



HAL
open science

Apport des mesures de champs cinématiques à l'étude des micromécanismes d'endommagement en fatigue plastique d'un acier inoxydable duplex

Ahmed El Bartali

► **To cite this version:**

Ahmed El Bartali. Apport des mesures de champs cinématiques à l'étude des micromécanismes d'endommagement en fatigue plastique d'un acier inoxydable duplex. Mécanique [physics.med-ph]. Ecole Centrale de Lille, 2007. Français. NNT: . tel-00254732

HAL Id: tel-00254732

<https://theses.hal.science/tel-00254732>

Submitted on 13 Feb 2008

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.

N° d'ordre : 60

ECOLE CENTRALE DE LILLE

THESE

présentée en vue
d'obtenir le grade de

DOCTEUR

en

Spécialité : Mécanique

par

Ahmed EL BARTALI

DOCTORAT DELIVRE PAR L'ECOLE CENTRALE DE LILLE

Apport des mesures de champs cinématiques à l'étude
des micromécanismes d'endommagement en fatigue plastique
d'un acier inoxydable duplex.

Soutenue publiquement le 13 décembre 2007 devant le jury d'examen :

| | |
|-------------------------------|---|
| Président | <i>Philippe Bompard, Professeur, LMSSMat, Ecole Centrale de Paris</i> |
| Rapporteur | <i>Thierry Bretheau, Directeur de Recherche CNRS, LIM, ENSAM Paris</i> |
| Rapporteur | <i>Michel Grédiac, Professeur, LaMI, Univ. Blaise Pascal - IFMA, Clermont-Ferrand</i> |
| Membre | <i>Eric Charkaluk, Chargé de Recherche CNRS HDR, LML, Univ. Lille1</i> |
| Membre | <i>François Hild, Directeur de Recherche CNRS, LMT, ENS - Cachan</i> |
| Membre | <i>Patrick Villechaise, Chargé de Recherche CNRS, LMPM, ENSMA, Poitiers</i> |
| Directrice de thèse | <i>Suzanne Degallaix-Moreuil, Professeur Emérite, LML, Ecole Centrale de Lille</i> |
| Co-Encadrante de thèse | <i>Véronique Aubin, Maître de Conférences, LML, Ecole Centrale de Lille</i> |

Thèse préparée au Laboratoire de Mécanique de Lille (UMR CNRS 8107)

Remerciements

Je commencerai par remercier tous les membres du jury pour avoir accepté d'examiner ce travail et pour l'intérêt qu'ils lui ont porté.

Je tiens à remercier ensuite ma directrice de thèse Madame Suzanne Degallaix-Moreuil pour m'avoir accueilli et suivi au cours de cette thèse. Je tiens à lui exprimer toute ma gratitude pour sa disponibilité, pour ses qualités humaines et scientifiques, pour les nombreuses discussions que nous avons eues et pour tous les précieux conseils qu'elle m'a divulgués, qui m'ont guidés dans mon travail et plus particulièrement tout au long de la rédaction.

Mes plus sincères remerciements vont également à ma Co-encadrante Madame Véronique Aubin pour sa gentillesse, ses conseils et ses commentaires qui m'ont permis de faire avancer l'analyse des résultats expérimentaux.

J'aimerais par ailleurs souligner la contribution importante d'autres personnes à l'aboutissement de ce travail.

En premier lieu, j'exprime toute ma reconnaissance à François Hild, pour avoir mis à ma disposition le logiciel de corrélation d'images numériques (CORRELI), pour sa disponibilité et tout le temps qu'il m'a accordé pour la compréhension et l'analyse des premiers résultats. Son expertise et ses remarques ont été fort judicieuses et appréciées.

Je remercie ensuite Patrick Villechaise pour m'avoir accueilli dans son laboratoire (le Laboratoire de Mécanique et de Physique des matériaux, ENSMA - Poitiers), pour la réalisation des mesures EBSD et pour son aide au dépouillement des résultats en mettant à ma disposition tous les outils et démarches nécessaires.

Je remercie aussi Messieurs Fabien Onimus et Jacques Pelé pour la réalisation des mesures de textures cristallographiques sur l'acier étudié au sein des laboratoires DMN – SRMA – LA2M du Commissariat à l'Energie Atomique de Saclay.

Je remercie l'ensemble du personnel du laboratoire de Mécanique de Lille et de l'Ecole Centrale de Lille, plus particulièrement François (usinage des éprouvettes), Laurent (préparation des essais), Marie-Claire (Secrétariat), et tous les thésards et permanents de l'équipe Mécanique et Matériaux pour leur gentillesse et l'ambiance amicale qu'ils font régner tous les matins au tour d'un bon café !

Enfin, je remercie mes parents, toute ma famille et amis qui m'ont toujours soutenu et encouragé.

- Table des matières -

Table des Matières

| | |
|--|----|
| Introduction générale | 10 |
| CHAPITRE I. Matériau et essais mécaniques | 14 |
| I.1. Les aciers inoxydables | 14 |
| I.1.1. Historique et classification des aciers inoxydables | 14 |
| I.1.2. Caractéristiques mécaniques | 16 |
| I.1.3. Structure et quelques caractéristiques des aciers inoxydables austéno-ferritiques | 17 |
| I.1.3.1. Elaboration et microstructure | 17 |
| I.1.3.2. Contraintes résiduelles dues à l'élaboration | 22 |
| I.1.3.3. Evolutions microstructurales au cours d'un vieillissement thermique : précipitation et fragilisation | 22 |
| I.2. Le matériau duplex étudié | 24 |
| I.2.1. Caractérisation microstructurale | 24 |
| I.2.1.1. Composition, élaboration et microstructure | 24 |
| I.2.1.2. Texture cristallographique | 27 |
| I.2.2. Caractérisation mécanique | 29 |
| I.2.2.1. Propriétés en traction monotone | 29 |
| I.2.2.2. Propriétés en fatigue plastique oligocyclique | 30 |
| I.3. Méthodologie expérimentale en fatigue adoptée | 35 |
| I.3.1. Moyens expérimentaux | 35 |
| I.3.1.1. Machine d'essai | 35 |
| I.3.1.2. Eprouvettes | 36 |
| I.3.1.3. Géométrie de l'entaille | 37 |
| I.3.1.4. Paramètres et description des essais | 44 |
| I.4. Conclusions | 47 |
| CHAPITRE II. Techniques d'observations et d'analyses | 49 |
| II.1. Techniques d'imageries optique et électronique | 49 |
| II.1.1. Loupe binoculaire et microscope optique | 49 |
| II.1.2. Microscopie électronique à balayage | 49 |
| II.1.3. Microscopie à force atomique. | 52 |
| II.1.4. Microscopie Electronique en Transmission | 52 |
| II.1.5. Techniques utilisées dans ce travail | 53 |

| | |
|--|----|
| II.1.5.1. Microscope in situ | 54 |
| II.1.5.2. Profilomètre interférométrique | 56 |
| II.2. Technique de corrélation d'images numériques | 57 |
| II.2.1. Présentation des techniques de mesure de champs cinématiques | 57 |
| II.2.2. Principe de la technique de corrélation d'images numériques | 59 |
| II.2.3. Correli ^{LMT} : utilisation des fonctions d'intercorrélation | 61 |
| II.2.3.1. Principe | 61 |
| II.2.3.2. Performances sur les déplacements | 63 |
| II.2.3.3. Performances sur les déformations | 67 |
| II.2.4. CorreliQ4 : utilisation des éléments Q4P1. | 71 |
| II.2.4.1. Principe | 71 |
| II.2.5. Evaluation des performances | 73 |
| II.2.6. Originalité de la technique adoptée | 77 |
| II.2.6.1. Essais de traction monotone | 78 |
| II.2.6.2. Comparaison entre la déformation moyenne calculée à partir des champs de déformations et celle calculée par la méthode des éléments finis. | 81 |
| II.3. Conclusions | 83 |

CHAPITRE III. Mécanismes de déformation plastique identifiés par mesures EBSD dans

| | |
|--|-----|
| l'acier inoxydable duplex | 85 |
| III.1. Les mécanismes de déformation en fatigue plastique oligocyclique | 85 |
| III.1.1. Les origines de la déformation plastique | 85 |
| III.1.2. Mécanismes de déformation sous chargement cyclique dans les aciers inoxydables duplex. | 87 |
| III.2. Observations des mécanismes en FPO identifiés par EBSD. | 92 |
| III.2.1. Aspect morphologique des marques de glissement observées et leur évolution en cours d'essai | 92 |
| III.2.1.1. Dans la phase austénitique | 92 |
| III.2.1.2. Dans la phase ferritique | 95 |
| III.2.1.3. Synthèse | 97 |
| III.2.2. Aspect cristallographique des marques de glissement : identification des systèmes de glissement activés | 97 |
| III.2.2.1. Rappels des systèmes de glissement | 97 |
| III.2.2.2. Technique EBSD | 100 |
| III.2.2.3. Identification des systèmes de glissement activés | 104 |
| III.3. Conclusions | 114 |

| | |
|--|---------|
| CHAPITRE IV. Champs cinématiques en fatigue, mesurés par corrélation d'images numériques à l'échelle de la microstructure | 116 |
| IV.1. Introduction | 116 |
| IV.2. Etude de la déformation au cours du cyclage | 119 |
| IV.2.1. Etude quantitative des déformations par zone d'étude | 119 |
| IV.2.1.1. Evolution des moyennes spatiales des déformations | 119 |
| IV.2.1.2. Etude de l'incrément de déformation par cycle | 122 |
| IV.2.1.3. Etude des dispersions sur les déformations | 123 |
| IV.2.2. Mise en évidence des premières hétérogénéités de déformations dans chaque phase | 124 |
| IV.2.2.1. Déformations longitudinales dans la phase austénitique | 124 |
| IV.2.2.2. Déformations longitudinales dans la phase ferritique | 126 |
| IV.2.2.3. Déformations transversales dans les deux phases. | 127 |
| IV.2.3. Étude quantitative des déformations par phase | 128 |
| IV.2.3.1. Evaluation des déformations dans chaque phase en traction monotone (entre 0 et ¼ de cycle) | 129 |
| IV.2.3.2. Etude des déformations additionnelles dans chacune des phases au cours du cyclage | 131 |
| IV.2.4. Conclusions | 134 |
| IV.3. Etude de l'amorçage en FPO dans l'acier inoxydable duplex | 135 |
| IV.3.1. Eléments bibliographiques sur les mécanismes d'amorçage et de micropropagation | 135 |
| IV.3.1.1. Généralités sur l'amorçage en FPO | 135 |
| IV.3.1.2. Généralités sur la propagation des microfissures en FPO | 136 |
| IV.3.1.3. Amorçage et micropropagation dans les aciers inoxydables duplex | 137 |
| IV.3.2. Amorçage de microfissures en FPO dans l'acier inoxydable duplex | 140 |
| IV.3.2.1. Relations d'orientation entre les deux phases | 140 |
| IV.3.2.2. Observations optiques des amorçages. | 144 |
| IV.3.2.3. Détection de l'amorçage par analyse des champs de déplacements et de déformations | 149 |
| IV.3.3. Conclusions | 153 |
| Conclusion générale et perspectives | 156 |
| Références | 161 |

-Introduction générale-

INTRODUCTION GENERALE

De nombreuses pièces ou structures sont soumises en service à un chargement variable dans le temps, le plus souvent sous contraintes modérées. Néanmoins en des lieux de fortes concentrations de contrainte, la limite d'élasticité peut être dépassée. Le matériau est alors localement déformé plastiquement et on parle de sollicitation de fatigue plastique oligocyclique (FPO). Des localisations de déformation plastique cyclique se produisent alors. L'accumulation de ces déformations plastiques cycliques conduit à un endommagement progressif par amorçage de microfissures puis propagation des micro- puis d'une microfissure menant généralement à la rupture de la pièce.

Les aciers inoxydables duplex forgés sont des aciers biphasés, constitués d'environ 50% d'austénite (phase γ) et 50% de ferrite (phase α). L'utilisation des aciers inoxydables duplex s'est largement développée depuis une trentaine d'années, en raison de leurs bonnes propriétés mécaniques et de leur grande résistance à la corrosion. Leur composition a progressivement évolué, en particulier vers une plus forte teneur en azote. Ils sont aujourd'hui utilisés dans de nombreux domaines réunissant à la fois des conditions sévères d'environnement et des sollicitations mécaniques élevées : dans les industries offshore, navale, chimique, pétrochimique ou du papier...

Les contraintes économiques jointes aux exigences industrielles et environnementales en termes de réduction de poids et de sécurité des structures impliquent d'utiliser des matériaux de plus en plus performants et de diminuer les coefficients de sécurité. Ceci impose de connaître et comprendre précisément le comportement de ces matériaux sous sollicitations mécaniques complexes, afin de les dimensionner au plus juste en élaborant des modèles de comportement physiquement fondés. Pour établir ces modèles, il convient d'identifier les mécanismes physiques à l'origine de l'endommagement et de la déformation à différentes échelles. Les moyens d'observation et de calculs actuels permettent aujourd'hui de descendre à l'échelle de la microstructure et d'envisager des lois de comportement prenant en compte les micromécanismes d'endommagement.

Plusieurs études ont été menées ces 3 dernières décennies sur l'endommagement en fatigue plastique oligocyclique des aciers duplex [Magnin 88a], [Seddouki 94], [Polák 05]. Les observations de l'endommagement ont été effectuées le plus souvent à rupture ou à un moment précis de la durée de vie, grâce à des essais interrompus. Ces études n'ont pas donné suffisamment d'informations sur la manière dont l'endommagement apparaît et se développe en fatigue plastique. Il nous est donc apparu nécessaire de suivre l'endommagement en temps réel pendant la sollicitation, à l'échelle où il apparaît, c'est-à-dire en surface, à l'échelle de la microstructure. Afin de détecter finement l'apparition et le cumul

d'endommagement, puis l'amorçage et la micropropagation en surface, nous avons choisi d'utiliser les mesures de champs cinématiques.

Depuis quelques années, les techniques de mesures de champs cinématiques connaissent un grand essor [cf Congrès nationaux Photomécanique à partir de 1995, devenus Congrès internationaux Photomechanics en 2006]. Elles sont entre autres utilisées pour caractériser et comprendre le comportement mécanique des matériaux. Les méthodes d'extensométrie classique (i.e. utilisation d'un extensomètre ou de jauges de déformation) mesurent une déformation moyenne sur une zone donnée (sur une surface de l'ordre du mm^2 au cm^2). Au contraire les mesures de champs cinématiques fournissent les champs de déplacements et de déformations. Elles permettent donc d'analyser des structures hétérogènes et/ou des sollicitations mécaniques hétérogènes. Dans le cas de matériaux polyphasés comme les aciers duplex, elles doivent permettre d'accéder aux champs de déplacements et de déformations à l'échelle de la microstructure, en identifiant les localisations de déformation et d'endommagement dans chacune des phases.

L'originalité de ce travail est l'utilisation de la technique de la corrélation d'images numériques (CIN) pour l'étude des micromécanismes d'endommagement en fatigue plastique oligocyclique par des observations au cours du cyclage, grâce à un dispositif de microscopie in situ et un logiciel de CIN. Le dispositif de microscopie permet d'observer l'endommagement de surface d'une éprouvette de fatigue standard, à l'échelle de la microstructure, sans avoir à démonter l'éprouvette en cours d'essai. Les images de la surface de l'éprouvette, acquises avec ce dispositif, sont alors utilisées pour calculer les champs de déplacements et de déformations par CIN.

Ce mémoire se compose de quatre chapitres.

Le premier chapitre présente le matériau et les essais réalisés. Dans un premier temps, une présentation générale des aciers inoxydables duplex est proposée. Puis le matériau étudié est présenté, avec sa composition chimique et ses caractéristiques mécaniques. Le protocole expérimental adopté est ensuite décrit : préparation des éprouvettes, essais réalisés, paramètres d'essais. Enfin les courbes de comportement mécanique en fatigue plastique oligocyclique obtenues sont données.

Le second chapitre présente les techniques d'observation et d'analyse utilisées. Une brève présentation des diverses techniques est donnée, afin d'établir les critères de choix de la technique appropriée à l'étude. Le principe de la technique de la CIN utilisée est présenté. L'évaluation de ses performances et sa validation à l'échelle utilisée sont réalisées.

Dans le troisième chapitre, le relief et la morphologie des marques de glissement apparues progressivement au cours du cyclage sont étudiés grâce aux observations in situ avec une caméra à des mesures par profilométrie optique puis l'activité plastique cyclique en surface, et l'identification des systèmes de glissement activés sont étudiés à partir de mesures EBSD.

Le quatrième et dernier chapitre présente l'analyse des champs cinématiques en FPO et de leur évolution, mesurés par la technique CIN. Les résultats permettent d'appréhender d'une façon différente les mécanismes d'endommagement en FPO dans l'acier inoxydable duplex. La première partie présente l'étude quantitative des déformations et de leurs dispersions, globalement, puis phase par phase. La deuxième partie est consacrée à l'apport de la technique CIN à la détection de l'amorçage des microfissures.

Enfin, la conclusion générale résumera les principaux résultats obtenus dans ce travail.

- Chapitre I-

| | |
|--|----|
| CHAPITRE I. Matériau et essais mécaniques..... | 14 |
| I.1. Les aciers inoxydables | 14 |
| I.1.1. Historique et classification des aciers inoxydables..... | 14 |
| I.1.2. Caractéristiques mécaniques | 16 |
| I.1.3. Structure et quelques caractéristiques des aciers inoxydables austéno-ferritiques | 17 |
| I.1.3.1. Elaboration et microstructure..... | 17 |
| I.1.3.2. Contraintes résiduelles dues à l'élaboration..... | 22 |
| I.1.3.3. Evolutions microstructurales au cours d'un vieillissement thermique : précipitation et fragilisation..... | 22 |
| I.2. Le matériau duplex étudié..... | 24 |
| I.2.1. Caractérisation microstructurale | 24 |
| I.2.1.1. Composition, élaboration et microstructure..... | 24 |
| I.2.1.2. Texture cristallographique | 27 |
| I.2.2. Caractérisation mécanique | 29 |
| I.2.2.1. Propriétés en traction monotone | 29 |
| I.2.2.2. Propriétés en fatigue plastique oligocyclique | 30 |
| I.3. Méthodologie expérimentale en fatigue adoptée | 35 |
| I.3.1. Moyens expérimentaux | 35 |
| I.3.1.1. Machine d'essai | 35 |
| I.3.1.2. Eprouvettes | 36 |
| I.3.1.3. Géométrie de l'entaille..... | 37 |
| I.3.1.4. Paramètres et description des essais..... | 44 |
| I.4. Conclusions..... | 47 |

CHAPITRE I. MATERIAU ET ESSAIS MECANIQUES

Nous proposons ici quelques rappels bibliographiques sur les aciers inoxydables. Nous faisons une présentation générale de leurs compositions, leurs microstructures et leurs caractéristiques mécaniques. Nous présentons ensuite l'acier inoxydable duplex dont a fait l'objet cette étude. Les caractérisations microstructurale et mécanique de cet acier sont présentées. Puis nous décrivons la préparation des éprouvettes de fatigue et nous présentons les essais réalisés.

I.1. Les aciers inoxydables

I.1.1. Historique et classification des aciers inoxydables

Les aciers inoxydables sont des alliages fer-carbone de teneur massique en chrome supérieure à 12 %. Ils contiennent généralement peu de carbone, pour éviter les précipitations de carbures. Ils ont été découverts, dans les années 1890, par l'allemand Hans Goldschmidt qui développa les premières nuances d'aciers au chrome à bas carbone. Entre 1904 et 1909, divers chercheurs, notamment le français Léon Guillet, étudièrent et mirent au point différents alliages Fe-Cr-Ni. En 1911, l'allemand Philip Monnartz, mit en évidence l'influence de la teneur en chrome des alliages vis-à-vis de leur résistance à la corrosion. Pour une teneur en chrome supérieur à 12 %, une fine couche protectrice d'oxyde de chrome, dite couche de passivation, se forme à la surface de l'alliage [Castro 90]. Celle-ci donne à ces alliages une bonne résistance à la corrosion, permettant ainsi de répondre aux problèmes de tenue en milieu agressif (eau de mer, environnements chimiques et pétrochimiques, pâte à papier...). Ils sont alors utilisés dans de nombreux domaines de la vie quotidienne, dans les industries mécaniques, du transport, chimiques, dans le médical, le bâtiment...[Charles 91].

Les aciers inoxydables sont classés en 4 grandes familles en fonction de leur composition et de leur structure cristallographique. On distingue les aciers ferritiques (Figure I-1a), les aciers martensitiques (Figure I-1b), les aciers austénitiques (Figure I-1c) et les aciers austéno-ferritiques (Figure I-1d). Le Tableau I-1 résume les principaux composants chimiques et les fourchettes de composition de ces différentes familles d'aciers inoxydables.

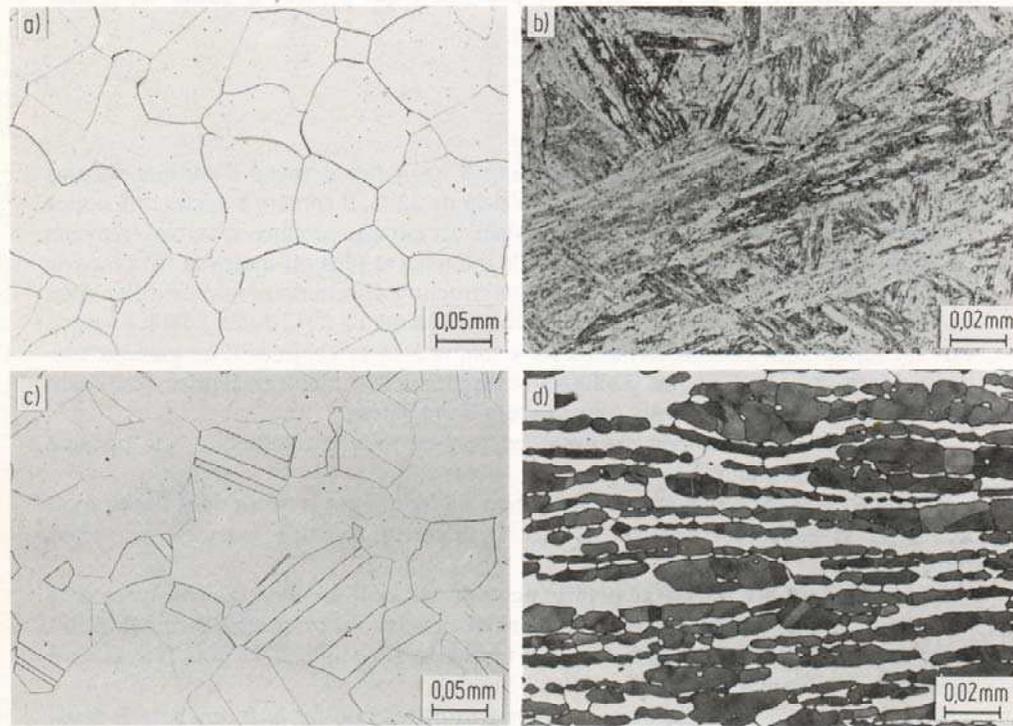


Figure I-1. Microstructures des aciers inoxydables ferritique (a), martensitique (b), austénitique (c), et austéno-ferritique (d) [Gympel 90].

| Catégorie d'acier | Composition (% pds) | | | | |
|--------------------|---------------------|---------|--------|-----|-----------|
| | C | Cr | Ni | Mo | Autres |
| Ferrite | < 0.1 | 13 - 30 | 0 - 5 | < 5 | Ti |
| Martensitique | 0,05 - 1.2 | 12 - 18 | < 7 | - | - |
| Austénitique | < 0,2 | 16 - 35 | 7 - 26 | < 6 | N, Cu, Ti |
| Austéno-ferritique | < 0,05 | 18 - 27 | 4 - 7 | < 4 | N (<0.3) |

Tableau I-1. Fourchettes de compositions chimiques des différentes familles d'aciers inoxydables [Gympel 90], [Leffler 05], [Nirosta 02].

Les aciers austéno-ferritiques ont été découverts par erreur par Hochmann lors d'essais de corrosion intergranulaire sur des éprouvettes censées être en acier inoxydable austénitique 18-8 [Desestret 90]. Il remarqua que certaines de ces éprouvettes résistaient mieux que d'autres à la corrosion intergranulaire. Ces éprouvettes étaient de plus magnétiques. Elles révélèrent une teneur en chrome anormalement élevée et une structure métallurgique différente de la structure purement austénitique.

I.1.2. Caractéristiques mécaniques

En plus de leur bonne résistance à la corrosion, les aciers inoxydables possèdent de bonnes propriétés mécaniques. La Figure I-2 présente le comportement mécanique typique des différents aciers inoxydables. Le Tableau I-2 résume les fourchettes des caractéristiques mécaniques des différentes familles d'aciers inoxydables.

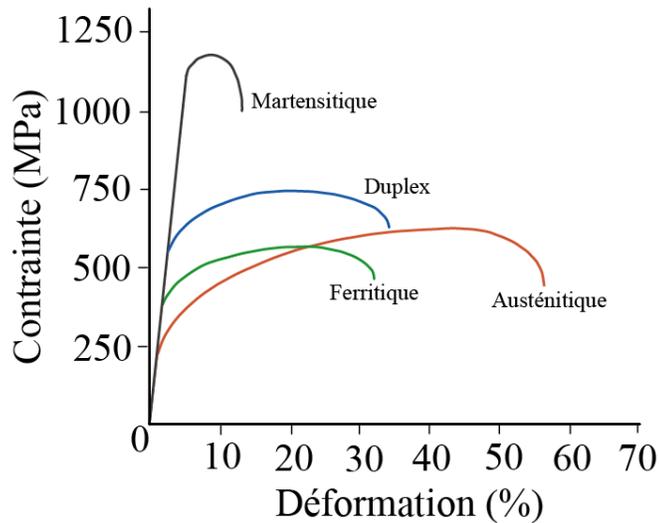


Figure I-2. Courbes contrainte-déformation typiques des différents types d'aciers inoxydables [Leffler 05].

| Acier inoxydable | Limite d'élasticité Re (MPa) | Résistance à rupture Rm (MPa) | Allongement à rupture A% (%) | Module d'élasticité E (GPa) | dureté Hv (HB) |
|--------------------|------------------------------|-------------------------------|------------------------------|-----------------------------|----------------|
| Ferrite | 250-400 | 300-650 | 18-25 | 220 | 190-220 |
| Martensitique | 540-700 | 500-1000 | 15-20 | 215 | 220 |
| Austénitique | 200-250 | 570-900 | 50-60 | 200 | 210 |
| Austéno-ferritique | 450-650 | 730-900 | 25-30 | 200 | 260-290 |

Tableau I-2. Fourchettes des caractéristiques mécaniques des différents types d'aciers inoxydables [Gympel 90], [Leffler 05] [Nirosta 02].

Les aciers martensitiques présentent une limite d'élasticité, une résistance à rupture et une dureté très élevées, mais une ductilité faible. Les aciers austénitiques présentent une excellente ductilité, une bonne résistance à rupture mais une faible limite d'élasticité. Les aciers ferritiques ont une limite d'élasticité élevée et un fort module d'élasticité. Les aciers inoxydables duplex combinent à la fois les propriétés mécaniques et de corrosion des aciers austénitiques et des aciers ferritiques : ils possèdent une limite

d'élasticité élevée, caractéristique de la ferrite, et une grande ductilité, caractéristique de l'austénite [Desestret 90], [Moussavi 97]. La limite d'élasticité augmente encore par addition d'azote et de carbone en solution solide (Figure I-3). Vis-à-vis de la résistance à la corrosion comme des propriétés mécaniques et de la forgeabilité, la proportion optimale de ferrite se situe autour de 50 % en volume [Desestret 90].

Outre l'écrouissage (par déformation plastique), la diminution de la taille de grain et le durcissement par précipitation sont aussi à l'origine du durcissement des aciers. La taille de grain d'un acier inoxydable duplex forgé ou laminé (entre 5 et 10 μm) étant plus petite que celle des aciers inoxydables austénitiques ou ferritiques (entre 30 et 100 μm), la loi de Hall-Petch implique une dureté encore accrue pour l'acier inoxydable duplex comparativement aux aciers inoxydables austénitiques et ferritiques.

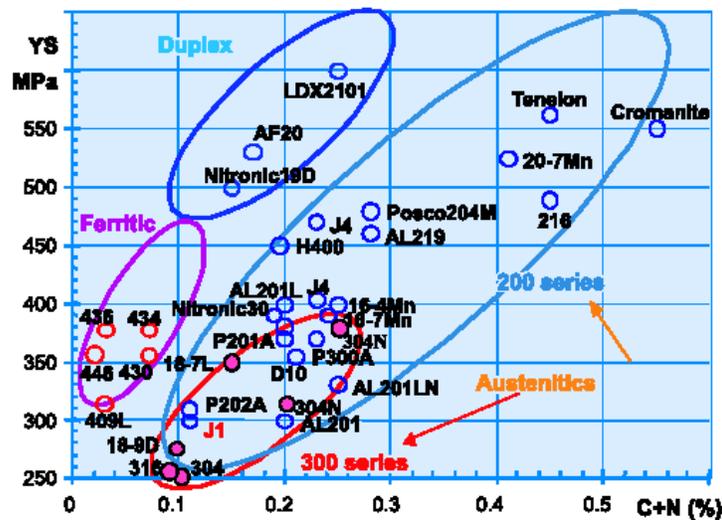


Figure I-3. Positionnement des différents aciers inoxydables vis-à-vis de leur limite d'élasticité en fonction de leur teneur en Carbone +Azote [Charles 05].

I.1.3. Structure et quelques caractéristiques des aciers inoxydables austéno-ferritiques

I.1.3.1. Elaboration et microstructure

Les aciers inoxydables austéno-ferritiques sont aussi appelés *aciers inoxydables duplex* en raison de leur structure biphasée. Ils sont constitués d'une phase ferritique (phase α , structure cubique centrée) et d'une phase austénitique (phase γ , structure cubique à faces centrées). Lors de l'élaboration, la phase ferritique apparaît en premier, la phase austénitique germe ensuite et croît dans la phase α au cours du refroidissement.

La Figure I-4 présente les différentes microstructures des aciers inoxydables duplex.

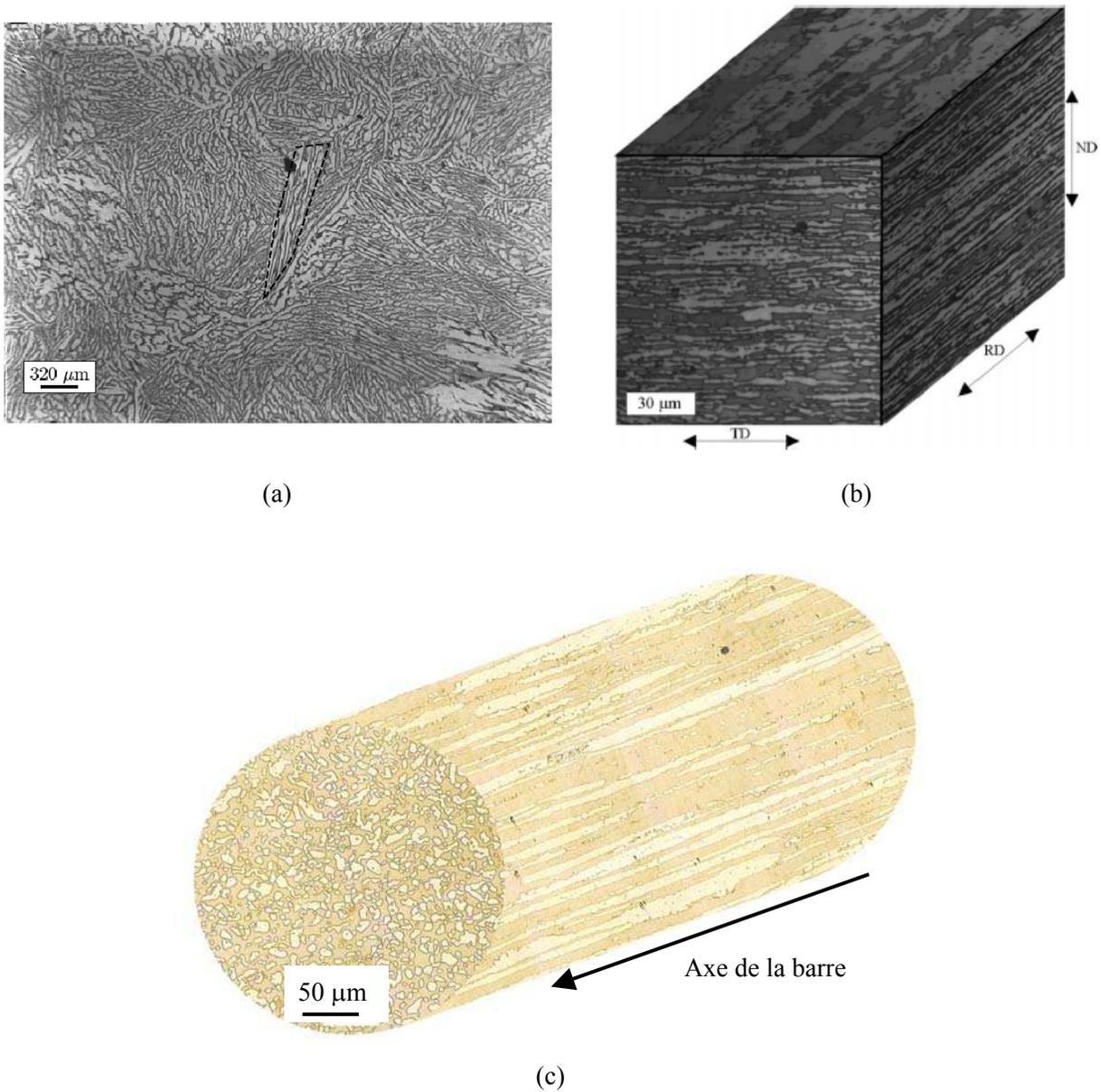


Figure I-4. Microstructure d'aciers austéno-ferritiques moulé (a) [Bugat 00], laminé (b) [Moverare 01], et forgé (c) [Aubin 01]. (Ferrite en sombre, austénite en clair).

Les aciers inoxydables duplex peuvent être élaborés par moulage, forgeage, ou laminage. Les aciers duplex moulés présentent une structure particulière (structure de Widmanstätten) (Figure I-4a) : lors du processus de refroidissement à l'élaboration, des lattes d'austénite de quelques dizaines de μm d'épaisseur se forment dans la matrice ferritique. Dans ces aciers, la proportion de la ferrite est minoritaire, elle

excède rarement 30% en volume. Les grains ferritiques sont beaucoup plus gros, leur taille varie de 30 μm à 1 mm. La microstructure des aciers laminés (Figure I-4b) et forgés (Figure I-4c) se présente sous forme d'îlots d'austénite allongés dans le sens du laminage ou du forgeage, noyés dans la matrice ferritique. Les proportions des phases austénitique et ferritique sont généralement équivalentes (50% - 50%) pour les aciers laminés et forgés. Les deux phases α et γ sont polycristallines. La taille des grains austénitiques varie entre 5 et 10 μm et celle des grains ferritiques entre 10 et 30 μm .

La microstructure et les fractions volumiques des deux phases dépendent de la composition chimique en éléments d'alliage, des conditions d'élaboration et des traitements thermiques. Après élaboration, les aciers inoxydables duplex subissent une hypertrempe qui consiste en un maintien à une température comprise entre 1000 et 1150°C pendant une heure, suivi d'un refroidissement à l'eau. Le maintien à haute température est destiné à mettre tous les éléments d'alliage en solution solide dans la matrice austéno-ferritique, de manière à éviter les phases intermétalliques et les précipités. Desestret et Charles ont montré que la teneur en ferrite augmente avec la température d'hypertrempe [Desestret 90].

Les éléments d'addition sont regroupés en deux familles : les éléments alphagènes (Cr, Si, Mo, Al, Ti) qui favorisent l'apparition et la stabilité de la phase ferritique et les éléments gammagènes (Ni, C, N) qui favorisent celles de la phase austénitique.

Schaeffler [Schaeffler 49] a déterminé expérimentalement, pour chaque élément d'alliage, un coefficient qui représente son pouvoir alphagène (respectivement gammagène) de stabilisation de la ferrite (respectivement de l'austénite). Les coefficients d'équivalence sont définis par rapport aux pouvoirs respectivement alphagène et gammagène du chrome et du nickel, qui sont arbitrairement affectés du coefficient 1. Ces coefficients dépendent au deuxième ordre de la composition globale de l'alliage et de la température d'hypertrempe [Desestret 90]. Plusieurs diagrammes ont été proposés pour prédire la structure des alliages métalliques après soudage en fonction de leur composition chimique, à l'aide de ces chrome et nickel équivalents (Figure I-5) [Desestret 90]. Le plus connu de ces diagrammes est celui de Schaeffler. Ensuite, des améliorations ont été apportées à ce diagramme, notamment par Delong et Espy, pour prendre en compte l'influence de l'azote. Les équivalents chrome et nickel les plus couramment utilisés sont [Bavay 90] :

$$\begin{aligned} [\text{Cr}_{\text{eq}}] &= [\text{Cr}] + [\text{Mo}] + 1,5 [\text{Si}] + 0,5 [\text{Nb}] \\ [\text{Ni}_{\text{eq}}] &= [\text{Ni}] + 30 [\text{C}] + 30 [\text{N}] + 0,5 [\text{Mn}] \end{aligned}$$

Eq. I-1

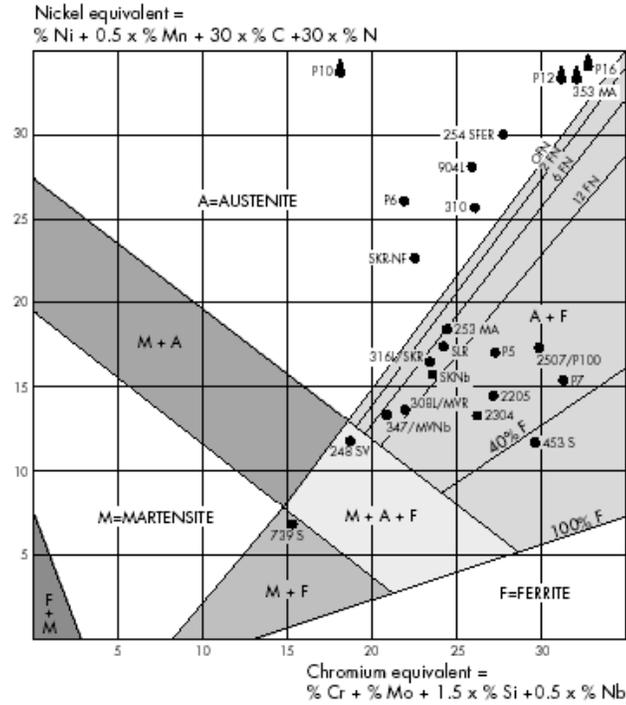


Figure I-5. Diagramme de Schaeffler-Delong [Schaeffler 49] et [Long 73].

L'azote étant fortement gammagène (Eq.1), sa répartition dans les aciers inoxydables duplex n'est pas homogène. Il est majoritairement présent dans la phase austénitique sous forme interstitielle, car il est très peu soluble dans la phase ferritique. L'azote peut remplacer le nickel, élément coûteux, comme stabilisateur de l'austénite, tout en conservant les mêmes proportions austénite/ferrite. Des études sur des aciers inoxydables austénitiques montrent que l'addition d'azote en solution solide dans l'acier duplex augmente sa résistance à la corrosion par piqûres, à la corrosion intergranulaire, à la fissuration par piqûres sous contrainte [Béranger 90].

Le Tableau I-3 rappelle les compositions chimiques des différentes nuances d'aciers inoxydables duplex étudiées en fatigue plastique oligocyclique dans la littérature et dont nous parlerons par la suite.

Les nuances d'aciers inoxydables austéno-ferritiques ont évolué depuis leur apparition il y a environ 70 ans. La première génération d'aciers inoxydables duplex, les nuances 22Cr-05Ni (PREN= 30) ne contenait pas d'azote de manière intentionnelle. Puis, pour améliorer leur soudabilité en particulier, leur teneur en azote a été augmentée jusqu'à 0,16 - 0,18% pds N, avec une teneur en Mo optimisée jusqu'à un niveau minimum de 3% (PREN= 34-35). Un type d'acier duplex relativement marginal était développé en

parallèle avec les nuances 23Cr-04Ni, avec peu ou pas de Mo. Puis sont apparus les aciers inoxydables duplex de seconde génération, dits super-duplex, avec les nuances 25Cr-07Ni. Ils ont d'abord été développés pour l'industrie offshore. Ils se caractérisent par une résistance accrue à la corrosion (PREN=40). Les aciers duplex de troisième génération, développés actuellement, contiennent 25Cr-07Ni-04Mo et 0,24-0,32N avec addition de Cu. Ils manifestent une encore meilleure résistance à la corrosion par piqûres et par crevasses, à la fissuration par corrosion sous contrainte, et des propriétés mécaniques également accrues. Les aciers inoxydables duplex voient leur succès commercial s'accroître continûment depuis plusieurs années, en raison de leur coût moindre que celui des aciers inoxydables austénitiques de nouvelle génération (dits super-austénitiques), [Gunn 97], [Johansson-K 00] et [Charles 07].

| Auteurs | Désignation normalisée | Cr | Ni | Mo | N | C | Mn | Si | Fe |
|---|------------------------|-------|------|------|-------|-------|------|------|--------|
| Dakhlaoui 06 | X2 22 - 05 | 22,4 | 5,4 | 2,9 | 0,17 | 0,015 | 1,6 | | Compl. |
| Düber 06 Krupp 07 | X2 22 - 05 | 21,9 | 5,6 | 3,1 | 0,187 | 0,020 | 1,8 | 0,5 | Compl. |
| Polak 05a | X2 22 - 05 | 22 | 5,4 | 3,1 | 0,16 | 0,016 | 3,1 | | Compl. |
| Moverare 02 | X2 22 - 05 | 22,8 | 4,9 | 0,3 | 0,1 | | | | Compl. |
| Mateo 96 Llanes 96 | X2 22 - 05 | 24,6 | 5,4 | 1,4 | 0,072 | 1,73 | | 0,34 | Compl. |
| Nyström 96 | X2 22 - 05 | 21,2 | 6,6 | 2,8 | 0,2 | 0,02 | 0,84 | 0,47 | Compl. |
| Seddoukki 94 | X2 22 - 05 | 22,1 | 5,36 | 3,05 | 0,11 | 0,024 | 1,7 | 0,35 | Compl. |
| Degallaix 95 Kruml 97 | X2 22 - 05 | 22,2 | 5,51 | 3,1 | 0,18 | 0,015 | 0,87 | 0,5 | Compl. |
| Vogt 94 | X2 22 - 05 | 24,16 | 5,48 | 3,27 | 0,153 | 0,022 | 1,2 | | Compl. |
| Desestret 90 | X2 22 - 07 | 22 | 6,3 | 3 | 0,07 | 0,03 | | | Compl. |
| Magnin 88a | X2 22 - 07 | 21,7 | 7 | 2,5 | 0,07 | 0,02 | 1,7 | 0,39 | Compl. |
| Alvarez 07a | X2 25 07 | 25,15 | 4,8 | 1,49 | 0,06 | 0,015 | 1,29 | 0,43 | Compl. |
| Alvarez 06a Marinelli 06 Marinelli 07 | X2 25 - 07 | 24,9 | 7 | 3,8 | 0,263 | 0,015 | 0,4 | 0,30 | Compl. |
| Aubin 01 Aubin 03 Petrevec 05 | X2 25 - 07 | 24,68 | 6,54 | 2,84 | 0,17 | 0,024 | 0,79 | 0,62 | Compl. |

Tableau I-3. Compositions chimiques des aciers inoxydables duplex étudiés en fatigue oligocyclique (% pds).

I.1.3.2. Contraintes résiduelles dues à l'élaboration

Résultant de l'élaboration, des contraintes résiduelles (ou des contraintes internes) existent dans un matériau polyphasé, comme conséquence des coefficients de dilatation différents suivant les phases. Les contraintes résiduelles résultent des procédés de fabrication et des traitements thermiques.

Dans un matériau biphasé tel que l'acier inoxydable duplex, des contraintes résiduelles d'amplitudes différentes existent dans chacune des phases. Comme elles se superposent aux contraintes de chargement mécanique, elles ont un impact fort sur la limite d'élasticité et sur la répartition de la déformation plastique entre les phases, et plus généralement sur les propriétés mécaniques. Johansson [Johansson-J 99], Moverare [Moverare 02], Jenčuš [Jenčuš 06], Dakhlaoui [Dakhlaoui 06] ont mesuré, par diffraction des rayons X et/ou par diffraction des neutrons, les contraintes résiduelles dans chacune des phases d'un acier duplex laminé et ont étudié leur rôle vis-à-vis des propriétés en traction et en fatigue. Johansson-J et Moverare ont conclu que les contraintes résiduelles suivant les trois directions (longitudinale, transversale, normale), dans l'austénite sont de traction alors que celles dans la ferrite sont de compression. Les contraintes sont plus importantes dans la direction transversale que dans la direction axiale. Dakhlaoui [Dakhlaoui 06] confirme ces résultats par des mesures suivant les directions longitudinale et transversale. En revanche, selon cet auteur suivant la direction normale (épaisseur 10 mm), les contraintes mesurées sont de compression dans l'austénite et de traction dans la ferrite, et elles sont plus grandes que celles dans les deux autres directions. Les contraintes mesurées par Dakhlaoui sur un acier duplex X2-22-05 (N=0,17%) sont pour l'austénite (resp. la ferrite) ≈ 50 MPa (resp. ≈ -50 MPa) suivant les directions longitudinale et transversale et ≈ -130 MPa (resp. 70 MPa) suivant la direction normale.

I.1.3.3. Evolutions microstructurales au cours d'un vieillissement thermique : précipitation et fragilisation

Lors de maintiens à haute température (dans le domaine 250 - 1050 °C), différentes phases intermétalliques et précipités (carbures et nitrures) peuvent apparaître dans les aciers inoxydables austéno-ferritiques. Ces transformations métallurgiques dépendent de la température et du temps de maintien (Figure I-6). Elles concernent essentiellement la phase ferritique et peuvent conduire à une fragilisation de celle-ci, et donc de l'acier.

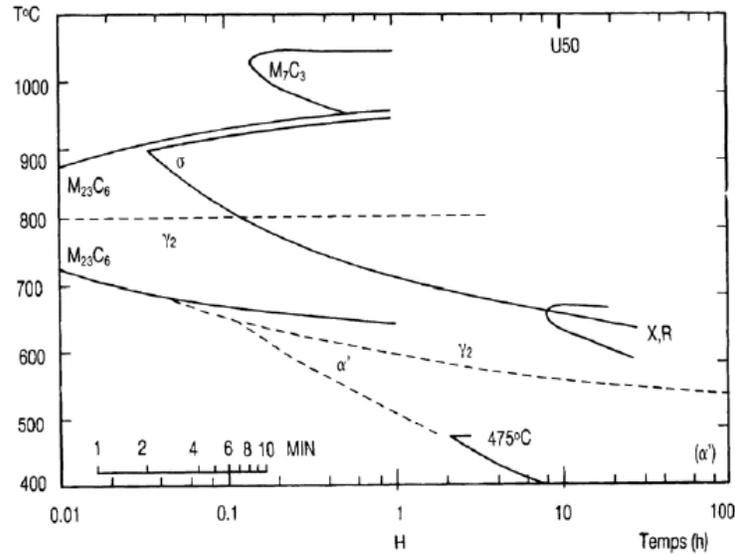


Figure I-6. Diagramme Temps-Température-Transformation d'un acier duplex X2 22-07 [Desestret 90].

i. Précipitations

Pour des températures comprises entre 600 et 1050°C, des précipités de carbures apparaissent dans les aciers inoxydables duplex. Ces précipités riches en chrome se forment préférentiellement aux joints de grains, ils peuvent donc entraîner une corrosion intergranulaire. La résistance à la corrosion de l'alliage diminue alors, car le chrome n'est plus libre dans la matrice pour assurer son rôle protecteur [Desestret 90].

ii. Phases intermétalliques

Pour des températures comprises entre 600 et 1000°C, suivant la composition de l'alliage et le traitement thermique, différents composés intermétalliques peuvent apparaître dans la phase ferritique, notamment la phase σ . Cette transformation en phase σ , de caractère fragile, provoque une chute de la résilience à température ambiante, de la dureté et de la résistance à la corrosion [Desestret 90].

iii. Démixtion $\alpha \rightarrow \alpha'$

Lors de maintiens à des températures inférieures à 600°C, la phase ferritique se décompose en une phase α riche en fer, et une autre phase α' riche en chrome. Cette transformation localisée est appelée *démixtion* ; elle provoque une fragilisation de la ferrite et donc du matériau duplex. Dans la phase α' , la teneur locale en chrome peut atteindre 80 %, s'accompagnant d'un durcissement important de la ferrite

[Desestret 90]. Cette transformation se produit par deux mécanismes différents, en fonction de la température et de la composition de la ferrite :

- par décomposition spinodale pour des températures comprises entre 280 et 475 °C
- par germination et croissance pour des températures voisines de 500 °C [Desestret 90].

