui permettra d'éviter la dégradation de la surface pendant cette période.

Le risque de présence de fissures créées lors de la fabrication de la cible ne peut être écarté. Toutefois les essais réalisés en FCG permettent d'être optimiste. En effet, la pénétration du LBE dans une fissure qui n'a pas été créée en présence de métal liquide est difficile puisque l'ouverture de la fissure et les contraintes exercées sur celle-ci doivent être importantes pour permettre la pénétration du LBE.

A contrario des effets néfastes interviendront lors de la phase d'exploitation de MEGAPIE-Test. La durée de fonctionnement envisagée est de 6 mois, et on ne sait pas si cette période importante de contact entre l'acier T91 et le LBE pourrait faciliter sa pénétration dans d'éventuelles fissures. Les dégâts d'irradiation ou les zones affectées thermiquement par une soudure pourraient également provoquer d'éventuelles concentrations de contraintes néfastes pour la tenue mécanique du composant dans le LBE. Néanmoins au vu des niveaux de contraintes attendus dans MEGAPIE-Test la durée d'irradiation de 6 mois semble réalisable.

---

<sup>18</sup> Les essais de corrosion menés ont montré qu'à 300°C la dégradation du matériau est très faible

## *Conclusions et perspectives*

Ce sujet de thèse portant sur l'étude du comportement en fatigue de l'acier martensitique T91 dans l'eutectique plomb-bismuth liquide (LBE) à 300°C a permis :

- La réalisation de montages expérimentaux permettant d'étudier l'influence d'un métal liquide sur le comportement mécanique d'un matériau.
- D'étudier le comportement en fatigue oligocyclique et propagation de l'acier T91 à 300°C en présence de LBE et d'obtenir des résultats tant qualitatifs que quantitatifs.
- D'émettre des hypothèses sur les mécanismes de fragilisation par les métaux liquides sur le couple acier T91/LBE et de soulever les risques encourus par la cible de spallation.
- De proposer un moyen possible pour limiter l'accélération des dommages par les métaux liquides en pré-oxydant le matériau.

Les travaux de recherche à effectuer sont encore nombreux pour permettre la compréhension des mécanismes d'endommagement par les métaux liquides. La complexité des conditions expérimentales (imposées par les conditions industrielles) rend les manipulations et leurs interprétations difficiles. Une étude sur des couples plus académiques pourrait aider dans la compréhension des mécanismes mais leurs extrapolations semblent difficilement transposables à d'autres couples. De plus, la dégradation des propriétés mécaniques par les métaux liquides n'apparaît que pour des conditions expérimentales précises (température, vitesse de déformation, milieu ...) et il convient de s'approcher au plus près des conditions d'utilisation pour évaluer le risque réel encouru par le matériau. Ainsi, les améliorations des montages expérimentaux devraient permettre à l'avenir :

- De contrôler précisément la chimie du bain (contrôle de la teneur en oxygène, purification du bain) lors de l'essai mécanique.
- De réaliser des essais avec un métal liquide circulant dans une boucle (les conditions dynamiques sont plus critiques que les conditions statiques).
- D'effectuer des essais sur des géométries d'éprouvettes différentes (éprouvettes plates).
- De tester des éprouvettes pré-irradiées.

## Bibliographie

- [AFNOR 1991 juin] AFNOR (1991 juin). "Pratique des essais de vitesse de propagation de fissure en fatigue A03-404."
- [AIELLO 2004] Aiello, A., M. Agostini, G. Benamati, B. Long and G. Scaddozzo (2004). "Mechanical properties of martensitic steels after exposure to flowing liquid metals." Journal of Nuclear Materials **335**(2): 217-221.
- [AIELLO 2004] Aiello, A., M. Azzati, G. Benamati, A. Gessi, B. Long, et al. (2004). "Corrosion behaviour of stainless steels in flowing LBE at low and high oxygen concentration." Journal of Nuclear Materials **335**(2): 169-173.
- [ARMAS 1998] Armas, A. F., M. Avalos, I. Alvarez-Armas, C. Petersen and R. Schmitt (1998). "Dynamic strain ageing evidences during low cycle fatigue deformation in ferritic-martensitic stainless steels." Journal of Nuclear Materials **258-263**(Part 2): 1204-1208.
- [ARMAS 2002] Armas, A. F., C. Petersen, R. Schmitt, M. Avalos and I. Alvarez-Armas (2002). "Mechanical and microstructural behaviour of isothermally and thermally fatigued ferritic/martensitic steels." Journal of Nuclear Materials **307-311**(Part 1): 509-513.
- [AUGER 2005] Auger, T. and G. Lorang (2005). "Liquid metal embrittlement susceptibility of T91 steel by lead-bismuth." Scripta Materialia **52**(12): 1323-1328.
- [BALBAUD-CELERIER 2004] Balbaud-Celerier, F. and A. Terlain (2004). "Influence of the Pb-Bi hydrodynamics on the corrosion of T91 martensitic steel and pure iron." Journal of Nuclear Materials **335**(2): 204-209.
- [BARBIER 2001] Barbier, F., G. Benamati, C. Fazio and A. Rusanov (2001). "Compatibility tests of steels in flowing liquid lead-bismuth." Journal of Nuclear Materials **295**(2-3): 149-156.
- [BARBIER 2001] Barbier, F. and A. Rusanov (2001). "Corrosion behavior of steels in flowing lead-bismuth." Journal of Nuclear Materials **296**(1-3): 231-236.
- [BAUER 2001] Bauer, G. S., M. Salvatores and G. Heusener (2001). "MEGAPIE, a 1 MW pilot experiment for a liquid metal spallation target." Journal of Nuclear Materials **296**(1-3): 17-33.
- [BENAMATI 2002] Benamati, G., C. Fazio, H. Piankova and A. Rusanov (2002). "Temperature effect on the corrosion mechanism of austenitic and martensitic steels in lead-bismuth." Journal of Nuclear Materials **301**(1): 23-27.
- [BERANGER 1994] Béranger, G., G. Henry and G. Sanz (1994). Le livre de l'acier.
- [BERTSCH 1996] Bertsch, J., R. Lindau and A. Moslang (1996). "In-situ and post-irradiation fatigue properties of the ferritic--martensitic steel Manet at T = 250[deg]C." Journal of Nuclear Materials **233-237**(Part 1): 276-279.
- [BERTSCH 2000] Bertsch, J., S. Meyer and A. Moslang (2000). "Fatigue behavior and development of microcracks in F82H after helium implantation at 200[deg]C." Journal of Nuclear Materials **283-287**(Part 2): 832-837.
- [BLETON 1990] Bletton, O. (1990). Les aciers inoxydables martensitiques. Les aciers inoxydables. P. Lacombe, B. Baroux and G. Beranger, Les éditions de physique: 493-518.
- [BRACHET 1990] Brachet, J. C. and A. Alamo (1990). "Alliages martensitiques 9Cr-1Mo: effet des éléments mineurs N, V, Nb sur la précipitation et les transformations de phases." Mémoires et études scientifiques Revue de Métallurgie: 33-46.