La décomposition spinodale est une transformation homogène qui se fait sans apport d'énergie. Ce processus est dû à la présence d'une lacune de miscibilité sur la courbe d'énergie libre [Desestret 90]. La décomposition spinodale conduit à des augmentations de la dureté, de la limite d'élasticité et de la résistance à rupture, mais à des réductions de la ductilité et de la ténacité [Le Roux 99], [Nyström 96]. Le maximum de la décomposition spinodale est observé lors d'un maintien à 475°C.

Les effets de la fragilisation à 475°C sur le comportement des aciers inoxydables duplex ont fait l'objet de plusieurs d'études du comportement en fatigue plastique oligocyclique à température ambiante [Le Roux 99], [Calonne 01], [Nyström 96], [Llanes 96]. Aux faibles amplitude de déformation ($\Delta\varepsilon_p/2 < 10^{-4}$), le vieillissement à 475°C n'a aucune influence sur le comportement en fatigue des aciers duplex [Llanes 96]. En revanche, pour des niveaux de déformation plus importants, le vieillissement entraîne une augmentation du taux d'écrouissage cyclique et une diminution de la durée de vie [Llanes 96], [Nyström 96]. Nyström et al. [Nyström 96] montrent que la fragilisation à 475°C n'a aucun effet sur la nature des sites d'amorçage des microfissures en fatigue plastique, celles-ci apparaissant toujours dans la phase ferritique [Nyström 96]. En revanche, ils ont observé que leur nombre est plus important pour l'acier duplex vieilli thermiquement par maintien à 475°C pendant 100 h.

I.2. Le matériau duplex étudié

I.2.1. Caractérisation microstructurale

I.2.1.1. Composition, élaboration et microstructure

Le matériau étudié est un acier inoxydable austéno-ferritique, de désignation X2 CrNiMo 25-07, allié à l'azote (0.17% pds). Sa composition chimique est donnée dans le Tableau I-4. Des analyses RX en composition effectuées par spectrométrie X - EDS permettent de déterminer la composition dans chacune des phases et en moyenne dans l'acier (Tableau I-5). L'acier est fourni par Aubert et Duval sous forme de barreau forgé de diamètre 74 mm. Après le forgeage, le matériau subit une hypertrempe par maintien à une température de 1050°C pendant une heure, suivi d'une trempe à l'eau.

| C | Cr | Ni | Mo | Mn | Si | N | Cu | P | S | Fe |
|-------|-------|------|------|------|------|------|------|-------|--------|--------|
| 0,024 | 24,68 | 6,54 | 2,84 | 0,79 | 0,62 | 0,17 | 0,07 | 0,021 | <0,003 | Compl. |

Tableau I-4. Composition chimique de l'acier inoxydable duplex étudié (en % pds).

| | Cr | Ni | Mo | Fe |
|-----------|-------|------|------|-------|
| Ferrite | 27,51 | 5,18 | 2,66 | 62,87 |
| Austénite | 23,78 | 7,90 | 2,13 | 64,41 |
| Duplex | 26,32 | 5,99 | 2,46 | 63,85 |

Tableau I-5. Compositions chimiques des deux phases de l'acier inoxydable duplex étudié, déterminées par analyse RX - EDS (en % pds).

La microstructure de l'acier étudié, observée au microscope optique dans les directions longitudinale et transversale, est donnée à la Figure I-7. Cette microstructure semble être isotrope transverse, au moins morphologiquement. La phase austénitique (phase γ , en gris clair) occupe environ 40 % du volume et la phase ferritique (phase α , en gris foncé) environ 60 % du volume.

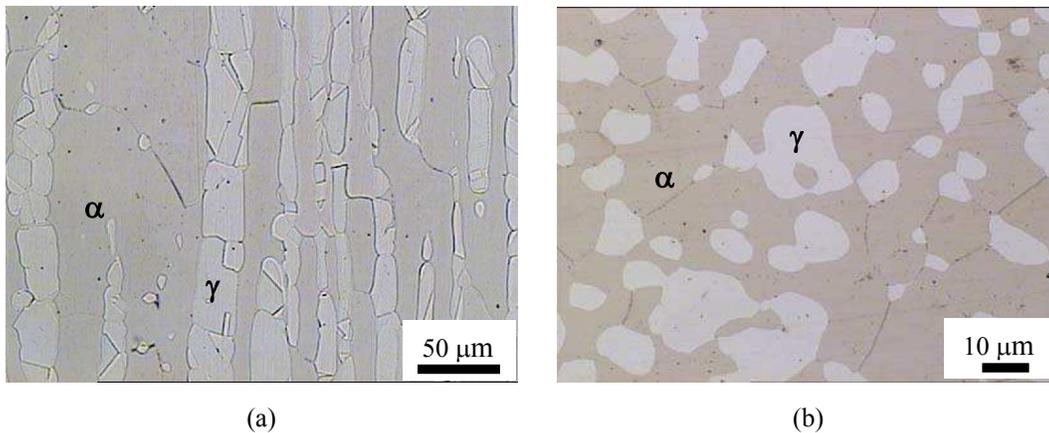


Figure I-7. Microstructure de l'acier inoxydable duplex observée au microscope optique, coupe longitudinale (a), coupe transversale (b) de la barre.

Des analyses EBSD (pour Electron Back Scattered Diffraction) (Figure I-8) (technique qui sera détaillée plus tard, au **Chapitre III**) ont permis de caractériser plus précisément la microstructure de l'acier duplex étudié. La Figure I-8a présente la répartition des deux phases (l'austénite en orange et la ferrite en vert). Dans chaque phase, on distingue les joints de grains et des joints de macles de recuit. La

Figure I-8b présente les orientations des grains austénitiques et des grains ferritiques par rapport à l'axe normal à la surface. La Figure I-8c et la Figure I-8d présentent les répartitions des tailles des grains austénitiques et ferritiques respectivement

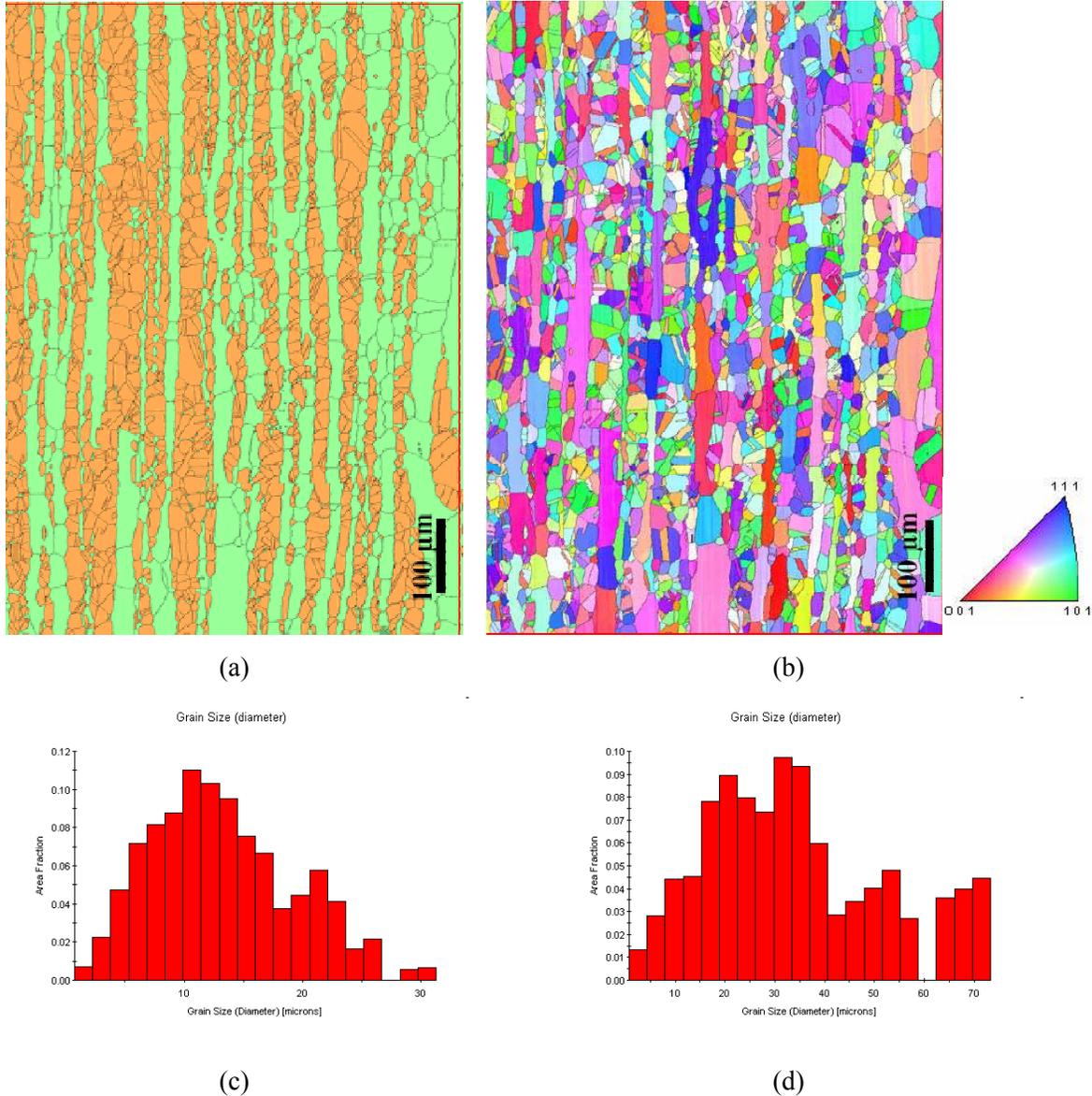


Figure I-8. Analyse EBSD pratiquée sur l'acier inoxydable duplex : répartition des deux phases (ferrite en vert, austénite en orange) (a), cartographie des orientations cristallines repérées par rapport à l'axe normal à la surface (b), distribution des tailles des grains austénitiques (c) et ferritiques (d).

Les mesures confirment que la phase ferritique est prédominante, entre 55 et 60% vol. selon les zones analysées. Les îlots d'austénite, d'une longueur pouvant atteindre 500 μm dans le sens de forgeage, sont

constitués de grains dont la taille moyenne est de $10\ \mu\text{m}$, avec une plage allant $2\ \mu\text{m}$ à $30\ \mu\text{m}$. Les grains ferritiques sont allongés dans le sens du forgeage (sens longitudinal). Ces grains ont une taille moyenne de $30\ \mu\text{m}$ dans le sens longitudinal et $10\ \mu\text{m}$ dans le sens transverse.

I.2.1.2. Texture cristallographique

Le matériau étudié présente clairement une texture morphologique, due au procédé de forgeage, de caractère isotrope transverse dans le plan normal à l'axe de la barre. Afin de mettre en évidence une éventuelle texture cristallographique ou une hétérogénéité de texture cristallographique (écart à l'axisymétrie ou gradient radial) au sein de la barre forgée, différents prélèvements ont été réalisés et analysés par diffraction des rayons X. Trois échantillons parallélépipédiques de dimensions $(L \times l \times h) = (18 \times 18 \times 10)\ \text{mm}^3$ ont été prélevés au centre de la barre (point O), et à mi-rayon du barreau, où seront prélevées les éprouvettes (points B et C) (Figure I-9). Les échantillons ont été polis mécaniquement à la pâte diamantée jusqu'à la granulométrie $1\ \mu\text{m}$.

Les échantillons sont montés sur un goniomètre automatisé 4 cercles D500 *Bruker AXS*. L'analyseur se caractérise par un rayonnement $\text{Cu K}\alpha$, une tension d'accélération de 35 kV et une intensité de 35 mA. Les mesures ont été faites relativement aux plans (110), (200), (211) pour la structure cubique centrée de la phase ferritique et relativement aux plans (111), (200), (220), (311) pour la structure cubique à faces centrées de la phase austénitique.

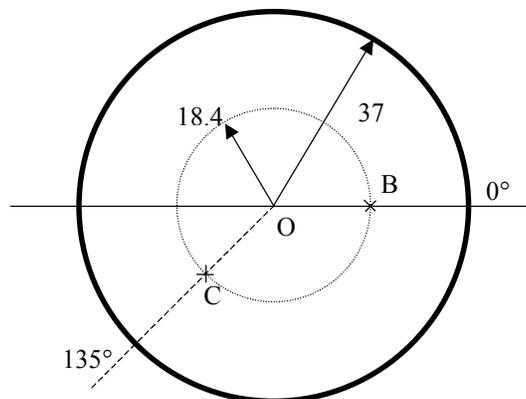


Figure I-9. Points de prélèvement des échantillons pour les mesures de texture.

Les figures de pôles (FdP) sont reconstruites à partir des fonctions de distribution des orientations cristallines (FDOC) de la phase ferritique (Figure I-10a.) et de la phase austénitique (Figure I-10b) sur

l'échantillon prélevé en C. Pour tous les échantillons, la direction axiale (DA), normale à la face (18x18) mm² impactée par les rayons X, est au centre de chaque FdP. La périphérie des FdP correspond à la Direction Radiale (RD) de révolution du barreau, avec une référence axiale (Reference Axis) correspondant aux directions 0° (resp. 135°) des échantillons prélevés en O et B (resp. C).

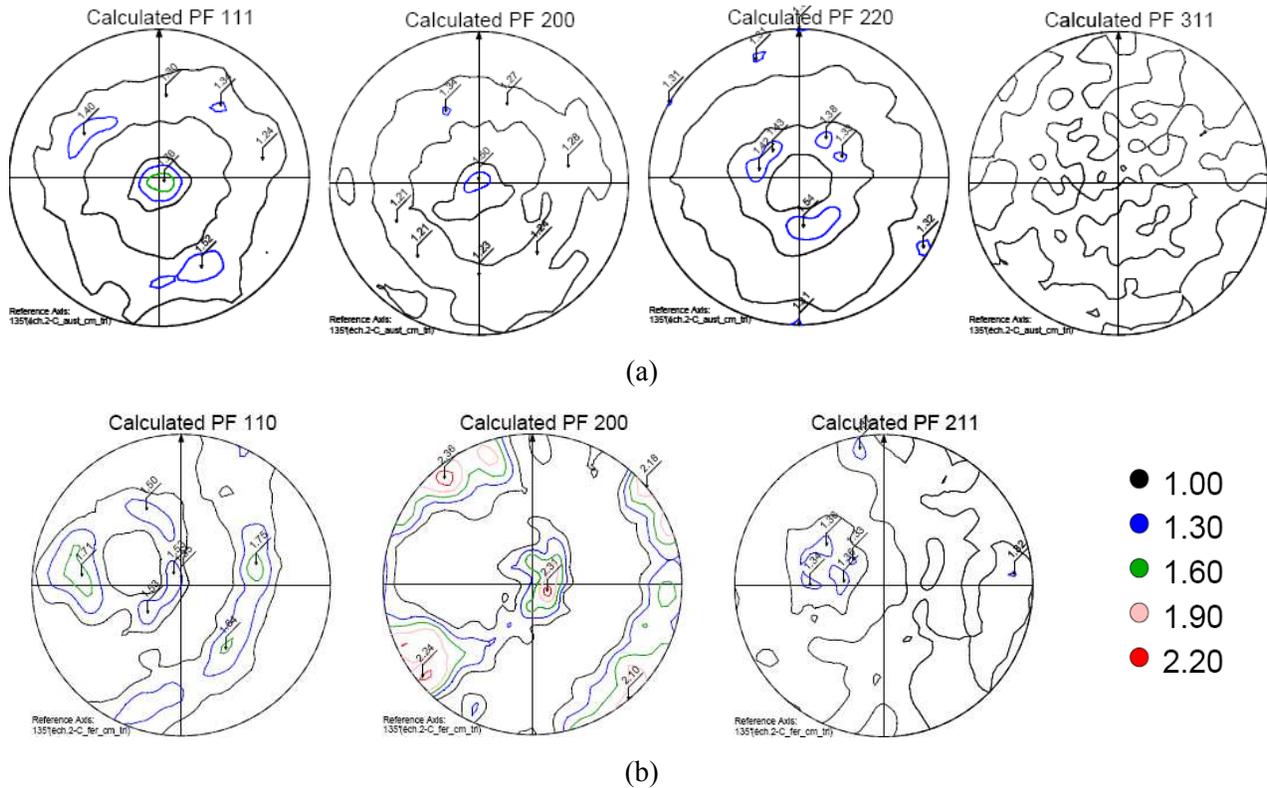


Figure I-10. Figures de pôles obtenues par diffraction des RX sur une section transversale, reconstruites à partir des FDOC : diffraction selon les plans (111), (200), (220), (311) de la phase austénitique (a), diffraction selon les plans (110), (200), (211) de la phase ferritique (b).

Il apparaît que la phase austénitique ne présente pas de texture cristallographie marquée (Figure I-10a). En revanche, la phase ferritique est très légèrement texturée, avec une texture de type $\langle 200 \rangle$ parallèle à la direction axiale (DA) et une seconde direction $\langle 200 \rangle$ à $\sim 45^\circ$ de la direction radiale (DR) (Figure I-10b). Pour cette phase α , d'après les figures de pôles (200) des trois échantillons, l'acuité de la texture des échantillons à demi-rayon est légèrement plus faible que celle de l'échantillon pris au centre de la barre. Cette différence s'explique par la cinétique de refroidissement, plus lente au centre de la barre.

I.2.2. Caractérisation mécanique

On rappelle ici les caractéristiques mécaniques en traction monotone et en fatigue de l'acier étudié, obtenues au sein du laboratoire par V. Aubin [Aubin 01].

I.2.2.1. Propriétés en traction monotone

La Figure I-11 présente l'évolution de la contrainte vraie en fonction de la déformation vraie sans correction de striction pour l'acier inoxydable étudié. Le Tableau I-6 résume les caractéristiques mécaniques déduites de cette courbe.

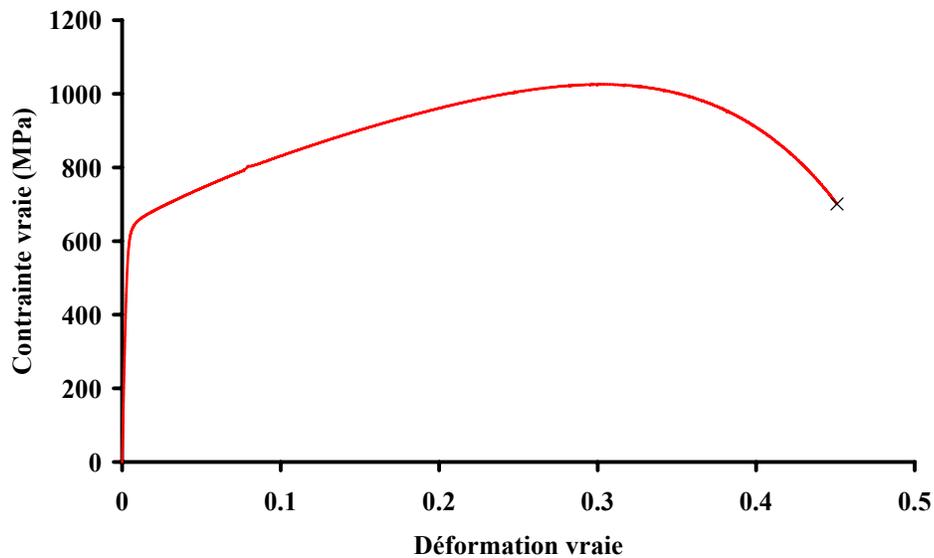


Figure I-11. Courbe de traction monotone à 20°C, à la vitesse de déformation totale de $6,6 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ [Aubin 01].

| Module d'élasticité E (GPa) | Limite d'élasticité Re à 0,02 % (MPa) | Résistance à la rupture Rm (MPa) | Allongement à rupture A% |
|--------------------------------|--|-------------------------------------|-----------------------------|
| 195 | 435 | 1025 | 45 |

Tableau I-6. Caractéristiques mécaniques en traction monotone à 20°C [Aubin 01].

Une relaxation de la contrainte de l'ordre de 50 MPa a été observée par Aubin [Aubin 01] lors des interruptions des essais, ceci montre que ce matériau est visqueux à température ambiante. Ce comportement visqueux a été confirmé lors d'un essai de traction monotone à sauts de vitesse de déformation [Aubin 01].

I.2.2.2. Propriétés en fatigue plastique oligocyclique

Rappel : qu'est ce que la fatigue ?

La fatigue est le processus d'endommagement d'un matériau ou d'une structure résultant de l'application d'une charge cyclique. Un essai de fatigue consiste à soumettre un matériau ou une structure à une sollicitation mécanique qui varie cycliquement dans le temps. La Figure I-12 schématise une courbe de Wöhler qui donne le nombre de cycles à rupture N_r en fonction de l'amplitude de contrainte.

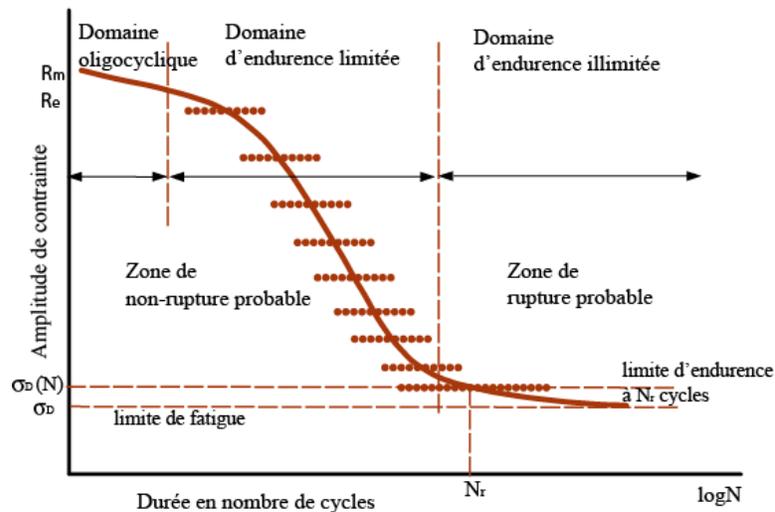


Figure I-12. Courbe de Wöhler typique.

Sur cette courbe, on distingue trois domaines : *le domaine de la fatigue plastique oligocyclique, le domaine de la fatigue polycyclique, et entre les deux, le domaine de l'endurance limitée.*

- Domaine de la fatigue polycyclique (ou fatigue à grand nombre de cycles, $N_r > 10^6$ cycles) : il s'agit du domaine où l'endommagement résulte d'une contrainte appliquée inférieure à la limite d'élasticité. Dans ce cas la déformation plastique est localisée dans quelques grains seulement. Dans de nombreux cas, on peut tracer une droite horizontale asymptotique à la courbe de Wöhler, qui détermine *la limite d'endurance* ou *la limite de fatigue*, σ_D .
- Domaine de la fatigue plastique oligocyclique : il s'agit du domaine où l'endommagement résulte d'une déformation plastique de l'ensemble des grains, se produisant à chaque cycle. La contrainte appliquée à l'éprouvette est alors supérieure à la limite d'élasticité. La rupture de l'éprouvette survient après un faible nombre de cycles ($N_r < 10^5$ cycles). Les essais de fatigue plastique oligocyclique sur éprouvette sont menés le plus souvent en déformation totale imposée ou en déformation plastique imposée.

Les matériaux soumis à la fatigue subissent un endommagement progressif qui peut conduire à leur rupture. A température ambiante, cet endommagement est causé par accumulation de la déformation plastique qui se produit le plus souvent par le glissement de défauts linéaires appelés *dislocations*. Quelques rappels sur la déformation plastique et sur ses origines seront présentés au **Chapitre III**. Notre étude se limitera au domaine de la **fatigue plastique oligocyclique (FPO)**.

Comme on vient de le dire, les essais de FPO sont généralement pilotés en déformation imposée purement alternée et on étudie alors la réponse en contrainte du matériau. On appelle courbe de durcissement/adoucissement cyclique, la courbe définissant l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles. Au cours d'un essai de fatigue plastique oligocyclique, la durée de vie des alliages métalliques, se décompose en trois phases.

Durant les premiers cycles, l'amplitude de contrainte évolue rapidement. On parle de durcissement lorsqu'elle augmente et d'adoucissement dans le cas contraire. Cette phase de durcissement - adoucissement est appelée phase d'*accommodation*, elle représente moins de 10% de la durée de vie. Cette phase est généralement suivie d'une phase pendant laquelle l'amplitude de contrainte est quasi-constante. C'est la phase de *stabilisation* dite encore phase de *saturation*, elle couvre la majeure partie de la durée de vie, soit environ de 80%. Après cette phase de saturation, l'amplitude de la contrainte chute brutalement ; cela est dû à la propagation d'une macrofissure qui conduit à la rupture de la pièce. C'est la phase de *déconsolidation* ou phase de *propagation macroscopique*. Elle couvre moins de 10% de la durée de vie. L'amorçage des fissures apparaît durant la phase de saturation, bien avant la troisième phase.

La courbe d'érouissage cyclique (CEC) représente l'amplitude de contrainte au cycle stabilisé (défini généralement à mi-durée de vie) en fonction de l'amplitude de déformation imposée. La courbe CEC est exprimée en général par une loi en puissance, $\Delta\sigma_s/2 = K'(\Delta\varepsilon_p/2)^n$, que l'on compare à la loi d'érouissage monotone $\Delta\sigma_v/2 = K(\Delta\varepsilon_{pv}/2)^n$.

La courbe de Manson-Coffin, c'est-à-dire la courbe de résistance à la fatigue plastique oligocyclique permet de relier l'amplitude de déformation plastique au nombre de cycles à rupture. Dans un diagramme bilogarithmique, les points expérimentaux s'alignent selon une droite.

On présente ci-dessous les courbes de durcissement/adoucissement cyclique, d'érouissage cyclique et de Manson-Coffin de l'acier duplex étudié, obtenues par V. Aubin [Aubin 01].

Durcissement/adoucissement cyclique

La Figure I-13 présente les courbes de durcissement/adoucissement cyclique de l'acier inoxydable duplex étudié pour diverses amplitudes de déformation totale purement alternée imposée.

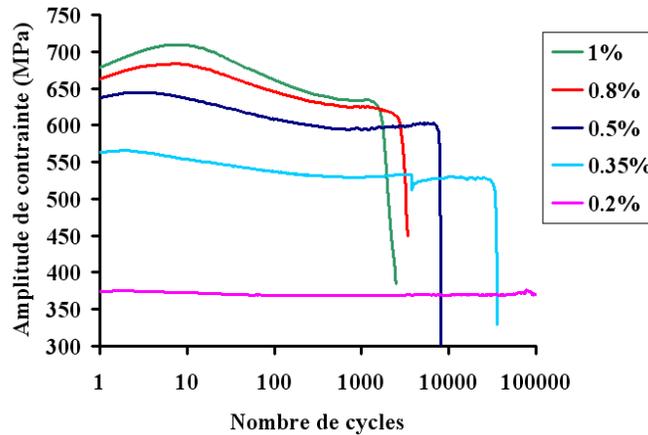


Figure I-13. Courbes de durcissement / d'adoucissement cyclique de l'acier duplex étudié [Aubin 01].

Durant les premiers cycles, entre 5 et 100 cycles selon l'amplitude de déformation appliquée, le matériau présente un durcissement cyclique. Ce durcissement est d'autant plus important que l'amplitude de déformation imposée est grande. A $\Delta\epsilon_t/2=0,2\%$ la contrainte maximale est atteinte dès le premier cycle. Ce durcissement est suivi d'un adoucissement, puis de la phase de stabilisation et enfin d'une déconsolidation.

Écrouissage cyclique

La Figure I-14 donne la courbe d'écrouissage cyclique (CEC) de l'acier duplex étudié. On associe généralement cette courbe à l'évolution des microstructures de dislocations. Les microstructures de dislocations observées dans un acier inoxydable duplex en fonction de la déformation plastique imposée seront exposées au **chapitre III**.

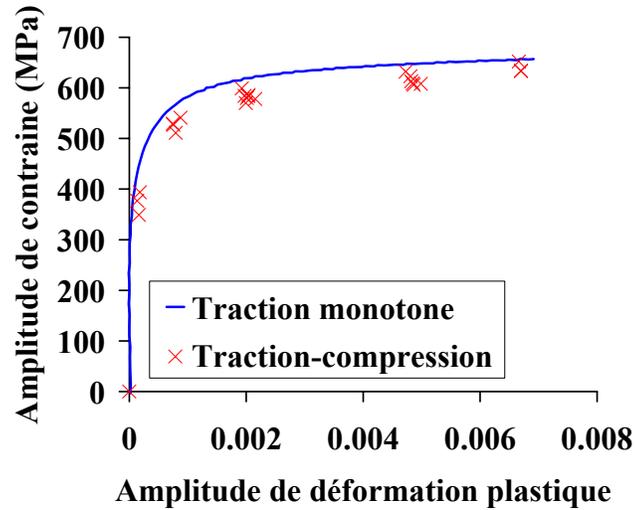


Figure I-14. Courbe d'écrouissage cyclique en traction-compression de l'acier inoxydable duplex étudié comparée à la courbe d'écrouissage monotone [Aubin 01].

L'acier inoxydable duplex étudié présente un léger adoucissement cyclique qui se traduit par une courbe d'écrouissage cyclique très légèrement en dessous de la courbe de traction monotone.

Résistance à la fatigue

La Figure I-15 présente la courbe de résistance à la FPO, en amplitudes de déformation totale, de déformation plastique et de déformation élastique. Les relations de Manson-Coffin et de Basquin déduites de ces courbes sont respectivement :

$$\frac{\Delta\varepsilon_p}{2} = 5,05N_r^{-0.86} \quad \text{Eq. I-2}$$

$$\frac{\Delta\varepsilon_e}{2} = 0,007N_r^{-0.1} \quad \text{Eq. I-3}$$

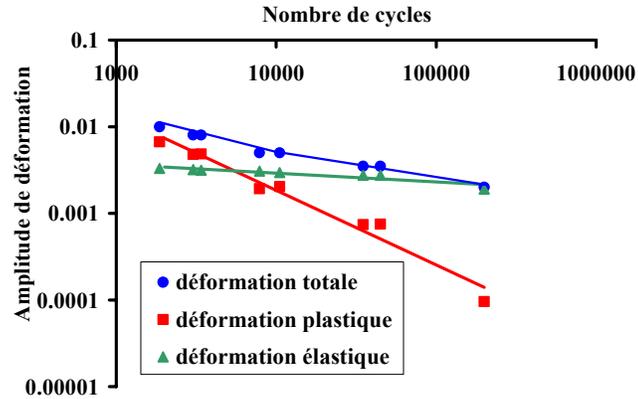


Figure I-15. Courbe de résistance à la fatigue plastique oligocyclique de l'acier inoxydable duplex étudié [Aubin 01].

L'étude expérimentale de la durée de vie des aciers inoxydables duplex en fatigue plastique a fait l'objet de plusieurs études ces 20 dernières années. Magnin *et al.* [Magnin 88a] et Moussavi [Moussavi 97] ont montré que les durées de vie de ces aciers sont comprises entre celles des aciers inoxydables austénitiques et celles des aciers ferritiques de compositions voisines de celles des phases austénitique et ferritique de l'acier duplex. Leurs durées de vie s'approchent de celles des aciers inoxydables ferritiques pour les fortes amplitudes de déformation plastique ($\Delta\epsilon_p/2 \geq 10^{-3}$) et de celles des aciers inoxydables austénitiques pour les faibles amplitudes de déformation plastique ($\Delta\epsilon_p/2 \leq 10^{-3}$) (Figure I-16). De plus la durée de vie des aciers inoxydables duplex augmente avec l'ajout d'azote interstitiel [Seddouki 1994].

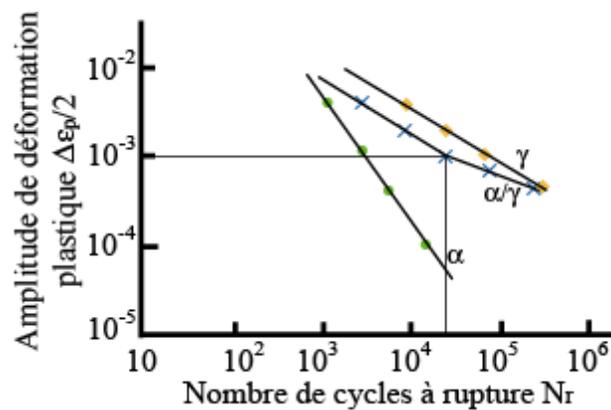


Figure I-16. Courbes de résistance à la FPO des aciers inoxydables ferritique, duplex et austénitique [Magnin 88a].

I.3. Méthodologie expérimentale en fatigue adoptée

Après ce rapide résumé des résultats de la littérature sur le comportement macroscopique et la durée de vie des aciers inoxydables duplex, nous exposerons ci-dessus la méthodologie expérimentale adoptée dans le présent travail. Le but de ce travail est d'identifier les micromécanismes d'endommagement en fatigue plastique oligocyclique de l'acier inoxydable duplex à l'échelle de la microstructure, par des observations in situ en cours d'essai et des analyses de l'activité plastique, des microamorçages et des micropropagations, à l'aide d'une technique de corrélation d'images numériques.

I.3.1. Moyens expérimentaux

I.3.1.1. Machine d'essai

La Figure I-17 présente la machine d'essai uniaxiale utilisée. Il s'agit d'une machine servo-hydraulique INSTRON de type 8501. Elle est équipée d'une cellule de charge de capacité ± 100 kN. Le mouvement du vérin peut être asservi en déplacement, en charge ou en déformation. Le pilotage et l'acquisition des données se font à l'aide de programmes développés au laboratoire sous le logiciel Labview [Aubin 01]. Les essais de fatigue sont menés à température ambiante (20°C) et sous air. Ils sont de traction/compression, pilotés en déformation totale imposée purement alternée contrôlée par un extensomètre à lames et jauges de déformation INSTRON, de longueur de base 10 mm et de capacité ± 10 %. La mesure du déplacement longitudinal du vérin se fait à l'aide d'un capteur LVDT de capacité ± 75 mm. La force et la déformation sont enregistrées simultanément au cours du cyclage.



Figure I-17. Machine d'essai de fatigue uniaxiale.

I.3.1.2. Eprouvettes

Les éprouvettes d'essai sont cylindriques de révolution à têtes lisses. Leur partie utile possède un diamètre de 10 mm et une longueur de 32 mm (Figure I-18a et b). Des mesures de dureté Hv effectuées dans une section de la barre ont montré que la dureté reste constante dans la partie centrale de la barre de diamètre 60 mm [Aubin 01]. Les éprouvettes sont prélevées longitudinalement à demi rayon de la barre, à raison de quatre éprouvettes par section (Figure I-18c).

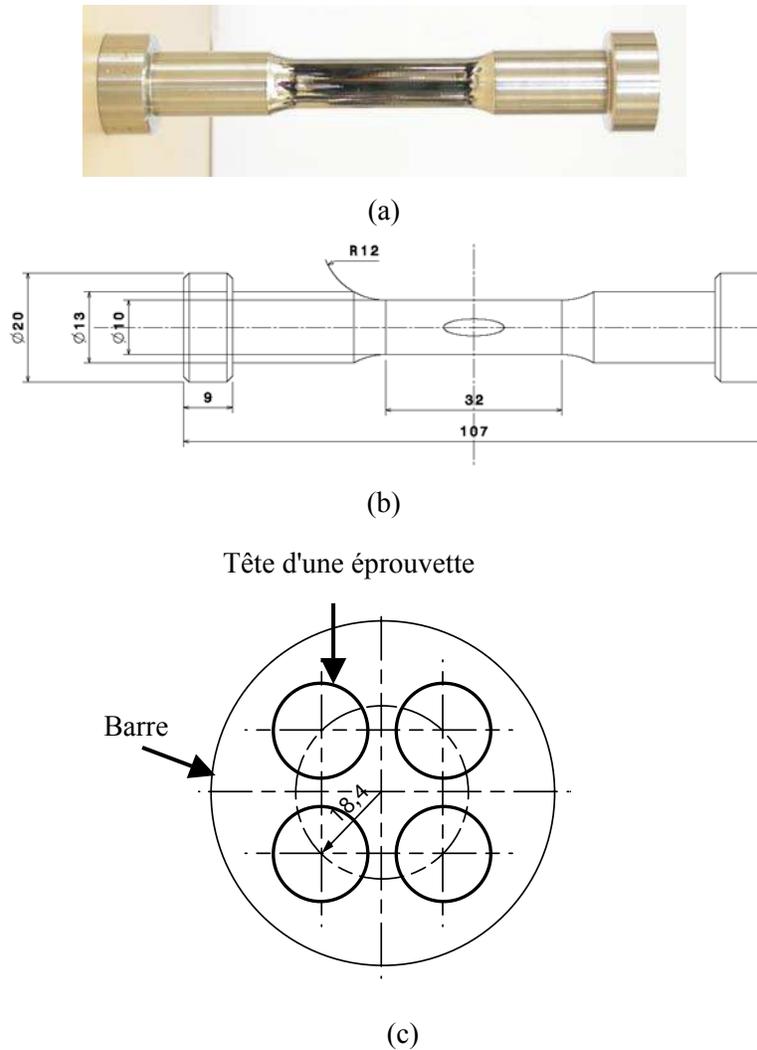


Figure I-18. Photographie (a) et dessin (b) de l'éprouvette d'essai, localisation des prélèvements des éprouvettes de traction/compression dans la barre (c).

I.3.1.3. Géométrie de l'entaille

L'objectif du travail est d'identifier et de comprendre les micromécanismes d'endommagement en fatigue plastique. Pour cela, des observations de surface à l'échelle de la microstructure ont été effectuées régulièrement durant des essais de fatigue sur des éprouvettes cylindriques standard. La zone observée doit contenir suffisamment de grains de chacune des deux phases afin de s'approcher d'un volume élémentaire représentatif (VER). Autrement dit la zone observée doit être suffisamment petite pour révéler les endommagements à l'échelle de la microstructure, et suffisamment grande pour être représentative du comportement macroscopique.

La zone observée est de l'ordre de $100 \times 100 \mu\text{m}^2$. Or sur une éprouvette cylindrique de fatigue, l'endommagement apparaît de manière diffuse sur l'ensemble de la surface latérale de la partie utile, or il est difficile de faire des observations de toute la partie utile à l'échelle de la microstructure. Il est nécessaire que les micromécanismes d'endommagement apparaissent préférentiellement dans la zone observable. Pour cela, il est nécessaire que l'éprouvette présente une légère concentration de la contrainte et de la déformation dans la zone observée.

Une entaille cylindrique douce de grand rayon et de faible profondeur a donc été usinée au centre de la partie utile de l'éprouvette (Figure I-19a). Cette entaille permet de créer une légère concentration des contraintes et des déformations, favorisant l'amorçage des microfissures dans cette zone. Toutefois, la concentration de contrainte et de déformation doit être suffisamment faible pour que l'endommagement observé et le comportement restent représentatifs de ceux du VER. Polák [Polák 99] [Polák 05a] a effectué des observations similaires de l'endommagement de surface par fatigue sur des éprouvettes possédant une partie utile de diamètre 8 mm, entaillée localement avec une entaille cylindrique de rayon 30 mm et de profondeur 0.4 mm, avec de bons résultats. Cette géométrie d'éprouvette entaillée donnait un facteur de concentration de contrainte en fond d'entaille $K_t = 1.14$. Nous avons choisi une géométrie correspond à un facteur de concentration de contrainte proche de cette valeur.

Le facteur de concentration de contrainte en traction K_t , est défini en élasticité linéaire par :

$$K_t = \frac{\sigma_{\max}}{\sigma_{\text{nom}}} \quad \text{Eq. I-4}$$

où σ_{\max} est la contrainte axiale réelle maximale en fond d'entaille et σ_{nom} est la contrainte axiale de traction nominale, ou moyenne des contraintes normales calculées par éléments finis dans la section à fond d'entaille.

Des simulations par éléments finis ont été effectuées sur notre géométrie d'éprouvette en faisant varier le rayon de l'entaille ρ pour trois profondeurs d'entaille différentes. Pour ces simulations, seule la moitié supérieure de la partie utile de l'éprouvette a été modélisée (Figure I-19a et Figure I-19b) compte tenu de la symétrie par rapport au plan normal moyen de l'éprouvette.

Les conditions aux limites adoptées sont :

- Sur la surface supérieure S de la partie utile de l'éprouvette, une contrainte uniforme, par exemple, $\Sigma=200$ MPa.
- Sur la surface inférieure (qui appartient au plan de symétrie de l'éprouvette), on suppose une symétrie de chargement par rapport au plan (x_1, x_3) , c'est-à-dire que les déplacements suivant l'axe \vec{x}_2 et les rotations autour des axes \vec{x}_1 et \vec{x}_3 sont bloquées.
- Le comportement du matériau est supposé élastique linéaire et isotrope.

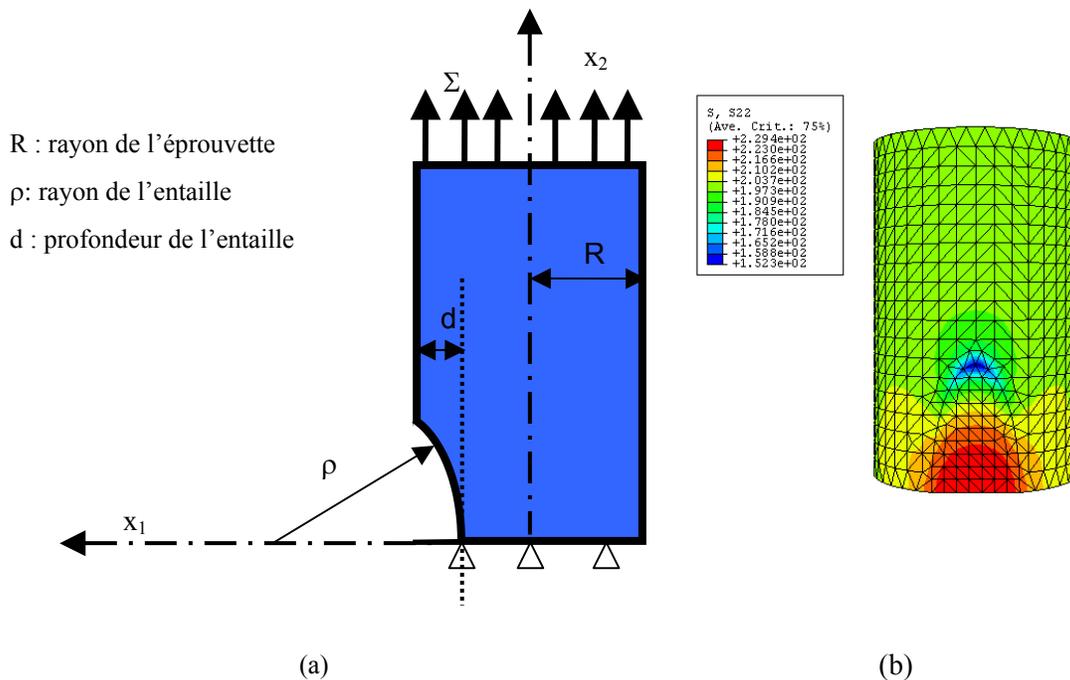


Figure I-19. Géométrie de l'entaille et conditions aux limites (a), distribution des contraintes normales σ_{22} pour une entaille de rayon $\rho=40$ mm et de profondeur $d=0.4$ mm, $\Sigma=200$ MPa (b).

La Figure I-20 présente les résultats en termes de facteur de concentration de contrainte en fond d'entaille, en fonction du rayon de l'entaille, pour différentes profondeurs d'entaille.

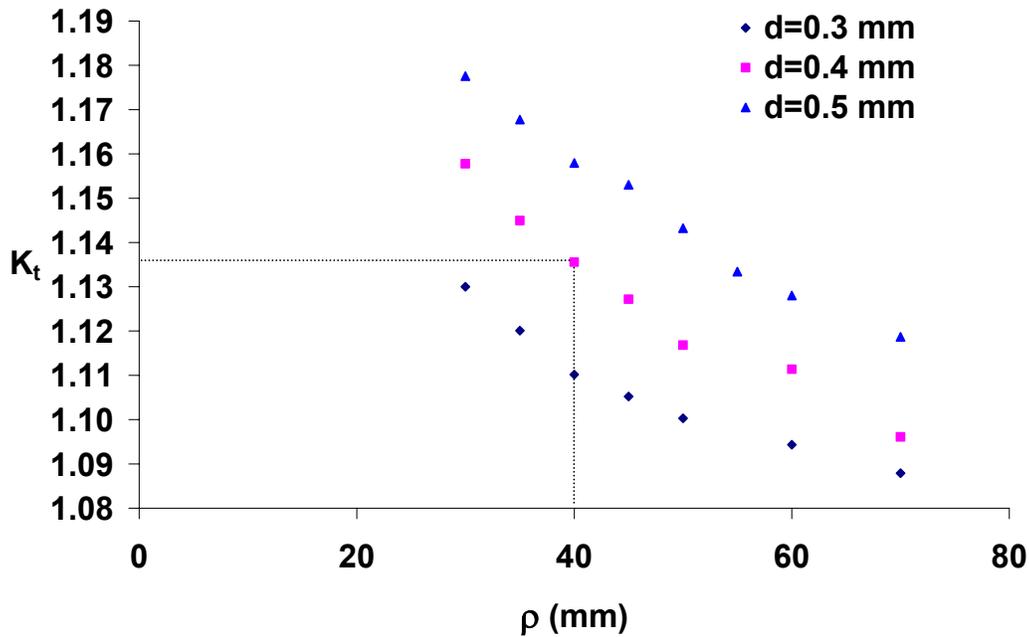


Figure I-20. Facteurs de concentration de contrainte K_t calculés par éléments finis pour différentes géométries d'entaille.

Pour espérer obtenir des résultats similaires à ceux de Polák, à savoir une localisation de la déformation suffisante et un endommagement représentatif de celui d'un VER, nous avons choisi d'entailler les éprouvettes d'essai d'une entaille cylindrique de rayon $\rho=40$ mm et de profondeur $d=0.4$ mm, ce qui donne un facteur de concentration de contrainte $K_t = 1,135$.

La Figure I-21 montre la variation du rapport de la contrainte normale σ_{22} à la contrainte nominale le long du rayon de l'éprouvette, en fond d'entaille. $x_1 = 0$ est au fond de l'entaille, là où ce rapport vaut 1,135. Sur l'axe de l'éprouvette, le rapport des contraintes est égal à 1 et diamétralement opposé à l'entaille, la contrainte est légèrement inférieure à la contrainte macroscopique, avec un rapport égal à 0,96. En conclusion, le champ de contrainte est perturbé autour de l'entaille, mais les contraintes restent homogènes et proches de la contrainte macroscopique appliquée loin de l'entaille. Cette entaille est donc très douce.

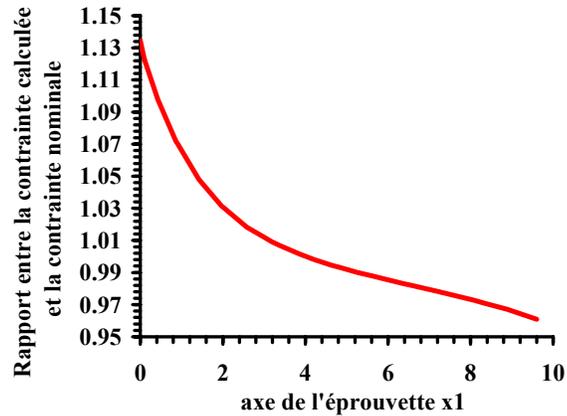


Figure I-21. Variation de la contrainte le long du diamètre perpendiculaire en fond d'entaille.

Préparation des éprouvettes

Après usinage, les éprouvettes sont tout d'abord polies mécaniquement sur la partie utile, puis entaillées par fraisage. L'entaille est ensuite polie longitudinalement, manuellement, puis attaquée électrochimiquement.

i Polissage

Les éprouvettes sont polies mécaniquement afin de supprimer toute irrégularité de surface pouvant entraîner un amorçage préférentiel de microfissures. Le polissage est effectué avec une machine de polissage (Figure I-22a) conçue à l'Ecole Centrale de Lille dans le cadre d'un projet ingénieur. Un brevet (n° 2685481) a été déposé pour cette conception. Le polissage se fait à l'aide d'une petite perceuse sur laquelle sont montées des meules abrasives fabriquées à partir d'un mélange de poudre abrasive de carbure de silicium et de résine. L'éprouvette est maintenue par ses têtes. Un moteur entraîne l'éprouvette en rotation à une vitesse constante réglable. Un second moteur permet un mouvement de translation de l'éprouvette suivant l'axe de l'éprouvette et enfin la mini perceuse polit la surface utile de l'éprouvette suivant un trajet hélicoïdal. Deux granulométries de poudre de silicium (600, 1000) sont utilisées, puis quatre granulométries (9, 6, 3 et 1 μm) de pâte diamantée déposée sur feutres. On effectue un nettoyage aux ultra-sons entre deux granulométries. La durée moyenne de polissage à chaque grade est d'environ 10 minutes. Ce polissage permet d'atteindre un état miroir de la partie utile et de la zone entaillée (Figure I-22b).

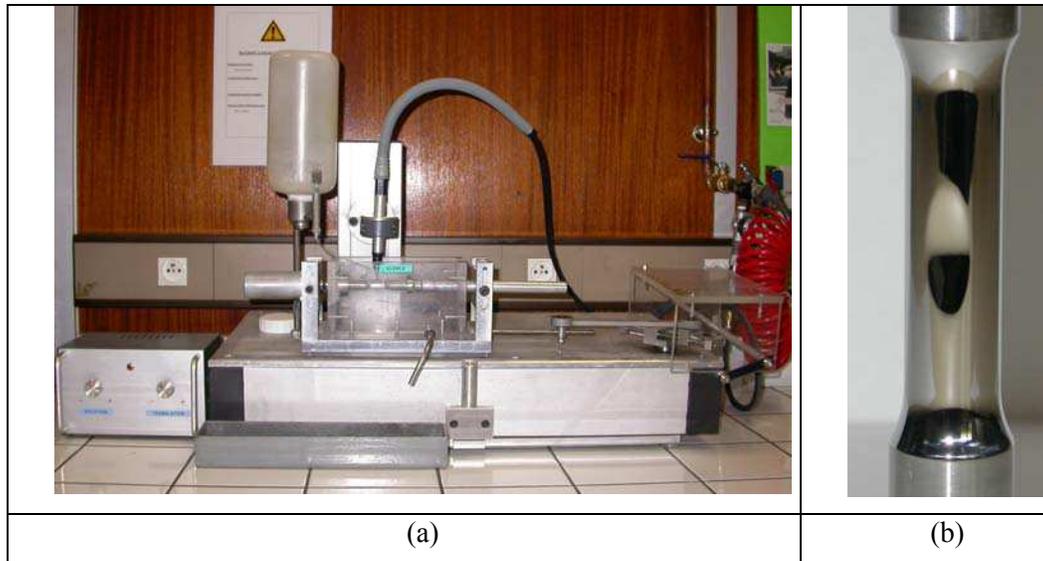


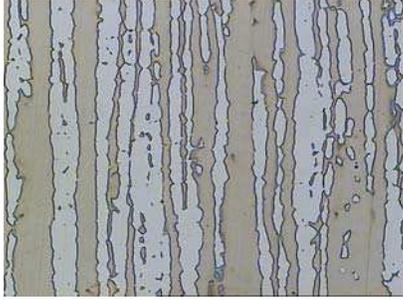
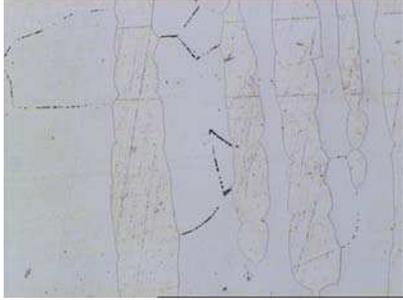
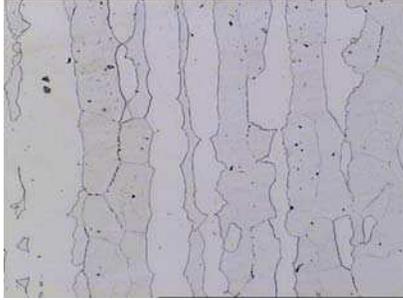
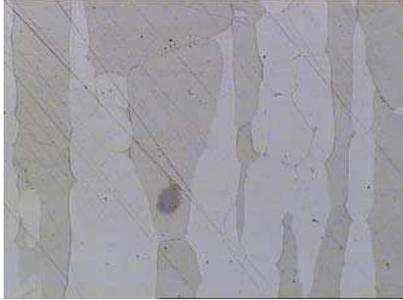
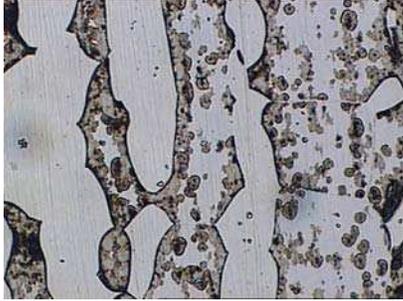
Figure I-22. Polisseuse (a), éprouvette entaillée et polie (b)

ii Attaque

L'attaque permet de révéler la microstructure du matériau, à savoir les deux phases (α , γ) et le maximum de joints de grains de chaque phase, afin de corréler l'évolution des endommagements à la microstructure. Cette attaque doit aussi permettre d'obtenir une texture de surface (répartition des niveaux de gris) aléatoire, nécessaire à la technique de corrélation d'images numériques.

Diverses attaques chimiques, électrochimiques, ou combinées ont été testées sur l'acier inoxydable duplex. La Figure I-23 présente les principaux réactifs testés sur le matériau. Les micrographies optiques associées aux diverses attaques sont montrées sur la même figure. La dernière attaque présentée est celle finalement adoptée.

Les attaques a et b sont chimiques. Les échantillons sont plongés dans le bain pendant un temps t . Les attaques c à f sont électrochimiques, les échantillons, plongés dans l'électrolyte, sont parcourus par un courant I avec une densité de courant j (mA/cm^2) durant un temps t .

| Composition du réactif | Micrographies optiques |
|---|--|
| <p>Murakami :</p> <p>30 g de ferricyanure de potassium $\text{Fe}(\text{CN})_6$</p> <p>30 g d'hydroxyde de potassium OHK</p> <p>60 ml d'eau</p> <p>50s</p> <p>température ambiante</p> |  |
| <p>5g chlorure ferrique</p> <p>50 ml acide chlorhydrique</p> <p>100 ml d'eau</p> <p>25s</p> <p>température ambiante</p> |  |
| <p>50% vol. acide chlorhydrique</p> <p>50% vol. d'eau</p> <p>20 s</p> <p>$j=30 \text{ mA/cm}^2$</p> <p>($T=28^\circ\text{C}$, température de la solution)</p> |  |
| <p>5 g acide oxalique</p> <p>100 ml d'eau</p> <p>60s</p> <p>$j=30 \text{ mA/cm}^2$</p> <p>température ambiante</p> |  |
| <p>500 ml alcool éthylique</p> <p>25 ml acide perchlorique (HClO_4)</p> <p>7,5 ml acide nitrique</p> <p>30 s</p> <p>$j=30 \text{ mA/cm}^2$</p> <p>température ambiante</p> |  |

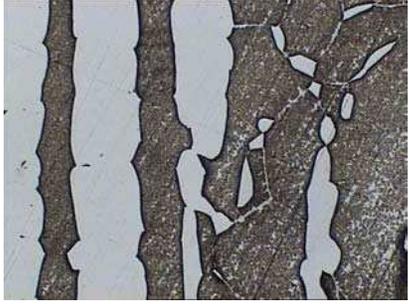
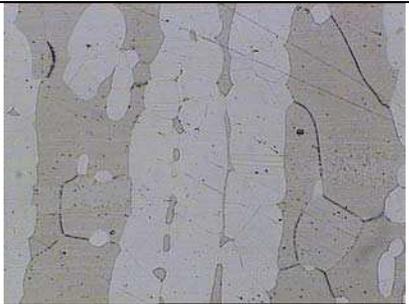
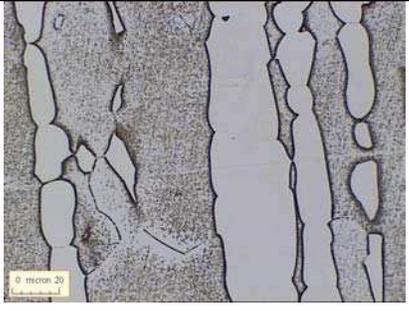
| | |
|---|--|
| <p>90 ml éther monobutylique 10 ml acide perchlorique 5 ml acide nitrique 40 s $j=10 \text{ mA/cm}^2$ température ambiante</p> |  |
| <p>100 ml ether monobutylique 10 ml acide perchlorique 50 ml acide nitrique 45s $j=30 \text{ mA/cm}^2$ température ambiante</p> |  |
| <p>50 ml chlorure de fer (chlorure ferrique) 50 ml acide chlorhydrique 100 ml d'eau 15 s température ambiante</p> |  |
| <p><u>Solution choisie :</u> 50% vol. acide nitrique 50% vol. d'eau 40 s $j=30 \text{ mA/cm}^2$ température ambiante</p> |  |

Figure I-23. Réactifs testés sur l'acier inoxydable et micrographies optiques associées.

Aucune des attaques testées ne révèle parfaitement à la fois les joints de phases et les joints de grains dans les deux phases sans endommager le matériau. Beaucoup d'entre elles ne révèlent que les joints de phases. Les joints de grains austénitiques sont très difficiles à révéler.

L'attaque qui répond le mieux simultanément aux deux objectifs ((i) révéler le maximum de joints de grains et de phases ; (ii) donner une texture de type mouchetis d'image suffisamment aléatoire) est l'attaque électrochimique dans une solution aqueuse d'acide nitrique. Les éprouvettes ont été alors

attaquées électrochimiquement dans une solution aqueuse d'acide nitrique dilué à 50 %, avec une densité de courant de 30 mA/cm² durant un temps compris entre 40 et 50 s. Si le temps d'attaque est trop long, les joints ferritiques sont trop attaqués et risquent de constituer des sites préférentiels d'amorçage.

1.3.1.4. Paramètres et description des essais

Deux essais de fatigue plastique ont été réalisés, pilotés à déformation totale imposée avec un signal imposé triangulaire purement alterné ($R_\epsilon = -1$ ou $\epsilon_m = 0$) avec une amplitude de déformation totale de 5.10^{-3} et une vitesse de déformation totale de 10^{-3} s^{-1} .

Description du premier essai (essai 1)

Pour l'essai 1, une zone de 3 x 3 images, avec recouvrement, est choisie au centre de l'entaille et a été régulièrement photographiée au cours du cyclage. La zone observée représente une surface d'environ $300 \times 250 \mu\text{m}^2$. Après un certain nombre de cycles, le cyclage est interrompu à déformation maximale (**Figure I-24**) afin de mieux visualiser l'ouverture éventuelle de microfissures dès leur apparition. Des photographies de la zone considérée ont été prises avant l'essai et lors d'arrêts successifs, soit aux cycles 0 (avant essai), $\frac{1}{4}$ (après une traction monotone jusqu'à une déformation totale de 0,5%), $1 + \frac{1}{4}$, $10 \frac{1}{4}$, $50 \frac{1}{4}$, $100 \frac{1}{4}$, $300 \frac{1}{4}$, $500 \frac{1}{4}$, $650 \frac{1}{4}$, $651 \frac{1}{4}$, $1000 \frac{1}{4}$, $1100 \frac{1}{4}$, $1200 \frac{1}{4}$, $1450 \frac{1}{4}$, $1600 \frac{1}{4}$, $1650 \frac{1}{4}$ cycles et après rupture, celle-ci s'étant produite au cycle 1693. La mise au point et les prises d'image demandant un certain temps, l'essai s'est effectué sur deux jours avec une décharge de l'éprouvette pendant la nuit, au cycle 650. Le lendemain, après avoir rechargé l'éprouvette jusqu'à 0,5% de déformation totale, l'essai a été poursuivi jusqu'à rupture. La rupture de l'éprouvette est apparue après 1693 cycles, suite à la propagation d'une macro-fissure située en dehors des couteaux de l'extensomètre, donc en dehors de l'entaille.

Description du second essai (essai 2)

Pour l'essai 2, la zone choisie au centre de l'entaille et photographiée au cours du cyclage correspond à une surface de 6 x 5 images avec recouvrement. Cette surface représente environ $500 \times 400 \mu\text{m}^2$. De part le caractère visqueux du matériau et le temps de maintien important lors des prises d'images, une relaxation importante à chaque arrêt était observée lors du premier essai. C'est pourquoi, pour le second essai, les observations sont effectuées à déformation totale nulle. En fatigue plastique, quand la déformation est nulle, la contrainte ne l'est pas (**Figure I-24**). Pour le niveau de déformation appliqué ($\Delta\epsilon_t/2 = 0,5\%$), le niveau de contrainte à déformation nulle est suffisant ($\approx 300 \text{ MPa}$) pour visualiser

l'ouverture des fissures, mais la relaxation est plus faible que lors des arrêts à déformation totale maximale.

Des photographies de la zone considérée à fond d'entaille sont prises aux cycles 0 (avant essai), $\frac{1}{4}$ (après une traction monotone jusqu'à une déformation totale de 0,5%), $\frac{3}{4}$ (après une compression de 0,5%), 1, 4, 20, 50, 100, 200, 350, 500, 750, 1000, 1250, 1400, 1500, 1600, 1600 $\frac{1}{4}$, 1750, 1900, 2000, 2000 $\frac{1}{4}$, 2200, 2300 et 2300 à charge nulle (fin de l'essai). L'essai a été interrompu après 2300 cycles pour ne pas avoir de rupture totale de l'éprouvette due à la propagation d'une fissure macroscopique (à savoir de quelques millimètres de profondeur). L'essai s'est déroulé sur une semaine.

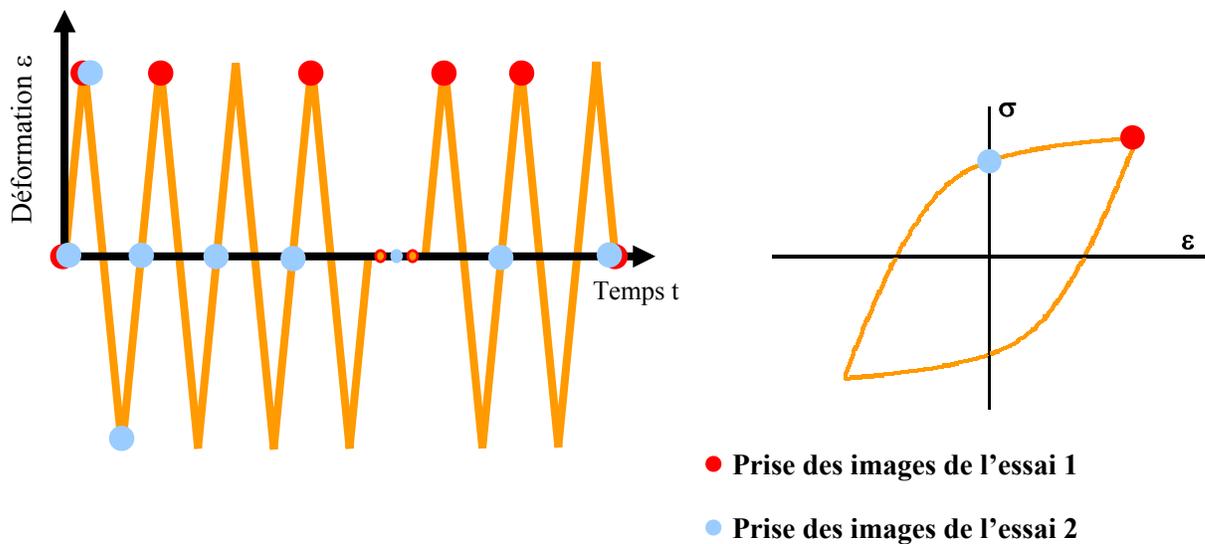


Figure I-24. Schéma illustrant les instants de prises des images durant le cyclage.

Comparaison des courbes de durcissement/adoucissement cyclique

La Figure I-25 présente les courbes de durcissement/adoucissement cyclique obtenues pour les essais de fatigue plastique à amplitude de déformation totale imposée $\Delta\varepsilon_t/2= 0,5\%$. Nous avons reporté l'évolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles pour les essais 1 et 2, présentés précédemment. Un troisième essai (essai 3) a été effectué sans observation et sans arrêt. Nous avons comparé ces 3 courbes obtenues sur éprouvettes entaillées, à celles obtenues par Aubin [Aubin 01] sur éprouvettes non entaillées et sans arrêt. Rappelons que nos essais sont effectués à une vitesse de déformation totale de 10^{-3} s^{-1} et ceux de Aubin étaient effectués à une vitesse de déformation totale de $6,6 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

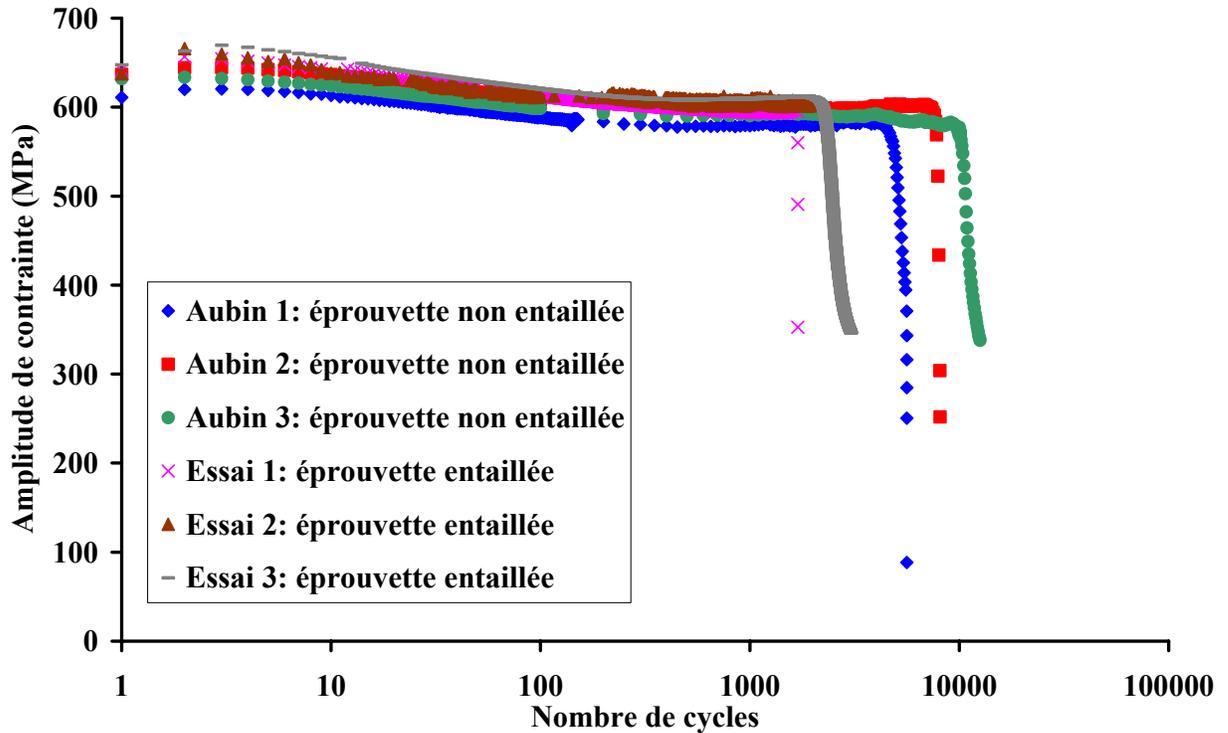


Figure I-25. Courbes de durcissement/adoucissement cyclique de l'acier inoxydable duplex étudié : essais de FPO effectués à $\Delta\epsilon_r/2=0.5 \cdot 10^{-2}$ et $R_\epsilon = -1$, sur éprouvettes entaillées (présente étude) et éprouvettes non entaillées [Aubin 01].

Toutes les courbes sont très voisines. Elles présentent toutes une courte période de durcissement, l'amplitude de contrainte est maximale après 3-5 cycles, suivie d'un adoucissement puis une stabilisation. Les courbes des éprouvettes entaillées sont légèrement au-dessus de celles des éprouvettes non entaillées. Par la présence de l'entaille, la contrainte nominale n'est pas homogène sur toute la section centrale en raison de la légère concentration des contraintes (paragraphe I.3.1.3.) Toutefois cette concentration est très faible. La durée de vie des éprouvettes entaillées et rompues est plus faible pour les essais 1 et 3. On peut conclure que ni la vitesse de déformation totale, ni les arrêts réguliers n'ont d'influence notable sur le comportement macroscopique en FPO de l'acier duplex.

I.4. Conclusions

- L'acier étudié est inoxydable biphasé forgé contenant environ 60% vol. d'austénite et 40% vol. de ferrite, de tailles de grains de l'ordre de 10 μm pour l'austénite et de 30 μm pour la ferrite. Le matériau présente une texture morphologique mais ne présente quasiment pas de texture cristallographique.
- Une géométrie d'éprouvette très légèrement entaillée ($K_t=1,14$) a été définie afin de localiser l'endommagement en fatigue plastique oligocyclique au centre de la partie utile.
- Une attaque électrochimique à l'acide nitrique dilué à 50% d'eau a été choisie pour révéler les joints de grains et de phases et donner la texture en niveaux de gris nécessaire à la corrélation d'images numériques.
- Le comportement et les durées de vie en FPO des éprouvettes entaillées sont tout à fait comparables à ceux obtenus par [Aubin 01] sur éprouvettes non entaillées.

-Chapitre II-

| | |
|---|----|
| CHAPITRE II. Techniques d'observations et d'analyses | 49 |
| II.1. Techniques d'imageries optique et électronique | 49 |
| II.1.1. Loupe binoculaire et microscope optique..... | 49 |
| II.1.2. Microscopie électronique à balayage..... | 49 |
| II.1.3. Microscopie à force atomique. | 52 |
| II.1.4. Microscopie électronique en transmission..... | 52 |
| II.1.5. Techniques utilisées dans ce travail..... | 53 |
| II.1.5.1. Microscope in situ | 54 |
| II.1.5.2. Profilomètre interférométrique | 56 |
| II.2. Technique de corrélation d'images numériques | 57 |
| II.2.1. Présentation des techniques de mesure de champs cinématiques..... | 57 |
| II.2.2. Principe de la technique de corrélation d'images numériques | 59 |
| II.2.3. Correli ^{LMT} : utilisation des fonctions d'intercorrélation | 61 |
| II.2.3.1. Principe..... | 61 |
| II.2.3.2. Performances sur les déplacements | 63 |
| II.2.3.3. Performances sur les déformations..... | 67 |
| II.2.4. CorreliQ4 : utilisation des éléments Q4P1. | 71 |
| II.2.4.1. Principe..... | 71 |
| II.2.5. Evaluation des performances..... | 73 |
| II.2.6. Originalité de la technique adoptée | 77 |
| II.2.6.1. Essais de traction monotone | 78 |
| II.2.6.2. Comparaison entre la déformation moyenne calculée à partir des champs de déformations et celle calculée par la méthode des éléments finis. | 81 |
| II.3. Conclusions | 83 |

CHAPITRE II. TECHNIQUES D'OBSERVATIONS ET D'ANALYSES

Dans ce chapitre, nous présentons les techniques d'observations et d'analyses pour l'étude des micromécanismes d'endommagement en fatigue.

Les différents moyens d'observation disponibles sont présentés afin de situer les moyens choisis dans le cadre de ce travail. Puis, après avoir rappelé brièvement les principales techniques de mesures de champs cinématiques, nous détaillons la technique choisie, à savoir la corrélation d'images numériques, en complément des observations au cours du cyclage. Les originalités du dispositif d'observation adopté et de la technique choisie sont soulignées.

Une première étape consiste à valider la faisabilité des mesures de champs de déplacements et de déformations à l'échelle de la microstructure. Ceci commence par l'évaluation des performances de la technique en termes d'erreur et d'incertitude de la chaîne d'acquisition et de mesure. Enfin, une validation de la technique est effectuée dans le cas de mesures simples où la déformation recherchée est connue par avance grâce à un extensomètre, ou déterminée par un calcul par éléments finis.

II.1. Techniques d'imageries optique et électronique

II.1.1. Loupe binoculaire et microscope optique

Dans la littérature, les premières analyses de l'endommagement de surface ont été réalisées grâce à des observations au microscope optique ou à la loupe binoculaire, équipés d'un appareil photo, puis plus tard d'une caméra CCD (Charged Coupled Device) pour l'acquisition des images. Le principe repose sur la réflexion de la lumière sur la surface de l'échantillon. Les inconvénients de ces moyens d'observation sont leur faible profondeur de champ et la limitation du grossissement (jusqu'à $G \times 1000$ fois correspondant à une profondeur de champ de l'ordre du μm).

II.1.2. Microscopie électronique à balayage

Les années 1930 voient apparaître la microscopie électronique à balayage (MEB), basée sur le principe d'interactions des électrons avec la matière suite au bombardement d'un échantillon conducteur par un très fin faisceau d'électrons incidents. Résultant de ces interactions, différents rayonnements et particules sont émis par l'échantillon. La Figure II-1a présente les différents types de signaux générés,

principalement des électrons et des photons. La Figure II-1b montre les volumes des domaines émetteurs des différents rayonnements et particules. Parmi les électrons émis, les électrons rétrodiffusés et les électrons secondaires sont les plus utilisés pour observer les matériaux métalliques [Eberhart 97].

- Les électrons rétrodiffusés sont une partie des électrons incidents qui ressortent après interactions élastiques avec les atomes de la matière impactée. Leur énergie est très voisine de celle des électrons incidents. Ces électrons fournissent une information de profondeur et le taux de rétrodiffusion est une fonction croissante du numéro atomique Z . Cela permet d'obtenir une image en contraste de composition.
- Les électrons secondaires sont des électrons arrachés à la matière impactée après excitation par les électrons incidents. Leur énergie est beaucoup plus faible que celle des électrons incidents. Ils résultent des interactions dites inélastiques. Ces électrons proviennent d'une épaisseur extrêmement mince (2 à 5 nm pour les métaux) de la surface de l'échantillon. Ces électrons renseignent sur la topographie de surface de l'échantillon.
- Les rayons X permettent de caractériser les éléments constituant le matériau.

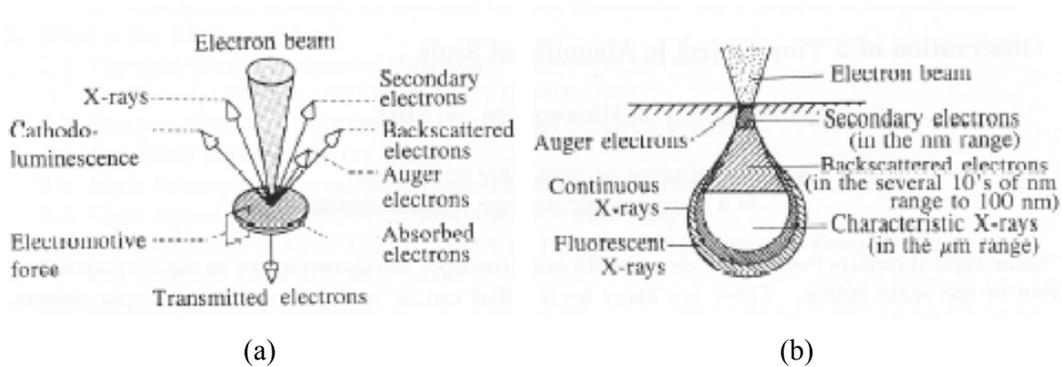


Figure II-1. Signaux générés par l'interaction d'un faisceau d'électrons incidents avec l'échantillon (a), domaines d'émission des différents signaux (b) [france-optique].

La Figure II-2 représente le schéma d'un MEB qui comporte deux parties : à gauche, la colonne composée du canon à électrons, et à droite l'écran cathodique de visualisation des images.

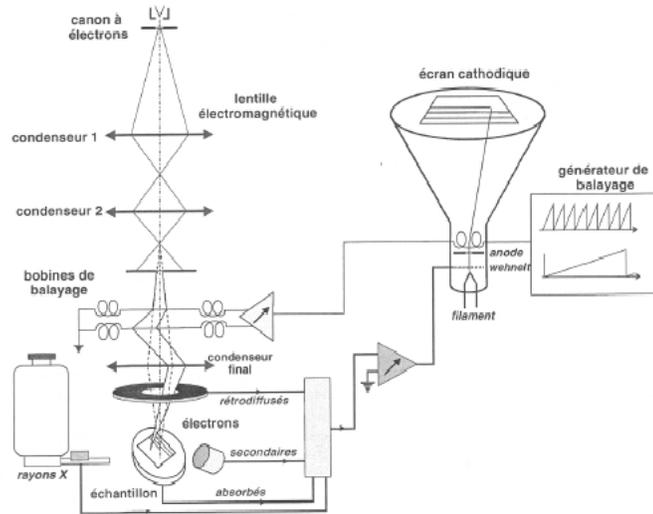


Figure II-2. Schéma de principe de la microscopie électronique à balayage [france-optique]

La commercialisation de cette technique depuis les années 1960, et la forte profondeur de champ dont elle dispose, fait d'elle un outil incontournable dans la caractérisation des matériaux. C'est l'outil de loin le plus utilisé pour observer le relief de surface résultant des mécanismes d'endommagement en fatigue et pour analyser les surfaces de rupture des éprouvettes. Il permet de faire des observations jusqu'à un grossissement $G \times 3 \cdot 10^5$ pour les MEB traditionnels et jusqu'à $G \times 10^6$ pour les MEB à effet de champ. Il permet aussi de faire des analyses en composition à l'aide de détecteurs spécifiques (RX, EDS, WDS, Electrons rétrodiffusés...).

Pour notre étude, nous avons réalisé des observations sur un microscope électronique à balayage HITACHI S3600, principalement en électrons secondaires, sous une tension d'accélération de 15 kV.

En fatigue, un relief de surface est créé par l'émergence de bandes de glissement. Le MEB permet de caractériser la morphologie des marques résultant de l'émergence de ces bandes en surface (leur épaisseur, leur inclinaison par rapport à l'axe de sollicitation). En revanche il ne permet pas de rendre compte de la hauteur ces marques, et de l'évolution de cette hauteur en cours d'essai. Ce relief peut être observé et mesuré par microscopie à force atomique.

II.1.3. Microscopie à force atomique.

La microscopie à force atomique (AFM, pour Atomic Force Microscope) permet de visualiser la topologie de la surface d'un échantillon. Le principe se base sur les forces d'interaction entre la surface de l'échantillon et une pointe métallique de rayon de courbure de quelques nanomètres montée sur un microlevier. La pointe balaie la surface à analyser, qu'elle suit en hauteur selon un paramètre de rétroaction de façon à maintenir la force d'interaction constante. Un AFM permet ainsi de reconstituer une image en trois dimensions d'une surface (Figure II-3). Les dimensions de la zone analysée sont très petites, en raison de la grande résolution de l'appareil. La résolution latérale est de l'ordre de 2 - 3 nm et la résolution verticale de l'ordre de 0,05 nm, pour un AFM Stand Alone.

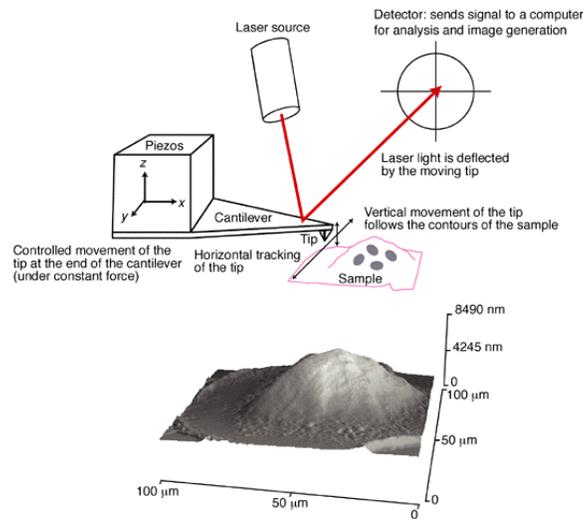


Figure II-3. Schéma de principe de la microscopie à force atomique [Expertreviews]

Cette technique est de plus en plus utilisée pour comprendre l'évolution des marques de glissement dans les matériaux métalliques [Sabatier 02], [Polák 03]. Les marques de glissement résultent du développement et de l'évolution des microstructures de dislocations. Celles-ci peuvent être analysées par microscopie électronique en transmission.

II.1.4. Microscopie électronique en transmission

La microscopie électronique en transmission (MET) est basée sur le principe de la diffraction des électrons par la matière impactée (Figure II-4) [Eberhart 97]. Elle fournit une image d'une lame mince,

donnée par les électrons transmis, diffractés par la matière traversée. La préparation des lames minces (quelques centaines de nanomètres d'épaisseur) est assez longue et délicate. Par cette technique, on peut obtenir des grossissements jusqu'à $G \times 10^6$, ce qui permet d'obtenir des informations sur les systèmes cristallins, les défauts cristallins, voire les atomes pour les microscopes à haute résolution. Dans le domaine de la fatigue, cette technique est essentiellement utilisée pour observer les microstructures de dislocations des matériaux métalliques.

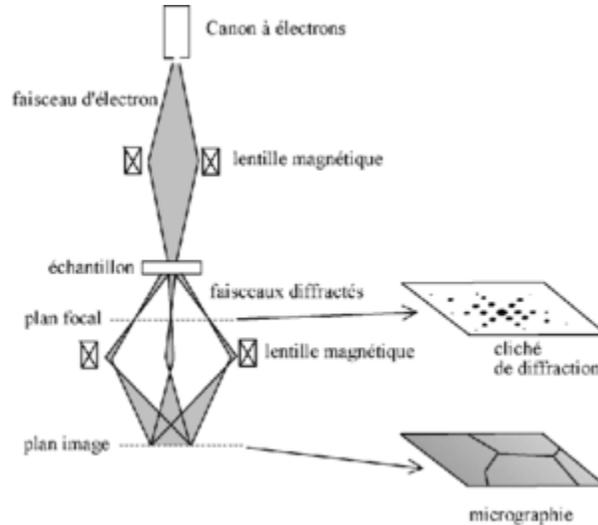


Figure II-4. Schéma de principe de la microscopie électronique en transmission [Wikipédia]

II.1.5. Techniques utilisées dans ce travail

L'un des objectifs de notre travail est de mettre au point une technique d'observation pour étudier l'endommagement de surface en fatigue in situ en cours d'essai. Les moyens d'observations présentés précédemment (MEB, AFM, MET) sont de très bons outils pour caractériser les mécanismes d'endommagement à des échelles fines, mais ce sont des techniques coûteuses et difficiles à mettre en œuvre pour faire du suivi in situ sans démontage de l'éprouvette.

Pour le MEB, des observations peuvent être faites lors d'essais in situ sur des éprouvettes de petite taille et pour un nombre de cycles limité sur des machines intégrés dans la chambre du MEB. Dans d'autres cas, des observations peuvent être faites sur des éprouvettes standard cyclées jusqu'à un nombre de cycles prédéfini, ce qui permet d'avoir des informations à cet instant. Pour suivre une évolution, il est nécessaire de démonter et remonter l'éprouvette sur la machine d'essai à chaque observation. En plus des difficultés expérimentales, des incertitudes liées aux montages-démontages ainsi que la complexité et le

temps des acquisitions sous MEB compliquent le suivi d'observations sous MEB. Pour l'AFM, les mêmes difficultés se posent. De plus les zones observées sont très petites ($30 \times 30 \mu\text{m}$ au plus). Si on souhaite obtenir des informations sur des grandes zones, il convient alors de lancer un grand nombre de balayages de façon à paver la zone d'intérêt.

Aussi nous avons mis au point un moyen d'observation qui permet de faire des observations in situ (sans démontage de l'éprouvette) à l'échelle des grains sur des éprouvettes standard sollicitées en fatigue. De plus les images digitalisées seront exploitées pour mesurer les champs de déplacements et de déformations par une technique de corrélation d'images numériques. Pour compléter les observations in situ, des analyses au microscope optique et au MEB ont été effectuées avant et après essai. Des analyses par profilométrie interférométrique, sur les éprouvettes fatiguées, permettent d'obtenir des informations similaires à ce qu'on peut obtenir avec un AFM, à savoir la morphologie et les dimensions caractéristiques du relief de surface résultant de l'endommagement. La technique récemment acquise au laboratoire a été testée.

II.1.5.1. Microscope in situ

Au cours des essais de fatigue, des observations des micromécanismes d'endommagement de surface à l'échelle de la microstructure ont été effectuées grâce à un dispositif de microscopie in situ. Ce dispositif comprend une caméra vidéo CCD équipée d'un objectif coaxial réglable et d'un zoom permettant d'observer une zone réduite de la surface utile de l'éprouvette (Figure II-5).

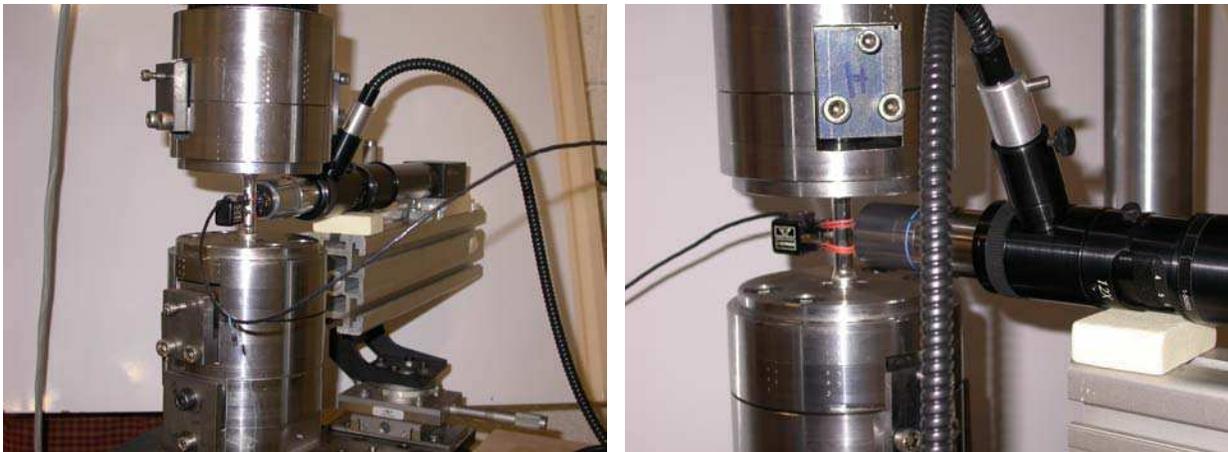


Figure II-5. Dispositif de microscopie in situ

La visualisation et l'acquisition des images se font à l'aide d'un PC équipé d'une carte d'acquisition National Instrument de type IMAQ PCI 1428. Ce PC permet de gérer les paramètres d'acquisition : nombre d'images, fréquence d'acquisition, temps d'exposition. Un programme développé sous le logiciel Labview permet de faire cette acquisition. La caméra CCD possède une dynamique de 10 bits. La résolution des images numériques est de 1368 pixels x 1024 pixels. Le grossissement de l'objectif coaxial est variable. La taille de la zone observée peut varier de 4,23 mm à 70 μm (taille de la diagonale de l'image) [Navitar].

La zone observée doit être représentative du comportement macroscopique (volume élémentaire représentatif (VER)) du matériau étudié. On rappelle que les observations sont effectuées au centre de l'entaille cylindrique douce. La faible profondeur de champ ne permet pas d'obtenir une image nette pour tous les grossissements.

L'ensemble de ces contraintes nous a conduit à choisir un grossissement qui permet d'obtenir une image de 120 x 90 μm^2 de surface, soit 1 pixel vaut 0,09 μm . La profondeur de champ est de l'ordre du micromètre. Le critère de Rayleigh stipule qu'il n'est pas possible de séparer les images de 2 objets éloignés d'une distance inférieure à la demi-longueur d'onde du rayonnement utilisé, pour des problèmes de diffraction [Roblin 99], [Runciman 95]. Dans le cas d'un éclairage en lumière visible, la résolution limite est donc de 0,4 μm . Comme l'objectif a une ouverture donnée, sa résolution p peut être déterminée à l'aide du critère de Rayleigh :

$$p = \lambda / (2 n \sin U) \qquad \text{Eq. II-1}$$

où λ est la longueur d'onde de la lumière utilisée et $n \sin U$ la constante d'ouverture de l'objectif. Avec une ouverture de 0,55, la résolution de l'objectif utilisé est donc de 0,7 μm .

La finesse des phénomènes que l'on souhaite observer (à l'échelle des grains), la sensibilité du dispositif optique et la profondeur de champs très faible nous ont imposé de prendre un certain nombre de précautions dans notre protocole expérimental.

Tout d'abord, il est nécessaire de maîtriser les déplacements et les orientations du dispositif d'observation. Le positionnement de la caméra par rapport à l'échantillon est obtenu par l'intermédiaire de trois tables micrométriques montées en série, qui assurent sa mobilité suivant trois directions perpendiculaires. Une table de rotation permet d'orienter l'axe de la caméra perpendiculairement à la surface observée de l'échantillon, c'est-à-dire perpendiculairement à la génératrice à fond d'entaille (Figure II-5). Ces tables sont fixées sur un montage rigide solidaire du bâti de la machine d'essai, afin de limiter les perturbations ou vibrations extérieures qui rendraient difficiles, voire impossibles, les observations à cette échelle. Enfin le contraste et la luminosité de l'image doivent rester constants au cours

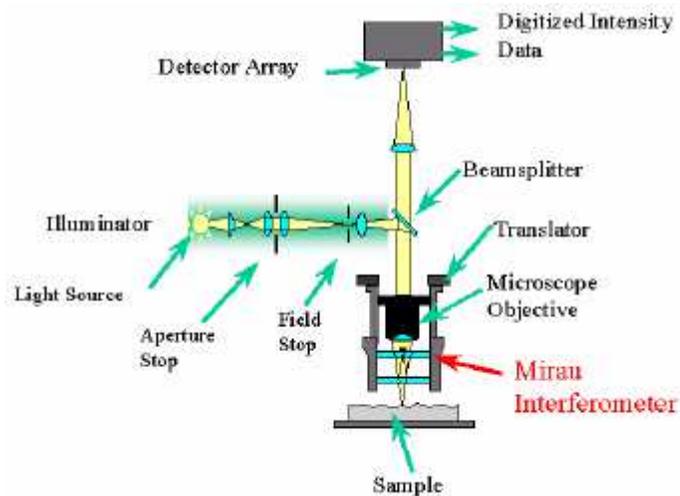
de l'essai, même après déplacement puis repositionnement de la caméra, sous peine d'introduire des artefacts ou des parasites lors des calculs des champs de déplacements et de déformations. Un éclairage coaxial par fibre optique assure effectivement la constance du flux lumineux sur la zone observée.

II.1.5.2. Profilomètre interférométrique

Le profilomètre interférométrique (Figure II-6a) est un microscope de mesure utilisant la méthode interférométrique. La lumière d'une source traverse un objectif puis elle est divisée à l'aide d'un miroir séparateur, en une partie, faisceau de référence, réfléchi par le miroir et directement dirigée vers le détecteur, et une autre partie dirigée sur l'échantillon où elle est réfléchi par la surface pour retourner au miroir séparateur (Figure II-6b). Après réflexion, les deux faisceaux sont de nouveau superposés au niveau du miroir séparateur. Des franges d'interférence (bandes blanches et noires) sont générées par la différence de chemin optique entre les deux faisceaux. Le réseau de franges est enregistré par une caméra CCD, puis le signal est transformé en un signal caractéristique de la hauteur relative de chaque point de la surface. La topographie de la surface analysée est alors reconstruite de proche en proche. Le profilomètre utilisé est de marque Veeco NT 1100.



(a)



(b)

Figure II-6. Profilomètre interférométrique Veeco NT1100 (a), principe de la technique (b) [Veeco]

La résolution en hauteur est inférieure à 1nm. Le champ de mesure et la résolution latérale (dans le plan XY) sont fonctions de l'objectif. Pour l'objectif utilisé (G x 78), le champ de mesure est de $80 \times 60 \mu\text{m}^2$ avec une résolution de $0,1 \mu\text{m}$ [données Veeco]. Cette technique permet de mesurer le relief

de surface de l'éprouvette fatiguée ou déformée. Cette technique est une alternative à l'AFM, mais le relief est obtenu avec une moindre résolution. Cette technique a néanmoins l'avantage d'être moins lourde en temps d'analyse, et un profilomètre est moins coûteux qu'un AFM.

II.2. Technique de corrélation d'images numériques

II.2.1. Présentation des techniques de mesure de champs cinématiques

Le but de notre étude est d'analyser et de comprendre les micromécanismes d'endommagement et de déformation à l'échelle de la microstructure d'éprouvettes sollicitées en fatigue plastique oligocyclique. L'acier inoxydable duplex étudié étant biphasé et polycristallin, son comportement à l'échelle locale est hétérogène. Un des moyens de rendre compte des hétérogénéités des déformations à l'échelle des grains est l'utilisation d'une technique de mesure de champs cinématiques. Contrairement aux techniques traditionnelles d'extensométrie par jauges, qui fournissent une mesure moyenne locale à une échelle macroscopique (surface d'une jauge de 1 à quelques mm², voir cm²), la technique de mesure de champs fournit un champ avec ses hétérogénéités (à une échelle beaucoup plus petite, inférieure au mm²). Ces champs permettent d'étudier la répartition des déplacements et des déformations, en particulier dans le cas de matériaux hétérogènes et/ou de sollicitations non-uniformes.

La technique de mesure de champs cinématiques est sans contact, non destructive. L'absence de contact supprime les erreurs de mesures ou les perturbations liées aux interactions entre instruments de mesure et échantillon. Il existe plusieurs techniques de mesure de champs cinématiques : corrélation d'images, méthode de grille, méthode de moiré, déflectométrie, méthodes interférométriques (interférométrie de speckle, interférométrie de réseau, holographie, photoélasticimétrie).

La photomécanique est la discipline qui s'intéresse à l'application de ces techniques de mesures à l'étude du comportement des matériaux et des structures. Depuis quelques années, des colloques [Photomécanique depuis 1995], [Photomechanics 06, 08], et un GDR soutenu par le CNRS sont dédiés au développement et à l'évaluation de ces techniques, manifestant de leur grand développement.

Les méthodes de champ sont caractérisées par leur **résolution** et leur **résolution spatiale**.

- **La résolution** correspond au seuil en dessous duquel la distinction entre deux mesures successives n'a pas de signification ; en pratique, elle est évaluée par le niveau de bruit aléatoire du champ de mesure (i.e. la plus petite variation mesurable du mesurande).
- **La résolution spatiale** correspond à la distance minimale entre deux points de mesure indépendants [Surrel 04].

Les principales techniques de mesure de champs cinématiques sont résumées ci-dessous.

- Méthodes de suivi de marqueurs - méthode de grilles

La méthode de suivi de marqueurs ou de grille est une technique d'analyse d'images qui permet de calculer les champs de déplacements et de déformations par la déformation d'une grille géométrique déposée sur le matériau [Bugat 00], [Surrel 04], [Vautrin 04], [Mathias 04], [Coudert 04]. La méthode de grilles est une technique qui permet de faire des observations et des mesures de champ de déplacement et de déformation in situ au MEB. La grille déposée est réalisée par électrolithographie ou par gravure. Le dépôt de la grille doit permettre d'offrir un contraste suffisant pour suivre son déplacement au cours de la déformation, et la nature du dépôt doit être compatible avec le moyen d'observation et avec le matériau à observer. La résolution spatiale vaut entre 1x et 5x le pas de la grille et la résolution en déplacement de la technique vaut entre $1/100^{\circ}$ et $1/500^{\circ}$ du pas [Surrel 04]. Typiquement, pour un pas de 500 μm , la résolution spatiale est de 1 mm, la résolution en déplacement est de 1.1 μm [Photomécanique 04]. Dans certains cas, cette résolution en déplacement est inférieure au micromètre [Kempf 06]. La résolution en déformation est de l'ordre de 10^{-4} [Vautrin 04].

- Méthode de moiré

Un moiré est une figure composée de lignes sombres et claires. La méthode de moiré consiste à superposer deux réseaux constitués de traits parallèles alternativement opaques et transparents d'orientations voisines (Figure II-8) [Surrel 04]. Le premier réseau sert de référence et le second est déposé à la surface de l'échantillon à étudier. On analyse les interférences spatiales entre les deux réseaux. Les franges obtenues sont les lignes d'isovaleurs de la composante du déplacement du réseau déformé dans la direction perpendiculaire aux lignes du réseau de référence [Surrel 04], [Triconnet 04], [Triconnet 07]. Un dispositif optique permet de visualiser simultanément les deux réseaux et les franges. C'est une méthode très difficile à mettre au point, qui possède une résolution moins bonne que la méthode de grille.

- Méthodes interférométriques

Les méthodes interférométriques (interférométrie de speckle, shearographie, interférométrie sur réseau, holographie, photoélasticimétrie) utilisent les propriétés d'interférence et/ou de réflexion de la lumière. Les déplacements sont déterminés par la mesure de franges d'interférences. La lumière utilisée le plus souvent est une lumière cohérente obtenue par laser. Ces techniques de mesures se limitent à des matériaux bien particuliers (matériau optiquement rugueux pour l'interférométrie de speckle, matériau biréfringent pour la photoélasticité...). De plus les surfaces analysées par ces techniques sont relativement grandes (entre le mm^2 et le cm^2) [Chen 93], [Bernard 04].

- Méthode de corrélation d'images numériques

La technique de corrélation d'images numériques permet de déterminer le champ de déplacement d'une surface plane. Ce champ est obtenu par corrélation d'une image de référence avec une seconde image déformée de la même surface. L'image déformée peut résulter d'une déformation, d'un simple déplacement de corps rigide ou à la fois d'une déformation et d'un déplacement. Le but est de retrouver, dans l'image déformée, un petit domaine de pixels le plus semblable à un même domaine défini initialement sur l'image de référence. Cette reconnaissance se fait à partir de l'évaluation des niveaux de gris des pixels dans les deux configurations.