- [CERJAK 1999] Cerjak, H. and E. Letofsky (1999). Behaviour of advanced 9-12Cr steels and its weldments in short and long term tests. Advanced heat resistant steel for power generation, San Sebastian, Spain
- [CHOUDHARY 1992] Choudhary, B. K., K. Bhanu Sankara Rao, S. L. Mannan and B. P. Kashyap (1992). "Development of fatigue design curves for thick-section 9Cr-1Mo ferritic steel forgings." International Journal of Fatigue **14**(4): 219-223.
- [CLEGG 1994] Clegg, R. E. and D. R. H. Jones (1994). "effect of liquid galium on fatigue crack propagation in brass." Materials science and technology **10**: 289-396.
- [CLEGG 2003] Clegg, R. E. and D. R. H. Jones (2003). "Liquid metal embrittlement of tensile specimens of En19 steel by tin." Engineering Failure Analysis **10**(1): 119-130.
- [COTTERILL 1992] Cotterill, P. J. and J. F. Knott (1992). "Effects of temperature and environment on fatigue crack growth mechanisms in a 9% Cr 1% Mo steel." Acta Metallurgica et Materialia **40**(10): 2753-2764.
- [CRAIG] Craig, I. H. and C. E. Raynor Modified 9Cr1Mo a literature survey, NEI international research and development Co Ltd.
- [DAI 2003] Dai, Y., X. J. Jia and K. Farrell (2003). "Mechanical properties of modified 9Cr-1Mo (T91) irradiated at [les]300 [deg]C in SINQ Target-3." Journal of Nuclear Materials **318**: 192-199.
- [DAI 2005] Dai, Y. and P. Marmy (2005). "Charpy impact tests on martensitic/ferritic steels after irradiation in SINQ target-3." Journal of Nuclear Materials **343**(1-3): 247.
- [DEGALLAIX 1990] Degallaix, G., J. B. Vogt and J. Foct (1990). "Fatigue oligocyclique et comportement structural de l'acier inoxydable martensitique 12 Cr - Mo - V." Mémoires et études scientifiques Revue de Métallurgie: 47-58.
- [DELOFFRE 2004] Deloffre, P. and A. Terlain (2004). "Influence of Zn as a spallation product on the behaviour of martensitic steel T91 and austenitic steel 316L in liquid Pb-Bi." Journal of Nuclear Materials **335**(2): 244-248.
- [DI GIANFRANCESCO 1992] Di Gianfrancesco, A., C. Rasche and J. Orr (1992). The properties of steel P91 after aging. The manufacture and properties of steel 91 for the power plant and process industries, Dusseldorf
- [EBI 1984] Ebi, G. and A. J. McEvily (1984). "Effect of processing on the high temperature low cycle fatigue properties of modified 9Cr-1Mo ferritic steel." Fatigue Fracture Engineering Mater Structure **7**(4): 299-314.
- [FARRELL 2003] Farrell, K. and T. S. Byun (2003). "Tensile properties of ferritic/martensitic steels irradiated in HFIR, and comparison with spallation irradiation data." Journal of Nuclear Materials **318**: 274-282.
- [FAZIO 2001] Fazio, C., G. Benamati, C. Martini and G. Palombarini (2001). "Compatibility tests on steels in molten lead and lead-bismuth." Journal of Nuclear Materials **296**(1-3): 243-248.
- [FAZIO 2003] Fazio, C., I. Ricapito, G. Scaddozzo and G. Benamati (2003). "Corrosion behaviour of steels and refractory metals and tensile features of steels exposed to flowing PbBi in the LECOR loop." Journal of Nuclear Materials **318**: 325-332.
- [FERNANDES 1994] Fernandes, P. and D. Jones (1994). "The effects of load ratio and cyclic frequency on the fatigue crack growth rate of 63/37 brass in liquid gallium." Scripta Metallurgica et Materialia **31**(7): 809-813.
- [FERNANDES 1994] Fernandes, P. J. L., R. E. Clegg and D. R. H. Jones (1994). "Failure by liquid metal induced embrittlement." Engineering Failure Analysis **1**(1): 51-63.
- [FERNANDES 1997] Fernandes, P. J. L. and D. R. H. Jones (1997). "The effects of microstructure on crack initiation in liquid-metal environments." Engineering Failure Analysis **4**(3): 195-204.

- [FERNANDES 1997] Fernandes, P. J. L. and D. R. H. Jones (1997). "Mechanisms of liquid metal induced embrittlement." International Materials Reviews **42**(6): 251-261.
- [FONTENAU 2002] Fontenau, I. (2002). "Les aciers inoxydables et le traitement de l'eau." Matériaux et techniques **3-4**.
- [FRANK 2002] Frank, C. and G. Mathonnière. (2002). "Du réacteur critique au système hybride sous critique: les outils de la transmutation." from <http://www.cea.fr/fr/Publications/Clefs46/clefs46fr-pdf/10-reacteur.pdf>.
- [FUJITA 2000] Fujita, T. (2000). Materials for future power plants. Advanced materials and processes: 55-58.
- [GAMAOUN 2004] Gamaoun, F., M. Dupeux, V. Ghetta and D. Gorse (2004). "Cavity formation and accelerated plastic strain in T91 steel in contact with liquid lead." Scripta Materialia **50**(5): 619.
- [GEDEPEON] GEDEPEON. from <http://www.gedeon.prd.fr/>.
- [GLASBRENNER 2004] Glasbrenner, H. and F. Groschel (2004). "Bending tests on T91 steel in Pb-Bi eutectic, Bi and Pb-Li eutectic." Journal of Nuclear Materials **335**(2): 239.
- [GLASBRENNER 2003] Glasbrenner, H., F. Groschel and T. Kirchner (2003). "Tensile tests on MANET II steel in circulating Pb-Bi eutectic." Journal of Nuclear Materials **318**: 333-338.
- [GLASBRENNER 2002] Glasbrenner, H. and D. Viol (2002). "Tensile testing of MANET II in flowing Pb-Bi alloy at elevated temperature." Fusion Engineering and Design **61-62**: 691-697.
- [GORDON 1982] Gordon, P. and H. A. Henry (1982). "The mechanisms of crack initiation and crack propagation in metal induced embrittlement of metals." Metallurgical transactions A **13A**: 457-472.
- [GORSE 2002] Gorse, D. and J.-L. Boutard (2002). Preface. Structural Materials for Hybrid Systems: A Challenge in Metallurgy, Paris, Journal de Physique IV (Proceedings). Vol(12,8)
- [GORYNIN 2000] Gorynin, I. V., V. V. Rybin, I. P. Kursevich, A. N. Lapin, E. V. Nesterova, et al. (2000). "Effect of heat treatment and irradiation temperature on mechanical properties and structure of reduced-activation Cr-W-V steels of bainitic, martensitic, and martensitic-ferritic classes." Journal of Nuclear Materials **283-287**(Part 1): 465-469.
- [GROESCHEL 2004] Groeschel, F., C. Fazio, J. Knebel, C. Perret, A. Janett, et al. (2004). "The MEGAPIE 1 MW target in support to ADS development: status of R&D and design." Journal of Nuclear Materials **335**(2): 156-162.
- [HENRY 2003] Henry, J., X. Averty, Y. Dai, P. Lamagnere, J. P. Pizzanelli, et al. (2003). "Tensile properties of 9Cr-1Mo martensitic steel irradiated with high energy protons and neutrons." Journal of Nuclear Materials **318**: 215-227.
- [HILDITCH 1995] Hilditch, J. P., J. R. Hurley, P. Skeldon and D. R. Tice (1995). "The liquid metal embrittlement of iron and ferritic steels in sodium." Corrosion Science **37**: 445-454.
- [HIROSE 2000] Hirose, T., H. Sakasegawa, A. Kohyama, Y. Katoh and H. Tanigawa (2000). "Effect of specimen size on fatigue properties of reduced activation ferritic/martensitic steels." Journal of Nuclear Materials **283-287**(Part 2): 1018-1022.
- [HISHINUMA 1998] Hishinuma, A., A. Kohyama, R. L. Klueh, D. S. Gelles, W. Dietz, et al. (1998). "Current status and future R&D for reduced-activation ferritic/martensitic steels." Journal of Nuclear Materials **258-263**(Part 1): 193-204.
- [ISHII 1998] Ishii, T., K. Fukaya, Y. Nishiyama, M. Suzuki and M. Eto (1998). "Low cycle fatigue properties of 8Cr-2WVTa ferritic steel at elevated temperatures." Journal of Nuclear Materials **258-263**(Part 2): 1183-1186.

- [JAMES 1975] James, L. A. and R. L. Knechet (1975). "Fatigue crack propagation behavior of type 304 stainless steel in a liquid sodium environment." Metallurgical transactions A **6A**: 109-116.
- [JITSUKAWA 2002] Jitsukawa, S., M. Tamura, B. van der Schaaf, R. L. Klueh, A. Alamo, et al. (2002). "Development of an extensive database of mechanical and physical properties for reduced-activation martensitic steel F82H." Journal of Nuclear Materials **307-311**(Part 1): 179-186.
- [JOSEPH 1999] Joseph, B., M. Picat and F. Barbier (1999). "Liquid metal embrittlement: a state-of-the-art appraisal." Eur. Phys. J.:(5): 19-31.
- [KALKHOF 2003] Kalkhof, D. and M. Grosse (2003). "Influence of PbBi environment on the low-cycle fatigue behavior of SNS target container materials." Journal of Nuclear Materials **318**: 143-150.
- [KAMDAR 1971] Kamdar, M. H. (1971). "On the concept of the coefficient of liquid metal embrittlement." Metallurgical transactions **2**: 2937-2939.
- [KAMDAR 1973] Kamdar, M. H. (1973). "Embrittlement by liquid metals." Progress in Materials Science **15**(4): 289.
- [KIM 1988] Kim, S. and W. J.R. (1988). "Investigation of microstructural changes in a ferritic steel caused by high temperature fatigue." Metallurgical transactions A **19A**: 999-1007.
- [KLUEH 2002] Klueh, R. L., D. J. Alexander and M. A. Sokolov (2002). "Effect of chromium, tungsten, tantalum, and boron on mechanical properties of 5-9Cr-WVTaB steels." Journal of Nuclear Materials **304**(2-3): 139-152.
- [LEGRIS 2002] Legris, A., G. Nicaise, J.-B. Vogt and J. Foct (2002). "Liquid metal embrittlement of the martensitic steel 91: influence of the chemical composition of the liquid metal.: Experiments and electronic structure calculations." Journal of Nuclear Materials **301**(1): 70-76.
- [LEGRIS 2000] Legris, A., G. Nicaise, J. B. Vogt, J. Foct, D. Gorse, et al. (2000). "Embrittlement of a martensitic steel by liquid lead." Scripta Materialia **43**(11): 997.
- [LESUEUR 2002] Lesueur, C., D. Chatain, C. Bergman, P. Gas and F. Baque (2002). Analysis of the stability of native oxide films at liquid lead/metal interfaces. Journal De Physique. IV: JP.Vol(12,
- [LYNCH 1988] Lynch, S. P. (1988). "Environmentally assisted cracking: Overview of evidence for an adsorption-induced localised-slip process." Acta Metallurgica **36**(10): 2639.
- [MALOY 2001] Maloy, S. A., M. R. James, G. Willcutt, W. F. Sommer, M. Sokolov, et al. (2001). "The mechanical properties of 316L/304L stainless steels, Alloy 718 and Mod 9Cr-1Mo after irradiation in a spallation environment." Journal of Nuclear Materials **296**(1-3): 119-128.
- [MANSUR 2003] Mansur, L. K. (2003). "Materials research and development for the spallation neutron source mercury target." Journal of Nuclear Materials **318**: 14-25.
- [MARMY 2003] Marmy, P. and B. M. Oliver (2003). "High strain fatigue properties of F82H ferritic-martensitic steel under proton irradiation." Journal of Nuclear Materials **318**: 132-142.
- [MARTINELLI 2005] Martinelli, L., F. Balbaud-Celerier, A. Bosonnet, A. Terlain, G. Santarini, et al. (2005). High temperature oxidation of Fe-9Cr steel in stagnant liquid lead-bismuth. Eurocorr 2005, Lisboa
- [MIANNAY 1995] Miannay, D., Ed. (1995). Mécanique de la rupture.
- [MISHRA 1997] Mishra, M. P., C. C. Packiaraj, S. K. Ray, S. L. Mannan and H. U. Borgstedt (1997). "Influence of sodium environment and load ratio (R) on fatigue