Pour notre étude, nous avons choisi la méthode de corrélation d'images numériques. D'une part, elle est utilisable sur n'importe quel matériau et à différentes échelles. En particulier, elle permet d'accéder aux champs de déplacements et de déformations inter- et intra-granulaires de l'acier inoxydable duplex, dont la taille des grains est de l'ordre de la dizaine de μm . D'autre part, l'acquisition des images nécessite un simple moyen optique (caméra CCD, appareil photo), donc un temps d'acquisition très court comparé à un MEB dont l'acquisition est très sensible aux instabilités électroniques et aux fluctuations du contraste et de la brillance suite à une déformation. Il existe plusieurs méthodes de corrélation d'images (définition du coefficient de corrélation), qui sont implémentées dans des logiciels (Arramis [Schmidt 03], Correli^{LMT} [Hild 02a], CorreliQ4 [Besnard 06], 7D [Vacher 03], Granu [Lagattu 04]...). La plupart du temps, les champs d'application de ces logiciels de calcul sont limités ; par exemple, certains d'entre eux conviennent plutôt aux grandes déformations, d'autres aux petites déformations.

Dans ce qui suit, nous allons détailler les principes et les performances des deux logiciels que nous avons utilisés, à savoir Correli^{LMT} [Hild 02a], [Périer 02], [Roux 05], [Hild 06], [Triconnet 07] et CorreliQ4 [Hild 06a et b], [Roux 06], [Besnard 06]. Ces logiciels ont été développés au LMT Cachan par F. Hild et ses collaborateurs.

II.2.2. Principe de la technique de corrélation d'images numériques

Considérons deux images de la même zone de surface d'un échantillon. L'une est l'image de référence et l'autre est obtenue après déformation. Pour déterminer le champ des déplacements de la zone considérée de l'échantillon entre les deux instants, une région d'étude (RE) de l'image de référence (de taille $m \times n$ pixels) est découpée en petites zones ou imagerettes, qu'on appellera zones d'étude élémentaires (ZEE) (taille $l \times l$ pixels). Ces ZEE sont identifiées par les valeurs de niveau de gris de leurs pixels. Le but de la méthode est de rechercher pour chaque imagerette de l'image de référence l'imagerette la plus semblable dans l'image déformée (Figure II-7).

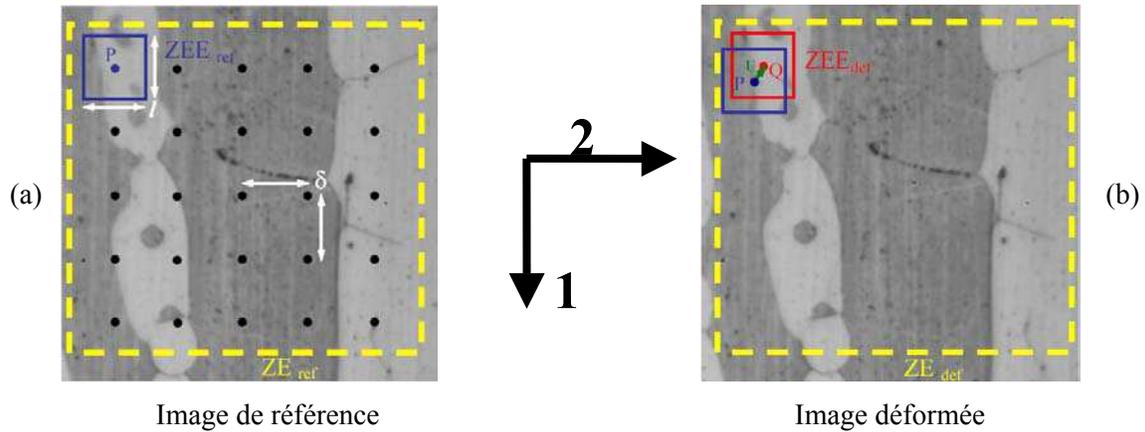


Figure II-7. Technique de corrélation d'images numériques

Un point P de coordonnées (x,y) sur l'image de référence est caractérisé par une valeur $f(x,y)$ qui représente son niveau de gris. Cette valeur est comprise entre 0 et 255 pour une image codée sur 8 bits. Après déformation, le point P(x,y) se trouve en Q(X,Y) tel que :

$$\mathbf{X}=\mathbf{x}+\mathbf{u}(\mathbf{x}, \mathbf{y}) \quad \text{Eq. II-2}$$

$$\mathbf{Y}=\mathbf{y}+\mathbf{v}(\mathbf{x}, \mathbf{y}) \quad \text{Eq. II-3}$$

où (u, v) sont les composantes du vecteur déplacement $\vec{u} = \overline{PQ}$ à déterminer.

La fonction $g(x, y)$ définit le niveau de gris du point Q de l'image déformée, telle que :

$$\mathbf{g}(\mathbf{x}, \mathbf{y})=\mathbf{f}(\mathbf{x}-\mathbf{u}, \mathbf{y}-\mathbf{v})+\mathbf{b}(\mathbf{x}, \mathbf{y}) \quad \text{Eq. II-4}$$

où $b(x, y)$ est un bruit (e.g. bruit de photon, bruit de numérisation, bruit d'obscurité pour la caméra CCD) [Hild 06a].

L'équation (II-4) s'écrit sous la forme vectorielle

$$\mathbf{g}(\vec{\mathbf{x}})=\mathbf{f}(\vec{\mathbf{x}}-\vec{\mathbf{u}})+\mathbf{b}(\vec{\mathbf{x}}) \quad \text{Éq. II-5}$$

où $\vec{\mathbf{x}}$ est le vecteur position du point P initial.

Le problème à résoudre consiste à déterminer \vec{u} à partir de la seule connaissance de f et g . L'estimation de \vec{u} se fait en minimisant, par rapport à un champ de déplacement test $\vec{v}(\vec{x})$, la norme de la différence entre $g(\vec{x})$ et $f(\vec{x}-\vec{v})$

$$\min_{\vec{v}} \left\| \vec{g}(\vec{x}) - \vec{f}(\vec{x} - \vec{v}) \right\|^2 \quad \text{Éq. II-6}$$

Généralement, la norme choisie est la norme $\|f(x)\|^2 = \iint |f(x)|^2 dx$. Le problème de minimisation se ramène à minimiser la fonctionnelle $\Phi(\vec{x})$

$$\Phi(\vec{v}) = \iint \left[g(\vec{x}) - f(\vec{x} - \vec{v}) \right]^2 d\vec{x} \quad \text{Éq. II-7}$$

Cette équation atteint sa valeur minimale, 0, lorsque $\vec{v} = \vec{u}$ en l'absence de bruit (Éq. II-5).

Il existe diverses approches pour résoudre le problème et déterminer le champ de déplacement. Dans le cadre de ce travail, nous avons utilisé deux logiciels, Correli^{LMT} et CorreliQ4. Le logiciel Correli^{LMT} est basé sur le principe des fonctions d'intercorrélation alors que le second, CorreliQ4, utilise un maillage de type éléments finis.

II.2.3. Correli^{LMT} : utilisation des fonctions d'intercorrélation

II.2.3.1. Principe

Le problème de minimisation de l'équation II-7 équivaut à maximiser la fonction de corrélation $h(\vec{x})$

$$h(\vec{v}) = (g * f)(\vec{v}) = \iint g(\vec{x}) f(\vec{x} - \vec{v}) d\vec{x} \quad \text{Éq. II-8}$$

où * représente le produit d'intercorrélation des fonctions f et g.

A titre d'illustration, considérons un cas unidimensionnel, par exemple celui d'une fonction créneau f de longueur et d'intensité unités, qui subit un simple déplacement u inconnu (fonction g) [Hild 03] (Figure II-8).

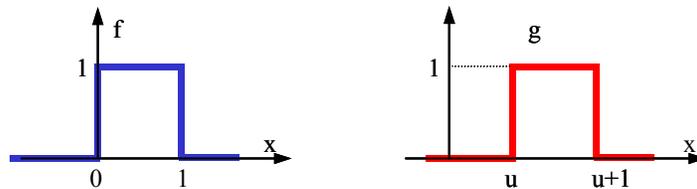


Figure II-8. Fonctions f et g décalées l'une par rapport à l'autre d'une valeur u

Lorsque $u \geq d + 1$ ($d \leq u - 1$), ou $u \leq d - 1$ ($d \geq u + 1$), il n'y a pas de recouvrement entre les deux fonctions, l'intercorrélacion entre les deux fonctions f et g est nulle. Lorsque $d \leq x \leq d + 1$, la fonction $f(x - d)$ prend une valeur non nulle, la fonction de corrélacion est linéaire, et son maximum est atteint pour $d = u$. La détermination de u revient donc à la détermination de ce maximum de la fonction de corrélacion.

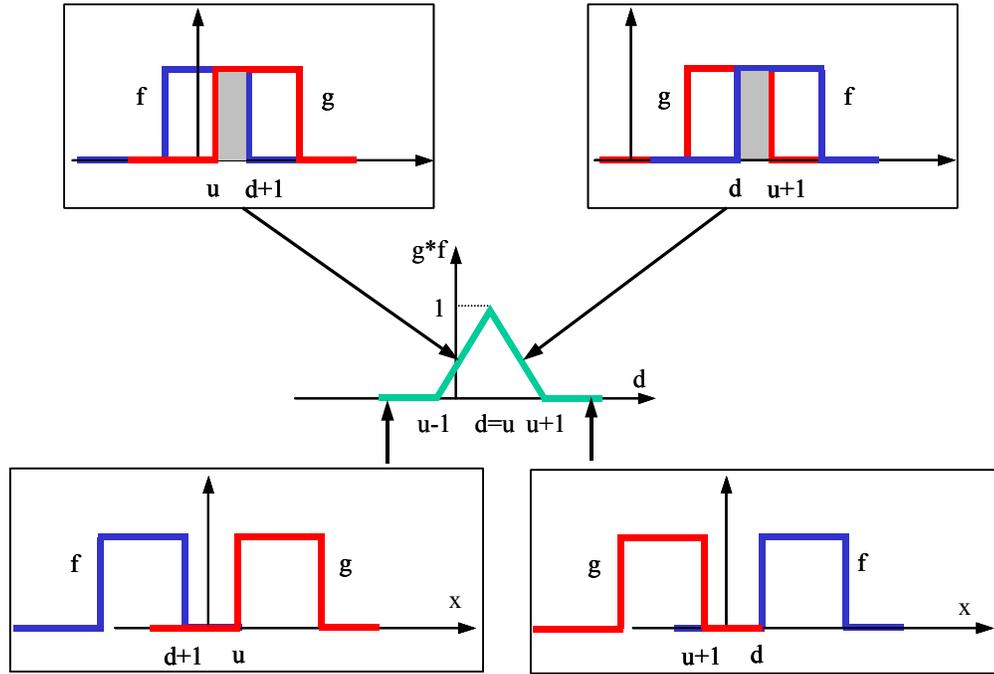


Figure II-9. Intercorrélacion de deux fonctions créneau décalées l'une par rapport à l'autre d'une valeur u [Hild 03].

Généralement, pour résoudre un tel problème, on utilise les transformées de Fourier, notamment l'algorithme de transformée de Fourier rapide (FFT, Fast Fourier Transforms en anglais) très souvent utilisé en traitement du signal. L'algorithme de corrélacion d'images est implémenté dans le logiciel Matlab sous le nom de $\text{Correli}^{\text{LMT}}$ dont l'algorithme est rappelé dans le paragraphe suivant.

Le principe de $\text{Correli}^{\text{LMT}}$ consiste à comparer deux images d'une même zone prises à deux instants différents. La région d'étude, qui peut être une partie ou toute l'image de référence, est discrétisée en zones d'étude élémentaires (ZEE). Ces zones d'étude élémentaires sont carrées d'une taille l de l'ordre de la dizaine de pixels, avec $l=2^p$ pixels et p entier naturel. Ces zones d'étude élémentaires sont régulièrement espacées d'un pas δ ($1 < \delta < l$) de manière à recouvrir toute la zone d'étude (Figure II-7a). l et δ définissent les paramètres de corrélacion qui sont à choisir lors des calculs. La même région d'étude est

considérée dans l'image déformée. Le champ de déplacement est déterminé en évaluant le déplacement du centre de chaque zone d'étude élémentaire.

Un premier calcul de corrélation par FFT est réalisé sur l'ensemble des pixels de la région d'étude pour déterminer le déplacement moyen (U_0, V_0) de l'image déformée par rapport à l'image de référence. Le centre de la région d'étude de l'image déformée est alors décalé de (U_0, V_0) par rapport au centre de la région d'étude de l'image de référence. Un deuxième calcul est ensuite réalisé indépendamment sur chaque zone d'étude élémentaire. Une première étape du calcul consiste en un calcul d'intercorrélation par FFT entre deux zones d'études élémentaires ayant les mêmes coordonnées. Ce premier calcul de corrélation, de précision pixellique, permet de déterminer un premier déplacement ($\Delta U, \Delta V$) (en nombre entier de pixels) par maximisation de la fonction d'intercorrélation. Le déplacement calculé dans chaque direction estime le déplacement recherché au demi-pixel près. Une correction est effectuée sur la zone d'étude élémentaire dans l'image déformée en la déplaçant du déplacement ($\Delta U, \Delta V$) précédemment calculé. Puis une itération sub-pixellique permet d'obtenir des estimations du déplacement dont la résolution est de l'ordre du centième de pixel [Hild 02b].

Enfin, une approche multi-échelles a été mise au point afin d'améliorer la précision du calcul. La méthode consiste à appliquer la méthode précédente en utilisant plusieurs échelles de l'image. Une échelle est définie, pour cela des images plus grossière sont créées en moyennant les niveaux de gris 2×2 pixels (super-pixel) à chaque échelle. Généralement 4 échelles sont utilisées [Hild 02b]. Les déformations sont déduites des déplacements calculés sur chaque ZEE par une méthode de dérivation discrète utilisant les différences finies.

II.2.3.2. Performances sur les déplacements

En fatigue, l'amplitude des déplacements calculés par la technique de corrélation d'images numériques est petite. Afin de quantifier précisément les valeurs de déplacement calculées, il est nécessaire d'évaluer la résolution et la précision de la mesure. Les performances dépendent de nombreux paramètres propres à l'image (texture de surface, distribution des niveaux de gris), de l'optique utilisée (dynamique de la caméra, résolution de l'image, éclairage...) et du logiciel de corrélation (principe de résolution, paramètres de corrélation). Comme le calcul des déformations s'effectue à partir des valeurs des déplacements, la précision sur les déformations dépend de celle sur les déplacements. En particulier, il faut obtenir une mesure sur les déplacements la moins bruitée possible, car le bruit est amplifié lors des opérations de dérivation.

Cette partie est consacrée aux calculs d'erreur et d'incertitude sur les déplacements et sur les déformations calculés par la technique de corrélation d'images utilisée. Ces calculs permettent d'estimer la précision et la résolution de la chaîne d'acquisition, puisque l'analyse est faite à partir d'images obtenues avec la caméra équipée de son optique, montée sur la machine d'essai, sur des éprouvettes préparées. La précision et la résolution sont évaluées pour des transformations connues simples, e.g. un déplacement de corps rigide (mouvement de translation) ou une déformation homogène [Chu 85], [Wattrisse 99], [Doumalin 00], [Schreier 02], [Hild 06a], [Pan Bing 06], [Bornert 06], [Wang 07]. Du fait de l'hétérogénéité de notre matériau (acier polycristallin biphasé) et de l'échelle de notre étude, on ne peut pas déformer notre matériau de manière homogène à l'échelle de la microstructure ni lui appliquer un déplacement de corps rigide précis de quelques pixels. C'est pourquoi les performances ont été évaluées pour des transformations numériques artificielles sur des images prises pendant les essais. Prenons l'exemple de l'image présentée à la Figure II-7, obtenue sur une éprouvette de fatigue vierge (image de référence). L'image a été rognée de sorte à obtenir une taille de 1024 x 1024 pixels.

Erreur systématique

Des déplacements de corps rigide artificiels compris entre 0 et 1 pixel par pas de 0,1 pixel ont été appliqués à l'image test suivant les deux directions. Un calcul de corrélation est effectué entre l'image non déplacée, considérée comme l'image de référence, et l'image déplacée artificiellement d'une valeur donnée en pixel. On compare ensuite le déplacement moyen calculé sur l'image par corrélation au déplacement imposé (Figure II-10a) et on montre que le calcul du déplacement est entaché d'une erreur, appelée erreur systématique. Cette erreur est définie comme la différence entre le déplacement moyen calculé par corrélation et le déplacement réel imposé à l'image (Figure II-10b). Les calculs ont été effectués pour différents paramètres de corrélation (I, δ) (Figure II-7).

La résolution en déplacement est évaluée à 0,1 pixel, c'est la valeur minimale qu'il est possible de mesurer quels que soient les paramètres de corrélation (Figure II-10a). L'erreur systématique est maximale pour un déplacement de 0,5 pixel et elle varie quasi-linéairement de part et d'autre de cette valeur. Cette erreur est toujours inférieure à 0,18 pixel et elle diminue lorsque les paramètres de corrélation (I, δ) augmentent (Figure II-10b). Des études montrent que cette erreur systématique est périodique de période 1 pixel, maximale pour 0,5 pixel (modulo 1 pixel), nulle pour des déplacements de 0 ou de 1 pixel (cas de l'autocorrélation) [Doumalin 00].

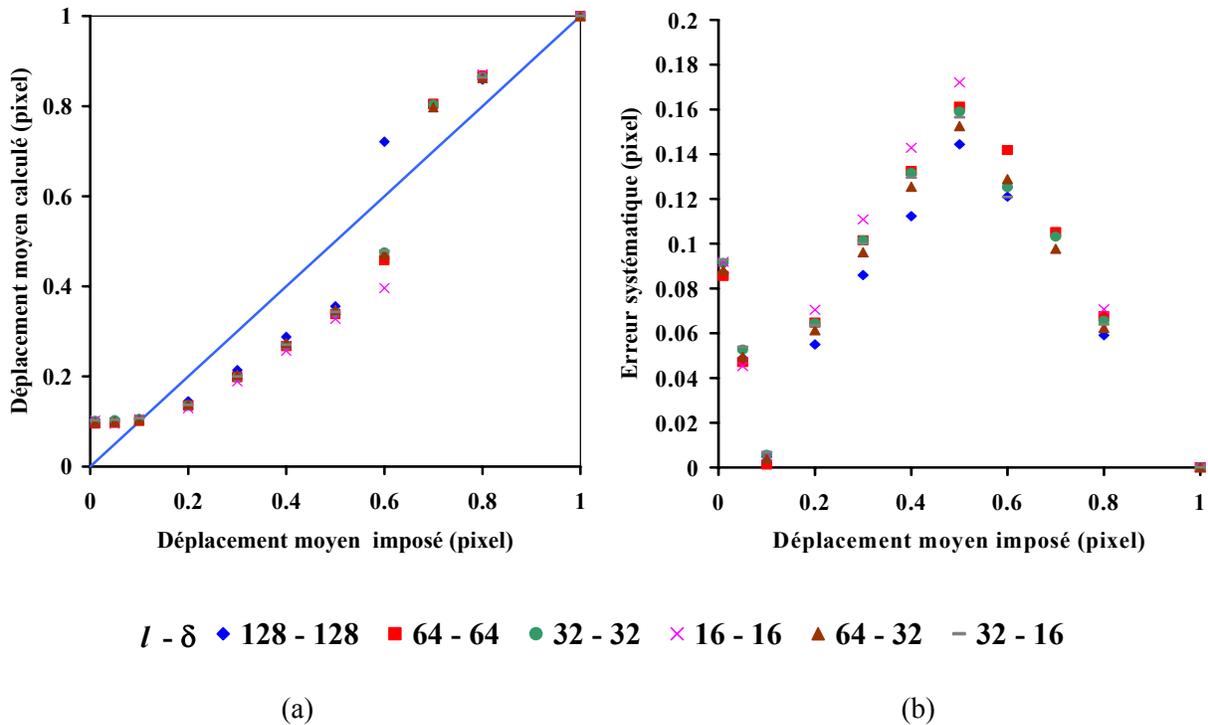


Figure II-10. Evaluation des performances sur les déplacements : variations du déplacement moyen calculé (a) et de l'erreur systématique (b) en fonction du déplacement imposé, pour différents paramètres de corrélation (l, δ).

Incertitude

La Figure II-11 présente la variation de l'incertitude sur les déplacements en fonction du déplacement imposé. Cette incertitude est déterminée en évaluant l'écart type sur l'ensemble des déplacements calculés dans la configuration précédente.

Comme pour l'erreur systématique, l'incertitude diminue lorsque les paramètres de corrélation (l, δ) augmentent. Elle est maximale pour un déplacement imposé de 0,6 pixel et reste inférieure à 0,2 pixel. Si on trace en diagramme logarithmique l'incertitude moyenne sur l'ensemble des déplacements imposés entre 0,1 et 1 pixel en fonction de la taille l des ZEE (Figure II-12), celle-ci manifeste une tendance linéaire (soit en loi de puissance en diagramme linéaire).

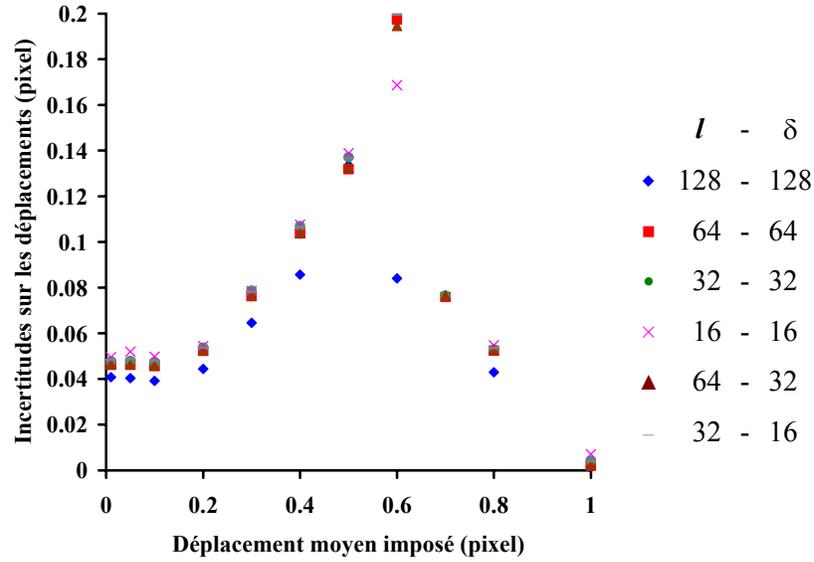


Figure II-11. Variation de l'incertitude sur les déplacements en fonction du déplacement imposé.

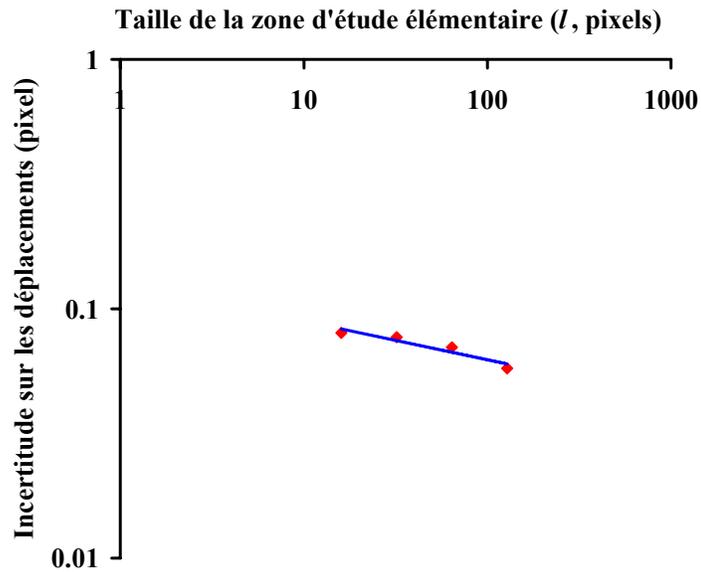


Figure II-12. Incertitude sur les déplacements en fonction de la taille des zones d'étude élémentaire ($l=\delta$)

La relation qui relie l'incertitude moyenne sur les déplacements, σ_u , et la taille de la zone d'étude élémentaire, l , est donc du type

$$\sigma_u = A^{\alpha+1} l^\alpha$$

Éq. II-9

où A est une constante et α est la pente de la droite de tendance. Ici, A et α valent respectivement 0,17 pixel et 0,16. Le coefficient α obtenu est très faible par rapport aux valeurs rencontrées dans la littérature (α de l'ordre de 1). La faiblesse de ce coefficient montre que l'incertitude est peu sensible au paramètre l . Avec les seuls calculs d'incertitude sur les déplacements, il est difficile de choisir les paramètres de corrélation appropriés. Il faut donc compléter ces mesures d'incertitude sur les déplacements par celles sur les déformations.

II.2.3.3. Performances sur les déformations

Bien que la transformation appliquée à l'image soit un déplacement de corps rigide (déformation nulle en théorie), une déformation est tout de même calculée par le logiciel de corrélation. Cette déformation provient des dispersions et du bruit sur le calcul des déplacements. Ces dispersions et ce bruit sont amplifiés lors de la dérivation pour le calcul des déformations. Cela nous permet d'estimer l'erreur et l'incertitude sur les déformations.

La Figure II-13 donne l'évolution de la déformation longitudinale moyenne calculée sur l'image en fonction du déplacement imposé et des paramètres de corrélation. L'incertitude sur les déformations en fonction du déplacement imposé est donnée Figure II-14.

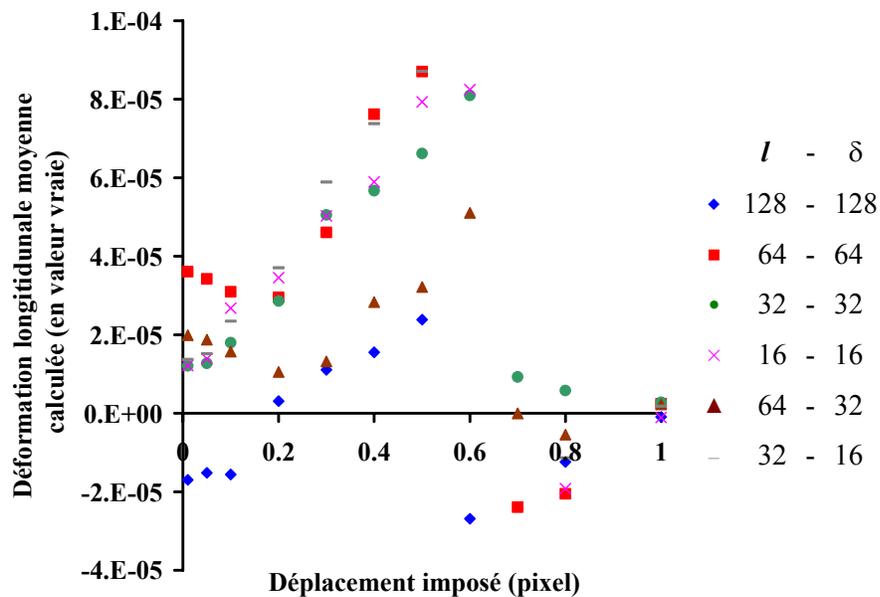


Figure II-13. Déformation longitudinale ϵ_{11} en fonction du déplacement imposé

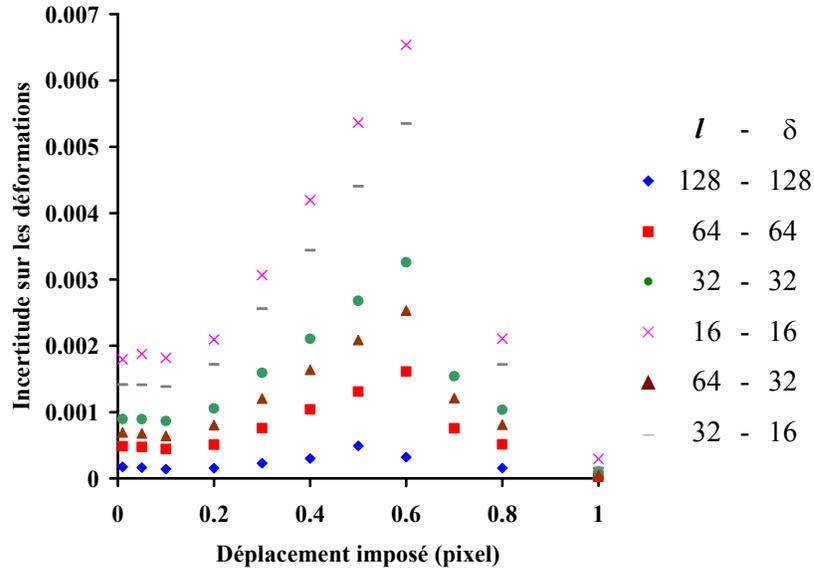


Figure II-14. Incertitude sur les déformations ε_{11} en fonction du déplacement imposé

Pour les paramètres de corrélation testés, la déformation moyenne calculée est comprise entre $-3 \cdot 10^{-5}$ et 10^{-4} . Ces valeurs donnent les bornes limites des déformations que le logiciel peut estimer. Une déformation affichée dans cet intervalle n'est pas estimée de façon précise, ou n'a pas de sens physique. Des bornes du même ordre de grandeur sont évaluées pour les déformations transversales et de cisaillement. On peut estimer que la résolution en déformation est de 10^{-4} .

L'incertitude sur les déformations est maximale pour un déplacement imposé de 0.6 pixel. Elle est inférieure à $7 \cdot 10^{-3}$ pour les paramètres de corrélation testés et elle est inférieure à $3 \cdot 10^{-3}$ lorsque l et δ sont supérieurs à 32 pixels. Comme pour les déplacements, l'incertitude moyenne sur les déformations en fonction de la taille de la zone d'étude élémentaire présente une tendance linéaire dans un diagramme logarithmique (Figure II-15).

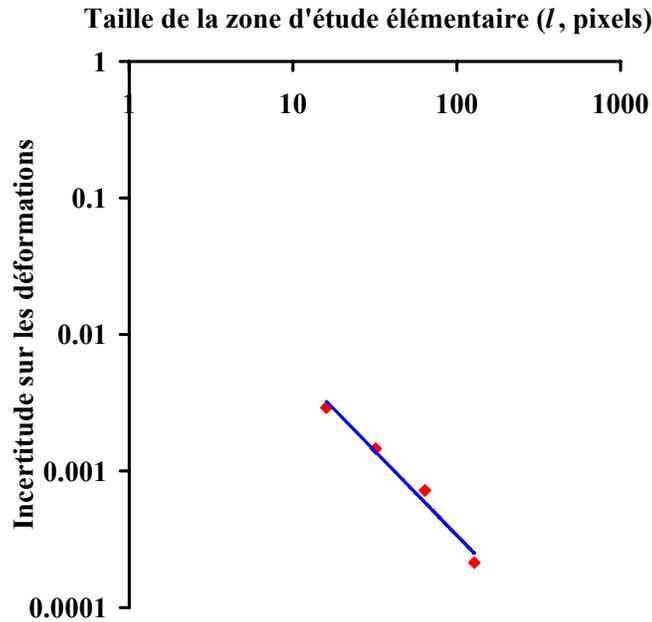


Figure II-15. Incertitude sur les déformations en fonction de la taille des zones d'étude élémentaires ($l = \delta$)

La dépendance entre l'incertitude sur les déformations et la taille de la zone d'étude élémentaire est beaucoup plus grande que celle de l'incertitude sur les déplacements. L'incertitude sur les déformations, σ_ε , en fonction de la taille de la ZEE est approximée par la relation [Hild 02] :

$$\sigma_\varepsilon = B l^{\beta+1} \quad \text{Éq. II-10}$$

où les coefficients B et β valent respectivement 0,35 pixel et 1,23.

La pente de la droite de l'incertitude sur les déformations en fonction de la taille de la ZEE en diagramme bilogarithmique est plus élevée ($\beta=1,23$) que celle de l'incertitude sur les déplacements ($\alpha=0,16$). Ceci montre que le choix des paramètres de corrélation a une plus grande influence sur la précision sur les déformations que sur celle sur les déplacements et de plus on a $\beta \sim \alpha + 1$.

Les déformations étant déterminées à partir des déplacements par la méthode des différences finies, à savoir

$$\varepsilon = \frac{U(\mathbf{x} + \Delta\mathbf{x}) - U(\mathbf{x})}{\Delta\mathbf{x}} \quad \text{Éq. II-11}$$

On peut alors approximer l'incertitude sur les déformations par la seule connaissance de celle sur les déplacements, selon la relation [Surrel 04], [Hild 05]

$$\sigma_\varepsilon \approx \frac{\sqrt{2} \sigma_u}{\Delta x}$$

Éq. II-12

où Δx est la résolution spatiale, qui vaut 2δ [Bergonnier 05].

Afin de diminuer les incertitudes, il faut donc augmenter les paramètres de corrélation l et δ . Mais lorsqu'on augmente les paramètres de corrélation, les champs calculés sont plus grossiers car le nombre de points de mesure diminue. Pour chaque type d'image, il faut donc trouver un compromis entre la précision du calcul et une résolution spatiale suffisante pour mettre en évidence des phénomènes particuliers (gradients de déformation, hétérogénéités de déformation, détection d'amorçage...).

Pour notre étude, les paramètres de corrélation choisis sont une taille de zone élémentaire l égale à 64 pixels et un pas δ de 32 pixels. Les incertitudes attendues sont 0,12 pixel et $5 \cdot 10^{-3}$ sur les déplacements et les déformations respectivement.

Couramment, la texture ou la répartition de niveaux de gris nécessaire à la corrélation d'images est obtenue par le dépôt d'un mouchetis (peinture ou autre). Nous utiliserons pour notre part une texture en niveau de gris issue de l'attaque électrochimique. L'écart type des niveaux de gris y est relativement faible (une vingtaine de niveaux sur 255, pour une dynamique de 8 bits) (Figure II-16).

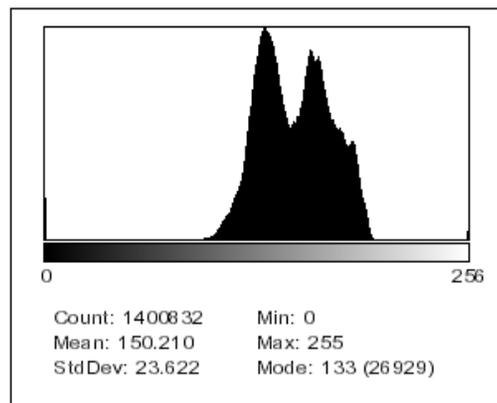


Figure II-16. Répartition des niveaux de gris de l'image de test de la figure II-7.

Ceci explique pourquoi les performances obtenues par $\text{Correli}^{\text{LMT}}$ pour toute la chaîne de mesure sont légèrement moins bonnes que celles de la littérature [Geymonat 02],[Forquin 04], [Puyo-Pain 05],[Hild 06c]. Les résolutions rencontrées dans la littérature varient entre 10^{-3} et 10^{-2} pixel avec des incertitudes de l'ordre de 10^{-2} pixel pour les déplacements et de 10^{-4} pour les déformations.

Pour Correli^{LMT}, la reconnaissance s'effectue en moyennant les niveaux de gris sur une zone d'étude élémentaire. Pour améliorer les performances du calcul, un enrichissement de la technique de corrélation est proposé en augmentant les informations à partir desquelles les calculs sont effectués. La procédure de résolution est implantée dans le logiciel CorreliQ4 dont le principe et les performances sont exposés ci-après.

II.2.4. CorreliQ4 : utilisation des éléments Q4P1.

II.2.4.1. Principe

Reprenons la fonctionnelle $\Phi(\vec{x})$ de l'équation (II-7). Si on suppose que les fonctions f et g sont suffisamment régulières aux petites échelles et que l'amplitude du déplacement est petite, alors minimiser la fonctionnelle Φ équivaut à minimiser le développement de Taylor au premier ordre de

$$\Phi(\vec{x}) = \iint \left[\vec{g}(\vec{x}) - \vec{f}(\vec{x}) + \vec{v}(\vec{x}) \vec{\nabla} \vec{f}(\vec{x}) \right]^2 d\vec{x} \quad \text{Éq. II-13}$$

Le champ de déplacement test peut être écrit comme une combinaison linéaire de champs de déplacements simples, dans une base de l'espace E_k , telle que

$$\vec{v}(\vec{x}) = \sum_i \vec{v}_i \psi_i(\vec{x}) \quad \text{Éq. II-14}$$

où Φ devient alors une forme quadratique en amplitude, où les v_i sont inconnus. La recherche d'extremum (Eq. 13) revient à résoudre

$$\left[\iint (\vec{\nabla} \vec{f} \otimes \vec{\nabla} \vec{f})(\vec{x}) : (\Psi_i \otimes \Psi_k)(\vec{x}) d\vec{x} \right] \vec{v}_k = \iint \left[\vec{f}(\vec{x}) - \vec{g}(\vec{x}) \right] \vec{\nabla} \vec{f}(\vec{x}) \cdot \Psi_i(\vec{x}) d\vec{x} \quad \text{Éq. II-15}$$

où \otimes représente le produit tensoriel.

Le problème consiste à résoudre le système linéaire écrit sous forme matricielle

$$[\mathbf{M}]\{\mathbf{w}\} = \{\mathbf{m}\} \quad \text{Éq. II-16}$$

où $\{\mathbf{w}\}$ est le vecteur contenant les composantes inconnues v_i . $[\mathbf{M}]$ et $\{\mathbf{m}\}$ sont des quantités connues dépendantes des fonctions f , g et de ψ .

Le choix de l'espace E_k , donc l'expression des fonctions de base ψ_i , est arbitraire et peut être changé en fonction du problème à traiter. Dans le logiciel CorreliQ4 utilisé ici, une discrétisation par des éléments

carrés à 4 nœuds a été choisie, ce sont les éléments Q4P1. Le déplacement de tout point (x, y) de l'élément est alors une fonction des déplacements des 4 nœuds de l'élément et de fonctions bilinéaires. Il s'agit des fonctions polynomiales P1 définies dans l'espace $[-1, 1]^2$ par $(1-x)(1-y)$, $x(1-y)$, $(1-x)y$, xy , [Wagne 02] [Sun 05], [Besnard 06]. Le champ de déplacement décrit par cette technique est similaire à celui obtenu par la méthode des éléments finis. Par cette méthode, le champ de déplacement est continu sur l'image. Cette technique est comparable à la méthode des éléments finis.

Comme pour $\text{Correli}^{\text{LMT}}$, l'image de référence est discrétisée en zones d'études élémentaires, qui définissent les éléments carrés de taille l . Les nœuds forment alors le maillage (Figure II-17). Pour chaque élément, une matrice élémentaire M_{ij}^e et un vecteur m_j^e sont calculés en utilisant les équations précédentes. Le système (Eq. II-15) se construit par assemblage des matrices élémentaires comme dans toute méthode basée sur des éléments finis. Le champ de déplacement est alors calculé par inversion du système. Comme le champ de déplacement est globalement continu, le seul paramètre de corrélation à choisir lors des calculs est la taille des éléments, l . Le champ de déformation est déduit par une dérivation discrète du champ de déplacement.

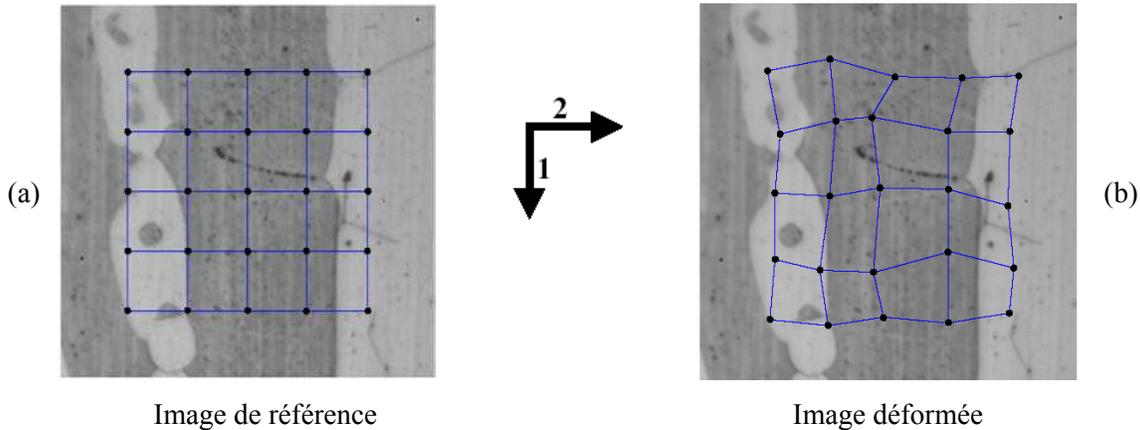


Figure II-17. Principe de la technique de corrélation d'images numériques avec CorreliQ4

Comme pour $\text{Correli}^{\text{LMT}}$, la procédure de résolution, qui utilise aussi un algorithme multi-échelles, est implémentée sous Matlab sous le nom CorreliQ4. Les performances en déplacement et en déformation sont évaluées selon la même procédure et avec la même image que celle utilisée précédemment pour $\text{Correli}^{\text{LMT}}$ afin de comparer les performances des deux logiciels sur des images typiques de cette étude.

II.2.5. Evaluation des performances

Les performances sur les déplacements et sur les déformations sont évaluées pour un déplacement artificiel imposé suivant les deux directions et pour une déformation artificielle uniforme entre 0 et $8 \cdot 10^{-4}$ suivant la direction longitudinale (direction 1) respectivement.

La Figure II-18 présente les évolutions de l'erreur systématique (Figure II-18a) et de l'incertitude sur les déplacements (Figure II-18b) en fonction du déplacement artificiel imposé. Ces calculs sont effectués pour différentes tailles d'élément. L'erreur systématique sur les déplacements est inférieure à 0,06 pixel et l'incertitude sur les déplacements est inférieure à 0,12 pixel, pour des tailles d'élément l supérieures à 8 pixels. L'erreur et l'incertitude sont maximales pour un déplacement imposé de 0,5 pixel et elles évoluent linéairement de part et d'autre. Pour des tailles l supérieures à 32 pixels, l'incertitude est inférieure à 0,04 pixel.

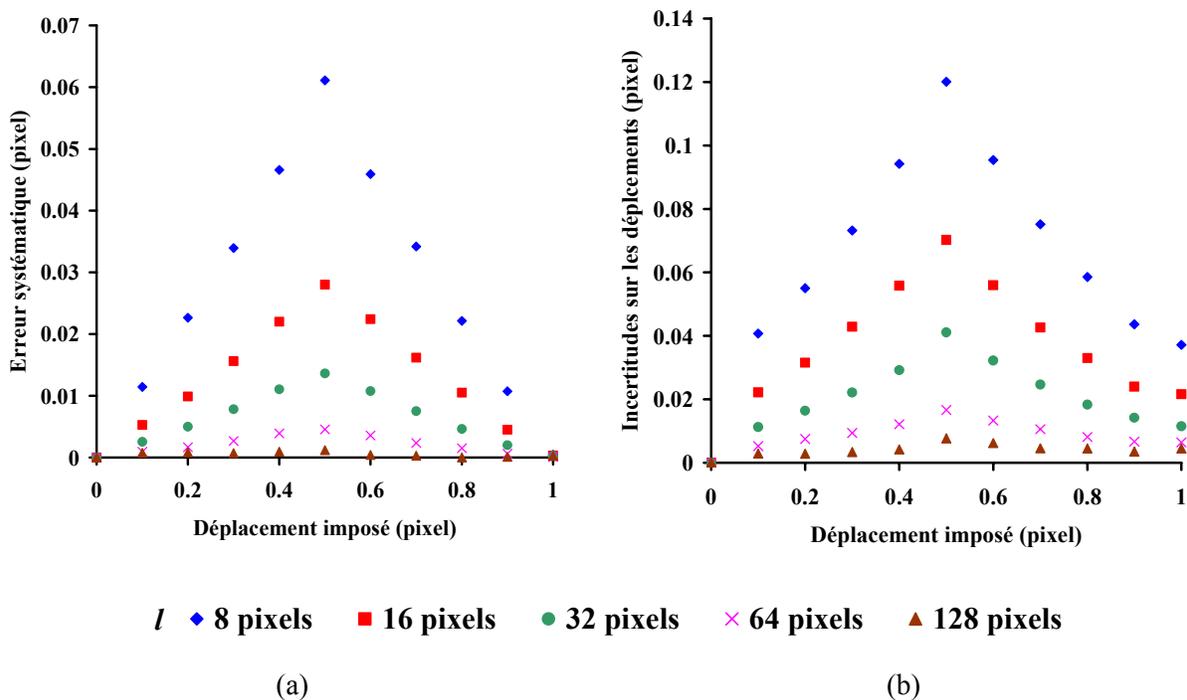


Figure II-18 Evaluation des performances sur les déplacements : variations de l'erreur systématique (a) et de l'incertitude (b) sur les déplacements en fonction du déplacement imposé, pour différentes tailles d'élément l .

Dans CorreliQ4, l'évaluation des performances sur les déformations est programmée dans le cas d'une déformation artificielle homogène imposée. La Figure II-19 donne l'évolution de l'incertitude sur les

déformations en fonction de la déformation imposée et de la taille de l'élément. Les calculs sont toujours effectués sur la même image de test et la déformation artificielle homogène appliquée suivant la direction longitudinale est comprise entre 0 et $8 \cdot 10^{-4}$.

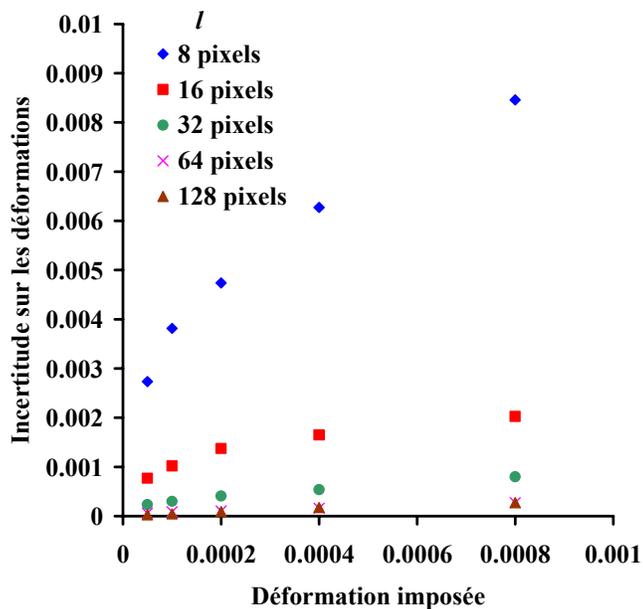


Figure II-19. Incertitude sur les déformations en fonction de la déformation artificielle homogène imposée

L'incertitude sur les déformations augmente de façon significative lorsque les paramètres de corrélation diminuent. Pour une taille d'élément supérieure ou égale à 16 pixels, l'incertitude sur les déformations reste inférieure à $2 \cdot 10^{-3}$. De plus, l'incertitude sur les déformations augmente aussi avec la déformation imposée. Cette augmentation est faible quand la taille d'élément choisie est grande.

Au vu des incertitudes sur les déplacements et sur les déformations, on peut conclure qu'une taille d'élément inférieure ou égale à 8 pixels n'est pas appropriée pour obtenir un résultat fiable. Cette analyse est en accord avec la résolution de l'image, puisque celle-ci est de 0,7 microns, c'est-à-dire 8 pixels. Nous avons donc choisi une taille d'élément égale à 32 pixels pour nos calculs, car cette taille permet d'obtenir des résultats très satisfaisants en termes d'incertitude, inférieure à $4/100$ de pixel pour les déplacements, et inférieure à 10^{-3} pour les déformations. Une taille d'élément de 8 pixels est donc à la limite des possibilités de l'image.

La Figure II-20 présente la variation de l'incertitude sur les déplacements en fonction de la taille l pour les deux logiciels de corrélation testés, Correli^{LMT} et CorreliQ4, pour la même image de référence déplacée artificiellement.

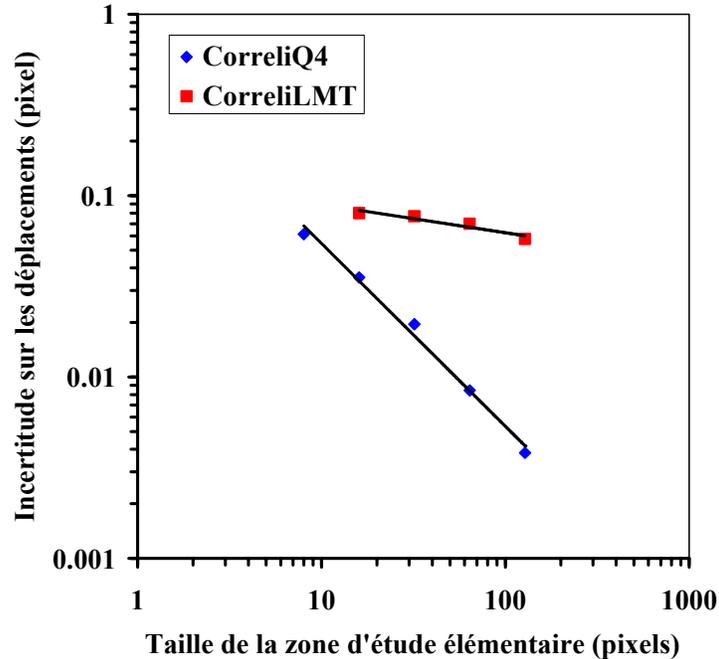


Figure II-20. Incertitude sur les déplacements en fonction de la taille de la zone d'étude élémentaire. Calculs effectués par les deux logiciels de corrélation étudiés (Correli^{LMT} et CorreliQ4).