- crack growth behaviour of a Type 316 LN stainless steel at 813 K." International Journal of Pressure Vessels and Piping **70**(1): 77-82.
- [MOORTHY 1999] Moorthy, V., B. K. Choudhary, S. Vaidyanathan, T. Jayakumar, K. B. S. Rao, et al. (1999). "An assessment of low cycle fatigue damage using magnetic Barkhausen emission in 9Cr-1Mo ferritic steel." International Journal of Fatigue **21**(3): 263-269.
- [NAGESHA 2002] Nagesha, A., M. Valsan, R. Kannan, K. Bhanu Sankara Rao and S. L. Mannan (2002). "Influence of temperature on the low cycle fatigue behaviour of a modified 9Cr-1Mo ferritic steel." International Journal of Fatigue **24**(12): 1285-1293.
- [NAKAJIMA] Nakajima, K., S. Inagaki, T. Taguchi, M. Arimura and Watanabe, O. "Liquid metal embrittlement by lead of high chromium martensitic steel bolts."
- [NICAISE 2001] Nicaise, G. (2001). Sensibilité de l'acier martensitique Z10CDNbV9-1 à la fragilisation par les métaux liquides. Lille, Université des Sciences et Technologies de Lille. **PhD**: 179.
- [NICAISE 2001] Nicaise, G., A. Legris, J. B. Vogt and J. Foct (2001). "Embrittlement of the martensitic steel 91 tested in liquid lead." Journal of Nuclear Materials **296**(1-3): 256-264.
- [NICHOLAS 1979] Nicholas, M. G. and C. F. Old (1979). "Review liquid metal embrittlement." Journal of materials science **14**: 1-18.
- [NICHOLS 1960] Nichols, H. and W. Rostoker (1960). "Ductile-brittle transition in alpha brass." Acta Metallurgica **8**(12): 848-850.
- [NICHOLS 1961] Nichols, H. and W. Rostoker (1961). "On the mechanism of crack initiation in embrittlement by liquid metals." Acta Metallurgica **9**(5): 504-509.
- [NIFENECKER 2003] Nifenecker, H., O. Meplan and S. David (2003). Accelerator driven subcritical reactors.
- [NISHIMURA 2000] Nishimura, A., T. Nagasaka, N. Inoue, T. Muroga and C. Namba (2000). "Low cycle fatigue properties of a low activation ferritic steel (JLF-1) at room temperature." Journal of Nuclear Materials **283-287**(Part 1): 677-680.
- [NRIM 1993] NRIM, N. R. I. o. M. (1993). NRIM fatigue data sheet 78  
DATA SHEETS ON ELEVATED-TEMPERATURE, TIME-DEPENDENT LOW-CYCLE FATIGUE PROPERTIES OF ASTM A387 Grade 91(9Cr-1Mo) STEEL PLATE FOR PRESSURE VESSELS.
- [OECD-IEA 2003] OECD-IEA. (2003). "Energie to 2050 scenario for sustainable futur." from [http://www.iea.org/textbase/nppdf/free/2000/2050\\_2003.pdf](http://www.iea.org/textbase/nppdf/free/2000/2050_2003.pdf).
- [OLD 1980] Old, C. F. (1980). "Liquid metal embrittlement of nuclear materials." Journal of Nuclear Materials **92**(1): 2.
- [ORR 1992] Orr, J. and D. Burton (1992). Development, current and future use of steel 91. The manufacture and properties of steel 91 for the power plant and process industries, Dusseldorf
- [ORR 1992] Orr, J., D. Burton and C. Rasche (1992). The sensitivity of microstructure and mechanical properties of steel 91 to initial heat treatments. The manufacture and properties of steel 91 for the power plant and process industries, Dusseldorf
- [PARK 2000] Park, J. J., D. P. Butt and C. A. Beard (2000). "Review of liquid metal corrosion issues for potential containment materials for liquid lead and lead-bismuth eutectic spallation targets as a neutron source." Nuclear Engineering and Design **196**(3): 315-325.
- [PARK 2001] Park, J. S., S. J. Kim and C. S. Lee (2001). "Effect of W addition on the low cycle fatigue behavior of high Cr ferritic steels." Materials Science and Engineering A **298**(1-2): 127-136.

- [PINEAU 1980] Pineau, A. and P. Petrequin (1980). La fatigue plastique oligocyclique. La fatigue des matériaux et des structures. C. Bathias and J.-P. Bâillon: 107-199.
- [PRICE 1986] Price, C. E. and R. S. Fredell (1986). "A comparative study of the embrittlement of monel 400 at room temperature by hydrogen and mercury." Metallurgical transactions A **17A**: 889-898.
- [RABBE 1980] Rabbe, P. (1980). L'amorçage des fissures de fatigue. La fatigue des matériaux et des structures. C. Bathias and J.-P. Bâillon: 71.
- [RAI 1999] Rai, S., B. K. Choudhary, T. Jayakumar, K. B. S. Rao and B. Raj (1999). "Characterization of low cycle fatigue damage in 9Cr-1Mo ferritic steel using X-ray diffraction technique." International Journal of Pressure Vessels and Piping **76**(5): 275-281.
- [RAJ 2004] Raj, B., B. K. Choudhary and R. K. Singh Raman (2004). "Mechanical properties and non-destructive evaluation of chromium-molybdenum ferritic steels for steam generator application." International Journal of Pressure Vessels and Piping **81**(6): 521-534.
- [RASCHE 1992] Rasche, C., W. Bendick and J. Orr (1992). Physical properties, transformation behaviour and microstructure of grade T91. The manufacture and properties of steel 91 for the power plant and process industries, Dusseldorf
- [REYNOLDS 1991] Reynolds, A. P. and G. E. Stoner (1991). "Cleavage crystallography of liquid metal embrittled aluminium alloy." metallurgical transactions A **22A**: 1849-1855.
- [ROBERTSON 1970] Robertson, W. M. (1970). "Embrittlement of titanium by liquid cadmium." Metallurgical transactions **1**: 2607-2613.
- [SCHMIDT 2001] Schmidt, B., S. Guerin, J.-L. Pastol, P. Plaindoux, J.-P. Dallas, et al. (2001). "Evaluation of the mechanical properties of T91 steel exposed to Pb and Pb-Bi at high temperature in controlled environment." Journal of Nuclear Materials **296**(1-3): 249-255.
- [SHANKAR 2004] Shankar, V., M. Valsan, R. Kannan, K. Bhanu Sankara Rao, S. L. Mannan, et al. (2004). Low cycle fatigue behavior of a modified 9Cr-1Mo ferritic steel. International symposium of research students on materials science and engineering, Chennai, India
- [SHIBA 2004] Shiba, K., M. Enoeda and S. Jitsukawa (2004). "Reduced activation martensitic steels as a structural material for ITER test blanket." Journal of Nuclear Materials **329-333**(Part 1): 243-247.
- [SKELDON 1994] Skeldon, P., J. P. Hilditch, J. R. Hurley and D. R. Tice (1994). "The liquid metal embrittlement of 9Cr steel in sodium environments and the role of non-metallic impurities." Corrosion Science **36**(4): 593-603.
- [SOLER CRESPO 2001] Soler Crespo, L., F. J. Martin Munoz and D. Gomez Briceno (2001). "Short-term static corrosion tests in lead-bismuth." Journal of Nuclear Materials **296**(1-3): 273.
- [STOLARZ 1997] Stolarz, J. (1997). "Multicracking in low cycle fatigue--a surface phenomenon?" Materials Science and Engineering A **234-236**: 861-864.
- [STOLOFF 1982] Stoloff, N. S. (1982). Metal induced embrittlement a historical perspective. Embrittlement by liquid and solid metals. M. H. Kamdar: 3-26.
- [STOLOFF 1963] Stoloff, N. S. and T. L. Johnston (1963). "Crack propagation in a liquid metal environment." Acta Metallurgica **11**: 251-256.
- [STRIZAK 2001] Strizak, J. P., J. R. DiStefano, P. K. Liaw and H. Tian (2001). "The effect of mercury on the fatigue behavior of 316 LN stainless steel." Journal of Nuclear Materials **296**(1-3): 225-230.