On constate que la version CorreliQ4, plus récente, améliore considérablement les performances des calculs. En effet, pour Correli^{LMT}, les incertitudes sur les déplacements sont de l'ordre du 1/10 de pixel, alors que, pour CorreliQ4, les incertitudes sont comprises entre $5 \cdot 10^{-3}$ et 10^{-1} . La dépendance à la taille de l'élément est beaucoup plus grande avec CorreliQ4 ($\alpha = 1$) qu'avec Correli^{LMT} ($\alpha = 0,16$). En ce qui concerne l'erreur systématique, elle est divisée par deux pour CorreliQ4 comparativement à Correli^{LMT}. L'incertitude sur les déformations est aussi améliorée considérablement puisque pour une taille de ZEE de 32 pixels, cette incertitude était de $3 \cdot 10^{-3}$ avec Correli^{LMT} alors qu'avec CorreliQ4, elle est évaluée à $8 \cdot 10^{-4}$ par l'équation II-12. Donc avec une même taille de zone, CorreliQ4 donne des résultats beaucoup plus précis. Autrement dit, à précision équivalente, il est possible d'avoir un maillage plus fin avec CorreliQ4 et donc d'avoir une résolution spatiale plus faible, d'où obtenir des détails plus locaux.

Influence des changements de texture de l'image et de la dynamique de la caméra sur les performances

En fatigue, l'aspect de la surface du matériau (texture de l'image) change au cours du cyclage, notamment par l'apparition de marques de glissement. Nous avons regardé l'influence de ces changements sur les performances du logiciel. Des calculs d'erreurs et d'incertitudes, dans le cas d'un déplacement

artificiel imposé, ont été effectués sur d'autres images obtenues sur matériau déformé, afin de voir si ces changements détériorent ou améliorent les performances du calcul.

La Figure II-21 compare l'incertitude sur les déplacements de deux images prises respectivement avant déformation (image test sur laquelle les calculs d'incertitude ont été effectués précédemment) et à 1000 cycles sur la même zone de l'éprouvette. Ces images sont issues du premier essai (images en 8 bits) et les calculs sont effectués par CorreliQ4. L'incertitude sur les déplacements calculés sur l'image à 1000 cycles est légèrement plus grande que celle obtenue pour l'image sur matériau vierge.

En conclusion, les changements de texture de l'image par fatigue modifient très peu les performances du calcul. Nous présentons ici uniquement les résultats obtenus pour une image, mais ces calculs ont été réalisés quasi systématiquement pour chaque zone. Des résultats similaires ont été obtenus.

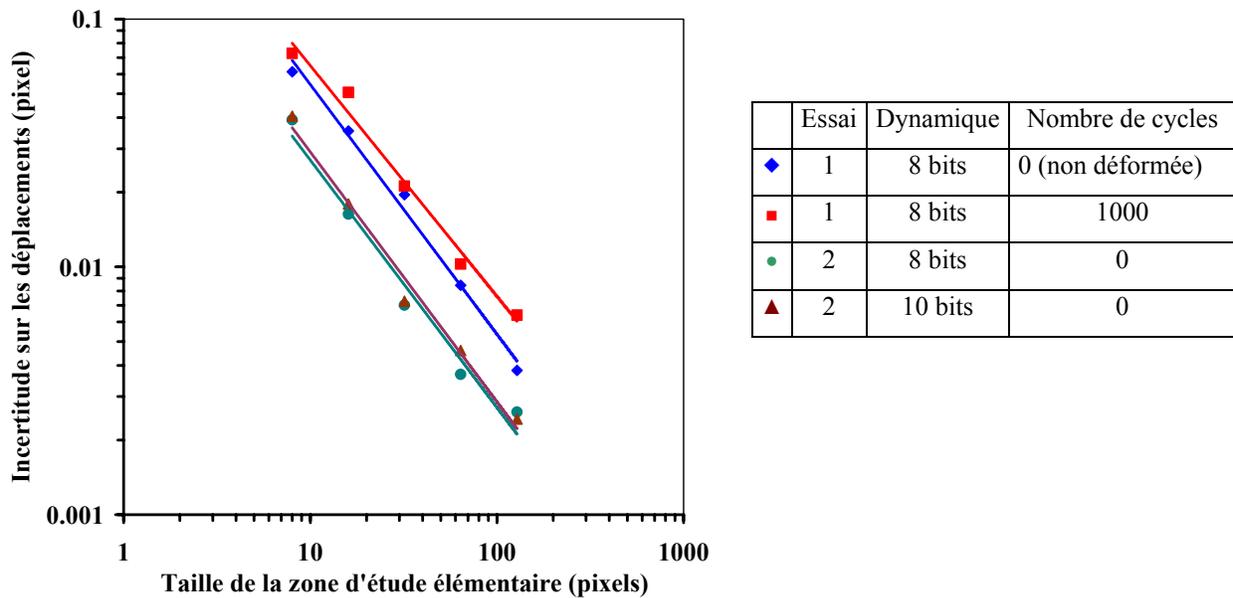


Figure II-21. Evolution de l'incertitude sur les déplacements en fonction de la taille de la zone d'étude élémentaire, pour différents types d'images, par CorreliQ4.

L'acquisition des images se fait à l'aide d'un programme écrit sous LabVIEW. Une première écriture du programme nous a permis d'enregistrer les images acquises uniquement en 8 bits bien que la caméra ait une dynamique de 10 bits. Les images prises lors du premier essai de fatigue sont donc toutes codées sur 8 bits. Une réécriture du programme nous permet à présent d'utiliser toute la dynamique de la caméra, à savoir 10 bits, et les images sont enregistrées directement en valeurs de niveau de gris sous forme de tableaux. Les images prises lors du second essai sont donc codées en 10 bits.

La Figure II-21 présente l'incertitude sur les déplacements d'une même zone pour laquelle deux images ont été enregistrées au cours de l'essai 2 au même instant, une image en 10 bits et l'autre en 8 bits. La même démarche a été adoptée pour ces deux images, c'est-à-dire un déplacement artificiel compris entre 0 et 1 pixel par pas de 0,1 pixel a été imposé aux deux images et les incertitudes sur les déplacements obtenues sont données dans les 2 cas. L'incertitude sur les déplacements sur image en 10 bits (essai 2) est 2x plus faible que celle sur image en 8 bits (essai 1). Néanmoins, l'incertitude sur les déplacements, calculée sur l'image de l'essai 2 codée en 8 bits, est la même que celle sur l'image codée en 10 bits. Ce résultat est assez étonnant car en règle générale, l'augmentation de la dynamique de la caméra permet de diminuer nettement les incertitudes [Hild 06].

La préparation de la surface en est vraisemblablement la cause. En effet, l'éprouvette 2 (essai 2) a subi une préparation différente de l'éprouvette 1 (essai 1). L'éprouvette 1 a subi une attaque électrolytique et l'éprouvette 2 a subi un polissage électrolytique, ce qui donne des aspects de surface différents dans les deux cas, ce qui peut expliquer l'amélioration en termes de performances des calculs effectués sur les images de l'essai 2.

La mise au point des essais, des premiers tests et des premières analyses ont été effectués avec le logiciel Correl^{LMT} [El Bartali 06a, b et c]. Les calculs obtenus avec Correl^{Q4} étant beaucoup plus performants, ce logiciel a été utilisé ensuite [El Bartali 07a et b]. L'ensemble des résultats présentés dans ce mémoire concerne des résultats obtenus avec Correl^{Q4}.

II.2.6. Originalité de la technique adoptée

Le plus souvent dans la littérature, les mesures de champs de déplacements et de déformations rapportées ont été menées sur des images prises lors d'essais monotones et sur des zones d'étude de quelques centaines de μm^2 à quelques cm^2 [Puyo-Pain 05], [Forquin 04], [Chen 05]. La répartition aléatoire des niveaux de gris dans l'image est garantie par le dépôt d'un mouchetis. Les originalités de la technique adoptée ici sont :

- Les champs de déplacements et de déformations sont calculés sur des images prises au cours d'essais de fatigue plastique oligocyclique.
- Les essais sont faits in situ directement sur la machine d'essai, sans démontage de l'éprouvette.
- Les mesures sont effectuées à l'échelle de la microstructure.
- La texture en niveaux de gris aléatoire de l'image résulte d'une simple attaque électrochimique (pas de dépôt).

Avant de présenter des résultats de mesures de champs en fatigue, il faut pouvoir vérifier la validité de la technique de corrélation d'images numériques à l'échelle où elle est utilisée sur des essais simples, pour lesquels nous connaissons à l'avance la déformation totale macroscopique appliquée à l'éprouvette.

Rappelons que nous avons effectué et analysé les résultats de deux essais de FPO. Pour le premier, les images ont été prises à charge maximale, pour le second, elles l'ont été à déformation imposée nulle. En conséquence, les déformations mesurées entre deux images sont faibles, elles correspondent aux déformations plastiques cumulées entre les deux arrêts. De plus ces déformations dépendent de nombreuses caractéristiques cristallographiques des grains et des phases (texture, taille, forme, orientation...), il est donc très difficile d'estimer a priori la déformation calculée par corrélation d'images numériques. En revanche, par des essais de traction monotone, on peut mesurer la déformation moyenne appliquée à l'éprouvette à l'aide d'un extensomètre et ainsi pouvoir la comparer à la déformation moyenne calculée. Des essais de traction monotone interrompus ont donc été effectués sur l'acier inoxydable duplex.

II.2.6.1. Essais de traction monotone

L'essai présenté ici a été effectué sur une éprouvette plate en acier inoxydable duplex qui ne présente pas d'entaille. Les dimensions de la partie utile sont $(h ; l ; e) = (20 ; 15,5 ; 3,7)$ mm. L'éprouvette a été polie mécaniquement puis attaquée électrochimiquement à l'acide nitrique. L'essai a été réalisé en asservissement de déplacement, un extensomètre était fixé sur l'éprouvette pour mesurer la déformation de la partie utile en cours d'essai. L'essai s'est déroulé en deux phases. Pendant la première phase, l'éprouvette a subi une sollicitation de traction monotone jusqu'à 0,31% de déformation puis a été déchargée jusqu'à une charge nulle (phase 1). Après la décharge, la déformation plastique résiduelle a été évaluée à $5 \cdot 10^{-4}$. L'éprouvette a ensuite subi une 2^{ème} mise en charge (phase 2) jusqu'à 7,37% de déformation totale. Pendant ces deux phases, le pilotage a été interrompu plusieurs fois pour prendre des images de la surface de l'éprouvette.

A chaque prise, une zone d'approximativement $500 \times 400 \mu\text{m}^2$ (2 x 2 images de $265 \times 200 \mu\text{m}^2$, soit $0,19 \mu\text{m}$ pour 1 pixel) a été photographiée lors de la phase 1 et une zone d'environ $280 \times 200 \mu\text{m}^2$ (2 x 2 images de $145 \times 110 \mu\text{m}^2$, soit $0,27 \mu\text{m}$ pour 1 pixel) lors de la phase 2. Les images sont codées en 8 bits.

L'état de référence (0) de la phase 2 correspond à l'état après la décharge. Des images ont donc été prises à différents niveaux de déformation et des comparaisons entre les déformations mesurées à l'aide de l'extensomètre et les déformations moyennes calculées à partir des champs mesurés par CIN ont été effectuées.

A partir des images prises durant l'essai, des calculs de champs de déformations ont été effectués à l'aide de CorreliQ4 entre image de référence et image déformée. Les calculs sont effectués pour une taille de zone d'étude élémentaire (ZEE) de 32 pixels. Nous avons ensuite comparé la déformation moyenne longitudinale ε_{11} calculée par CIN à la déformation mesurée par l'extensomètre. Le Tableau II-1 et la Figure II-22 donnent la déformation mesurée par l'extensomètre et la moyenne des 4 déformations moyennes calculées par corrélation d'images sur chaque RE pour chaque arrêt des 2 phases de l'essai.

| | Arrêt | Contrainte (MPa) | Déformation relative extensomètre (%) | Déformation relative calculée (%) |
|--------------------|-------------|------------------|---------------------------------------|-----------------------------------|
| Phase 1 | Référence 1 | 0 | 0 | 0 |
| | 1 | 217 | 0.11 | 0.10 |
| | 2 | 344 | 0.18 | 0.18 |
| | 3 | 431 | 0.24 | 0.23 |
| | 4 | 511 | 0.31 | 0.34 |
| Décharge élastique | | | | |
| Phase 2 | Référence 2 | 0 | 0 | 0 |
| | 1 | 591 | 0.48 | - |
| | 2 | 645 | 1.83 | 1.84 |
| | 3 | 682 | 3.29 | 3 |
| | 4 | 712 | 4.67 | 4 |
| | 5 | 760 | 7.37 | - |

Tableau II-1. Niveaux de déformation et de contrainte moyennes à chaque interruption d'essai (NB : pour les arrêts 2 et 5 de la phase 2, les calculs n'ont pas convergé)

A l'échelle de la microstructure, les champs de déplacements et de déformations sont fortement hétérogènes. Cependant, à l'échelle de l'éprouvette, on peut considérer la déformation comme homogène dans la partie utile, et égale à celle mesurée par l'extensomètre sur une base de 10 mm. Au contraire, les champs déterminés par CIN sont obtenus sur des zones beaucoup plus petites ($265 \times 200 \mu\text{m}^2$ ou $145 \times 110 \mu\text{m}^2$). Les déformations calculées sur les différentes zones sont néanmoins très proches de celle mesurée par l'extensomètre. La taille de la zone d'étude choisie ne représente sans doute pas un volume élémentaire représentatif du matériau mais elle en est proche.

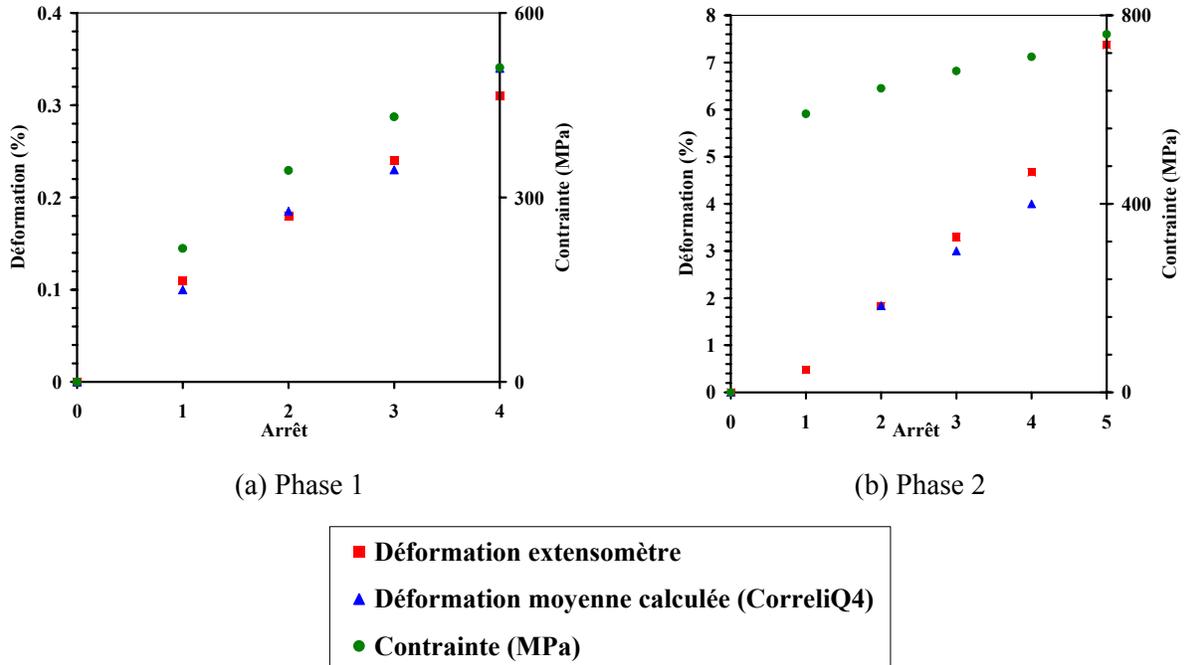


Figure II-22. Comparaison entre les déformations mesurées par l'extensomètre et la moyenne des déformations moyennes de celles calculées par corrélation d'images numériques par CorreliQ4 sur une zone lors d'un essai de traction monotone interrompu ; phase 1 (a), phase 2 (b).

Pour des déformations comprises entre 2% et 5%, il existe une erreur de 10 à 20% entre la déformation mesurée et la déformation calculée. Et pour des déformations supérieures à 5%, le calcul n'est plus fiable, il diverge ou donne des valeurs de déformations aberrantes. Nous en proposons une interprétation simple. Lorsque la déformation appliquée est importante ($> 2\%$), de nombreuses bandes de glissement apparaissent dans les grains, modifiant fortement la texture de la surface. Par ailleurs, la morphologie des grains change à cause de leur allongement et de leur distorsion dus à la forte déformation plastique. Les images sont trop différentes pour pouvoir être corrélées. Il est alors nécessaire de réactualiser l'image de référence pour garder à peu près les mêmes variations de niveaux de gris entre les deux images.

La Figure II-23 présente la courbe contrainte vraie – déformation vraie obtenue pendant l'essai, comparée à la courbe de traction monotone obtenue par Aubin sans interruption de l'essai [Aubin 01]. Seule la phase 2 de l'essai est représentée. Ces courbes se superposent parfaitement, ce qui exclut toute hypothèse d'erreur dans la mesure de la déformation par l'extensomètre.

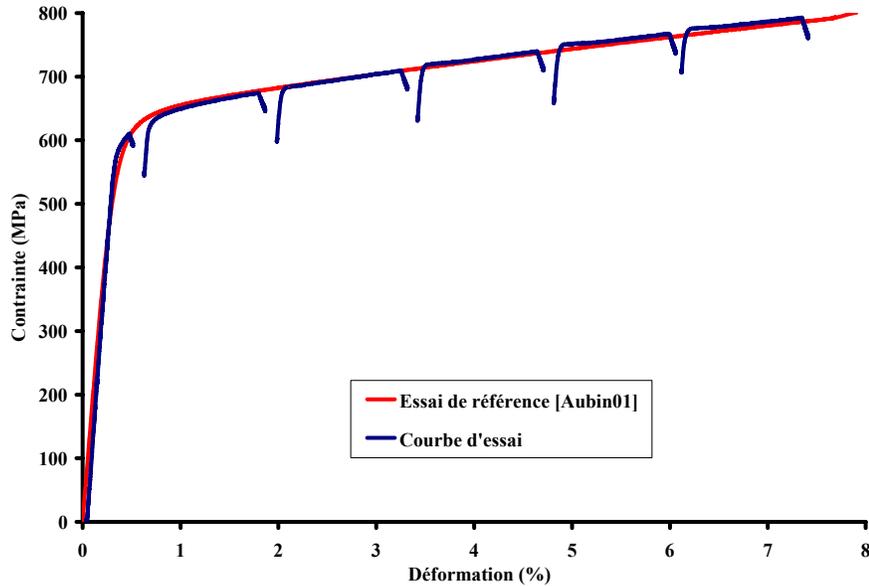


Figure II-23. Courbe contrainte vraie – déformation vraie de l’acier inoxydable duplex. (déformation mesurée par extensomètre).

II.2.6.2. Comparaison entre la déformation moyenne calculée à partir des champs de déformations et celle calculée par la méthode des éléments finis.

Nous avons vu précédemment que, dans le cas des petites déformations, la moyenne des déformations moyennes calculées par corrélation d’images est très proche de celle mesurée par l’extensomètre. Ces calculs ont été effectués sur une éprouvette plate sans entaille, donc sans concentration de déformations. Comme nous travaillons en FPO sur des éprouvettes cylindriques entaillées, nous devons calculer la déformation en traction monotone sur cette géométrie d’éprouvette. En raison de la présence de l’entaille, la déformation en fond d’entaille est différente de celle mesurée par l’extensomètre. Un calcul par éléments finis en élasto-plasticité utilisant la courbe de traction monotone du matériau permet d’obtenir la déformation en fond d’entaille et de la comparer à celle calculée par CIN sur la même géométrie d’éprouvette (Figure II-24).

Le calcul par la méthode des éléments finis a été réalisé sur la partie cylindrique entaillée d’une éprouvette en tenant compte de son plan de symétrie (Figure II-24a). Le calcul est effectué en utilisant le logiciel ABAQUS. Le matériau est considéré isotrope et son comportement élasto-plastique est décrit par la courbe de traction monotone, avec l’hypothèse des petites perturbations. Sur la surface supérieure de l’éprouvette, un déplacement est appliqué de façon à obtenir une déformation macroscopique de 0,5% loin

de l'entaille. La déformation longitudinale calculée en fond d'entaille est de 0,64% (Figure II-24a). Cette déformation est supérieure à 0,5% car l'entaille induit une concentration des contraintes et des déformations en fond d'entaille.

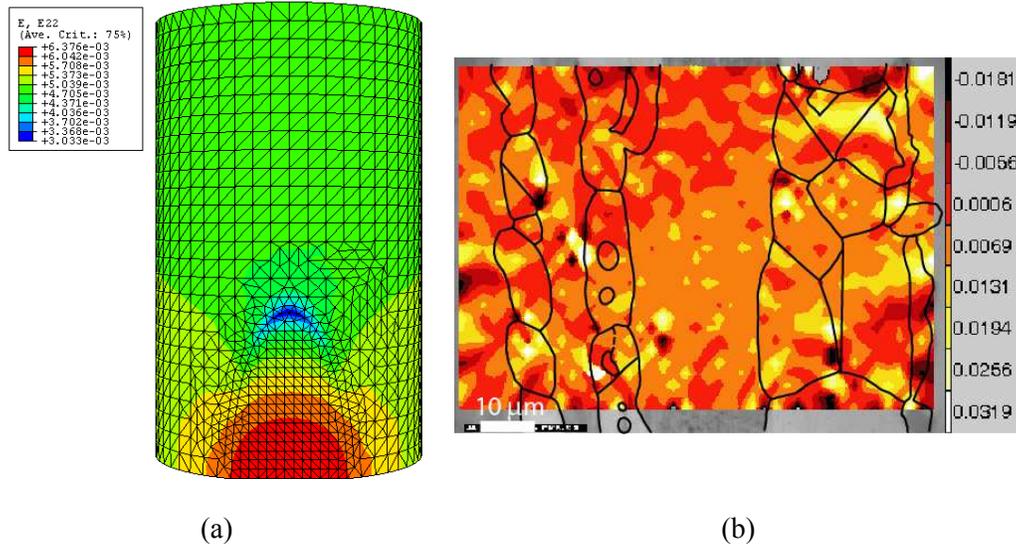


Figure II-24. Déformation longitudinale calculée, par la méthode des éléments finis (a), et par la méthode de la CIN (b).

Le calcul de corrélation a été effectué sur des images prises avant déformation et des images prises au premier quart de cycle (après une déformation totale de 0,5%). La Figure II-24b montre un exemple de calcul sur une zone provenant du premier essai. La déformation moyenne calculée ϵ_{11} sur cette zone est de 0,69 %. Bien que cette déformation soit calculée comme la moyenne des déformations sur une surface ($120 \times 90 \mu\text{m}^2$), celle-ci est suffisamment petite pour que l'on puisse considérer cette déformation comme ponctuelle par rapport au gradient de déformation calculé en fond d'entaille. De plus, l'acier inoxydable duplex étant biphasé et polycristallin, les champs de déplacements et de déformations à l'échelle de la microstructure dépendent fortement des hétérogénéités et des caractéristiques cristallographiques locales (taille de grain, orientation). Une dispersion existe sur les champs de déplacements et de déformations mesurés sur différentes zones d'une même éprouvette. C'est que chaque zone d'une part est une zone de surface, et d'autre part ne représente sans doute pas exactement un VER. Les déformations moyennes calculées sur les différentes zones d'étude, de dimensions approximatives $120 \times 90 \mu\text{m}^2$, sont comprises entre 0,5 et 0,7%.

II.3. Conclusions

- Les techniques d'observations et d'analyses existantes permettant d'étudier les micromécanismes d'endommagement en fatigue ont été rapidement décrites.
- Un dispositif de microscopie in situ et d'acquisition d'images numériques a été choisi et mis au point pour effectuer des observations de surface en cours d'essais de FPO. Un profilomètre interférométrique a été choisi pour mesurer les reliefs de surface en fin d'essai.
- Les observations de surface sont effectuées à l'échelle de la microstructure sur des éprouvettes de fatigue standard entaillées. Des calculs de CIN sont effectués sur les images numériques acquises en cours d'essai. Le principe de la technique de CIN utilisée a été présenté (logiciels CORRELI^{LMT} et CORRELIQ4).
- Les caractéristiques et les performances de la chaîne de mesure (texture de l'image, logiciel d'acquisition et logiciel de calcul) ont été étudiées dans le cas de transformations d'images types (translation ou déformation uniforme). Les résolutions des calculs de champs de déplacements et de déformations ont été évaluées de l'ordre de 0,01 pixel en déplacement et de l'ordre de 10^{-4} en déformation. Pour une résolution spatiale de 32 pixels, les incertitudes sur les déplacements et sur les déformations sont estimées à 0,02 pixel et à $8 \cdot 10^{-4}$ respectivement.
- La technique a été validée pour une sollicitation de traction simple. Les déformations obtenues par CIN ont été comparées, d'une part à la déformation mesurée par un extensomètre sur éprouvette plate, et d'autre part à une déformation en fond d'entaille calculée par éléments finis.

Dans les chapitres suivants, nous discuterons des résultats obtenus durant des essais de FPO sur l'acier inoxydable duplex. L'analyse des observations de surface et des champs de déformations calculés par CIN nous permettra d'analyser l'évolution de la plasticité cyclique et l'amorçage en FPO sur ce matériau.

- Chapitre III -

| | |
|---|-----|
| CHAPITRE III. Mécanismes de déformation plastique identifiés par mesures EBSD dans l'acier inoxydable duplex | 85 |
| III.1. Les mécanismes de déformation en fatigue plastique oligocyclique | 85 |
| III.1.1. Les origines de la déformation plastique..... | 85 |
| III.1.2. Mécanismes de déformation sous chargement cyclique dans les aciers inoxydables duplex..... | 87 |
| III.2. Observations des mécanismes en FPO identifiés par EBSD..... | 92 |
| III.2.1. Aspect morphologique des marques de glissement observées et leur évolution en cours d'essai..... | 92 |
| III.2.1.1. Dans la phase austénitique | 92 |
| III.2.1.2. Dans la phase ferritique..... | 95 |
| III.2.1.3. Synthèse | 97 |
| III.2.2. Aspect cristallographique des marques de glissement : identification des systèmes de glissement activés..... | 97 |
| III.2.2.1. Rappels des systèmes de glissement | 97 |
| III.2.2.2. Technique EBSD..... | 100 |
| III.2.2.3. Identification des systèmes de glissement activés..... | 104 |
| III.3. Conclusions | 114 |

CHAPITRE III. MECANISMES DE DEFORMATION PLASTIQUE IDENTIFIES PAR MESURES EBSD DANS L'ACIER INOXYDABLE DUPLEX

Ce chapitre a pour objet l'étude des micromécanismes de plasticité observés en surface en fatigue plastique oligocyclique de l'acier inoxydable duplex. Dans une première partie, nous commencerons par faire quelques brefs rappels bibliographiques sur les origines de la plasticité et les mécanismes de déformation en fatigue oligocyclique des aciers inoxydables duplex. En seconde partie, nous nous intéresserons à l'apparition et à l'évolution des marques de glissement au cours du cyclage dans chaque phase de l'acier étudié. A partir de mesures des orientations cristallines (EBSD), les systèmes de glissement activés dans chaque phase seront identifiés. Ces analyses nous permettront de comprendre de quelle manière la déformation plastique cyclique est accommodée par chacune des phases.

Rappelons qu'en fatigue, on se place dans l'hypothèse des petites déformations, nous supposons donc que les orientations des grains ne changent pas au cours du cyclage, elle restent donc les mêmes que celles mesurées par EBSD avant essai. De même pour les calculs de corrélation, nous supposons que la forme des grains ne change pas.

III.1. Les mécanismes de déformation en fatigue plastique oligocyclique

III.1.1. Les origines de la déformation plastique

Sous l'effet d'une sollicitation mécanique extérieure supérieure à la limite d'élasticité, un alliage métallique se déforme plastiquement. Les origines de cette déformation plastique sont la création, le mouvement et l'interaction de dislocations dans les structures cristallines. Il existe deux types de dislocations : les dislocations coin et les dislocations vis (Figure III-1). Plusieurs ouvrages décrivent de façon très détaillée les mécanismes de plasticité cristalline dans les matériaux métalliques [Friedel 64], [Adda 79], [Hull 89], [François 92] et [Martin 00]. Nous n'en donnerons ici que les éléments essentiels.

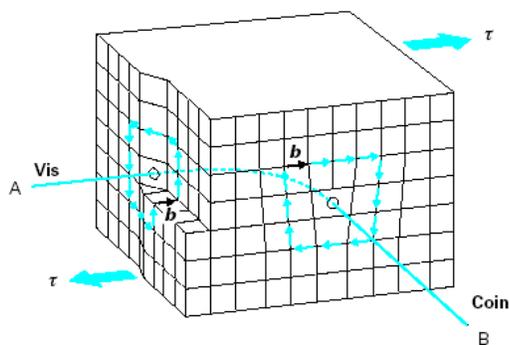


Figure III-1. Représentation d'une dislocation vis et d'une dislocation coin.

Les observations de surface d'un échantillon métallique polycristallin déformé plastiquement font apparaître des lignes de glissement, souvent regroupées en bandes appelées bandes de glissement (Figure III-2). Elles résultent des mouvements des dislocations dans les grains.

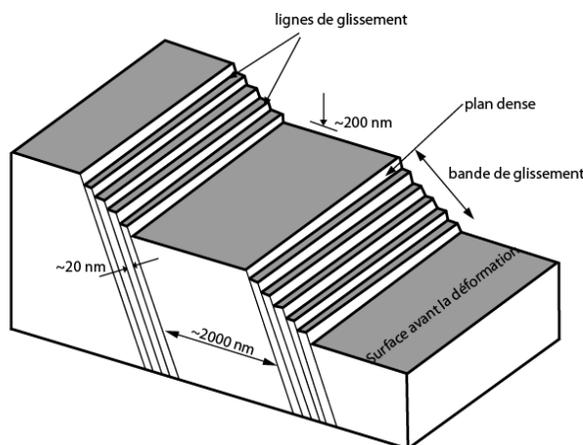


Figure III-2. Schéma de la surface d'un cristal présentant plusieurs lignes de glissement associées en bandes.

Une ligne ou une marque de glissement est le bord d'une marche créée à la surface par l'émergence d'une dislocation glissante. Elle correspond à un déplacement relatif de deux parties du cristal suivant un plan et dans une direction donnée. La déformation plastique s'effectue suivant des plans cristallographiques et dans des directions cristallographiques privilégiés, appelés plans et directions de glissement ; il s'agit des plans et des directions denses de la structure cristalline. La combinaison d'un plan de glissement et d'une direction de glissement constitue ce qu'on appelle un système de glissement. Ceux-ci ont été déterminés pour un grand nombre de structures cristallines (CC, CFC, HC...). Nous

rappèlerons les systèmes de glissement des structures cristallographiques CFC et CC au paragraphe III.2.2.1. Le mécanisme de glissement apparaît lorsque la contrainte de cisaillement dans le plan de glissement dans la direction de glissement est supérieure à une valeur critique, appelée cission critique.

L'aspect des lignes de glissement et les structures de dislocations associées dépendent de nombreux facteurs comme le mode de chargement (monotone ou cyclique, uniaxial ou multiaxial...), la structure cristallographique, l'orientation cristallographique par rapport aux chargements mécaniques, la température, la vitesse et le taux de déformation, etc.

III.1.2. Mécanismes de déformation sous chargement cyclique dans les aciers inoxydables duplex.

Sous sollicitations cycliques, le comportement plastique d'un matériau est caractérisé par plusieurs régimes. Ces régimes sont étroitement liés à l'évolution des microstructures de dislocations qui se développent dans le matériau au cours du cyclage. L'évolution des microstructures de dislocations a fait l'objet de nombreuses études, sur les matériaux CFC (cuivre, acier inoxydable austénitique AISI 316L...) [Basinski 83], [Magnin 84a et b], [Degallaix 84], [Basinski 85a et b], [Polak 91], [Klensil 93], [Gaudin 02], sur les matériaux CC (acier inoxydable ferritique...), [Man 04], [Polak 05b], [Petrevec 06] et depuis quelques années sur les aciers inoxydables duplex [Degallaix 96], [Llanes 96], [Mateo 96], [Kruml 97], [Mateo 01], [Petrevec 05], [Alvarez 06], [Chu 06], [Marinelli 06], [Alvarez 07a et b].

Dans le cas des aciers inoxydables duplex, la courbe d'écrouissage cyclique est caractérisée par trois stades selon l'amplitude de déformation plastique imposée (Figure III-3) [Mateo 96], [Llanes 96], [Mateo 01] et [Alvarez 07b].

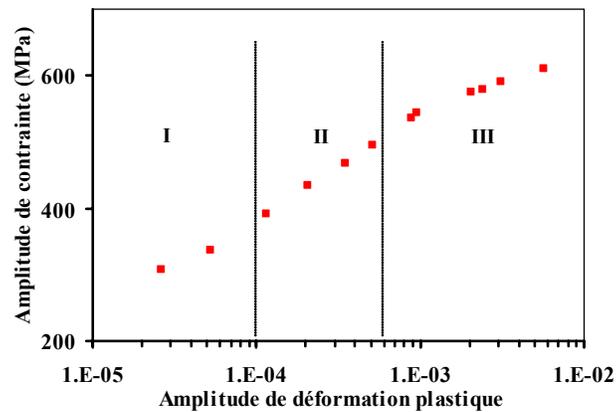


Figure III-3. Courbe d'écrouissage cyclique obtenue pour un acier inoxydable duplex SAF 25-07 [Mateo 01].

Pour les faibles amplitudes de déformations plastiques ($\Delta\varepsilon_p/2 < 10^{-4}$, stade I), la déformation plastique est essentiellement accommodée par la phase austénitique, l'activité des dislocations est essentiellement concentrée dans cette phase qui présente une forte densité de dislocations. Les dislocations y sont observées sous arrangements planaires (Figure III-4a). Ces arrangements correspondent à un empilement de dislocations et de défauts d'empilement [Degallaix 95], [Mateo 96], [Kruml 97], [Gaudin 02]. Ces arrangements planaires de dislocations se situent dans les plans (111). Les microstructures observées dans l'austénite sont semblables à celles observées dans les aciers inoxydables austénitiques du type AISI 316L [Kruml 97]. En revanche, la ferrite ne présente aucune évolution importante des microstructures de dislocations dans ce stade I. Certains auteurs comparent le comportement de l'acier inoxydable duplex à celui de l'acier inoxydable austénitique dans ce domaine des faibles amplitudes de déformations [Magnin 88a], [Ho 88], et [Mateo 96].

Pour les amplitudes de déformations plastiques intermédiaires ($10^{-4} < \Delta\varepsilon_p/2 < 6 \cdot 10^{-4}$, stade II), les deux phases accommodent la déformation plastique. Dans les grains austénitiques, de nouveaux systèmes de glissement sont activés. Les dislocations sont uniformément distribuées dans la phase austénitique. Les bandes formées par ces dislocations sont parallèles aux plans de glissement activés. Les grains ferritiques présentent une microstructure en matrice sous forme de veines (Figure III-4b). Les veines sont constituées de murs de dislocations coins alignées dans les plans de glissement activés. Elles sont constituées de zones denses en dislocations séparées par des zones pauvres en dislocations, appelées chenaux.

A fortes amplitudes de déformations plastiques ($\Delta\varepsilon_p/2 > 6 \cdot 10^{-4}$, stade III), une structure de type matrice prédomine dans les grains ferritiques. Pour $\Delta\varepsilon_p/2 < 1,5 \cdot 10^{-3}$, cette structure est de type boucles de dislocations (Figure III-4c), sources de Franck-Read (Figure III-4d), amas de dislocations (Figure III-4e) [Alvarez 06]. Cette structure s'intensifie lorsque l'amplitude de déformation croît, elle évolue vers une structure de type murs (Figure III-4f) puis cellules (Figure III-4g). Dans les grains austénitiques en revanche, la microstructure évolue peu dans ce stade. Des arrangements planaires, et des structures en cellules (pour les hauts niveaux de déformation) sont observés. La Figure III-5 résume les structures de dislocations observées dans chaque phase d'un acier inoxydable duplex dans ce stade III, en fonction de l'amplitude de déformation plastique [Alvarez 07b]. Dans ce stade, Mateo compare le comportement de l'acier inoxydable duplex à un comportement purement ferritique [Mateo 96].

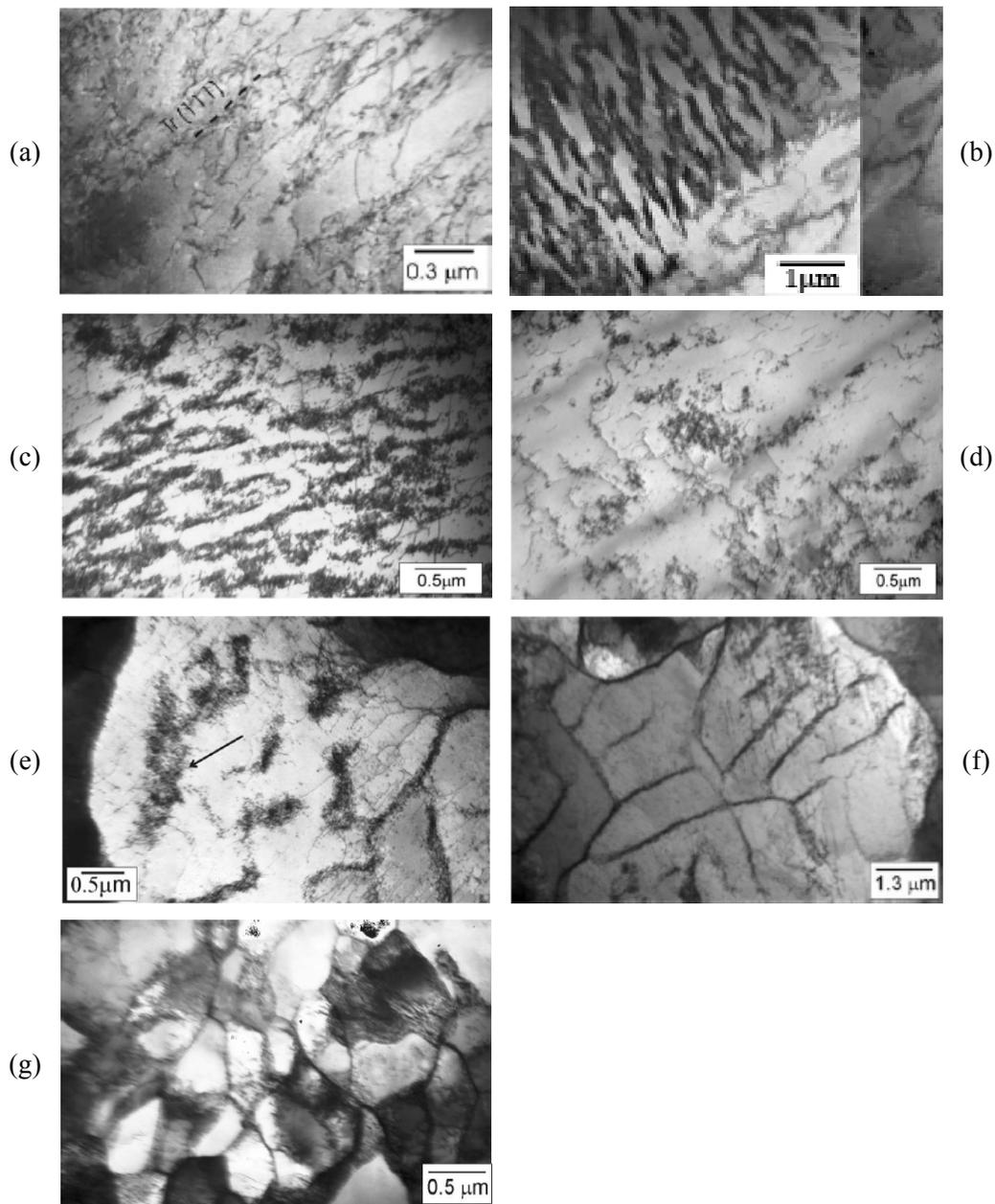


Figure III-4. Microstructures de dislocations observées par MET dans un acier inoxydable duplex 25 07 (N=0,26%) à rupture. Dans la phase austénitique : arrangements planaires ($\Delta\epsilon_p=2,5 \cdot 10^{-3}$) (a). Dans la phase ferritique : microstructure en veines ($\Delta\epsilon_p=2,5 \cdot 10^{-3}$) (b) ; boucles de dislocations ($\Delta\epsilon_p=1,5 \cdot 10^{-3}$) (c), sources de Frank-Read ($\Delta\epsilon_p=1,5 \cdot 10^{-3}$) (d), amas de dislocations ($\Delta\epsilon_p=2,5 \cdot 10^{-3}$) (e), microstructure en murs ($\Delta\epsilon_p=6 \cdot 10^{-3}$) (f). Microstructures en cellules développées dans les deux phases ($\Delta\epsilon_p=1,2 \cdot 10^{-2}$) (g) [Alvarez 06] et [Alvarez 07a].

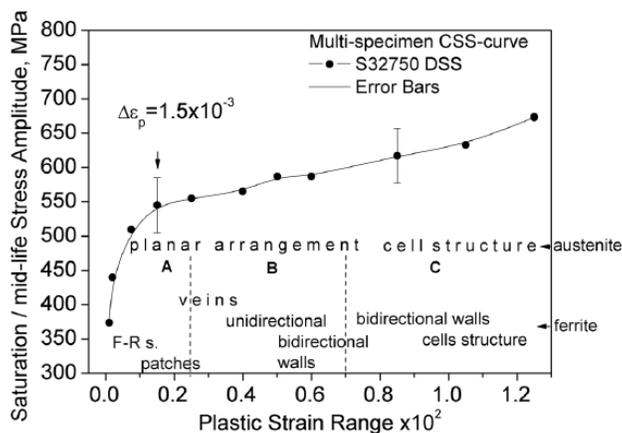


Figure III-5. Courbe d'érouissage cyclique et microstructures de dislocations associées lors de la fatigue plastique oligocyclique d'un acier inoxydable duplex pour $\Delta\epsilon_p/2 > 10^{-3}$ [Alvarez 07b].

Les interactions et les réarrangements des dislocations par les processus de multiplication et d'annihilation des dislocations forment des bandes de glissement persistantes (BGP, ou persistent slip bands (PSB) en anglais) en fatigue plastique oligocyclique (Figure III-6a). Ces bandes sont constituées de structures en échelle, formées de murs denses en dislocations séparés par des chenaux pauvres en dislocations (Figure III-6a). La déformation plastique cyclique se localise dans ces BGP et le mouvement des dislocations à l'intérieur de ces bandes entraîne la formation d'un relief en forme d'intrusions-extrusions (Figure III-6b).

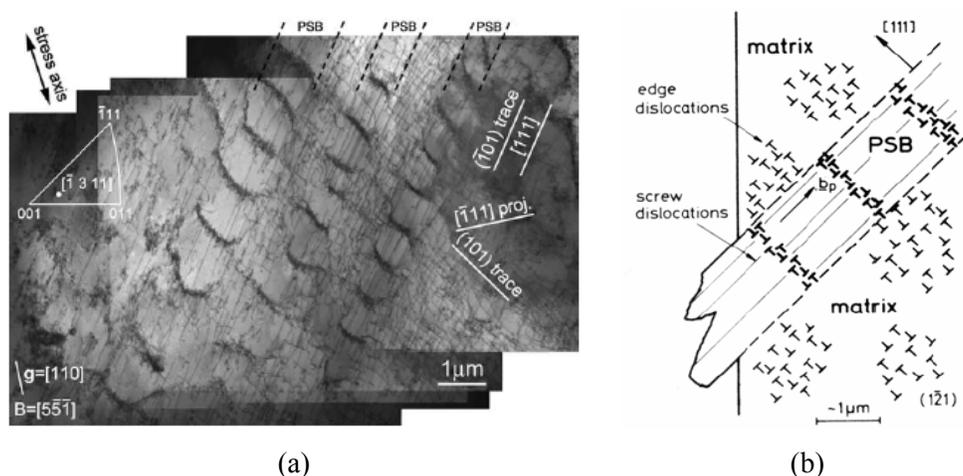


Figure III-6. Structures en échelle caractéristiques des PGB observées dans un acier ferritique ($\Delta\epsilon_p/2 = 2 \cdot 10^{-3}$) [Man 04] (a), schéma d'émergence des bandes de glissements persistantes [Essmann 81].

Et c'est au sein de ces intrusions-extrusions que les microfissures s'amorcent le plus souvent. Des modèles basés sur la migration des défauts ponctuels ont été proposés pour la formation de ces intrusions-extrusions [Essmann 81], [Polak 87].

Il faut noter par ailleurs que des relations d'orientation entre les systèmes cristallographiques de l'austénite et de la ferrite sont susceptibles d'exister entre les deux phases de l'acier duplex. Ces relations d'orientation entre les deux phases CFC et CC sont communément appelées relations de Kurjumov-Sachs (KS) [Kurjumov-Sachs 30] et/ou de Nishijama–Wassermann (NW) [Nishijama 34], [Wassermann 35] (Tableau III-1.).

| Relations d'orientation | expression | Nombre de variants |
|-------------------------|--|--------------------|
| Kurjumov-Sachs | $\{111\}_\gamma // \{110\}_\alpha$ $\langle 110 \rangle_\gamma // \langle 111 \rangle_\alpha$ | 24 |
| Nishijama–Wassermann | $\{111\}_\gamma // \{110\}_\alpha$ $\langle 112 \rangle_\gamma // \langle 110 \rangle_\alpha$ (ou $\langle 110 \rangle_\gamma // \langle 100 \rangle_\alpha$) | 12 |

Tableau III-1.. Relations d'orientation entre l'austénite et la ferrite [Jonas 05]

Les relations KS indiquent qu'un plan dense $\{111\}$ de l'austénite est en correspondance avec un plan dense $\{110\}$ de la ferrite et qu'au sein de ces plans denses, une direction dense de l'austénite $\langle 110 \rangle$ est en correspondance avec une direction dense de la ferrite $\langle 111 \rangle$. Pour chaque plan $\{111\}$ de l'austénite, il existe 6 variants de relations KS, cela conduit à 24 variants au total, c'est-à-dire 24 orientations possibles de la ferrite une fois que l'orientation de l'austénite est fixée.

Les relations NW considèrent qu'un plan dense $\{111\}$ de l'austénite est en correspondance avec un plan dense $\{110\}$ de la ferrite, mais qu'au sein de ces plans, une direction $\langle 110 \rangle$ de l'austénite est en correspondance avec une direction $\langle 100 \rangle$ de la ferrite ou une direction $\langle 112 \rangle$ de l'austénite est en correspondance avec une direction $\langle 110 \rangle$ de la ferrite. Pour les relations NW, il existe uniquement 12 variants. Ces deux types de relations (KS et NW) semblent très différentes, mais en réalité elles sont seulement désorientées de $5,26^\circ$ l'une de l'autre. En réalité les relations observées se situent souvent entre les deux [Bugat 00]. L'existence de telles relations d'orientation facilite le transfert du glissement des dislocations d'une phase à l'autre.

Après ces brefs rappels bibliographiques sur les mécanismes de déformation de plastique, dans ce qui suit, nous présenterons les observations de l'activité de la plasticité cyclique dans chacune des phases de l'acier inoxydable duplex étudié ici.

Rappelons que pour notre étude, le niveau de déformation totale imposé est de $5 \cdot 10^{-3}$, ce qui correspond à une amplitude de déformation plastique de $2 \cdot 10^{-3}$, il se situe donc dans le stade III défini précédemment.

III.2. Observations des mécanismes en FPO identifiés par EBSD.

On rappelle que deux éprouvettes, que l'on nommera respectivement éprouvette 1 et éprouvette 2, ont été sollicitées en fatigue plastique oligocyclique en traction-compression (cf **Chapitre I**, paragraphe I.3.1.4). Régulièrement au cours du cyclage, des observations de l'endommagement de surface ont été effectuées à l'aide d'un dispositif de microscopie in situ. Pour chaque éprouvette, plusieurs zones ont été observées et photographiées. Les images optiques de la surface montrent le résultat de l'activité plastique cyclique dans l'acier duplex fatigué. Dans ce paragraphe, nous allons décrire chaque phase de l'apparition des premières marques de glissement et de leur évolution au cours du cyclage, et identifier les systèmes de glissement activés.