- [STRIZAK 2003] Strizak, J. P. and L. K. Mansur (2003). "The effect of mean stress on the fatigue behavior of 316 LN stainless steel in air and mercury." Journal of Nuclear Materials **318**: 151-156.
- [STUBBINS 1996] Stubbins, J. F. and D. S. Gelles (1996). "Fatigue performance and cyclic softening of F82H, a ferritic-martensitic steel." Journal of Nuclear Materials **233-237**(Part 1): 331-335.
- [SURECH 1991] Surech, S. (1991). Fatigue of materials. Cambridge, The press syndicate of the university of cambridge.
- [SWINDEMAN 2004] Swindeman, R. W., M. L. Santella, P. J. Maziasz, B. W. Roberts and K. Coleman (2004). "Issues in replacing Cr-Mo steels and stainless steels with 9Cr-1Mo-V steel." International Journal of Pressure Vessels and Piping **81**(6): 507-512.
- [TANIGAWA 2002] Tanigawa, H., T. Hirose, M. Ando, S. Jitsukawa, Y. Katoh, et al. (2002). "Microstructural analysis of mechanically tested reduced-activation ferritic/martensitic steels." Journal of Nuclear Materials **307-311**(Part 1): 293-298.
- [TAVASSOLI 2004] Tavassoli, A.-A. F., A. Alamo, L. Bedel, L. Forest, J.-M. Gentzbittel, et al. (2004). "Materials design data for reduced activation martensitic steel type EUROFER." Journal of Nuclear Materials **329-333**(Part 1): 257-262.
- [TAVASSOLI 2002] Tavassoli, A.-A. F., J.-W. Rensman, M. Schirra and K. Shiba (2002). "Materials design data for reduced activation martensitic steel type F82H." Fusion Engineering and Design **61-62**: 617-628.
- [TAVASSOLI 1998] Tavassoli, A. A. F. (1998). "Materials design data for fusion reactors." Journal of Nuclear Materials **258-263**(Part 1): 85-96.
- [TIAN 2003] Tian, H., P. K. Liaw, J. P. Strizak and L. K. Mansur (2003). "Effects of mercury on fatigue behavior of Type 316 LN stainless steel: application in the spallation neutron source." Journal of Nuclear Materials **318**: 157-166.
- [TIAN 2001] Tian, H., P. K. Liaw, H. Wang, D. Fielden, J. P. Strizak, et al. (2001). "Influence of mercury environment on the fatigue behavior of spallation neutron source (SNS) target container materials." Materials Science and Engineering A **314**(1-2): 140-149.
- [VAN DEN BOSCH 2005] Van den Bosch, J. and A. Almazouzi (2005). Kick off meeting FP6-IP-EUROTRANS DEMETRA-Subproject 4 Task 4.1.2, SCK-CEN.
- [VOGT 1999] Vogt, J.-B., B. Ait Saadi and J. Foct (1999). "Analysis of the fatigue dislocation structures in a duplex stainless steel alloyed with nitrogen." Z. Metallkd. **5**(90): 323-328.
- [VOGT 2000] Vogt, J. B. (2000). Principes fondamentaux du comportement cyclique et de l'endommagement par fatigue des matériaux métalliques. Endommagement par fatigue des installations nucléaires, Paris
- [VOGT 1988] Vogt, J. B., G. Degallaix and J. Foct (1988). "Cyclic mechanical behavior and microstructural of a 12Cr-Mo-V martensitic stainless steel." Fatigue Fracture Engineering Mater Structure **11**(6): 435-446.
- [WAREING 1983] Wareing, J. (1983). Mechanisms of high temperature fatigue and creep-fatigue failure in Engineering materials. Fatigue at high temperature. R. P. Skelton. London and New-York, Applied science publishers: 135-185.
- [WAREING 1977] Wareing, J. and H. G. Vaughan (1977). "The relationship between striation spacing, macroscopic crack growth rate, and the low-cycle fatigue life of a type 316 stainless steel at 625°C." Metal science: 439-446.
- [WESTWOOD 1979] Westwood, A. R. C. and R. M. Latanision (1979). Adsorption-induced embrittlement by liquid metals. Corrosion of liquid metal of the 1969 fall meeting of the metallurgical society of AIME, Philadelphia, Pennsylvania, Plenum Press

- [ZHOU 1994] Zhou, S. J., A. E. Carlsson and R. Thomson (1994). "Crack blunting effects on dislocation emission from cracks." Phys. Rev. Lett. **72**: 852-855.
- [ZINKLE 1998] Zinkle, S. J., J. P. Robertson and R. L. Klueh (1998). "Thermophysical and mechanical properties of Fe-(8-9)%Cr reduced activation steel (4/25/98 draft)."

***Liste des symboles, abréviations et acronymes***

A(%)	Allongement à rupture
ADS	Accelerator-Driven Subcritical
Ag(%)	Allongement uniformément reparti
CC	Structure cristallographique Cubique Centrée
$C_e$	Exposant de résistance à la fatigue
CEA	Commissariat à l'énergie atomique
CFC	Structure cristallographique Cubique Faces Centrées
CNRS	<b>C</b> entre National de la Recherche Scientifique
$C_p$	Exposant de ductilité en fatigue
CTOD	Crack Tip Open Displacement
DC	Direction de Chargement
EAML	Endommagement Accéléré par les Métaux Liquides
EM12	Acier 9Cr2WVNb
ENEA	Ente per le Nuove Tecnologie, l'Energia e l'Ambiente
ETD	Everhart-Thornley detector : signal donnant une image MEB en mode electrons secondaires
Eurofer	Acier (8-9)Cr-1WVTa
GEDEPEON	Gestion des DEchets et Production d'Energie par des Options Nouvelles
F82H	Acier 8Cr-2WVTa
FCG	Fatigue Crack Growth : essai de fatigue propagation
FML	Fragilisation par les Métaux Liquides
FZK	Forschungszentrum Karlsruhe
JLF-1	Acier 9Cr-2WVTa
K	Coefficient de résistance
$K'$	Coefficient de résistance cyclique
$K_e$	Coefficient de résistance à la fatigue
$K_p$	Coefficient de ductilité en fatigue
LBE	Lead Bismuth Eutectic = eutectique plomb bismuth = $Pb_{45\%W}-Bi_{55\%w}$
LCF	Low Cycle Fatigue = Fatigue oligocyclique
le Manet I-II	Acier 10-11Cr-0,5MoVNb
MEGAPIE	MEgawatt Pilot Experiment