III.2.1. Aspect morphologique des marques de glissement observées et leur évolution en cours d'essai

III.2.1.1. Dans la phase austénitique

Observations de surface

L'analyse des images prises au cours des essais de fatigue montre que les premières marques de glissement apparaissent dans la phase austénitique. La Figure III-7 montre le résultat de l'activité de déformation plastique cyclique observé aux cycles 20 et 200 dans l'éprouvette 2. Dès 20 cycles, de nombreux grains γ présentent des marques de glissement (voir flèches). Ces premières marques dans l'austénite sont observées pour un nombre de cycles compris entre 10 et 50 cycles selon la zone. Ces marques apparaissent le plus souvent au voisinage des joints de grains. Les joints de grains sont des sources et puits de dislocations, mais aussi leur voisinage est le lieu où apparaissent les dislocations géométriquement nécessaires à l'accommodation des déformations plastiques entre grains. Durant les premiers cycles, les marques de glissement n'apparaissent que dans quelques grains γ , puis le nombre de ces marques et leur relief s'intensifient rapidement au cours du cyclage, elles couvrent la majorité des grains γ après 200 cycles (Figure III-7b). Cette apparition des marques de glissement très tôt dans

l'austénite montre clairement que la déformation plastique est d'abord accommodée par cette phase, ce qui est cohérent avec la plus faible limite d'élasticité de l'austénite par rapport à la ferrite.

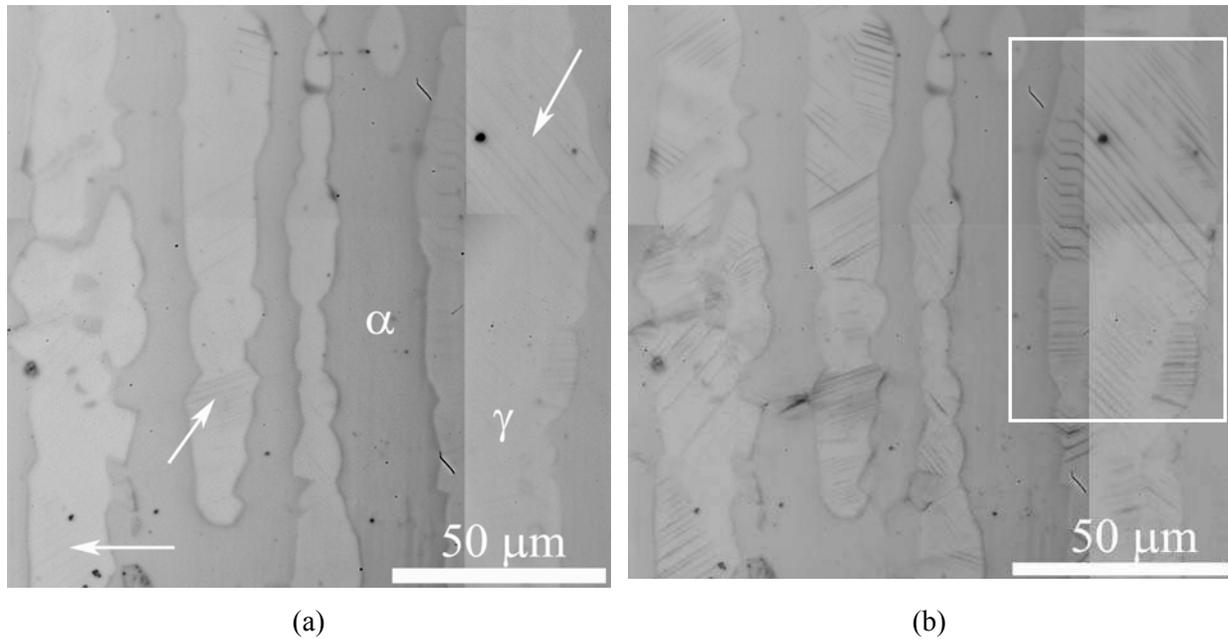


Figure III-7 . Marques de glissement observées en surface dans l'acier inoxydable duplex étudié (éprouvette 2, $(\Delta\epsilon_r/2= 5 \cdot 10^{-3}, \dot{\epsilon} = 10^{-3} s^{-1})$) : à 20 cycles (a), à 200 cycles (b).

Mesures de relief

Des mesures du relief de surface effectuées au profilomètre interférométrique permettent de quantifier la hauteur et la largeur des bandes de glissement observées. La Figure III-8a montre la topographie des grains austénitiques en fin d'essai ($N=2300$ cycles) dans la partie droite de la Figure III-7b (zone encadrée). Ces grains austénitiques ont été choisis parce qu'ils sont assez gros et permettent donc de faire des analyses sur une surface plus grande au sein d'un même grain. De plus, cette zone est représentative des marques de glissement régulières observées. Les zones très déformées, près des joints de grains notamment, n'ont pas été prises en compte. La Figure III-8b présente le relief d'un grain austénitique. La Figure III-8c présente le profil mesuré sur la ligne représentée sur la Figure III-8b (coupe suivant une direction perpendiculaire aux traces des bandes de glissement). Plusieurs paramètres permettent de caractériser la rugosité de la surface analysée. Ils sont mesurés par rapport à ligne moyenne ou la ligne des moindres carrés :

- R_a est l'écart arithmétique moyen,
- R_q est l'écart quadratique moyen,

- R_p est la hauteur maximale de saillie,
- R_v est la profondeur maximale de creux,
- R_t est la hauteur totale du profil.

Le tableau Figure III-8c donne les valeurs des paramètres mesurés sur le profil. La Figure III-8d montre la répartition statistique des hauteurs de tous les points de mesure dans la zone sélectionnée en Figure III-7b.

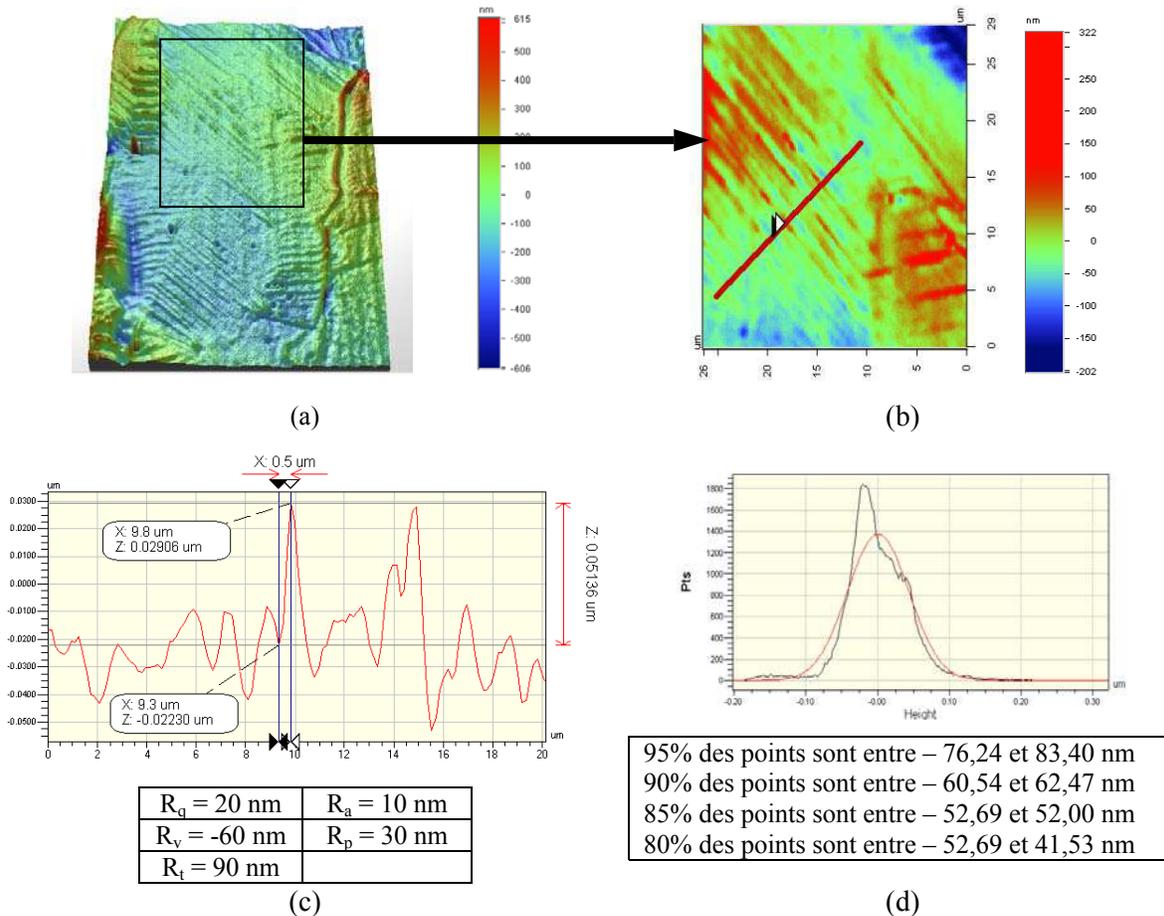


Figure III-8. Relief de surface dans l'austénite, mesuré par profilométrie interférométrique (éprouvette 2): vue 3D d'une zone de $40 \times 30 \mu\text{m}^2$ (relief accentué) (a), carte de relief dans un grain austénitique de la zone précédente (b), profil suivant la ligne indiquée en (b) (c), fonction de répartition des hauteurs des points de mesure de relief dans le grain austénitique (d).

Dans les grains austénitiques, les marques de glissement sont bien réparties. Elles sont morphologiquement très fines, rectilignes, parallèles et proches les unes des autres. La distance moyenne entre 2 marques de glissement, définie par la longueur du profil, divisée par le nombre de pics, vaut entre

1 et 2 μm (Figure III-8c). A l'intérieur de ce gros grain repéré, la rugosité est de l'ordre de la dizaine de nanomètres ($R_a = 20 \text{ nm}$ et $R_q = 30 \text{ nm}$, sur toute la zone Figure III-8b). La hauteur maximale du profil par rapport à la ligne moyenne mesurée sur la ligne Figure III-8c est de 51 nm, avec un $R_a = 20 \text{ nm}$ et un $R_q = 10 \text{ nm}$ sur cette ligne. La Figure III-8d montre que 95% des points de mesures ont une hauteur comprise entre -77 et 84 nm. Dans les zones où les grains sont très déformés, cette hauteur peut atteindre quelques centaines de nm (jusqu'à 300 nm, Figure III-8b). Les observations effectuées sur ce grain austénitique sont représentatives des mesures réalisées sur d'autres grains austénitiques et elles sont comparables à celles mesurées par d'autres auteurs par AFM sur des aciers inoxydables AISI 316L [Sabatier 02], [Villechaise 02], [Man 03], [Polak 03] ou sur un acier inoxydable duplex [Salazar 07].

III.2.1.2. Dans la phase ferritique

Comparativement à la phase austénitique, les marques de glissement apparaissent plus tard dans la phase ferritique. La déformation plastique dans cette phase est localisée dans quelques grains seulement, les premières marques y sont vues pour un nombre de cycles compris entre 50 et 200 selon la zone (Figure III-9 et Figure III-7b). Parfois, au sein d'un même grain, la déformation est hétérogène. Au même nombre de cycles, les marques de glissement dans la phase ferritique sont moins nombreuses que dans la phase austénitique.

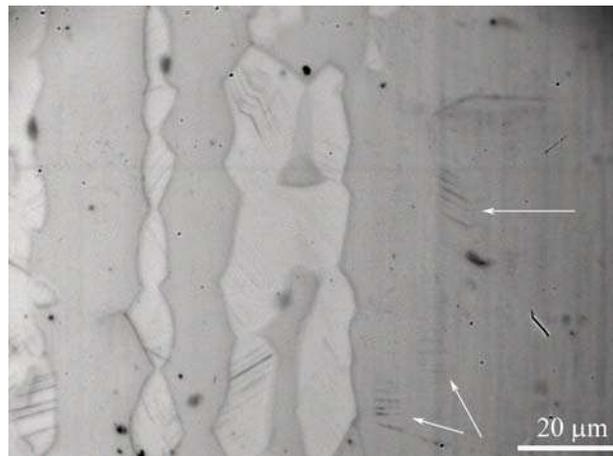


Figure III-9. Premières marques de glissement observées dans la phase ferritique à 100 cycles.

La Figure III-10a et la Figure III-10b montrent la topographie d'un grain ferritique mesurée au profilomètre interférométrique. Un profil suivant la ligne repérée en Figure III-10b permet de quantifier la

hauteur et la largeur des bandes de glissement dans ce grain (Figure III-10c). La Figure III-10d présente la fonction de répartition des hauteurs des points de mesure.

Dans la phase ferritique, les bandes sont deux fois plus épaisses et plus espacées que dans l'austénite. La distance moyenne entre bandes est de l'ordre de 3 μm (Figure III-10c). La rugosité mesurée dans la phase ferritique est plus grande que celle dans l'austénite. R_a et R_q varient beaucoup d'un grain à un autre. Leurs valeurs sont comprises entre 20 et 70 nm. Sur le profil de la Figure III-10c, R_a et R_q valent 40 nm. La Figure III-10d montre que 95% des points de mesure de la zone Figure III-10b ont une hauteur inférieure à 310 nm. Elle peut aller au delà de cette valeur pour les zones très déformées (Figure III-10d).

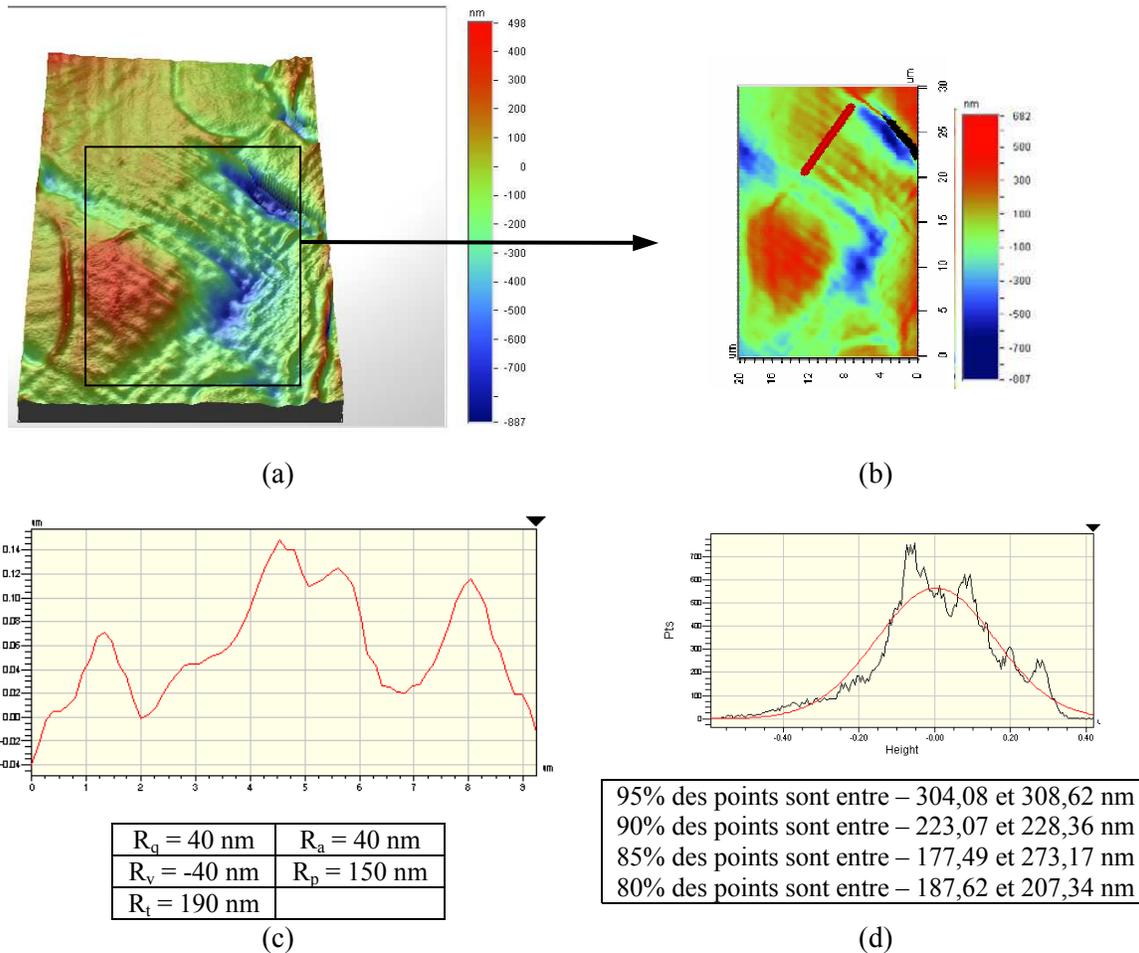


Figure III-10 . Relief de surface dans la ferrite, mesuré par profilométrie interférométrique (éprouvette 2): vue 3D d'une zone de 30 x 20 μm^2 (relief accentué) (a), carte de relief dans un grain ferritique de la zone précédente (b), profil suivant la ligne indiquée en (b) (c), fonction de répartition des hauteurs des points de mesure de relief dans le grain ferritique (d).

III.2.1.3. Synthèse

La déformation plastique cyclique est tout d'abord accommodée par la phase austénitique. Elle s'y manifeste par l'apparition très tôt de marques de glissement dans plusieurs grains austénitiques. L'aspect rectiligne et très fin de ces marques de glissement est caractéristique du glissement planaire des dislocations dans les structures CFC [Degallaix 96], [Kruml 97]. Ce glissement est d'autant plus planaire que la teneur en azote, essentiellement présent dans l'austénite, est élevée [Degallaix 96]. En revanche, dans la phase ferritique, les marques de glissement apparaissent plus tardivement au cours du cyclage et elles sont souvent ondulées. Ce caractère ondulé est dû au glissement dévié fortement présent dans les structures CC [Mateo 96], [Degallaix 96], [Kruml 97].

La rugosité en fin d'essai dans la phase ferritique est plus grande et plus hétérogène que celle dans la phase austénitique. La planéité du glissement dans l'austénite favorise la réversibilité du glissement des dislocations, et conduit à un relief de surface peu marqué. Au contraire le glissement dévié facile dans la ferrite conduit à une irréversibilité du glissement des dislocations et à un relief de surface sinueux en extrusions/intrusions moins nombreuses mais plus marquées. De plus, dans la phase ferritique, la déformation intragranulaire est fortement hétérogène au sein d'un même grain ferritique (Figure III-10a), contrairement à ce qui est observé dans l'austénite.

III.2.2. Aspect cristallographique des marques de glissement : identification des systèmes de glissement activés

III.2.2.1. Rappels des systèmes de glissement

Dans la phase austénitique

Dans l'austénite, de structure cristallographique CFC, les dislocations peuvent glisser suivant 4 plans de type $\{111\}$ (Figure III-11). Dans chacun de ces plans, il existe 3 directions possibles de glissement, les directions $\langle 110 \rangle$. Finalement, dans chaque grain austénitique, il existe 12 systèmes de glissement $\{111\}\langle 110 \rangle$, donnés dans le Tableau III-2 selon les notations de Schmid et Boas [Schmid 50].

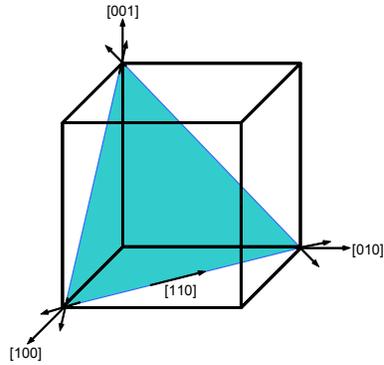


Figure III-11. Systèmes de glissement dans les structures CFC.

| Plans de glissement | Directions de glissement | | | | | | Systèmes de glissement possibles | | |
|---------------------|--------------------------|--------|-------|--------|--------|-------|----------------------------------|----|----|
| | | | | | | | A2 | A3 | A6 |
| A : (-111) | | | | | | | A2 | A3 | A6 |
| B : (111) | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | B2 | B4 | B5 |
| C : (-1-11) | [011] | [0-11] | [101] | [-101] | [-110] | [110] | C1 | C3 | C5 |
| D : (1-11) | | | | | | | D1 | D4 | D6 |

Tableau III-2. Notations de Schmid et Boas des systèmes de glissement $\{111\}\langle 110 \rangle$ pour l'austénite.

Dans la phase ferritique

Dans la ferrite, de structure cristallographique CC, les dislocations glissent suivant trois familles de plans de glissement $\{110\}$, $\{112\}$ et $\{123\}$. Pour l'ensemble de ces plans, les directions de glissement appartiennent à la famille des directions $\langle 111 \rangle$ (Figure III-12). Finalement, pour chaque grain ferritique, les systèmes de glissement possibles sont les systèmes de types $\{110\}\langle 111 \rangle$, $\{112\}\langle 111 \rangle$ et $\{123\}\langle 111 \rangle$, soit 48 systèmes de glissement au total, donnés dans le Tableau III-3.

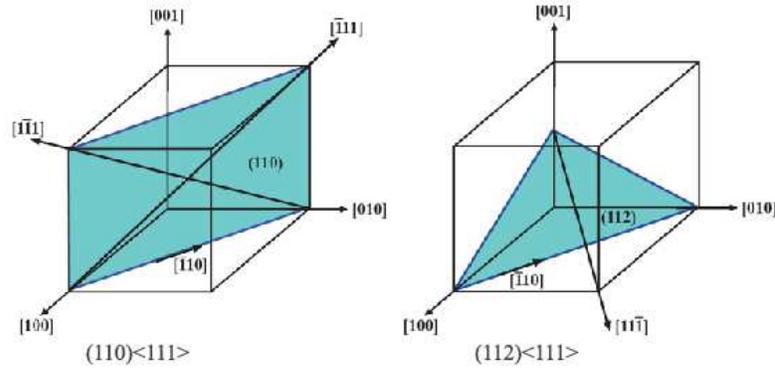


Figure III-12. Systèmes de glissement $\{110\}\langle 111\rangle$, $\{112\}\langle 111\rangle$ dans les structures CC.

| Plans $\{110\}$ | | | | | |
|-----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|
| $(110)[1-11]$ | $(110)[-111]$ | $(1-10)[111]$ | $(110)[11-1]$ | $(101)[11-1]$ | $(101)[-111]$ |
| $(10-1)[111]$ | $(10-1)[1-11]$ | $(011)[11-1]$ | $(011)[1-11]$ | $(01-1)[111]$ | $(01-1)[-111]$ |
| Plans $\{112\}$ | | | | | |
| $(112)[11-1]$ | $(11-2)[111]$ | $(1-12)[-111]$ | $(-112)[1-11]$ | $(121)[1-11]$ | $(12-1)[-111]$ |
| $(1-21)[111]$ | $(-121)[11-1]$ | $(211)[-111]$ | $(21-1)[1-11]$ | $(2-11)[11-1]$ | $(-211)[111]$ |
| Plans $\{123\}$ | | | | | |
| $(123)[11-1]$ | $(12-3)[111]$ | $(1-23)[-111]$ | $(-123)[1-11]$ | $(132)[1-11]$ | $(13-2)[-111]$ |
| $(1-32)[111]$ | $(-132)[11-1]$ | $(312)[-111]$ | $(31-2)[1-11]$ | $(3-12)[11-1]$ | $(-312)[111]$ |
| $(213)[11-1]$ | $(21-3)[111]$ | $(2-13)[-111]$ | $(-213)[1-11]$ | $(321)[-111]$ | $(32-1)[1-11]$ |
| $(3-21)[11-1]$ | $(-321)[111]$ | $(231)[1-11]$ | $(23-1)[-111]$ | $(2-31)[111]$ | $(-231)[11-1]$ |

Tableau III-3 . Notation des systèmes de glissement $\{110\}\langle 111\rangle$, $\{112\}\langle 111\rangle$ et $\{123\}\langle 111\rangle$ dans la ferrite.

L'identification des systèmes de glissement activés dans chaque grain peut se faire par l'observation des microstructures de dislocations au MET, permettant la détermination des plans et des directions selon lesquels les dislocations glissent. L'autre moyen pour déterminer les systèmes de glissement activés est l'utilisation de la technique EBSD couplée à l'analyse des lignes de glissement en surface. La technique EBSD permet de déterminer l'orientation de chaque grain de surface, c'est-à-dire ses 3 angles d'Euler, selon le principe résumé ci-dessous.

III.2.2.2. Technique EBSD

Principe

La technique de diffraction des électrons rétrodiffusés (Electron Back Scattered Diffraction, EBSD) associée à la microscopie électronique à balayage permet de déterminer les orientations cristallographiques locales des grains des matériaux mono- ou polycristallins. Elle est mise en œuvre en équipant un microscope électronique à balayage d'un détecteur EBSD spécifique (Figure III-13a). Lorsque le faisceau d'électrons est focalisé sur une zone de l'échantillon à analyser, une partie des électrons est rétrodiffusée et diffracte sur les plans cristallins jusqu'à fournir, sur un écran de phosphore, un diagramme de diffraction constitué de pseudo-bandes dites de Kikuchi, caractéristiques de l'orientation du grain analysé. Les figures formées par ces bandes sont appelées diagramme de diffraction de Kikuchi (Figure III-13b). En réalité, les électrons diffractent selon deux hyperboles, mais dans l'approximation des petits angles, on voit deux lignes quasi droites et parallèles. Chaque paire de lignes correspond à une famille de plans du cristal impacté et la distance interréticulaire est liée à leur espacement. A partir de ce diagramme de Kikuchi, on peut obtenir l'orientation cristallographique locale et le paramètre de maille du cristal. D'un point de vue pratique, l'échantillon à analyser est incliné de 70° par rapport au faisceau incident, de façon à recueillir le maximum d'électrons rétrodiffusés au niveau du détecteur. Une cartographie des orientations des grains est obtenue en balayant avec le faisceau d'électrons la surface de l'échantillon. Cette technique possède une résolution spatiale d'une centaine de nm et une précision de quelques degrés. Une bonne mesure n'est possible que sur un échantillon poli et non écroui.

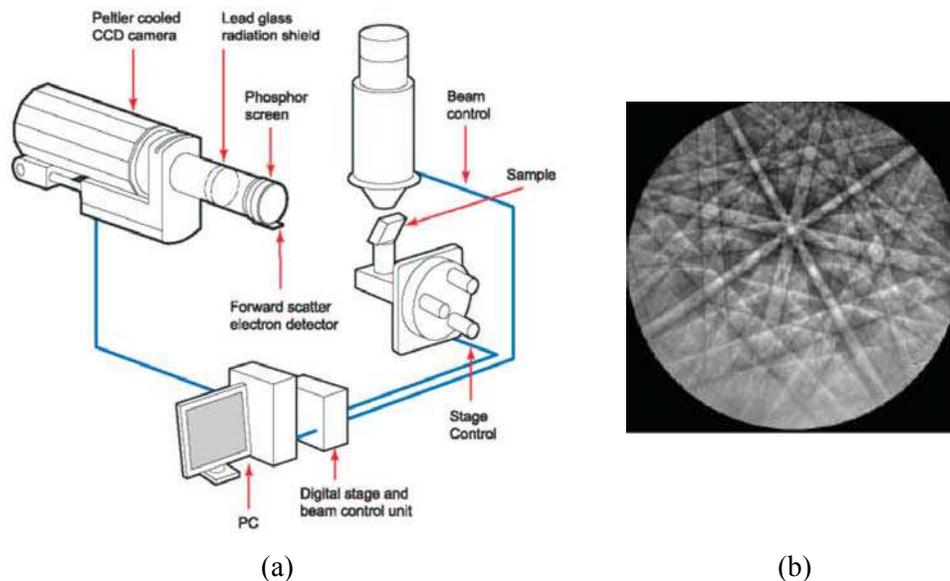


Figure III-13. Schéma d'une installation de diffraction des électrons rétrodiffusés (a), Diagramme de diffraction de Kikuchi (b) [EBSD].

Préparation de l'échantillon et spécifications des mesures EBSD

Les mesures EBSD ont été effectuées au Laboratoire de Mécanique et de Physique des Matériaux (UMR 6617) à l'ENSMA de Poitiers, sur un microscope électronique à balayage de type JEOL 6100, équipé d'un système EBSD de la société TSL et d'un logiciel OIM (Orientation Imaging Microscopy). Les mesures ont été effectuées sur une éprouvette de fatigue cylindrique entaillée (éprouvette 2, cf. plan Figure I-18) dans le MEB fonctionnant sous une tension d'accélération de 25 kV et des intensités de courant de faisceau inférieures ou égales à 1nA. Le maillage est hexagonal et le pas entre deux points d'analyse est de 0,5 μm . La zone analysée représente 10 scans de 800 x 600 μm^2 (cf. Figure I-8) et chacun d'entre eux comporte environ 120 000 points de mesure. Les mesures EBSD exigent une qualité de surface impeccable, sans défaut d'usinage ou de polissage, afin d'obtenir le maximum d'électrons rétrodiffusés et un diagramme de Kikuchi exploitable. C'est pourquoi après le polissage mécanique et l'attaque électrolytique de la surface à analyser, un polissage électrolytique a été effectué dans un bain composé de 90% d'acide acétique et 10% d'acide perchlorique à une température de 0°C sous une tension de 20 Volts durant 20 secondes.

Le logiciel d'acquisition et de traitement des données OIM permet d'obtenir de nombreux paramètres cristallographiques : orientations, désorientations, tailles de grain, proportions des phases, figures de pôles et figures de pôles inverses, ainsi que de nombreux facteurs de qualité. Les mesures EBSD fournissent les orientations cristallographiques locales en chaque point de mesure, définies par les trois angles d'Euler (ϕ_1 , Φ , ϕ_2) qui positionnent les axes cristallographiques du cristal considéré (X' , Y' , Z') par rapport aux axes macroscopiques de l'échantillon (X , Y , Z). Y correspond à la direction de sollicitation, Z correspond à la normale à la surface analysée et X complète le trièdre orthonormé direct et correspond donc à la direction transverse. ϕ_1 , Φ , ϕ_2 correspondent aux trois angles d'Euler définis par Bunge [Bunge 82] conformément à la Figure III-14. ϕ_1 et ϕ_2 sont définis entre 0 et 2π et Φ entre 0 et π . Afin d'avoir une orientation moyenne de chaque grain, la moyenne des valeurs EBSD a été effectuée sur une zone rectangulaire incluse dans le grain.

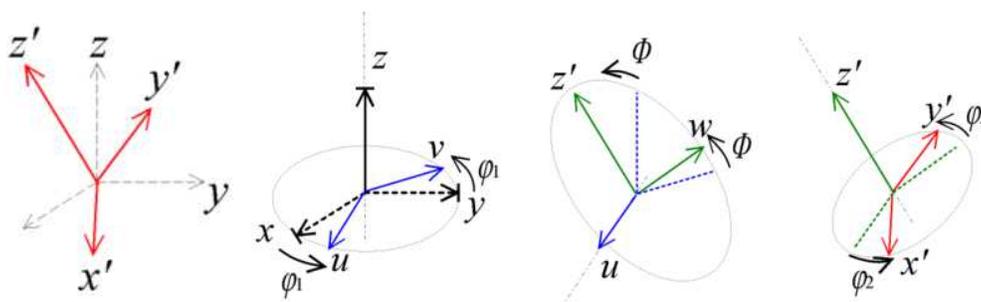


Figure III-14. Angles d'Euler (ϕ_1 , Φ , ϕ_2) selon la convention de Bunge. (X' , Y' , Z') est le repère cristallographique du grain et (X , Y , Z) est le repère géométrique de l'échantillon.

Identification des systèmes de glissement

Pour chaque grain, les paramètres calculés sont :

- La matrice d'orientation G (3 x 3) entre le repère de l'échantillon et celui du grain,
- Le facteur de Schmid μ pour chaque système de glissement,
- L'angle que fait la trace de chaque plan de glissement en surface avec l'axe de sollicitation Y (et/ou avec la direction transversale X).

La matrice G est telle que

$$\mathbf{X}'_i = \mathbf{g}_{ij} \mathbf{X}_j \quad \text{Eq. III-1}$$

avec

$$\mathbf{G} = \begin{bmatrix} \cos \phi_1 \cos \phi_2 - \sin \phi_1 \sin \phi_2 \cos \Phi & \sin \phi_1 \cos \phi_2 + \cos \phi_1 \sin \phi_2 \cos \Phi & \sin \phi_2 \sin \Phi \\ -\cos \phi_1 \sin \phi_2 - \sin \phi_1 \cos \phi_2 \cos \Phi & -\sin \phi_1 \sin \phi_2 + \cos \phi_1 \cos \phi_2 \cos \Phi & \cos \phi_2 \sin \Phi \\ \sin \phi_1 \sin \Phi & -\cos \phi_1 \sin \Phi & \cos \Phi \end{bmatrix} \quad \text{Eq. III-2}$$

Lorsqu'un échantillon monocristallin est soumis à une force $\vec{\mathbf{F}}$ de traction simple, seule la composante de $\vec{\mathbf{F}}$ projetée sur un système de glissement activable peut induire une déformation plastique suivant cette direction. La composante tangentielle τ au plan de glissement suivant la direction de glissement est appelée cission résolue et a pour expression

$$\tau = \cos \chi \cos \theta F / S_0 \quad \text{Eq. III-3}$$

Le terme $\mu = \cos \chi \cos \theta$ est appelé facteur de Schmid relatif au système de glissement considéré, où χ est l'angle entre la normale au plan de glissement et l'axe de sollicitation et θ est l'angle entre la direction de glissement et l'axe de sollicitation (Figure III-15). Le facteur de Schmid permet de calculer la composante tangentielle τ nécessaire à l'activation du système de glissement en fonction de la contrainte macroscopique σ appliquée. Dans un monocristal, plusieurs systèmes de glissement sont souvent activés, et il faut donc considérer les contributions possibles des différents systèmes à la déformation.

Ainsi les facteurs de Schmid relatifs aux 12 (respectivement 48) systèmes de glissement dans l'austénite (respectivement dans la ferrite) ont été calculés pour chaque grain.

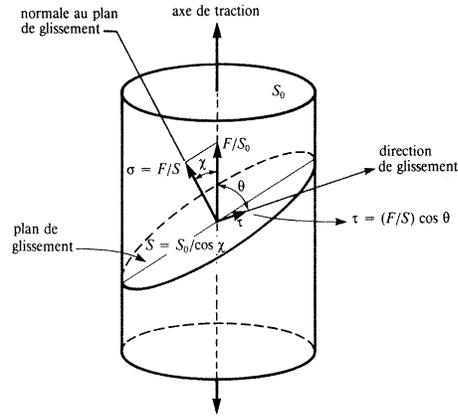


Figure III-15. Angles et vecteurs nécessaires au calcul du facteur de Schmid [Schmid 50].

La Figure III-16 définit l'angle Π entre la trace du système de glissement en surface et l'axe de sollicitation.

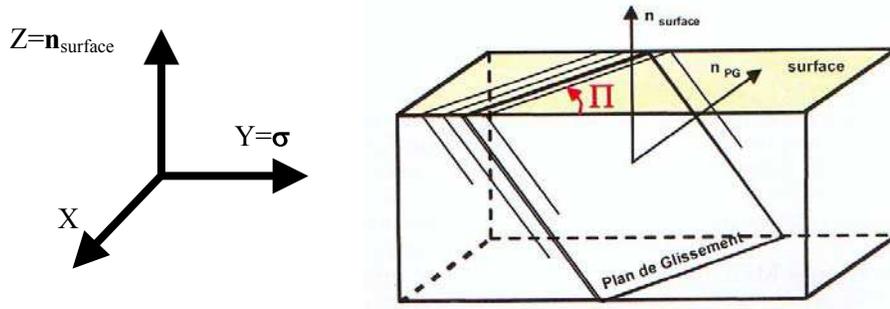


Figure III-16. Schéma représentant l'angle Π d'orientation des traces de glissement en surface par rapport à l'axe de chargement de l'éprouvette [Mineur 00].

Cet angle est défini tel que

$$\cos \Pi = \frac{(\mathbf{n}_{PG} \wedge \mathbf{n}_{surface}) \cdot \vec{\sigma}}{\|\mathbf{n}_{PG} \wedge \mathbf{n}_{surface}\| \|\vec{\sigma}\|} \quad \text{Eq. III-4}$$

Le détail de tous les calculs de ces paramètres cristallographiques peut être trouvé dans [Mineur 00], [Sabatier 02] ou [Bridier 05].

III.2.2.3. Identification des systèmes de glissement activés

Pour identifier les systèmes de glissement activés dans les grains, une comparaison manuelle est effectuée entre les orientations Π calculées des traces de tous les plans de glissement possibles et celles des traces réellement observées en surface, sur les photographies optiques prises en cours d'essai, ou sur les photographies MEB prises en fin d'essai. La Figure III-17 illustre un exemple d'identification des systèmes de glissement dans un grain austénitique (grain 1).

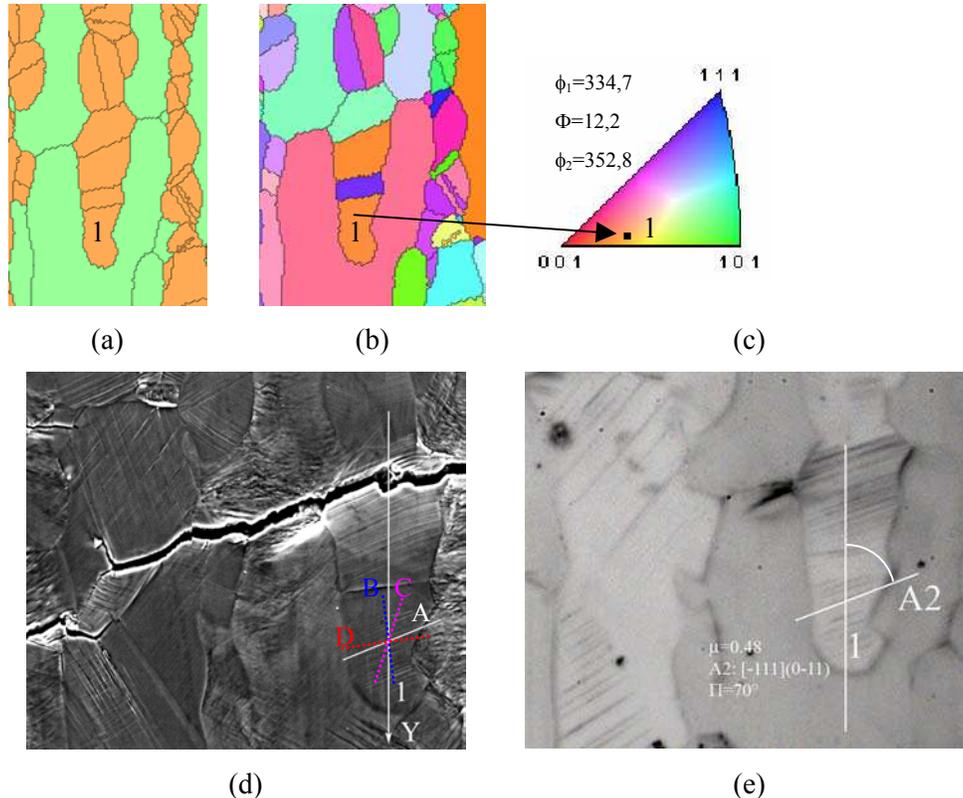


Figure III-17. Exemple d'identification d'un système de glissement activé dans un grain austénitique (grain 1). Cartographie des phases, et des grains (austénite en vert, ferrite en orange)(a), cartographie d'orientations des grains (b), orientation du grain 1 dans le triangle standard (c), photographie MEB de la zone repérée à rupture (d) et photographie à la caméra servant à l'identification (e).

A partir des angles d'Euler moyens sur le grain, on calcule le facteur de Schmid relatif à chacun des douze systèmes de glissement possibles et l'angle Π que doit faire la trace de chaque plan en surface, si celui-ci est activé (Tableau III-4). Ensuite, on compare l'angle réellement observé à celui qui est calculé pour déterminer le plan de glissement activé. Dans cet exemple, l'angle mesuré entre la trace du plan de glissement et l'axe de sollicitation vaut 70° . Au degré près, cet angle est égal à l'angle Π que fait la trace

du plan A en surface avec l'axe de sollicitation. On identifie ainsi le(s) plan(s) de glissement activé(s). Pour déterminer la direction de glissement dans ce plan, on fait l'hypothèse que le système de glissement activé, parmi les trois possibles dans ce plan A, est celui dont le facteur de Schmidt est le plus élevé, c'est-à-dire ici, le plan A2 ($\mu=0,48$).

| | | | | | | | | | | | | |
|--|---|------|------|------|-------|--------------|------|------|-------------|------------|------|------|
| Angles d'Euler du grain | $\phi_1=334,7^\circ$ $\Phi=12,2^\circ$ $\phi_2=352,8^\circ$ | | | | | | | | | | | |
| Plan de glissement | A | | | B | | | C | | | D | | |
| Système de glissement | A2 | A3 | A6 | B2 | B4 | B5 | C1 | C3 | C5 | D1 | D4 | D6 |
| Facteur de Schmid μ | 0,48 | 0,37 | 0,18 | 0,04 | 0,014 | 0,054 | 0,12 | 0,14 | 0,27 | 0,4 | 0,22 | 0,18 |
| Angle Π (par rapport à Y, axe de chargement) | 71° | | | 5° | | | 18° | | | 82° | | |

Tableau III-4 . Exemples de paramètres cristallographiques calculés pour le grain austénitique 1 de la figure précédente (les facteurs de Schmid les plus élevés sont en gras)

Identification dans la phase austénitique

La Figure III-18 présente les résultats d'identification des systèmes de glissement activés dans 33 grains austénitiques repérés par leur orientation dans le triangle standard. Les systèmes de glissement activés et les facteurs de Schmid sont donnés pour chaque grain (Figure III-18d). Le Tableau III-5 donne pour chaque grain repéré sur la figure, son orientation (angles d'Euler), le facteur de Schmid le plus élevé pour chaque plan de glissement et le système de glissement associé. Le(s) système(s) de glissement activé(s), le(s) facteur(s) de Schmid correspondant et le(s) angle(s) Π des traces de glissement en surface par rapport à l'axe de chargement Y sont donnés en gras. Le nombre de cycles auquel chaque système de glissement s'active est donné entre parenthèses lorsque celui-ci est facilement identifiable.

Nous pouvons constater que la plupart des grains présentent des systèmes de glissement actifs dont les facteurs de Schmid sont supérieurs à 0,4 voire 0,45. Pour le système de glissement primaire, le facteur de Schmid est toujours supérieur à 0,38 (grain 31). Pour les systèmes de glissement secondaires, lorsqu'ils sont activés, le facteur de Schmid est supérieur à 0,26 (grain 31). Les systèmes dont le facteur de Schmid est inférieur à 0,26 ne sont jamais activés.

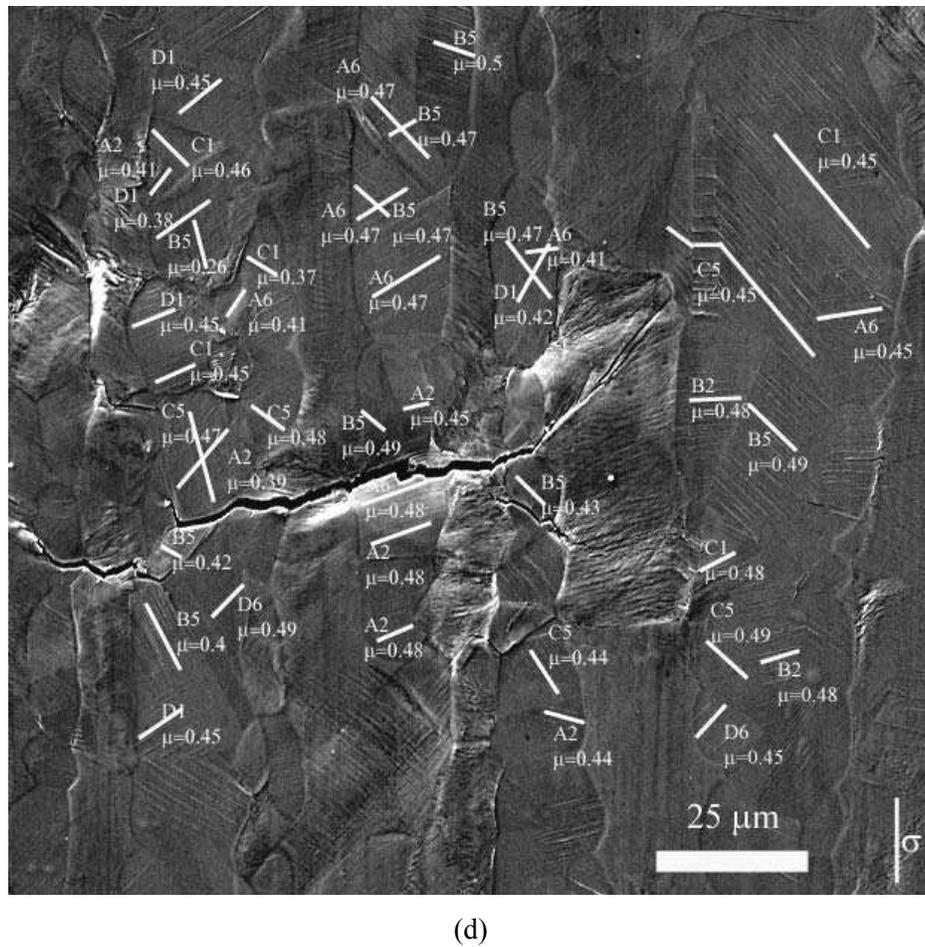
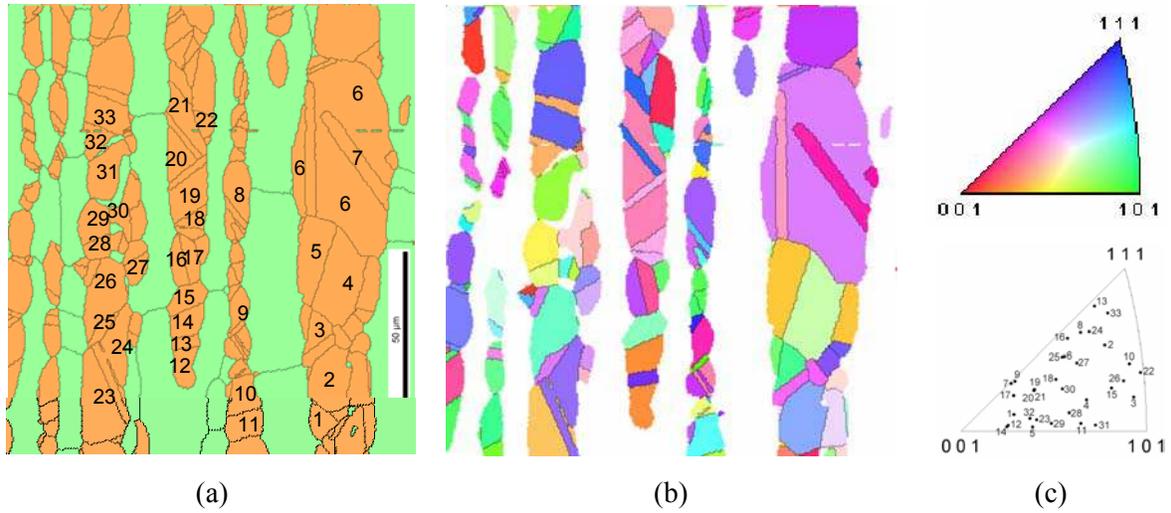


Figure III-18. Identification des systèmes de glissement activés dans la phase austénitique (éprouvette 2) : numérotation des grains identifiés (a), cartographie EBSD de la phase austénitique suivant l'axe normal à la surface (b), emplacement des grains dans le triangle standard [001] (c), systèmes de glissement et facteurs de Schmid associés identifiés pour chaque grain représenté sur une image MEB prise en fin d'essai (2300 cycles) (d).

| Grain | Angles (°) | | | Facteurs de Schmid | | | | Systèmes de glissement | | | | Angle Π (Trace/Y) (en %) | | |
|-------|------------|--------------|------------|--------------------|-------------|-------------|---------|------------------------|-----------------|-----------------|-----|------------------------------|---------|---------|
| | N° | $\phi 1$ (°) | Φ (°) | $\phi 2$ (°) | μ_1 | μ_2 | μ_3 | μ_4 | SG1 | SG2 | SG3 | SG4 | Π_1 | Π_2 |
| 1 | 9,3 | 14,2 | 342,3 | 0,48 | 0,45 | 0,42 | 0,29 | C5 | D6 (50) | A2 | B2 | | 57 | |
| 2 | 267,6 | 41,1 | 121 | 0,48 | 0,49 | 0,23 | 0,20 | B2 (50) | C5 | A6 | D6 | 76 | -54 | |
| 3 | 109,4 | 43 | 281,3 | 0,48 | 0,41 | 0,36 | 0,12 | C1 (50) | B2 | A6 | D6 | 65 | | |
| 4 | 161 | 32,3 | 194,1 | 0,49 | 0,44 | 0,26 | 0,13 | B5 (50) | A6 | D1 | C1 | -46 | | |
| 5 | 308,2 | 18,3 | 86,6 | 0,48 | 0,40 | 0,26 | 0,05 | B2 (50) | C1 | D6 | A6 | 88 | | |
| 6 | 28,3 | 31,9 | 306,1 | 0,45 | 0,36 | 0,33 | 0,20 | C5 (20) | A2 (350) | D6 | B5 | -42 | 80 | |
| 7 | 232,7 | 17,7 | 136,2 | 0,46 | 0,45 | 0,43 | 0,29 | A6 | C1 | B5 | D1 | | -42 | |
| 8 | 120,8 | 38,3 | 230,4 | 0,47 | 0,42 | 0,41 | 0,18 | B5 (50) | D1 (350) | A6 (750) | C1 | -35 | 32 | 79 |
| 9 | 235,1 | 18,8 | 133 | 0,46 | 0,45 | 0,43 | 0,29 | A6 | C1 | B5 | D1 | | | -66 |
| 10 | 324,2 | 44,2 | 22 | 0,44 | 0,29 | 0,28 | 0,07 | C5 | D6 | A2 | B2 | -35 | | |
| 11 | 47,3 | 30,1 | 273,8 | 0,44 | 0,31 | 0,29 | 0,06 | A2 (50) | C5 | D1 | B5 | -72 | | |
| 12 | 334,7 | 12,2 | 352,8 | 0,48 | 0,40 | 0,27 | 0,05 | A2 (50) | D1 | C5 | B5 | 71 | | |
| 13 | 72 | 44,6 | 313,3 | 0,48 | 0,40 | 0,31 | 0,07 | B2 | C1 | D6 | A6 | | | |
| 14 | 333,2 | 11,8 | 354,1 | 0,48 | 0,40 | 0,26 | 0,06 | A2 (50) | D1 | C5 | B5 | 71 | | |
| 15 | 113,4 | 38,6 | 253,9 | 0,48 | 0,48 | 0,38 | 0,34 | A6 (20) | B5 | C1 | D1 | 71 | | |
| 16 | 216 | 35,1 | 138,9 | 0,49 | 0,49 | 0,24 | 0,23 | B5 (200) | A6 | C1 | D1 | -61 | | |
| 17 | 356,2 | 16,3 | 325,7 | 0,45 | 0,31 | 0,24 | 0,07 | A2 (50) | D1 | C5 | B5 | 80 | | |
| 18 | 296,7 | 27,3 | 29 | 0,47 | 0,37 | 0,22 | 0,01 | A2 | D1 | C5 | B5 | 59 | | |
| 19 | 122,1 | 21,5 | 240,1 | 0,47 | 0,47 | 0,37 | 0,38 | A6 (20) | B5 | C1 | D1 | 59 | | |
| 20 | 121,7 | 21,3 | 240,7 | 0,47 | 0,47 | 0,37 | 0,38 | A6 (20) | B5 (50) | C1 | B1 | 59 | -45 | |
| 21 | 122,1 | 21,2 | 240,5 | 0,47 | 0,47 | 0,37 | 0,38 | A6 (20) | B5 (100) | C1 | B1 | 59 | -45 | |
| 22 | 240,4 | 45,8 | 108,3 | 0,50 | 0,48 | 0,33 | 0,27 | B5 (20) | A6 | D1 | C1 | -73 | | |
| 23 | 164,1 | 19,5 | 171,3 | 0,45 | 0,40 | 0,29 | 0,06 | D1 (20) | B5 (500) | A6 | C5 | 57 | -29 | |
| 24 | 57,1 | 40 | 307,9 | 0,49 | 0,43 | 0,39 | 0,20 | D6 (100) | C5 | B2 | A2 | 39 | | |
| 25 | 224,3 | 31,4 | 143,6 | 0,49 | 0,43 | 0,38 | 0,17 | A6 | B5 | C1 | D1 | | -71 | |
| 26 | 309,6 | 41,7 | 17,4 | 0,39 | 0,27 | 0,18 | 0,17 | A2 (50) | C5 | D1 | B5 | 42 | -17 | |
| 27 | 38,9 | 33,5 | 300,7 | 0,48 | 0,40 | 0,36 | 0,11 | C5 | D6 | A2 | B2 | -50 | 63 | |
| 28 | 123,3 | 27,6 | 279,9 | 0,45 | 0,32 | 0,21 | 0,08 | C1 (100) | B2 | A6 | D6 | 69 | | |
| 29 | 268 | 22,9 | 85 | 0,45 | 0,45 | 0,40 | 0,39 | D1 (50) | A2 | B5 | C5 | 70 | | |
| 30 | 184,5 | 27,7 | 202,8 | 0,41 | 0,37 | 0,25 | 0,05 | A6 (100) | C1 | B5 | D6 | 31 | -57 | |
| 31 | 140,8 | 33,5 | 182,7 | 0,38 | 0,26 | 0,18 | 0,17 | D1 (50) | B5 | C5 | A2 | 52 | -17 | |
| 32 | 192 | 17,9 | 190,8 | 0,46 | 0,41 | 0,36 | 0,10 | C1 (50) | A6 | B2 | D6 | -57 | 30 | |
| 33 | 103,1 | 45,7 | 218,9 | 0,45 | 0,36 | 0,14 | 0,05 | D1 (50) | A2 | B5 | C5 | 53 | | |

Tableau III-5. Identification des systèmes de glissement actifs dans la phase austénitique, les données en gras correspondent aux facteurs de Schmid, aux systèmes de glissement et aux angles des systèmes de glissement activés. Le nombre de cycles auquel chaque système de glissement est activé, donc observé pour la première fois, est donné entre parenthèses lorsque celui-ci est facilement identifiable.