## Liste des symboles, abréviations et acronymes

---

n	Coefficient d'érouissage
n'	Coefficient d'érouissage cyclique
N <sub>5</sub>	Nombre de cycles à rupture définit par une chute de 5% de contrainte
N <sub>25</sub>	Nombre de cycles à rupture définit par une chute de 25% de contrainte
N <sub>r</sub>	Nombre de cycles à rupture définit par la rupture de l'éprouvette en deux parties distinctes
OCDE	Organisation de coopération et de développement économiques
PSI	Paul Scherrer Institut
Ra	Diminution de l'aire à rupture : pourcentage de diminution de la surface utile de l'échantillon
Re	Limite d'élasticité
Rm	Charge à rupture
SCK-CEN	Studiecentrum voor Kernenergie - Centre d'étude de l'Energie Nucléaire
SSD	solid state backscattered electron detector : signal donnant une image MEB en mode electrons retrodiffusés
TDF	Transition Ductile Fragile
TTDF=DBTT	Température de transition ductile fragile = Ductile to Brittle Transition Temperature
UTS	Charge à rupture
Z	Coefficient de striction
$\Delta\varepsilon_e$	variation de déformation élastique
$\Delta\varepsilon_p$	variation de déformation plastique
$\Delta\varepsilon_t$	variation de déformation totale
$\varepsilon_a = \Delta\varepsilon/2$	Amplitude de déformation
$\varepsilon_{pao}$	Déformation plastique maximale au 1 <sup>er</sup> quart de cycle
$\sigma_a$	Amplitude de contrainte
$\sigma_{ao}$	Contrainte maximale au 1 <sup>er</sup> quart de cycle

**Liste des tableaux**

Tableau 1 : Différentes microstructures possibles des aciers inoxydables .....	22
Tableau 2 : Présentation des différents modes de rupture.....	23
Tableau 3 : Composition chimique du T91 (ASTM) (% massique) .....	32
Tableau 4 : Vitesse de corrosion d'un acier T91 dans un bain de LBE avec une teneur faible en oxygène.....	36
Tableau 5 : Oxydation d'un acier T91 dans un bain de LBE avec une teneur en oxygène importante.....	37
Tableau 6 : Composition chimique du T91 (% massique).....	91
Tableau 7 : Propriétés mécaniques du T91 .....	93
Tableau 8 : Résultats des essais de LCF pour l'acier T91 (air, 20°C, $\dot{\varepsilon} = 4.10^{-3} s^{-1}$ ).....	96
Tableau 9 : Adoucissement de l'acier T91 (air, 20°C).....	98
Tableau 10 : Résultats des essais de LCF pour l'acier T91 (300°C, air, $\dot{\varepsilon} = 4.10^{-3} s^{-1}$ ).....	103
Tableau 11 : Résultats des essais de LCF pour l'acier T91 (300°C, LBE, $\dot{\varepsilon} = 4.10^{-3} s^{-1}$ ) ...	107
Tableau 12 : Comparaison des résultats de LCF sur l'acier T91 $\dot{\varepsilon} = 4.10^{-3} s^{-1}$ .....	109
Tableau 13 : Récapitulatif des observations microscopiques effectuées .....	119
Tableau 14 : Résultats des essais de LCF pour l'acier T91 (300°C, $\dot{\varepsilon} = 4.10^{-3} s^{-1}$ ) avec l'introduction d'un temps de maintien de 600s en traction.....	136
Tableau 15 : Résultats des essais de LCF (LBE, 300°C) pour l'acier T91 pré-corrodé .....	157
Tableau 16 : Résultats des essais de LCF (300°C, LBE, $\dot{\varepsilon} = 4.10^{-3} s^{-1}$ ) pour l'acier T91 pré-oxydé.....	162
Tableau 17 : Présentation des différentes étapes de la fissuration .....	173

**Liste des figures**

Figure 1 : Schéma d'un ADS [NIFENECKER 2003] .....	15
Figure 2 : Schéma de la cible (gauche) [BAUER 2001], design et caractéristiques de la cible (droite) [GROESCHEL 2004].....	16
Figure 3 : Effet des éléments d'alliage des aciers inoxydables [FONTENAU 2002] .....	21
Figure 4 : Diagramme de Schaeffler modifié par Schneider d'après [BLETTON 1990] .....	21
Figure 5 : Micrographie acier ferritique.....	22
Figure 6 : Micrographie acier 316.....	22
Figure 7 : Micrographie acier martensitique T91.....	22
Figure 8 : Micrographie acier Duplex (24,8%Cr-6,5Ni-3,71Mo-0,24N).....	22
Figure 9 : Schéma d'un rupture fragile [MIANNAY 1995].....	26
Figure 10 : Différents modèles illustrant les empilements de dislocations pouvant entraîner l'amorçage d'une rupture fragile [MIANNAY 1995] .....	27
Figure 11 : Courbe de TDF sur un acier inox 13%Cr [BLETTON 1990] .....	28
Figure 12 : Influence de la taille de grain austénitique sur la TTDF pour un acier inox à 13%Cr [BLETTON 1990].....	29
Figure 13 : Evolution du module d'Young, du coefficient moyen de dilatation thermique, de la conductivité thermique en fonction de la température pour des aciers 316LN et P91 [RASCHE 1992] .....	30
Figure 14 : Evolution de la charge à rupture et de la limite d'élasticité en fonction de la température pour des aciers 9Cr-1Mo et 316LN [TAVASSOLI 1998].....	30
Figure 15 : Développement des nuances d'aciers à 9-12%Cr[CERJAK 1999] .....	32
Figure 16 : Diagramme TRC de l'acier T91 [RASCHE 1992].....	33
Figure 17 : Influence de la température sur les propriétés mécaniques de l'acier T91 [VAN DEN BOSCH 2005] .....	34
Figure 18 : Energie absorbée par l'acier T91 en fonction de la température lors d'essais Charpy [DAI 2005] .....	35
Figure 19 : Influence de la teneur en Cr sur la température de transition ductile fragile (DBTT) et sur son décalage engendré par l'irradiation [HISHINUMA 1998] .....	41
Figure 20 : Courbes contrainte-déformation pour des aciers 9Cr-1Mo modifiés après irradiation en environnement de spallation [MALOY 2001] .....	42
Figure 21 : Courbes contrainte-déformation d'un acier 9%Cr [SKELDON 1994].....	43

Figure 22 : Courbes force-déplacement pour un acier T91 dans différents milieux (revenu à 500°C et éprouvette entaillé) [LEGRIS 2002] .....	44
Figure 23 : Différents types de rupture selon la température d'essai et la limite élastique d'un acier EM12 dans l'étain liquide [CLEGG 2003].....	46
Figure 24 : acier EM12 (austénitisation 900°C 10 min trempe huile revenu 400°C 2h) / Sn [CLEGG 2003] .....	49
Figure 25 : Allongement à rupture en fonction de la température pour différentes vitesses de déformation pour un alliage de laiton à l'air et dans le Ga liquide [FERNANDES 1997]...	50
Figure 26 : Diminution de l'allongement du T91 dans le sodium $10^{-6}s^{-1}$ (5 w/o NaOH) [SKELDON 1994].....	51
Figure 27 : Effet du milieu sur la fragilisation de l'aluminium [WESTWOOD 1979].....	52
Figure 28 : Influence de la taille de grain sur l'allongement à rupture [FERNANDES 1997] ...	54
Figure 29 : Courbe de transition ductile fragile pour un alliage laiton 70/30 dans le mercure pour différentes tailles de grains [NICHOLS 1960] .....	54
Figure 30 : Effet de la taille de grain sur l'allongement à rupture et la charge à rupture dans différents milieux pour un alliage Ni-Cu (Monel 400) [PRICE 1986] .....	55
Figure 31 : Influence de la taille de grain sur l'amorçage et la propagation des fissures [KAMDAR 1973].....	56
Figure 32 : Effet de la vitesse de déformation sur la TTDF d'un alliage de titane dans le cadmium liquide [ROBERTSON 1970].....	57
Figure 33 : Effet de la vitesse de déformation sur un alliage Ni-Cu (Monel 400) dans différents milieux [Price 1986] .....	57
Figure 34 : Stoloff et Johnson [STOLOFF 1963] et Westwood and Kamdar dans des travaux séparés.....	59
Figure 35 : Avancée de fissure dans un métal liquide [LYNCH 1988] .....	61
Figure 36 : Avancée de fissure dans un environnement inerte [LYNCH 1988] .....	61
Figure 37 : Diagramme schématique illustrant les différentes étapes de la fatigue d'un composant et les approches pour estimer les durées de vie en fatigue [SURECH 1991] d'après Coffin.....	64
Figure 38 : Différents types de structures de dislocations pour des matériaux recuits [VOGT 2000].....	66
Figure 39 : Modification de la surface due à des déformations monotones (a) et cycliques (b) [SURECH 1991] .....	67
Figure 40 : Amorçage de fissures aux PSB.....	67

Figure 41 : Propagation schématique d'une fissure à travers un échantillon [WAREING 1983]	68
Figure 42 : Contribution de l'amorçage et de la propagation dans l'endommagement par fatigue.....	70
Figure 43 : Diagramme de Wöhler.....	71
Figure 44 : Boucle d'hystérésis .....	72
Figure 45 : Exemple de boucles d'hystérésis pour un acier T91 à 20°C et $\dot{\varepsilon} = 4.10^{-3} s^{-1}$ .....	73
Figure 46 : Exemples de durcissement cyclique (acier de type 316) et d'adoucissement cyclique (acier 9Cr1MO) [Skelton 1983].....	74
Figure 47 : Exemples d'évolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles en échelle logarithmique (gauche) et en fraction de durée de vie (droite) [VOGT 1999].....	75
Figure 48 : Exemple de courbes d'érouissage [VOGT 1988] .....	77
Figure 49 : Exemple de courbes de durée de vie [DEGALLAIX 1990].....	78
Figure 50 : Exemples d'éprouvettes de traction compacte (CT) et de flexion 4 points (SENB4) .....	79
Figure 51 : Illustration schématique des différents régimes de propagation d'une fissure par fatigue [SURECH 1991] .....	79
Figure 52 : Evolution de la contrainte en fonction du nombre de cycles pour un acier 9Cr-1Mo modifié [NAGESHA 2002] .....	80
Figure 53 : Influence du rapport de charge sur la vitesse de fissuration en fatigue [FERNANDES and JONES 1994].....	86
Figure 54 : Influence de la fréquence sur la vitesse de fissuration en fatigue [FERNANDES and JONES 1994].....	87
Figure 55 : Spectre de DRX de l'acier T91.....	91
Figure 56 : Micrographies optique (droite) et par MEB mode électrons secondaires (gauche) de l'acier T91 .....	92
Figure 57 : Courbes de traction du T91 ( $4.10^{-3} s^{-1}$ ).....	93
Figure 58 : Observation au MEB de l'acier T91 après un essai de traction à 300°C à l'air ....	94
Figure 59 : Observation au MEB de l'acier T91 après un essai de traction à 300°C dans le LBE .....	94
Figure 60 : Schéma des éprouvettes de fatigue utilisées pour les essais à température ambiante .....	95

Figure 61 : Evolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles pour l'acier T91 (air, 20°C).....	97
Figure 62 : Evolution de l'amplitude de contrainte en fonction du pourcentage de durée de vie pour l'acier T91 (air, 20°C).....	97
Figure 63 : Courbes d'érouissage monotone et cyclique de l'acier T91 (air, 20°C).....	99
Figure 64 : Courbes de résistance à la fatigue de l'acier T91 à 20°C .....	100
Figure 65 : Courbe de résistance à la fatigue d'acier T91 (air, 20°C).....	101
Figure 66 : Schéma du montage expérimental, de la cuve et des éprouvettes utilisées pour les essais du T91 à 300°C .....	102
Figure 67 : Courbes d'érouissage monotone et cyclique de l'acier T91 (air, 300°C).....	104
Figure 68 : Courbes de résistance à la fatigue de l'acier T91 (air, 300°C) .....	105
Figure 69 : Comparaison des durées de vie de l'acier T91 à 20°C et 300°C .....	105
Figure 70 : Synthèse bibliographique des durées de vie d'aciers martensitiques à 9%Cr entre 250°C et 300°C (F82H :[ARMAS 2002; JITSUKAWA 2002; MARMY 2003], Manet : [BERTSCH 1996; KALKHOF 2003], 9Cr1Mo mod :[NAGESHA 2002]) .....	106
Figure 71 : Courbes d'érouissage monotone et cyclique de l'acier T91 (LBE, 300°C) .....	108
Figure 72 : Courbes de résistance à la fatigue de l'acier T91 (LBE, 300°C).....	109
Figure 73 : Evolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles pour l'acier T91 à 300°C .....	111
Figure 74 : Courbes d'érouissage monotone et cyclique du T91 à 300°C.....	111
Figure 75 : Evolution de l'amplitude de contrainte en fonction du pourcentage de durée de vie pour l'acier T91 à 300°C.....	112
Figure 76 : Evolution du taux d'adoucissement en fonction de la déformation plastique mesurée à mi durée de vie .....	113
Figure 77 : Evolution du taux d'adoucissement en fonction de la déformation plastique cumulée .....	114
Figure 78 : Courbe de résistance à la fatigue de l'acier T91 à 300°C.....	115
Figure 79 : Evolution de l'amplitude de contrainte en fonction du pourcentage de durée de vie pour l'acier T91 à 300°C (zoom) .....	116
Figure 80 : Evolution du nombre de cycles nécessaires à la propagation de la fissure macroscopique dans un acier T91 à 300°C .....	117
Figure 81 : Vues macroscopiques après rupture pour des essais de fatigue réalisés à l'air $\Delta\varepsilon_t=2,69\%$ (a), $\Delta\varepsilon_t =1,67\%$ (b), $\Delta\varepsilon_t =0,50\%$ (c) et dans le LBE $\Delta\varepsilon_t =2,47\%$ (d), $\Delta\varepsilon_t =1,65\%$ (e), $\Delta\varepsilon_t =0,46\%$ (f) .....	120