Le plus souvent, le système de glissement primaire correspond au système de glissement dont le facteur de Schmid est le plus élevé, sauf dans quelques rares cas. Par exemple, pour le grain 1, le système de glissement dont le facteur de Schmid est $\mu=0,48$ ne s'active pas, mais c'est le système de glissement dont le facteur de Schmid est $\mu=0,45$ (seconde valeur élevée de μ) qui est réellement activé. Pour le grain 2, deux systèmes de glissement sont activés, le premier système activé (système primaire) est celui dont le facteur de Schmid est $\mu=0,48$ et le second système activé (système secondaire) est celui dont le facteur de

Schmid est $\mu=0,49$. Toutefois, la proportion de ces grains dont le système de glissement primaire ne correspond pas à celui dont le facteur de Schmid est le plus élevé est très faible. Il est important de préciser que les grains dans un polycristal sont en état triaxial et leurs déformations sont influencées par les orientations et les déformations des grains voisins. Ceci peut expliquer l'activation d'un système de glissement dont la valeur n'est pas nécessairement la plus élevée.

On peut noter par ailleurs que pour environ 2/3 des grains, seul un système de glissement est activé dont le facteur de Schmid est supérieur à 0,41 (Tableau III-5). Pour les grains restants, au moins 2 systèmes de glissement sont activés. Si la valeur du facteur de Schmid primaire est supérieure à 0,41 alors le(s) facteur(s) de Schmid du (des) système(s) secondaire(s) est (sont) très voisin(s) de celui du système primaire. En revanche, si la valeur du facteur de Schmid primaire est inférieure à 0,41, systématiquement, au moins un système de glissement secondaire est activé avec un facteur de Schmid nettement plus faible.

La Figure III-19 présente les fréquences cumulées des facteurs de Schmid les plus élevés sur l'ensemble des grains austénitiques analysés par EBSD, c'est-à-dire environ 430 grains. Nous avons comparé cette distribution à celle des facteurs de Schmid les plus élevés des systèmes de glissement activés dans les grains sur lesquels l'analyse des traces de glissement en surface a été faite (une cinquantaine de grains).

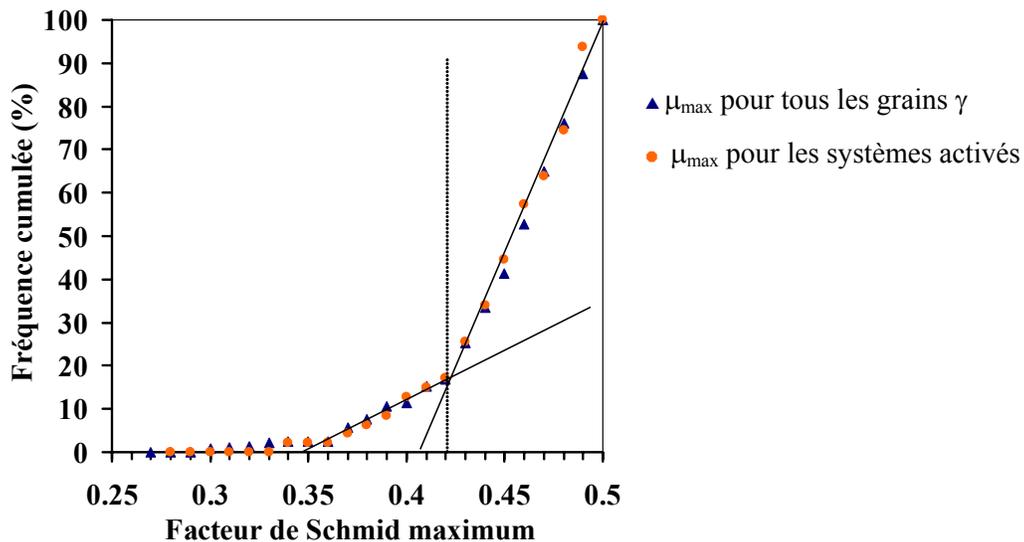


Figure III-19. Courbes de fréquence cumulée des facteurs de Schmid maxima pour l'ensemble des grains γ , et pour les grains γ dont les systèmes de glissement actifs ont été identifiés.

On observe que les deux courbes se superposent, cela confirme la validité du facteur de Schmid comme critère d'activation d'un système de glissement. D'autre part, sur l'ensemble des grains, le facteur de Schmid le plus élevé est toujours supérieur à 0,33.

On remarque par ailleurs que les deux courbes de la Figure III-19 présentent deux changements de pentes, l'un à $\mu=0,36$ et l'autre à $\mu=0,42$. Les courbes de tendance sur chacune des portions linéaires de la courbe coupent l'axe des abscisses respectivement à $\mu=0,34$ et 0,41. Ces bornes définissent ainsi deux domaines caractéristiques. Au vu des analyses précédentes, on peut estimer que si la valeur du facteur de Schmid maximale est supérieure à 0,41, le grain a une forte probabilité pour glisser en glissement simple. En revanche, si la valeur maximale du facteur de Schmid est comprise entre 0,34 et 0,41, plusieurs systèmes de glissement sont susceptibles de s'activer dans le grain (glissement multiple). Et enfin, si la valeur maximale du facteur de Schmid est inférieure à 0,34, les systèmes de glissement associés ne sont pas activés.

La Figure III-20 présente la fréquence des angles Π des systèmes de glissement primaires (ceux dont le facteur de Schmid est le plus élevé) des grains austénitiques analysés (~ 50 grains). Cette fréquence est comparée à celle des angles Π du système de glissement dont le facteur de Schmid est le plus élevé, pour l'ensemble des grains austénitiques (~ 430 grains). On remarque que les angles des traces des plans de glissement observées en surface font un angle compris entre 20° et 90° avec l'axe sollicitation. Les angles de valeur comprise entre 30° et 60° sont toutefois les plus fréquemment observés.

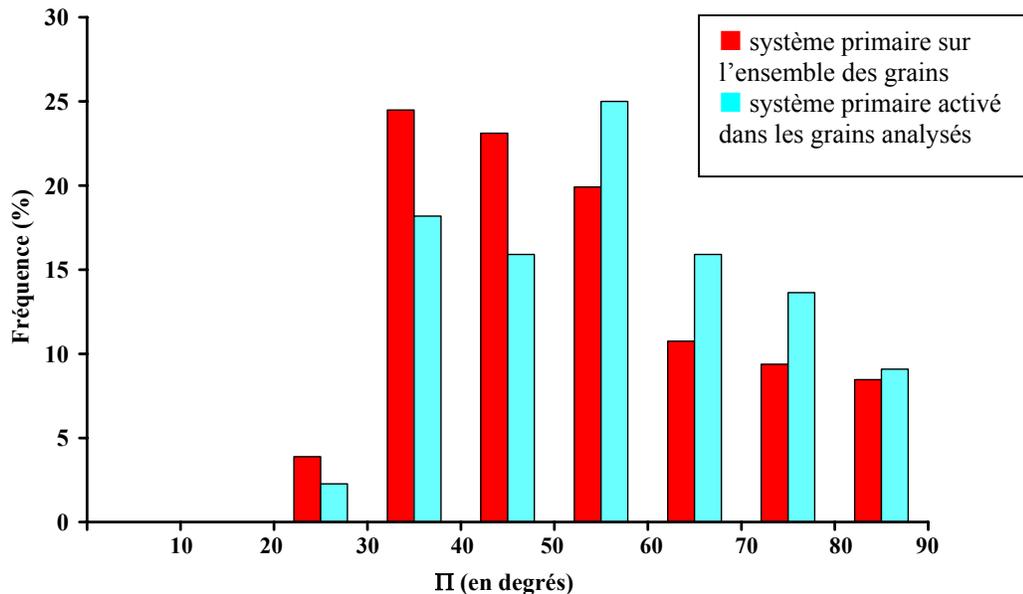


Figure III-20. Distribution des fréquences de l'angle Π , angle entre la trace du plan de glissement en surface et l'axe de chargement.

Identification dans la phase ferritique

La Figure III-21 définit les systèmes de glissement identifiés dans quelques grains ferritiques appartenant à la même zone d'étude étudiée précédemment. Les orientations des grains, les systèmes de glissement activés, les facteurs de Schmid associés et les angles Π correspondants sont donnés dans le Tableau III-6. Le nombre de cycles auquel les premières marques de glissement sont vues est donné entre parenthèses. Dans le cas contraire, les marques sont observées après 1000 cycles.

L'identification des systèmes de glissement dans la ferrite est beaucoup plus complexe que dans l'austénite, de part l'existence de 48 systèmes de glissement possibles et du glissement dévié facile qui rend sinueuses les traces de glissement en surface. Les difficultés rencontrées dans le dépouillement sont énumérées ci-dessous.

- (i) Contrairement à l'austénite où au maximum trois systèmes de glissement sont activés, et ceci très rarement (la plupart du temps, seul 1, voire 2 systèmes seulement sont activés) dans certains grains ferritiques, plusieurs orientations de traces de plans de glissement sont observées en surface, ce qui traduit l'activation de plusieurs systèmes de glissement. Ceci est d'autant plus vrai pour les gros grains ferritiques observés, où jusqu'à 6 systèmes ont été identifiés. Dans les petits grains de surface en revanche, seulement un ou deux systèmes ont été identifiés.
- (ii) Dans la ferrite, un même angle Π correspond parfois à plusieurs systèmes de glissement potentiels, avec pour certains des facteurs de Schmid très proches. Dans ce cas, pour le dépouillement, nous faisons l'hypothèse que le système activé est celui dont le facteur de Schmid est le plus élevé.
- (iii) Le glissement dévié, fortement présent dans la ferrite, se traduit par des traces ondulées en surface, ce qui complique l'identification. Nous n'avons ainsi pas pu conclure pour certaines traces quant au(x) système(s) activé(s).
- (iv) Certains grains présentent très peu de déformation plastique et dans ce cas aussi, il a été très difficile d'identifier le(s) système(s) de glissement activé(s) (exemple du grain 1).
- (v) Contrairement à l'austénite, les systèmes de glissement activés dans la ferrite ne correspondent pas toujours à ceux pour lesquels le facteur de Schmid est le plus élevé. Par ailleurs, des systèmes de glissement avec un facteur de Schmid très faible ($\mu < 0,2$) ont été activés (pour des grains non montrés ici).

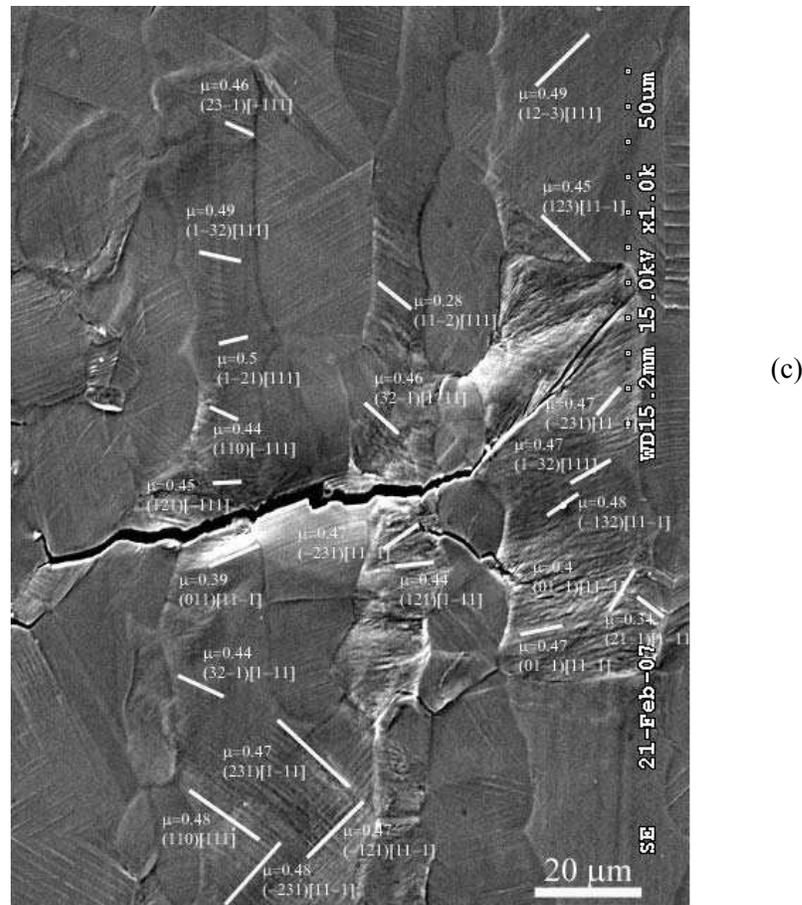
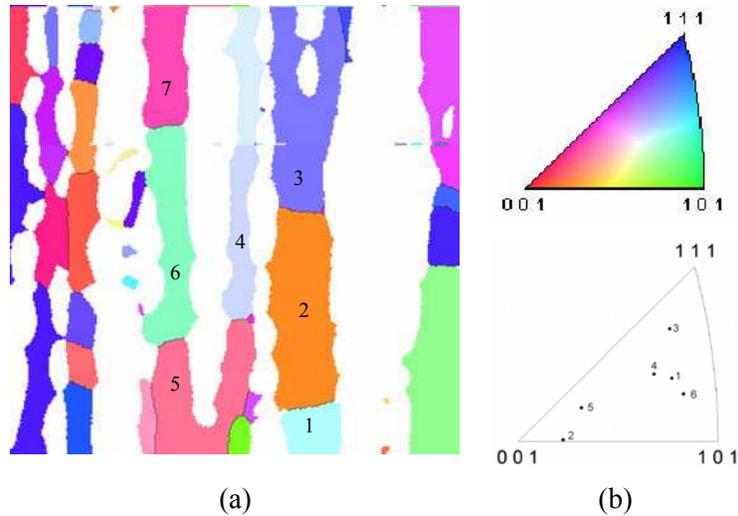


Figure III-21. Identification des systèmes de glissement activés dans la phase ferritique (éprouvette 2) : numérotation des grains identifiés superposée à la cartographie EBSD de la phase ferritique repérée suivant l'axe normal à la surface (a), orientations des grains dans le triangle standard [001] (b), systèmes de glissement activés et facteurs de Schmid associés, identifiés pour chaque grain et représentés sur une image MEB prise en fin d'essai (2300 cycles) (c).

| Grain N° | $\phi 1(^{\circ})$ | $\Phi(^{\circ})$ | $\phi 2(^{\circ})$ | μ | Systèmes de glissement | Angle $\Pi (^{\circ})$ |
|----------|--------------------|------------------|--------------------|-------|------------------------|------------------------|
| 1 | 305.3 | 38.1 | 67.3 | | | |
| 2 | 16 | 10,7 | 357.6 | 0,48 | (-132)[11-1] (750) | 56 |
| | | | | 0,47 | (01-1)[11-1] (500) | 76 |
| | | | | 0,47 | (-231)[11-1] | 41 |
| | | | | 0,47 | (1-32)[111] | 59 |
| | | | | 0,40 | (0-11)[11-1] | 31 |
| 3 | 84.9 | 42,9 | 306.8 | 0,34 | (21-1)[1-11] (350) | -44 |
| | | | | 0,49 | (12-3)[111] | -46 |
| 4 | 309.5 | 35 | 63.3 | 0,45 | (123)[11-1] | 48 |
| | | | | 0,47 | (-231)[11-1] (500) | 54 |
| | | | | 0,46 | (32-1)[1-11] (750) | -47 |
| 5 | 342,3 | 17 | 28.2 | 0,44 | (121)[1-11] (750) | 84 |
| | | | | 0,28 | (11-2)[111] | -53 |
| | | | | 0,48 | (110)[1-11] (750) | -55 |
| | | | | 0,48 | (-231)[11-1] (750) | 40 |
| | | | | 0,48 | (-121)[11-1] (750) | 45 |
| 6 | 259.4 | 39.3 | 106.3 | 0,47 | (231)[1-11] (350) | -66 |
| | | | | 0,44 | (32-1)[1-11] (500) | -45 |
| | | | | 0,39 | (011)[11-1] (100) | 67 |
| | | | | 0,50 | (1-21)[111] | 82 |
| 6 | 259.4 | 39.3 | 106.3 | 0,49 | (1-32)[111] | -82 |
| | | | | 0,46 | (23-1)[-111] (1000) | -56 |
| | | | | 0,45 | (121)[-111] (350) | -88 |
| | | | | 0,44 | (110)[-111] (350) | -56 |

Tableau III-6. Systèmes de glissement activés dans quelques grains ferritiques. Le nombre de cycles à l'apparition des premières marques est donné entre parenthèses.

Pour les quelques de grains de ferrite analysés ici, il est surprenant de constater que le système de glissement primaire n'est pas celui dont le facteur de Schmid est le plus élevé mais au contraire le plus souvent c'est celui dont le facteur de Schmid est le plus faible parmi les systèmes activés (exemple grain 2). On remarque aussi que les facteurs de Schmid les plus élevés sont plus nombreux pour les plans {123} et {112}, et moins fréquent pour les plans {110}.

Comme pour l'austénite, nous avons comparé les fréquences cumulées des facteurs de Schmid maxima pour chaque famille de plans de glissement et celle des fréquences cumulées des facteurs de Schmid maxima pour les systèmes de glissement activés. La Figure III-22 présente les courbes de fréquences cumulées des facteurs de Schmid maxima respectivement pour les plans {110}, {112}, {123}, pour tous les plans et pour les systèmes de glissement activés des grains identifiés.

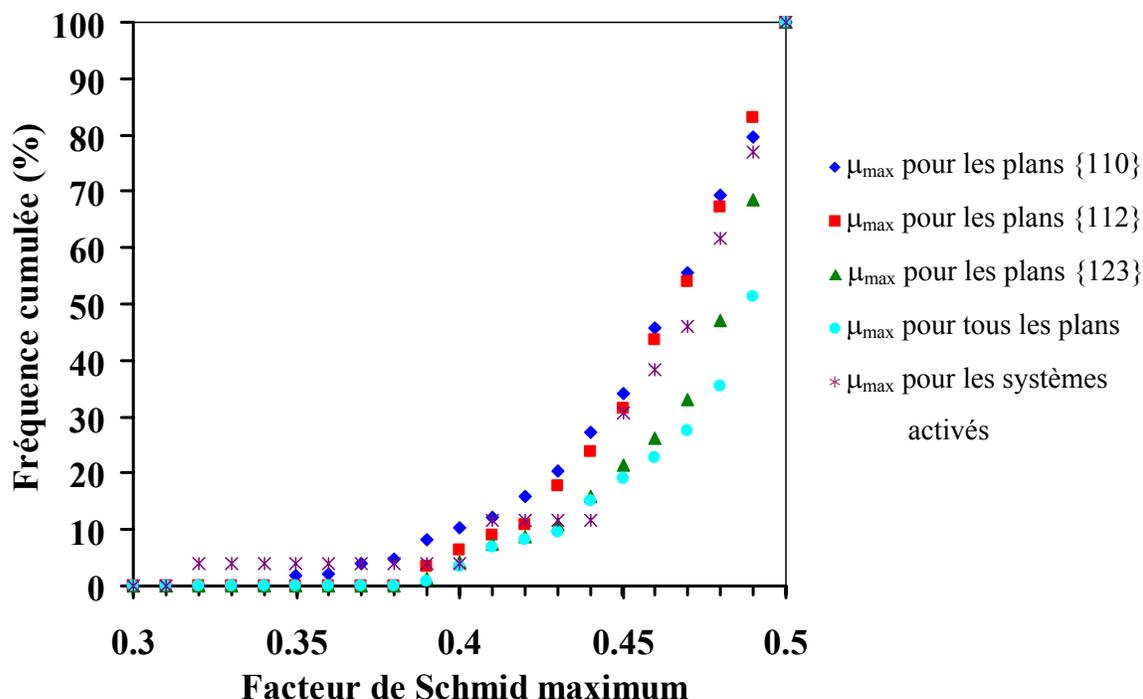


Figure III-22. Courbes des fréquences cumulées des facteurs de Schmid maxima pour chaque famille de plans de glissement et celle des facteurs de Schmid maxima parmi tous les plans, pour l'ensemble des grains ferritiques, comparées à la courbe de fréquences cumulées des facteurs de Schmid maxima pour les systèmes activés.

La Figure III-22 montre que la fréquence cumulée des facteurs de Schmid maximum pour les plans {110} est la plus élevée, suivie de très près par celle des plans {112}. En revanche, celle des plans {123} est nettement inférieure. Ceci traduit que les facteurs de Schmid les plus élevés dominent pour les plans {123}. La fréquence cumulée des facteurs de Schmid maximum pour les 3 types de plans de glissement montre que tous les grains ferritiques possèdent au moins un système de glissement dont le facteur de Schmid est supérieur ou égal à 0,4 et 50% des grains ferritiques ont au moins un facteur de Schmid supérieur à 0,49. Toutefois, lors de l'identification, il semblerait que tous les systèmes de glissement associés ne s'activent pas, puisque la fréquence cumulée des facteurs de Schmid maximum pour les systèmes activés est située entre celle pour les plans {123} et celles pour les plans {110} et {112}.

III.3. Conclusions

- **Les observations de surface au cours du cyclage montrent que les premières marques de glissement apparaissent dans la phase austénitique dès le 20^{ème} cycle. Dans la ferrite, elles apparaissent plus tardivement, après 100 cycles. Les marques de glissement dans l'austénite sont plus nombreuses, plus fines et moins épaisses que celles dans la ferrite. Les mesures de rugosité montrent que le relief de surface dans l'austénite est moins marqué que dans la ferrite.**

- **A partir des mesures EBSD, les systèmes de glissement dans les grains de chacune des phases de l'acier inoxydable duplex ont été identifiés.**
 - **Pour la phase austénitique, le(s) système(s) de glissement activé(s) correspond(ent) à celui (ceux) dont le(s) facteur(s) de Schmid est (sont) le(s) plus élevé(s). Souvent au maximum deux (rarement au-delà de deux) systèmes de glissement sont activés dans l'austénite. Le système de glissement primaire possède un facteur de Schmid supérieur à 0,38 et il est activé très tôt au cours du cyclage (entre les cycles 20 et 200, Tableau III-5). Les systèmes de glissement secondaires ont un facteur de Schmid supérieur à 0,26 et leur activation a lieu entre les cycles 50 et 1000 en fonction de la valeur du facteur de Schmid ; plus le facteur de Schmid est élevé, plus le système de glissement est activé tôt. Ainsi pour la phase austénitique, le facteur de Schmid est un facteur déterminant pour l'activité des systèmes de glissement. Lorsque celui-ci est supérieur à 0,33, la probabilité pour que le système correspondant s'active est très grande. Ceci est observé dans les aciers austénitiques [Mineur 00] et dans l'austénite des aciers inoxydables duplex [Girones 04] ; et bien sûr le système de glissement dont le facteur de Schmid est le plus élevé a de fortes probabilités de s'activer.**

 - **Au contraire, dans la phase ferritique, ce critère relatif au facteur de Schmid maximum n'est pas toujours vérifié. Des analyses ont montré que le système de glissement primaire ne correspond pas toujours à celui dont le facteur de Schmid est le plus élevé. Plusieurs systèmes de glissement sont activés dans un même grain ferritique (beaucoup plus que dans les grains austénitiques). L'activation de ces systèmes de glissement a lieu beaucoup plus tard que dans l'austénite (après 350 cycles, Tableau III-6). Les systèmes de glissement les plus souvent activés sont ceux appartenant à la famille des plans {123}.**

- Chapitre IV -

| | |
|---|-----|
| CHAPITRE IV. Champs cinématiques en fatigue, mesurés par corrélation d'images numériques à l'échelle de la microstructure | 116 |
| IV.1. Introduction..... | 116 |
| IV.2. Etude de la déformation au cours du cyclage..... | 119 |
| IV.2.1. Etude quantitative des déformations par zone d'étude..... | 119 |
| IV.2.1.1. Evolution des moyennes spatiales des déformations | 119 |
| IV.2.1.2. Etude de l'incrément de déformation par cycle | 122 |
| IV.2.1.3. Etude des dispersions sur les déformations..... | 123 |
| IV.2.2. Mise en évidence des premières hétérogénéités de déformations dans chaque phase | 124 |
| IV.2.2.1. Déformations longitudinales dans la phase austénitique..... | 124 |
| IV.2.2.2. Déformations longitudinales dans la phase ferritique..... | 126 |
| IV.2.2.3. Déformations transversales dans les deux phases..... | 127 |
| IV.2.3. Étude quantitative des déformations par phase..... | 128 |
| IV.2.3.1. Evaluation des déformations dans chaque phase en traction monotone (entre 0 et ¼ de cycle)..... | 129 |
| IV.2.3.2. Etude des déformations additionnelles dans chacune des phases au cours du cyclage | 131 |
| IV.2.4. Conclusions..... | 134 |
| IV.3. Etude de l'amorçage en FPO dans l'acier inoxydable duplex | 135 |
| IV.3.1. Éléments bibliographiques sur les mécanismes d'amorçage et de micropropagation | 135 |
| IV.3.1.1. Généralités sur l'amorçage en FPO..... | 135 |
| IV.3.1.2. Généralités sur la propagation des microfissures en FPO..... | 136 |
| IV.3.1.3. Amorçage et micropropagation dans les aciers inoxydables duplex..... | 137 |
| IV.3.2. Amorçage de microfissures en FPO dans l'acier inoxydable duplex..... | 140 |
| IV.3.2.1. Relations d'orientation entre les deux phases | 140 |
| IV.3.2.2. Observations optiques des amorçages..... | 144 |
| IV.3.2.3. Détection de l'amorçage par analyse des champs de déplacements et de déformations | 149 |
| IV.3.3. Conclusions..... | 153 |

CHAPITRE IV. CHAMPS CINEMATIQUES EN FATIGUE, MESURES PAR CORRELATION D'IMAGES NUMERIQUES A L'ECHELLE DE LA MICROSTRUCTURE

IV.1. Introduction

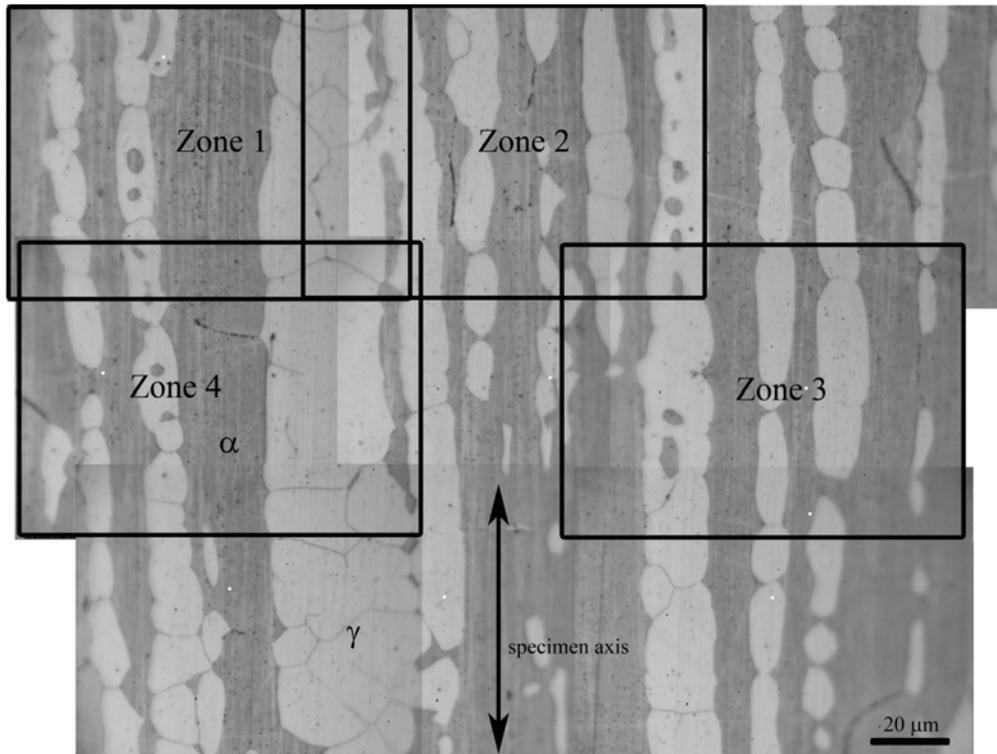
Ce chapitre est consacré à l'étude des champs de déplacements et de déformations à l'échelle de la microstructure et à leurs évolutions au cours du cyclage. Ces champs sont corrélés aux micromécanismes d'endommagement observés précédemment dans le **Chapitre III** sur les photographies optiques. Dans la première partie, nous nous intéressons aux analyses des champs de déformations calculés par la technique de corrélation d'images numériques (CIN). Puis dans la deuxième partie, nous étudions les mécanismes d'amorçage à la lumière des observations optiques, au MEB et des champs de déplacements et de déformations calculés par CIN.

Rappelons que les calculs de champs de déplacements et de déformations sont effectués entre deux images de la même zone, prises à deux instants différents au cours du cyclage. Les images représentent une surface de $120 \times 90 \mu\text{m}^2$, qui correspond à 1368×1024 pixels, autrement dit un micromètre est représenté par 11 pixels. Pour les deux essais, un domaine suffisamment représentatif de la structure cristalline non texturée de l'acier biphasé a été étudié. Sur l'éprouvette 1, une surface correspondant à 3×3 images a été observée et photographiée. Ce domaine représente environ $300 \times 250 \mu\text{m}^2$. Sur l'éprouvette 2, le domaine étudié représente environ $500 \times 400 \mu\text{m}^2$ et correspond à 6×4 images. La Figure IV-1 présente les deux domaines étudiés, photographiés avant essai. L'axe de l'éprouvette est l'axe vertical, il correspond à l'axe de sollicitation.

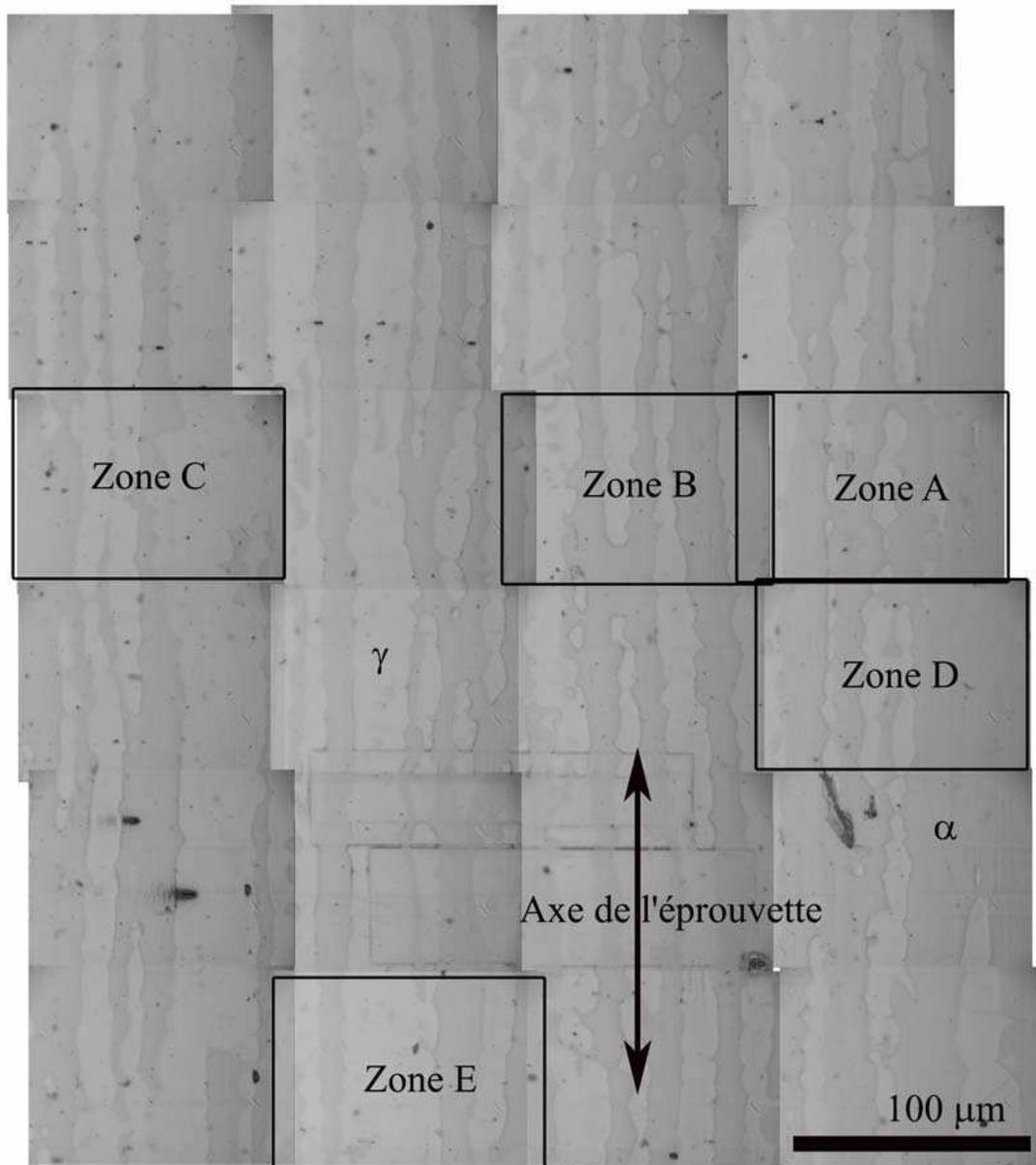
Rappelons que la première éprouvette a subi une attaque électrochimique et que la seconde a subi seulement un polissage électrolytique (cf. **Chapitre I**). Les solutions chimiques étant différentes et l'attaque étant beaucoup plus sévère que le polissage, nous avons ainsi obtenu deux états de surface différents et des contrastes d'image différents. Nous présentons des résultats provenant des deux essais, à savoir 4 zones du domaine 1, éprouvette 1, et 5 zones du domaine 2, éprouvette 2, repérées sur la Figure IV-1.

Sur les cartographies des champs de déplacements et de déformations, les déplacements sont donnés en pixels et les déformations sont données en vraies grandeurs. Les joints de grains et de phases sont dessinés et superposés aux cartographies des champs de déplacements et de déformations pour faciliter la corrélation des résultats avec la microstructure.

En fatigue, la texture des images change, dû à l'apparition des bandes de glissement et à l'amorçage de microfissures. Or pour obtenir de bons résultats par CIN, il est nécessaire de conserver au maximum les niveaux de gris entre les deux images corrélées. Aussi, l'image dite de référence est réactualisée à chaque calcul ; l'image déformée d'un calcul précédent deviendra l'image de référence du calcul suivant et ainsi de suite. Seuls les calculs entre l'image avant déformation et l'image prise au premier quart de cycle donnent une déformation vraie. Au-delà de cette première étape, les images sont prises au même niveau de déformation totale imposée au cours du cyclage. Il s'agit de la déformation totale maximale pour l'éprouvette 1 et de la déformation totale nulle pour l'éprouvette 2 (Figure IV-2).



(a)



(b)

Figure IV-1. Domaines observés et zones sur lesquelles les champs de déplacements et de déformations ont été calculés : éprouvette 1 (a), éprouvette 2 (b).

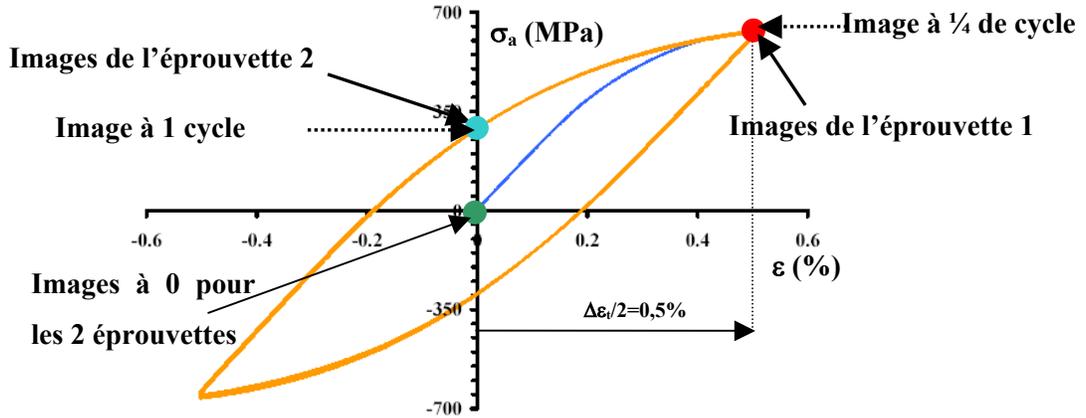


Figure IV-2. Boucle d'hystérésis montrant les instants de prises d'images pour chacun des deux essais.

Entre deux instants successifs du cyclage, la déformation calculée correspond à la déformation plastique cumulée entre ces deux instants. On parlera de déplacements et de déformations additionnels pour les déplacements et les déformations mesurés entre deux images successives en fatigue. Les champs sur l'éprouvette 1 étant calculés sur toute l'image, lors des discussions, nous ne parlerons pas des résultats sur les bords des images, celles-ci risquant d'être entachées d'erreurs, dû aux effets de bord. Au contraire, la plupart des champs sur l'éprouvette 2 ont été calculés sur une zone inscrite dans l'image pour éviter au maximum ces effets de bords. Seules les déformations longitudinales et transversales seront analysées. Les déformations de cisaillement sont beaucoup plus faibles que les déformations longitudinales et transversales, elles peuvent être parfois en deçà de l'incertitude sur les déformations et par conséquent sont difficilement exploitables. Nous ne les présentons pas ici. Rappelons que les calculs sont effectués avec une taille de zone d'étude élémentaire (I) de 32 pixels ($\sim 3 \mu\text{m}$).

IV.2. Etude de la déformation au cours du cyclage

IV.2.1. Etude quantitative des déformations par zone d'étude

IV.2.1.1. Evolution des moyennes spatiales des déformations

A partir des calculs effectués entre deux instants du cyclage, nous avons calculé la moyenne spatiale des déformations sur chacune des 5 zones étudiées sur l'éprouvette 2 (Figure IV-1b). La Figure IV-3a présente les moyennes spatiales des déformations longitudinales et transversales calculées entre 0 et le premier $\frac{1}{4}$ de cycle (traction monotone). La déformation longitudinale est comprise entre 0,54% et 0,71%.

La déformation transversale est comprise entre $-0,36\%$ et $-0,17\%$. Après l'arrêt à $\varepsilon_t = -0,5\%$, l'éprouvette 2 a subi une compression jusqu'à $\varepsilon_t = -0,5\%$ de déformation, puis une traction jusqu'à $\varepsilon_t = 0\%$ (cycle 1) (Figure IV-2). La déformation totale additionnelle entre une image prise au premier $\frac{1}{4}$ de cycle et celle prise au cycle 1 est alors de $-0,5\%$. La Figure IV-3b présente les moyennes spatiales des déformations longitudinales et transversales calculées entre le premier $\frac{1}{4}$ de cycle et le cycle 1. La déformation longitudinale moyenne est comprise entre $-0,81\%$ et $-0,48\%$. La déformation transversale moyenne est comprise entre $0,21\%$ et $0,3\%$. En valeur absolue, la déformation entre les cycles 0 et $\frac{1}{4}$ est légèrement supérieure à celle calculée entre les cycles $\frac{1}{4}$ et 1. On note une dispersion des résultats entre zones d'étude, qui est due à la morphologie de la microstructure différente sur chacune des zones. Les déformations mesurées indiquent bien que l'entaille induit une légère localisation des déformations.

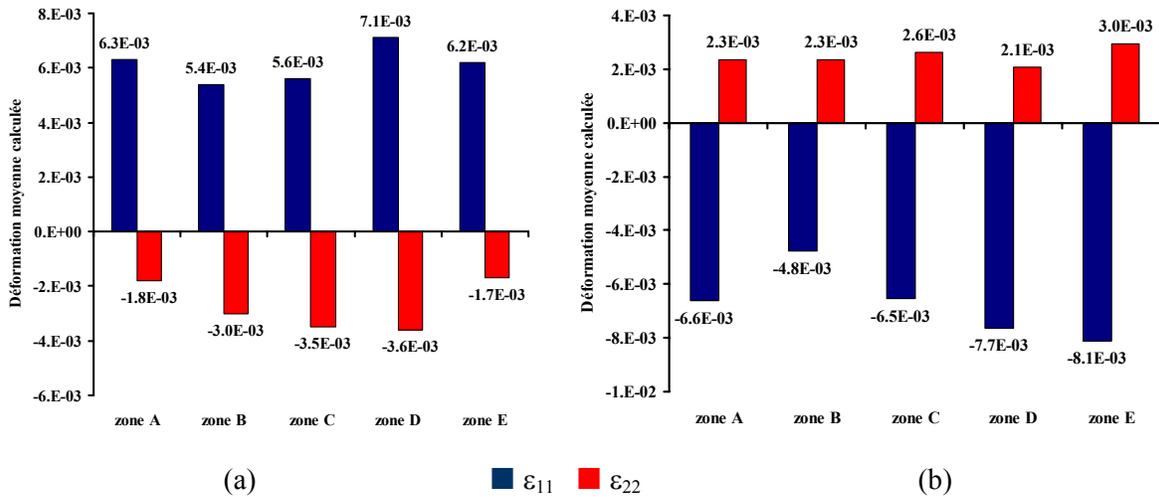


Figure IV-3. Déformations longitudinales et transversales moyennes calculées sur les 5 zones de l'éprouvette 2 entre les cycles 0 et $\frac{1}{4}$ (a) et entre les cycles $\frac{1}{4}$ et 1 (b).

Après cette étude des déformations durant le premier cycle, nous nous intéresserons maintenant aux moyennes spatiales des déformations additionnelles calculées au cours du cyclage. La Figure IV-4a (resp. Figure IV-4b) présente l'évolution de la moyenne spatiale des déformations longitudinales (resp. transversales) calculées entre deux instants successifs du cyclage, sur chacune des 5 zones de l'éprouvette 2. Les champs sont calculés entre les cycles N_i et N_j . N_i et N_j valent successivement 0, 1, 4, 20, 50, 100...

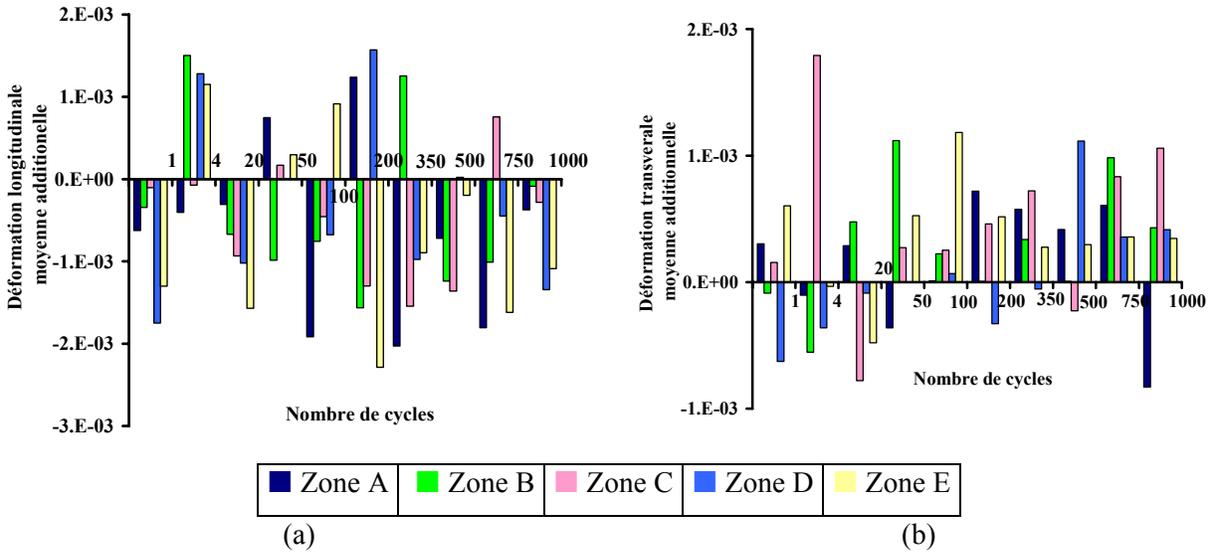


Figure IV-4. Moyennes spatiales des déformations additionnelles calculées entre deux instants successifs du cyclage (éprouvette 2). Déformations longitudinales (a), déformations transversales (b)

Les moyennes spatiales des déformations longitudinales et transversales additionnelles entre deux instants successifs sont très dispersées et de plus elles sont calculées sur des intervalles de cycles différents. Elles sont alors difficilement analysables.