Figure 82 : Vue macroscopique à la loupe binoculaire de faciès de rupture obtenus après essais de fatigue à l'air (gauche) et dans le LBE (droite).....	121
Figure 83 : Observation au MEB de faciès de rupture.....	122
Figure 84 : Faciès de rupture observé au MEB d'un échantillon testé en LCF dans le LBE puis à l'air ( $\Delta\varepsilon_t=0,76\%$ ) vue globale (a), zoom de la limite d'interaction avec le LBE/air (b) et détail des stries observées à l'air après la limite (c).....	124
Figure 85 : Surfaces des échantillons après essais de LCF ( $\Delta\varepsilon_t=1,65\%$ , $N_{r\ LBE}=291$ et $N_{r\ Air}=1050$ ).....	125
Figure 86 : Vues de surfaces d'échantillons testés en LCF (a $\Delta\varepsilon_t=1,68\%$ , b $\Delta\varepsilon_t=0,49\%$ , c $\Delta\varepsilon_t=0,36\%$ , d $\Delta\varepsilon_t=0,91\%$ ).....	126
Figure 87 : Observation de coupes longitudinales après LCF dans le LBE (gauche) et l'air (droite) $\Delta\varepsilon_t=1,69\%$ .....	127
Figure 88 : Cartographie EDX de la pointe de fissure (mode électrons rétrodiffusés pour l'image en haut à gauche).....	128
Figure 89 : Distribution du nombre de fissures selon leur longueur en fonction de la déformation totale appliquée durant les essais de LCF.....	129
Figure 90 : Faciès de rupture observés au MEB d'une éprouvette rompue en traction à l'ambiante après un amorçage de fissure à $\Delta\varepsilon_t=0,37\%$ , $300^\circ\text{C}$ en LCF à l'air (gauche) et dans le LBE (droite).....	133
Figure 91 : Signal de pilotage lors d'un essai de LCF classique (à gauche) et lors d'un essai de LCF avec un temps de maintien en traction de 600s (à droite).....	135
Figure 92 : Courbes de résistance à la fatigue pour le T91 à $300^\circ\text{C}$ avec et sans temps de maintien en traction.....	137
Figure 93 : Distribution du nombre de fissures en fonction de leur taille lors d'un essai de LCF à $300^\circ\text{C}$ avec et sans temps de maintien en traction.....	138
Figure 94 : Faciès de rupture (LBE, maintien traction de 600s, $300^\circ\text{C}$ ).....	139
Figure 95 : Montage expérimental permettant la réalisation d'essais de fatigue propagation en présence de métal liquide.....	142
Figure 96 : Schéma des éprouvettes utilisées en fatigue propagation.....	143
Figure 97 : Vitesse de propagation de fissures pour des matériaux à 9Cr-1Mo, $20^\circ\text{C}$ .....	144
Figure 98 : Influence de la température sur la vitesse de fissuration d'acier 9Cr-1Mo.....	145
Figure 99 : Influence du milieu et de la fréquence sur la vitesse de fissuration en fatigue de l'acier T91 ( $300^\circ\text{C}$ R=0,1).....	146

Figure 100 : Faciès de rupture d'un acier T91, 300°C, R=0,1, Air.....	147
Figure 101 : Faciès de rupture LBE 300°C, R=0,1, 10Hz .....	148
Figure 102 : Signes de rupture mixte (gauche) et détail d'une zone intergranulaire (droite) LBE 300°C, R=0,1, 10Hz .....	148
Figure 103 : LBE 300°C 1Hz R=0,5 .....	149
Figure 104 : Influence du milieu sur la vitesse de fissuration en fatigue de l'acier T91 (300°C R=0,5, pré-contrainte 12h à $K_{min}$ ) .....	151
Figure 105 : Faciès de rupture 300°C, R=0,5, pré-contrainte 12h, air (haut), LBE électrons secondaires (bas gauche) et rétrodiffusés (bas droite) .....	152
Figure 106 : Changement du mode de fissuration lors d'un essai dans le LBE électrons secondaires (gauche) rétrodiffusés (droite) .....	153
Figure 107 : Observation en coupe d'un échantillon immergé dans des conditions corrosives .....	156
Figure 108 : Réponse cyclique de l'acier T91 (300°C) après une pré-corrosion.....	158
Figure 109 : Durées de vie de l'acier T91 à 300°C après une pré-corrosion .....	159
Figure 110 : Surface d'un échantillon pré-corrodé après essai de fatigue dans le LBE $\Delta\epsilon_t=0,39\%$ , 300°C (mode électrons secondaires à gauche et mode électrons rétrodiffusés à droite) .....	160
Figure 111 : Faciès de rupture d'un échantillon pré-corrodé après un essai de fatigue dans le LBE ( $\Delta\epsilon_t=0,72\%$ , 300°C) vue générale à gauche et vue détaillée d'un amorçage à droite ( $C_{cor}$ ) .....	161
Figure 112 : Coupes longitudinales sur un échantillon pré-corrodé puis testé en fatigue dans le LBE (300°C, $\Delta\epsilon_t=0,39\%$ ).....	161
Figure 113 : Réponse cyclique du T91 à 300°C après une pré-oxydation.....	163
Figure 114 : Durée de vie en fatigue du T91 à 300°C après une pré-oxydation.....	164
Figure 115 : Surface d'un échantillon pré-oxydé puis testé en fatigue dans le LBE, $\Delta\epsilon_t=0,38\%$ .....	165
Figure 116 : Analyse EDX d'une zone dépourvue d'oxyde externe .....	165
Figure 117 : Faciès de rupture échantillon pré-oxydé après un essai de fatigue dans le LBE (300°C, $\Delta\epsilon_t=0,78\%$ ) ( $C_{ox}$ ) .....	166
Figure 118 : Coupe longitudinale d'un échantillon pré-oxydé après un essai de LCF dans le LBE ( $\Delta\epsilon_t=0,38\%$ ) : fissure principale à gauche contenant du LBE et fissure secondaire à droite n'en contenant pas ( $A_{ox}$ ) .....	167

Figure 119 : Détail d'une fissuration secondaire observée sur une coupe longitudinale d'un échantillon pré-oxydé testé en LCF ( $\varepsilon_t=0,38\%$ ) ( $A_{ox}$ ) .....	168
Figure 120 : Les différentes étapes de la fissuration selon le type d'essai effectué.....	172
Figure 121 : Zone plastique sur la surface d'un échantillon après un essai de LCF dans le LBE ( $\Delta\varepsilon_t=0,36\%$ ).....	175
Figure 122 : image SEM en contraste topographique de la zone plastique à l'air (gauche) et LBE (droite) .....	176
Figure 123 : Pointe de la fissure après un essai de fatigue propagation $R=0,5$ à l'air (gauche) et dans le LBE (droite) .....	177
Figure 124 : Pointe de fissure après un essai de LCF dans le LBE avec un temps de maintien en traction ( $\Delta\varepsilon_t=1,62\%$ ).....	178
Figure 125 : Mécanismes de FML en fatigue .....	180
Figure 126 : Effet de la taille de la zone plastique .....	183