Aussi nous définissons la déformation longitudinale moyenne spatiale cumulée en faisant la somme des moyennes spatiales des déformations longitudinales additionnelles calculées successivement au cours du cyclage. Il est important de rappeler toutefois que la définition de cette déformation cumulée n'est pas celle usuellement utilisée en fatigue (i.e. $\epsilon_{p-cumulée} = 4 N \epsilon_{ap}$). La Figure IV-5a présente l'évolution de la déformation longitudinale moyenne spatiale cumulée entre les cycles 0 et 1000 pour les 5 zones étudiées. Sa valeur diminue continûment, mais augmente en intensité. Elle atteint de l'ordre $-5 \cdot 10^{-3}$ après 1000 cycles.

En ce qui concerne l'évolution de la déformation transversale moyenne spatiale cumulée entre les cycles 0 et 1000, elle augmente également au cours du cyclage. Après 1000 cycles, elle est comprise entre $1,5 \cdot 10^{-3}$ et $4 \cdot 10^{-3}$ selon la zone (Figure IV-5b). Elle est environ la moitié de la déformation longitudinale moyenne spatiale cumulée. On retrouve un rapport de l'ordre de 0,5, pseudo-coefficient de Poisson plastique macroscopique.

Pour la zone D, le calcul effectué entre les cycles 20 et 50 n'a pas convergé, il manque donc cette valeur dans les calculs. Ceci peut expliquer en partie la faible valeur des déformations moyennes cumulées dans cette zone D par rapport aux autres zones.

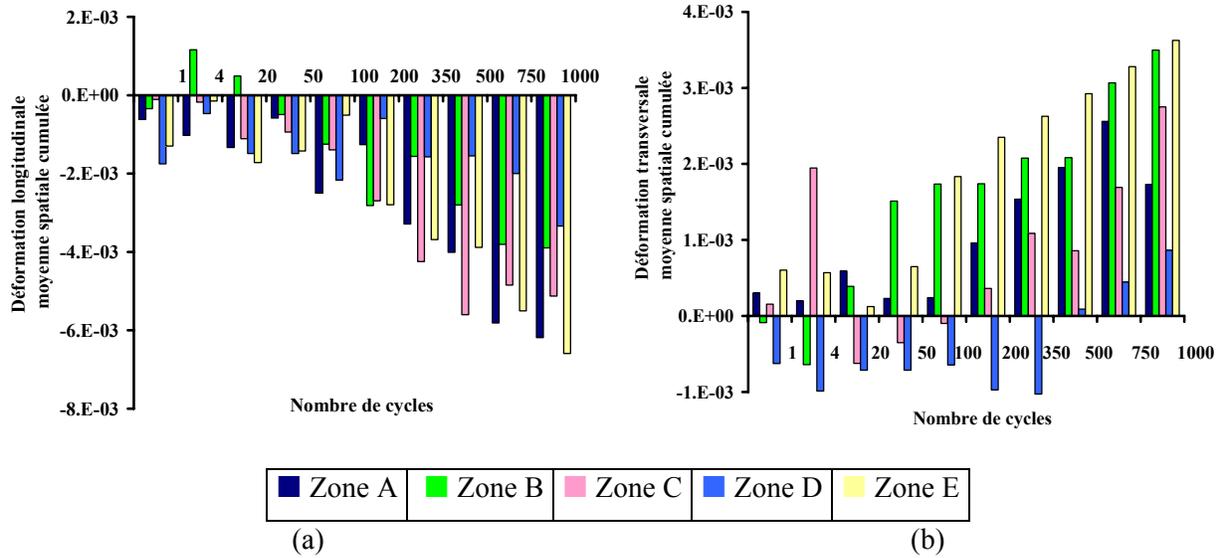


Figure IV-5. Déformations additionnelles moyennes spatiales cumulées au cours du cyclage (éprouvette 2). Déformations longitudinales (a), déformations transversales (b)

IV.2.1.2. Etude de l'incrément de déformation par cycle

Afin de comparer les déformations calculées sur les différentes zones, on définit l'incrément de déformation plastique par cycle

$$\delta p = \frac{\ln(1 + \bar{\varepsilon})}{\Delta N} \quad \text{Eq. IV-1}$$

où $\bar{\varepsilon}$ est la moyenne spatiale des déformations additionnelles calculées entre les cycles N_1 et N_2 ($\Delta N = N_2 - N_1$).

La Figure IV-6 présente l'évolution des incréments de déformation longitudinale (Figure IV-6a) et transversale (Figure IV-6b) par cycle, évalués entre les cycles 0 et 1000. Ces incréments appartiennent à l'intervalle $[-2 \cdot 10^{-4}, 6 \cdot 10^{-4}]$. Ils sont très élevés durant les 4 premiers cycles, puis ils diminuent fortement jusqu'à 200 cycles. Au-delà de 200 cycles, ils se stabilisent en valeur absolue autour de $5 \cdot 10^{-5}$ pour la déformation longitudinale et 10^{-6} pour la déformation transversale. Cela traduit une réversibilité croissante de la déformation plastique cyclique au cours du cyclage.

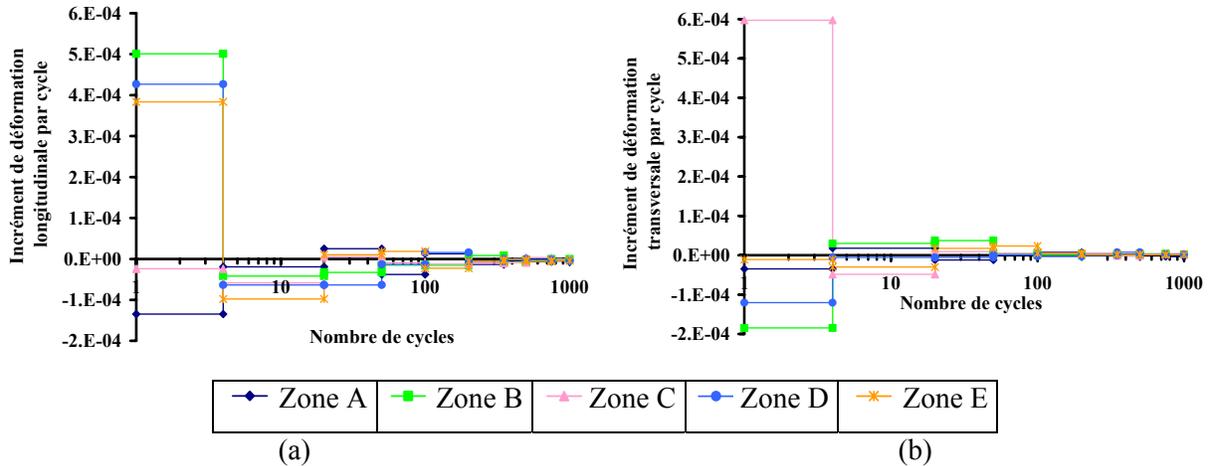


Figure IV-6. Evolution des incréments de déformations longitudinale (a) et transversale (b) par cycle.

IV.2.1.3. Etude des dispersions sur les déformations

Une étude des dispersions spatiales sur les déformations additionnelles mesurées a été menée en calculant l'écart type sur les champs de déformations longitudinales et transversales sur les différentes zones A – B – C – D - E. La Figure IV-7a (resp. Figure IV-7b) présente l'évolution des écarts types sur les déformations longitudinales (resp. transversales) calculés pour chacune des 5 zones entre deux instants successifs du cyclage.

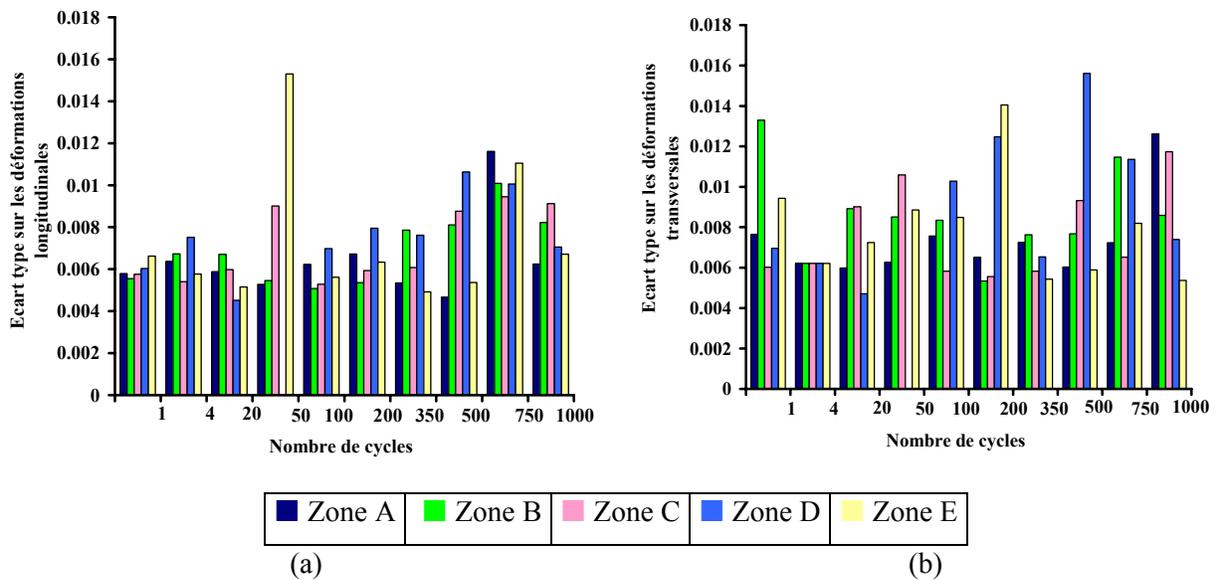


Figure IV-7. Etude des écarts types sur les déformations longitudinales (a) et transversales (b).

Ces écarts types varient légèrement d'un intervalle à un autre. La valeur des écarts types sur les déformations est comprise globalement entre $5 \cdot 10^{-3}$ et $1,2 \cdot 10^{-2}$, avec ponctuellement des valeurs en dehors de cet intervalle. Les écarts types sur les déformations additionnelles transversales sont du même ordre de grandeur. Elles sont largement au dessus des incertitudes de mesures sur les déformations, à savoir $8 \cdot 10^{-4}$ pour la résolution spatiale choisie (32 pixels).

IV.2.2. Mise en évidence des premières hétérogénéités de déformations dans chaque phase

IV.2.2.1. Déformations longitudinales dans la phase austénitique

Après avoir analysé les évolutions des moyennes spatiales des déformations additionnelles et de leurs dispersions au cours du cyclage pour 5 zones de l'éprouvette 2 nous allons maintenant nous focaliser sur le champ de déformations d'une zone de chaque éprouvette, afin de le corrélérer aux micromécanismes d'endommagement observés optiquement.

La Figure IV-8 présente l'évolution des marques de glissement observées en surface dans la zone 1 de l'éprouvette 1 (Figure IV-1a). Les photographies présentées sont prises respectivement aux cycles 10 (a), 50 (b) et 1000 (c) par la caméra CCD. La Figure IV-8d est prise au MEB après rupture apparue au cycle 1693. Les premières marques de glissement ont été observées dans des grains austénitiques (γ) dès le 10^e cycle (voir flèches, Figure IV-8a). Ensuite, d'autres marques apparaissent et leur nombre augmente dans la plupart des grains austénitiques (Figure IV-8b et Figure IV-8c).

La Figure IV-9 présente les champs de déformations longitudinales additionnelles ε_{11} calculés dans la zone 1 (correspondant à la Figure IV-8) entre des images prises aux cycles 1/4 et 10 (a), 10 et 50 (b), 651 et 1000 (c). La Figure IV-9a montre de fortes hétérogénéités, particulièrement dans la phase austénitique, dès les 10 premiers cycles. Localement, la déformation additionnelle atteint 2%, en valeurs positives ou négatives. Tous les grains γ ne présentent pas d'hétérogénéités : la déformation dans certains grains γ est relativement homogène et très faible ($< 0.2\%$). Le nombre des hétérogénéités dans la phase γ augmente ensuite entre les cycles 10 et 50, en particulier dans l'îlot austénitique à droite (Figure IV-9b). Le niveau des déformations additionnelles locales augmente aussi. Des localisations de déformation sont observées au voisinage des joints de grains et de phases (cf. cercles).

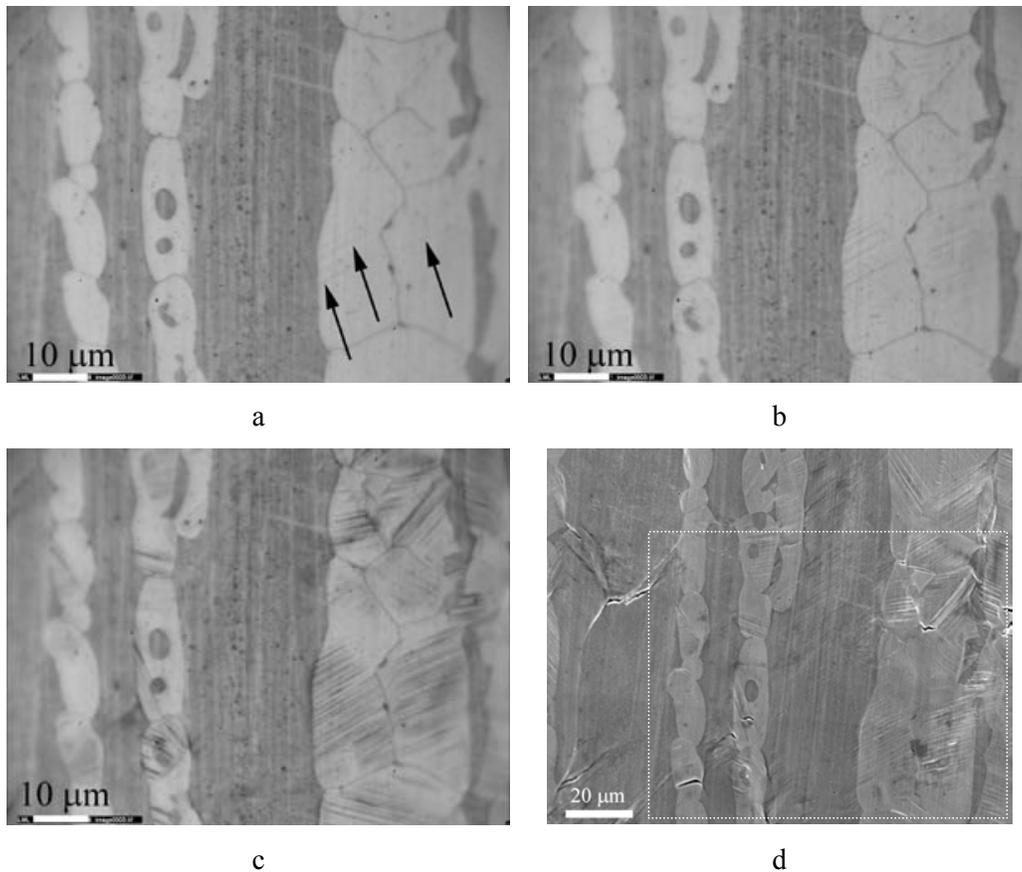


Figure IV-8. Evolution des marques de glissement en surface dans la zone 1, éprouvette 1 (cf. Figure IV-1) : photographies à la caméra prises aux cycles 10 (a), 50 (b), 1000 (c) et 1693 (photographie MEB après rupture) (d).

Entre 651 et 1000 cycles, la plupart des grains γ présentent des hétérogénéités de déformations. Dans certains grains γ , la déformation additionnelle est relativement homogène (grains 1 et 2, Figure IV-9c). Son niveau atteint localement entre 0,6 et 1%.

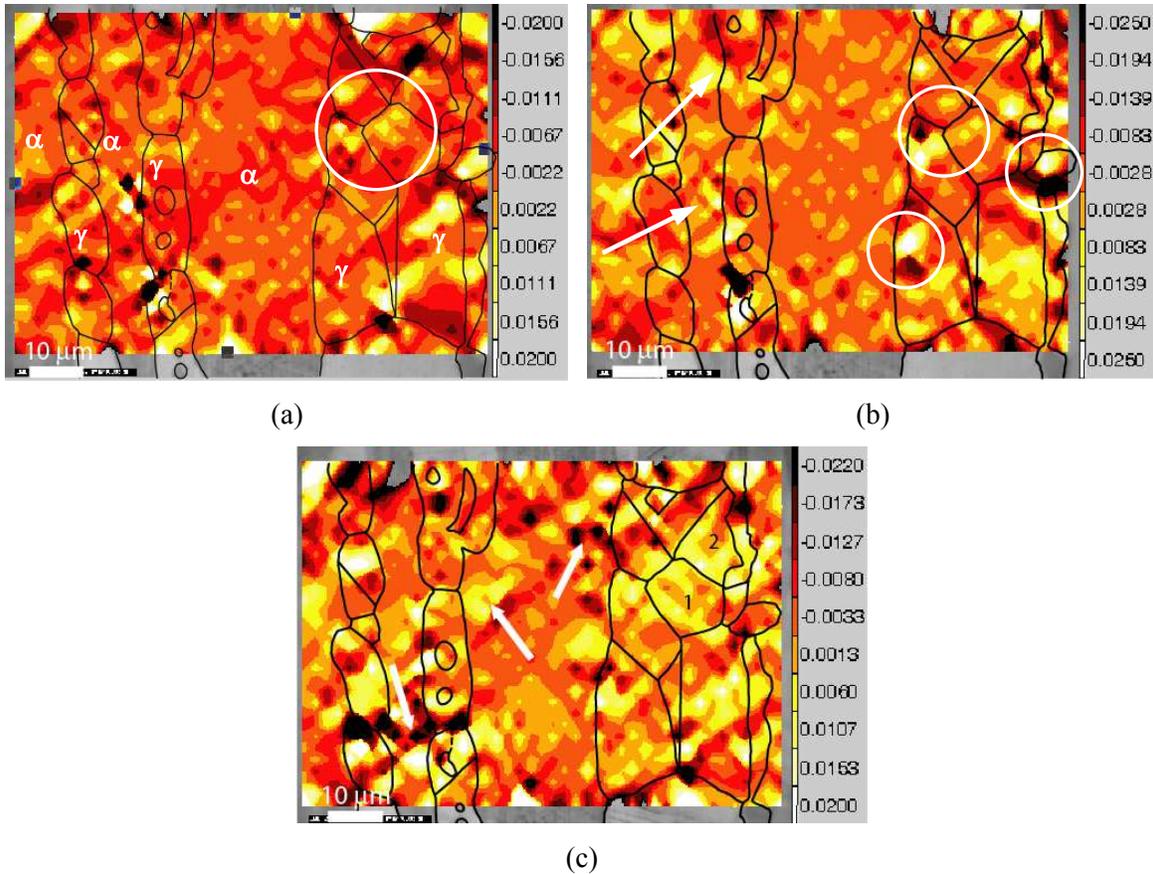


Figure IV-9. Champs des déformations longitudinales ϵ_{11} obtenus sur la zone 1 entre les cycles $\frac{1}{4}$ et 10 (a), 10 et 50 (a), 651 et 1000 (c).

IV.2.2.2. Déformations longitudinales dans la phase ferritique

Sur les photographies optiques, nous avons observé très peu de marques de glissement dans la phase ferritique (Figure IV-8). Nous avons noté au paragraphe III.2.1.2 que les marques de glissement apparaissent dans cette phase beaucoup plus tard que dans l'austénite. Ces marques apparaissent de façon hétérogène d'un grain à l'autre et même parfois au sein d'un même grain (photographie MEB après rupture, Figure IV-8d).

Les champs de déformations calculés entre les cycles $\frac{1}{4}$ et 10 ne révèlent que peu d'hétérogénéités dans la phase ferritique (Figure IV-9a). Les déformations additionnelles dans cette phase restent relativement faibles ($<0.2\%$). Entre 10 et 50 cycles, des hétérogénéités apparaissent dans quelques grains ferritiques, notamment dans les petits grains de surface emprisonnés entre deux îlots d'austénite (voir flèches, Figure IV-9b). Entre 651 et 1000 cycles, de fortes hétérogénéités sont observées dans la ferrite (voir flèches, Figure IV-9c). Ces hétérogénéités apparaissent dans les grains ferritiques dans lesquelles les

marques de glissement sont observées au MEB (Figure IV-9d). Toutefois, ces hétérogénéités sont moins importantes en nombre et en intensité que celles observées dans l'austénite.

IV.2.2.3. Déformations transversales dans les deux phases.

La Figure IV-10 présente un résultat concernant l'éprouvette 2. La Figure IV-10a présente une photographie caméra de la zone B (cf. Figure IV-1b) prise au 20^e cycle. La Figure IV-10b (resp. Figure IV-10c) montre le champ des déformations longitudinales ε_{11} (resp. le champ des déformations transversales ε_{22}) calculé entre les cycles 4 et 20. La Figure IV-10d montre le champ des déformations transversales ε_{22} calculé entre les cycles 100 et 350.

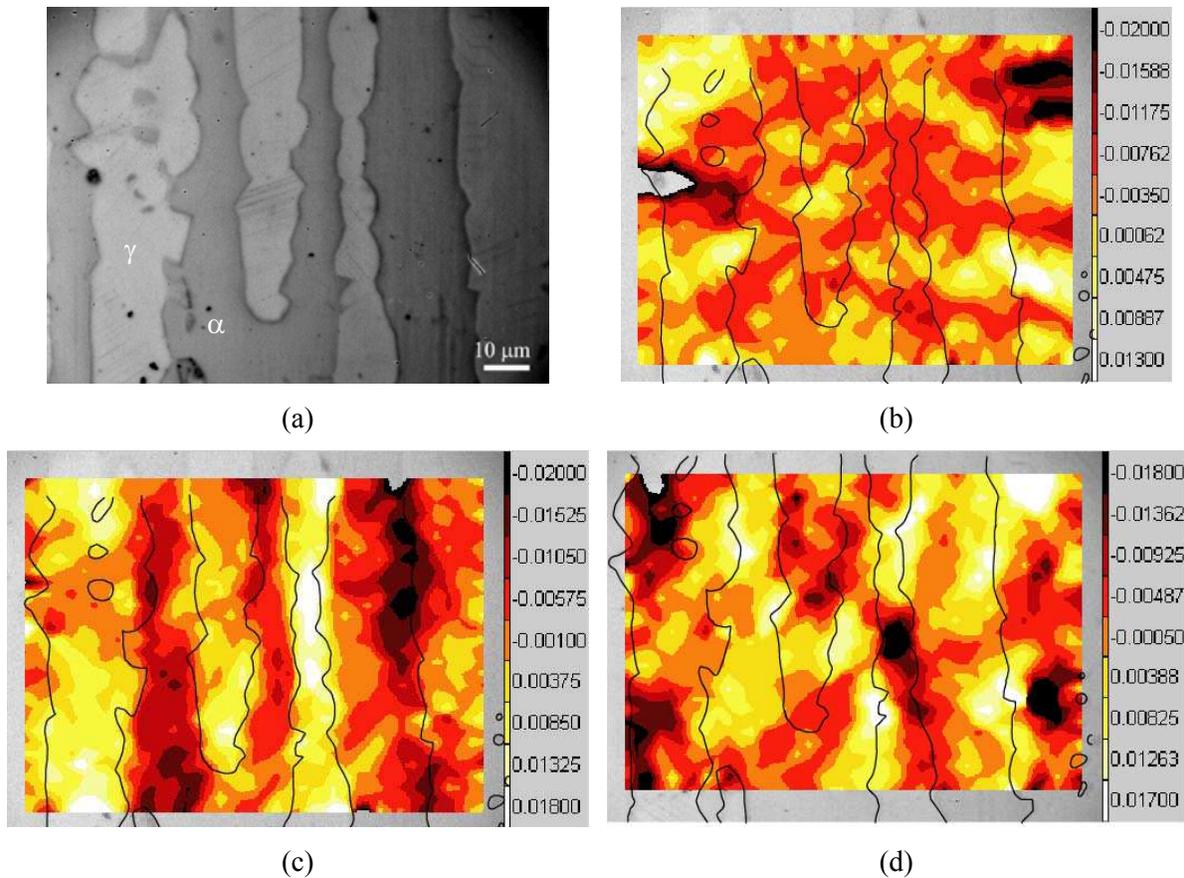


Figure IV-10. Photographie à la caméra de la zone B (éprouvette 2) prise à 20 cycles (a), champs des déformations longitudinales ε_{11} (b) et transversales ε_{22} (c) obtenus sur la zone B (cf. Figure IV-1b) entre les cycles 4 et 20, champ des déformations transversales ε_{22} obtenu sur la zone B entre les cycles 100 et 350 (d).

Tout d'abord, les cartographies des champs de déformations sont un peu différentes de celles relatives à l'éprouvette 1 (Figure IV-9) en raison du changement de nature de l'attaque préalable et de l'utilisation de toute la dynamique de la caméra, ce qui permet d'améliorer les performances du calcul et de diminuer les incertitudes. Les cartographies des déformations longitudinales additionnelles ε_{11} pour cet essai montrent des hétérogénéités des déformations à la fois dans la phase austénitique et dans la phase ferritique. Ces hétérogénéités touchent des zones beaucoup plus grandes que celle Figure IV-9 ; elles peuvent couvrir un grain. Néanmoins, le nombre de ces hétérogénéités est toujours plus important dans la phase austénitique que dans la phase ferritique.

En ce qui concerne les déformations transversales additionnelles ε_{22} , elles sont relativement homogènes à l'échelle des phases au début du cyclage (Figure IV-10c). On observe de la traction dans l'austénite et de la compression dans la ferrite. Des hétérogénéités n'apparaissent que tard, après une centaine de cycles (Figure IV-10d). On peut noter aussi que les niveaux de déformation atteints pour cet essai sont plus faibles que ceux observés pour l'essai 1, à même nombre de cycles.

Après avoir étudié quelques zones à la surface des éprouvettes de manière globale, nous allons maintenant nous intéresser à l'une de ces zones et analyser l'évolution des déformations et de leurs dispersions séparément dans chaque phase au cours du cyclage.

IV.2.3. Étude quantitative des déformations par phase

Nous avons étudié les déformations dans chaque phase au cours du cyclage sur la zone B (éprouvette 2, Figure IV-1). A partir des fichiers de résultats de chaque calcul, pour chaque nœud de la zone d'étude élémentaire, nous avons identifié sur l'image optique à quelle phase ce nœud appartenait. La Figure IV-11 montre le maillage avant et après déformation, dessiné sur l'image déformée pour un calcul entre une image prise à 4 cycles et une image prise à 20 cycles. Les quelques points situés sur les joints de phases ont été exclus des calculs.

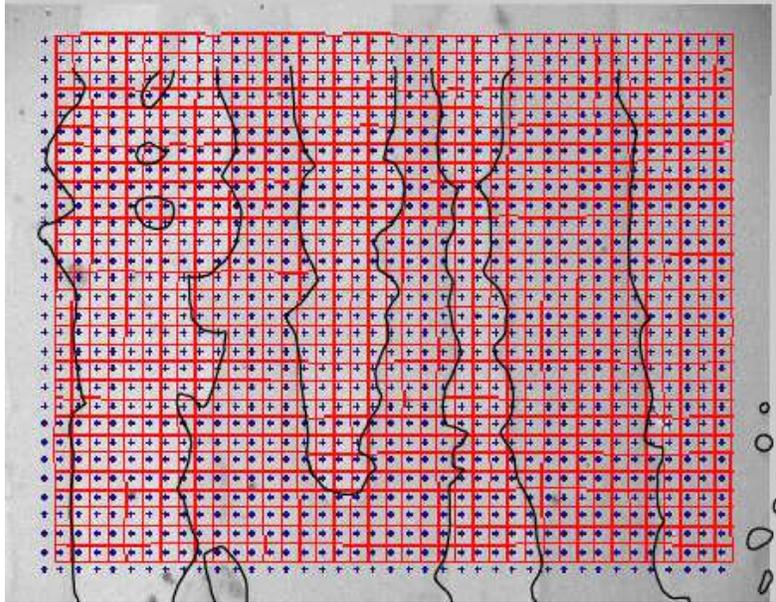


Figure IV-11. Maillage et identification des phases pour un calcul des déformations moyenne par phase, entre les cycles 4 et 20. Les croix forment le maillage de départ, le quadrillage indique le maillage après déformation.

IV.2.3.1. Evaluation des déformations dans chaque phase en traction monotone (entre 0 et $\frac{1}{4}$ de cycle)

Nous avons commencé par évaluer la déformation moyenne dans chaque phase après le premier $\frac{1}{4}$ de cycle (chargement de traction). Le calcul est effectué entre l'image prise avant déformation et l'image de la même zone prise après une déformation macroscopique de $5 \cdot 10^{-3}$ en traction monotone. La Figure IV-12 présente la cartographie des champs des déformations longitudinales, et la distribution en fréquence des déformations dans chaque phase et sur toute l'image. Le Tableau IV-1 résume les valeurs des déformations moyennes longitudinales et les écarts types correspondants.

La déformation longitudinale macroscopique appliquée à l'éprouvette est de $5 \cdot 10^{-3}$, mais la localisation de la déformation due à l'entaille implique une déformation longitudinale moyenne spatiale sur toute l'image légèrement plus importante ($5,4 \cdot 10^{-3}$). Cette déformation évaluée pour la phase austénitique est plus élevée que celle pour la phase ferritique, et elles sont toutes deux de traction. La dispersion sur les déformations longitudinales est quasiment la même dans les deux phases et de l'ordre de grandeur des déformations elles-mêmes.

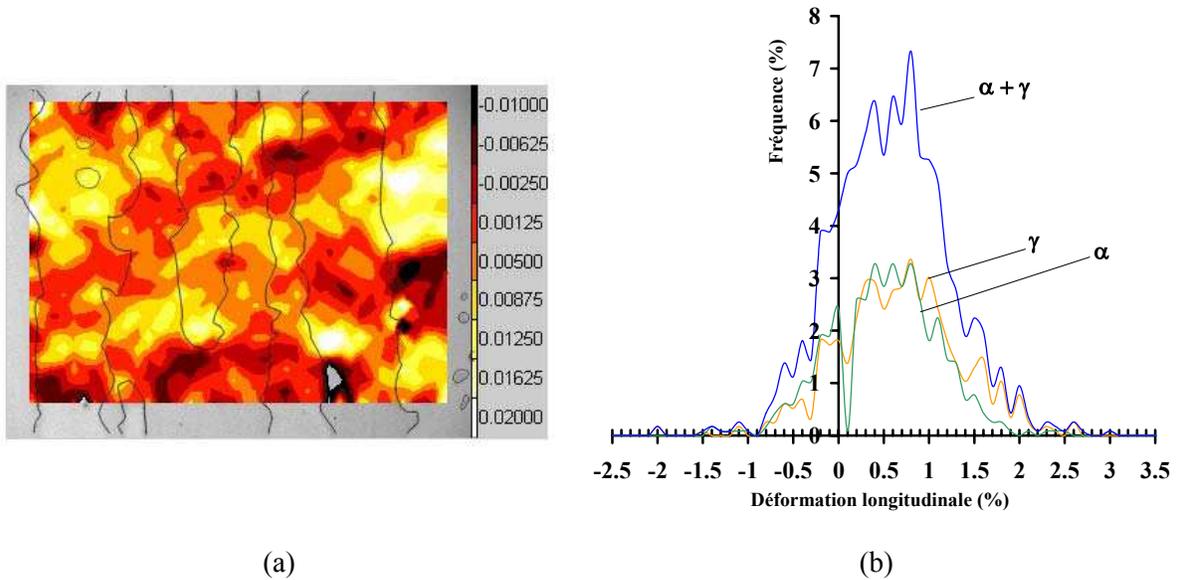


Figure IV-12. Cartographies des champs de déformations longitudinales (a) et distributions des déformations longitudinales dans les phases austénitique (γ), ferritique (α) et sur toute l'image ($\alpha + \gamma$) (b).

| | Moyenne | Ecart type |
|---------------|---------------------|---------------------|
| Austénite | $6,2 \cdot 10^{-3}$ | $7 \cdot 10^{-3}$ |
| Ferrite | $4,4 \cdot 10^{-3}$ | $6,3 \cdot 10^{-3}$ |
| Toute l'image | $5,4 \cdot 10^{-3}$ | $6,5 \cdot 10^{-3}$ |

Tableau IV-1. Moyennes spatiales et écarts types des déformations longitudinales déterminés par phase, et sur toute l'image.

Les deux distributions dans les grains α et γ sont semblables (Figure IV-12b). Elles sont quasi symétriques par rapport à la valeur moyenne, très étalées (écart type élevé) et légèrement décalées l'une par rapport à l'autre. Celle pour l'austénite est décalée vers les plus fortes déformations.

Dans l'acier duplex 2505 allié à 0,17% N (acier proche de celui étudié par [Dakhlaoui 06]), la limite d'élasticité de l'austénite est d'environ 200 MPa, celle de la ferrite d'environ 400 MPa. Dakhlaoui montre de plus que dans la direction longitudinale, les contraintes résiduelles sont de l'ordre de 50 MPa en compression dans la ferrite et de l'ordre de 50 MPa en traction dans l'austénite [Dakhlaoui 06]. Aussi en contrôle de déformation (mode de pilotage utilisé dans cette thèse), l'austénite se plastifiera avant la ferrite, et ce d'autant plus que les contraintes résiduelles y sont de traction. La ferrite se plastifiera ensuite,

et plus tard encore que si les contraintes résiduelles de compression n'existaient pas. Il est donc logique que la déformation plastique dans l'austénite soit plus grande que dans la ferrite.

IV.2.3.2. Etude des déformations additionnelles dans chacune des phases au cours du cyclage

La Figure IV-13a présente l'incrément de déformation longitudinale par cycle calculé sur chacune des phases et sur toute la zone B, en diagramme logarithmique. Durant les 20 premiers cycles, cet incrément par cycle est élevé pour les deux phases. Celui de la ferrite est supérieur à celui de l'austénite, il est de l'ordre de $6 \cdot 10^{-4}$ pour celui de la ferrite et de $5 \cdot 10^{-4}$ pour l'austénite sur les 4 premiers cycles. Tous deux diminuent rapidement ensuite et se stabilisent autour $\pm 10^{-5}$ après le cycle 100.

La déformation longitudinale moyenne spatiale cumulée augmente au cours des 4 premiers cycles, puis diminue continûment et atteint $-2,5 \cdot 10^{-3}$ (resp. $-3,5 \cdot 10^{-3}$) pour l'austénite (resp. la ferrite) (Figure IV-13a).

La Figure IV-13c présente l'évolution de l'écart type sur les déformations longitudinales additionnelles au cours du cyclage. Durant les 50 premiers cycles, il est plus élevé pour l'austénite que pour la ferrite. Après le cycle 200, celui de la ferrite augmente nettement plus que celui de l'austénite.

Soulignons que l'écart type sur les déformations additionnelles mesurées sur une certaine zone entre deux instants du cyclage traduit la dispersion des déformations autour de la valeur moyenne sur la zone, c'est-à-dire le degré d'hétérogénéité des déformations dans la zone considérée.

Si on fait l'hypothèse que la dispersion sur les déformations additionnelles entre deux cycles successifs est la même quels que soient ces deux cycles, pour un calcul effectué entre les cycles N_1 et N_2 , on peut définir un écart type moyen par cycle :

$$\sigma = \frac{\sigma_{\Delta N}}{\sqrt{\Delta N}} \quad \text{Eq. IV-2}$$

où $\sigma_{\Delta N}$ est l'écart type calculé entre les cycles N_1 et N_2 et $\Delta N = N_2 - N_1$.

La Figure IV-13d présente l'évolution de l'écart type moyen sur les déformations additionnelles longitudinales au cours du cyclage. Les écarts types moyens par cycle dans chacune des phases sont très élevés, de l'ordre de $4,5 \cdot 10^{-3}$ pour l'austénite et de l'ordre de $3,3 \cdot 10^{-3}$ pour la ferrite durant les premiers cycles, puis ils chutent rapidement pour se stabiliser autour de $5 \cdot 10^{-4}$ après 100 cycles. L'hétérogénéité des déformations est donc plus importante durant les 100 premiers cycles. Celle-ci est attribuée bien

évidemment au caractère polycristallin et polyphasé du matériau, chaque grain subissant une déformation plastique fonction en particulier de sa propre orientation, de celles des grains environnants et de leurs tailles respectives.

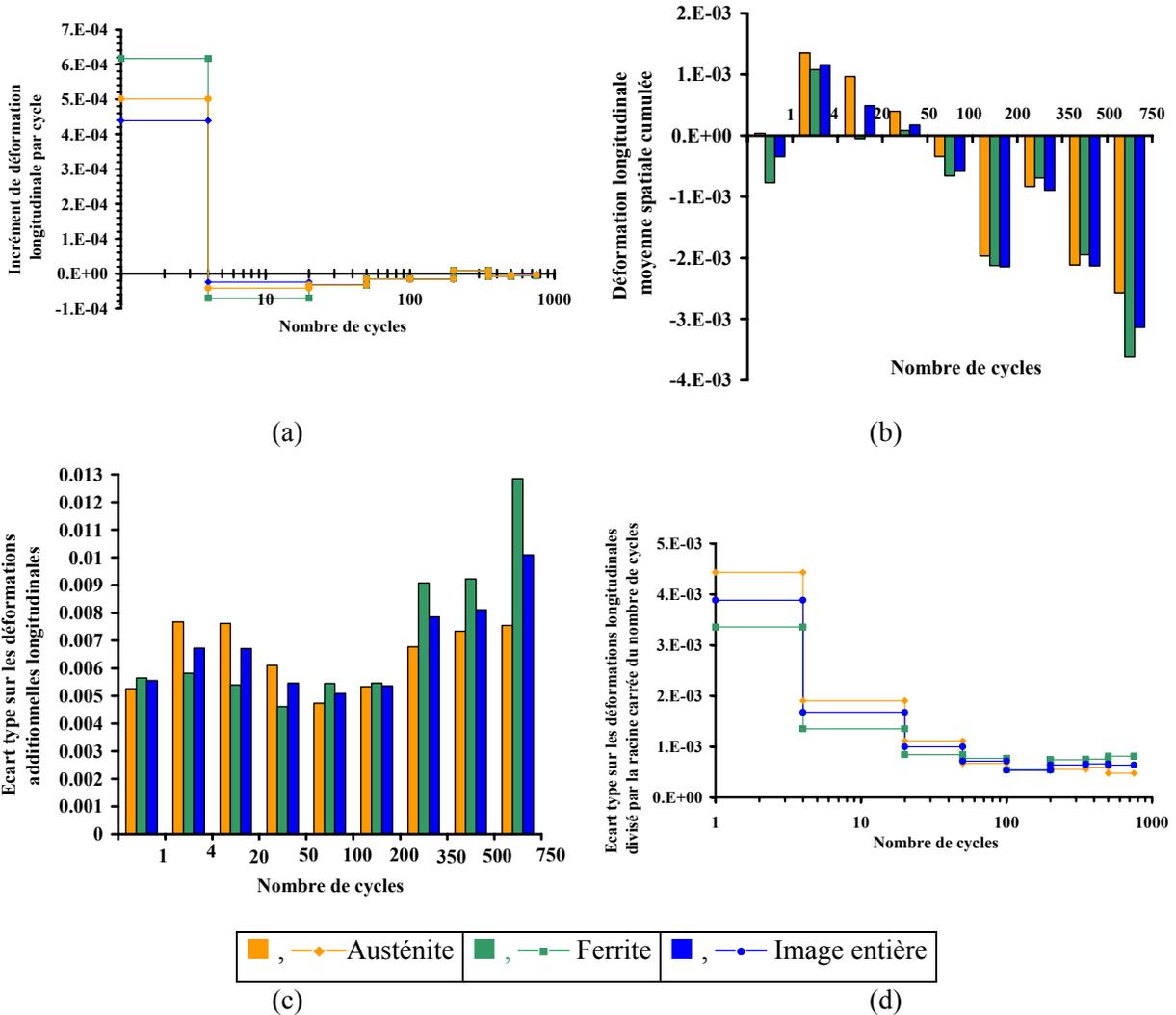


Figure IV-13. Etude des déformations longitudinales moyennes spatiales additionnelles par phase : évolution de l'incrément de déformation par cycle (a), évolution des déformations cumulées (b), écart type sur les déformations (c), écart type moyen sur les déformations.

La Figure IV-13a montre que l'incrément de déformation longitudinale entre les cycles 1 et 50 dans la phase ferritique est supérieure à celui de la phase austénitique. Ceci pourrait laisser croire que durant les

premiers cycles c'est la ferrite qui accommode la déformation et non l'austénite, contrairement à ce qui a été montré au chapitre précédent.

Il est important de rappeler que les déformations additionnelles moyennes présentées dans le paragraphe précédent sont les moyennes spatiales, or les deux phases se déforment à la fois en traction et en compression, il est nécessaire de connaître les intensités (en valeur absolue) de ces déformations pour connaître précisément quelle phase se déforme le plus et dans quelle proportion.

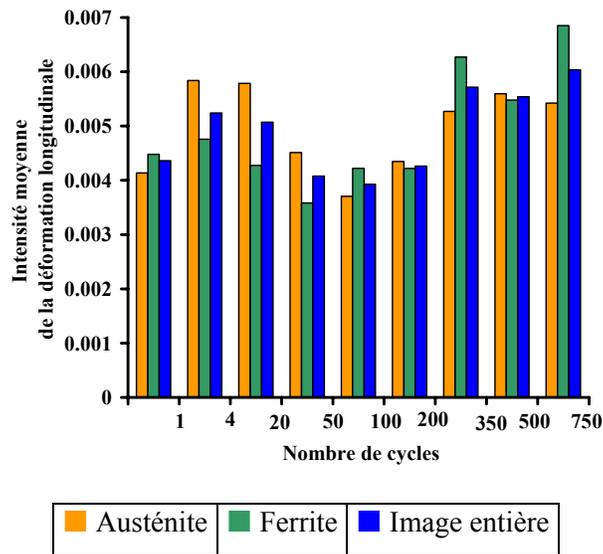


Figure IV-14. Variation de l'intensité moyenne des déformations dans les deux phases au cours du cyclage

La Figure IV-14 présente la variation de l'intensité moyenne des déformations longitudinales par phase et moyenne. Cette intensité est la moyenne des valeurs absolues des déformations longitudinales additionnelles. Ainsi on peut quantifier l'intensité de la déformation en chaque point de mesure indépendamment de son signe. Pour le premier cycle, les intensités des déformations dans les deux phases sont très proches. Entre les cycles 1 et 50, l'intensité de la déformation longitudinale est plus élevée dans la phase austénitique que dans la phase ferritique. Entre les cycles 50 et 500, les intensités moyennes des déformations dans chacune des phases sont voisines. Après 500 cycles, l'intensité moyenne dans la phase ferritique est nettement plus élevée que celle dans la phase austénitique.

IV.2.4. Conclusions

- **Les valeurs élevées des incréments de déformation par cycle (Figure IV-6) et des dispersions sur les déformations (Figure IV-7), mesurées sur les premiers cycles montrent que l'activité plastique est très importante durant ces premiers cycles : elle se manifeste par l'apparition de marques de glissement en surface sur les images optiques et par l'apparition d'hétérogénéités des déformations sur les champs de déformations longitudinales et transversales.** Les premières hétérogénéités apparaissent dans la phase austénitique dès le début du cyclage, dans les grains dans lesquels les premières marques de glissement sont observées (Figure IV-8a et Figure IV-9a). Les intensités moyennes des déformations γ sont plus grandes au début du cyclage que celles dans la phase ferritique (Figure IV-14). **Au contraire, dans la phase ferritique, les premières hétérogénéités sont observées plus tardivement.** Ces hétérogénéités apparaissent là où des marques de glissement sont déjà apparues, ou là où apparaîtront des marques de glissement ultérieurement au cours du cyclage (Figure IV-8d et Figure IV-9c).
- **Rappelons que les 100 premiers cycles correspondent à la phase de durcissement/adoucissement cyclique du matériau.** C'est dans cette phase que les microstructures de dislocations se construisent au cœur des grains, conduisant aux localisations des déformations observées.
- **Au delà de ces 100 premiers cycles, les incréments de déformation et les dispersions sur les déformation additionnelles chutent fortement puis se stabilisent.**
- **Les déformations additionnelles moyennes spatiales cumulées augmentent continûment en intensité au cours du cyclage (Figure IV-5), ce qui traduit l'endommagement progressif du matériau par fatigue.**

IV.3. Etude de l'amorçage en FPO dans l'acier inoxydable duplex

Dans ce paragraphe, nous étudions l'amorçage et la propagation des microfissures par FPO dans l'acier duplex, en utilisant les observations MEB et les champs cinématiques obtenus par CIN. Après un bref rappel sur les mécanismes d'amorçage et de micropropagation des fissures en fatigue, nous résumons les principales études des 2 dernières décennies traitant de l'amorçage en FPO dans les aciers inoxydables duplex.

Nous analysons ensuite, dans un premier temps, les images optiques et les images MEB prises en cours d'essai afin d'identifier les sites d'amorçage et les modes de micropropagation. Puis nous tentons de comprendre comment ces différents phénomènes se manifestent sur les champs de déplacements et déformations mesurés par CIN.

IV.3.1. Eléments bibliographiques sur les mécanismes d'amorçage et de micropropagation

IV.3.1.1. Généralités sur l'amorçage en FPO

Usuellement, la rupture par fatigue d'un matériau métallique procède en trois phases : l'amorçage des microfissures, la micropropagation de ces fissures, en surface d'abord, puis leur coalescence et leur propagation en profondeur, et enfin la rupture finale après propagation d'une microfissure en profondeur.

En FPO des matériaux métalliques, la déformation plastique cyclique se localise progressivement dans des bandes de glissement dont l'émergence en surface conduit à la création d'un relief en intrusions/extrusions. Ces intrusions/extrusions sont des sites de concentration des contraintes, lieux privilégiés pour un amorçage des microfissures de fatigue. Lorsque la fissure s'amorce sur les bandes de glissement et qu'elle se propage suivant ces bandes, on parle de microfissure transgranulaire. La Figure IV-15a montre un exemple de microfissure transgranulaire amorcée dans une intrusion dans la phase ferritique d'un acier inoxydable duplex [Seddouki 94]. L'amorçage peut aussi avoir lieu aux joints de grains ou de phases, la fissure est alors dite intergranulaire. La Figure IV-15b montre une microfissure intergranulaire apparue entre deux grains ferritiques. Des microfissures peuvent aussi s'amorcer aux joints de macles, ou sur d'autres défauts de microstructure (inclusions, porosités...).

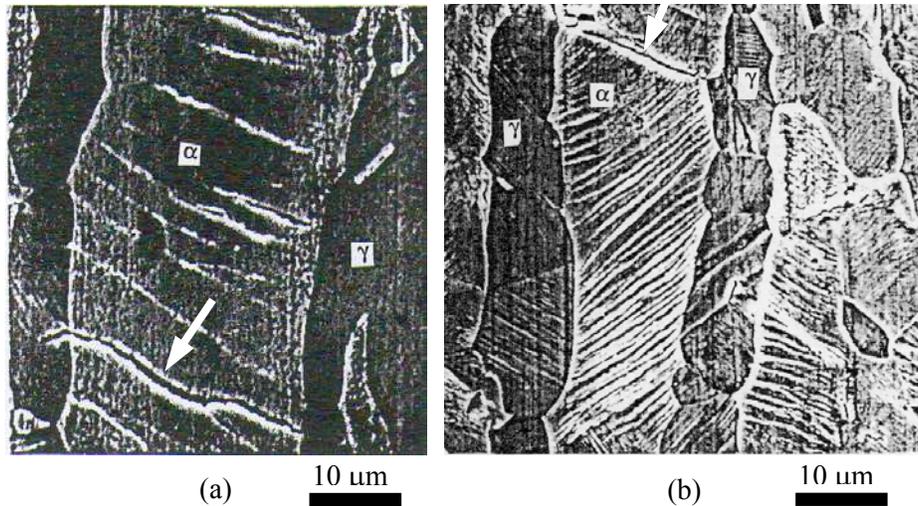


Figure IV-15. Amorçage transgranulaire de microfissures dans la phase ferritique d'un acier inoxydable duplex 22-05 à 0,11% N, $\Delta\varepsilon_t=1,4\%$, $d\varepsilon/dt=4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ (a), Amorçage intergranulaire de microfissures dans la phase ferritique d'un acier duplex 22-05 à 0,18% N, $\Delta\varepsilon_t=2,5\%$, $d\varepsilon/dt=4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ (b) [Seddouki 94].

Comme décrit plus haut, après la phase d'amorçage, ces microfissures se propagent puis coalescent, généralement en surface puis en profondeur, et donnent alors naissance à une microfissure qui se propage ensuite en profondeur, menant à la rupture totale de la pièce.

IV.3.1.2. Généralités sur la propagation des microfissures en FPO

En fatigue uniaxiale, une microfissure amorcée dans une intrusion se propage le plus souvent de manière transgranulaire, suivant des directions cristallographiques bien définies (le long des marques des plans de glissement en surface). Ces fissures croissent et coalescent en franchissant des premières barrières microstructurales (joints de grains, de phases, ou de macles). Ce stade est appelé stade I de propagation, il correspond à la propagation des fissures dites courtes. Après franchissement de plusieurs joints de grains, la propagation se poursuit en profondeur, dans un plan perpendiculaire à la contrainte appliquée (mode I, dit d'ouverture), définissant ce qu'on appelle le stade II de propagation d'une fissure longue [Miller 93], [Murakami 05] (Figure IV-16). Lorsque la section restante est devenue insuffisante, la rupture brutale intervient.

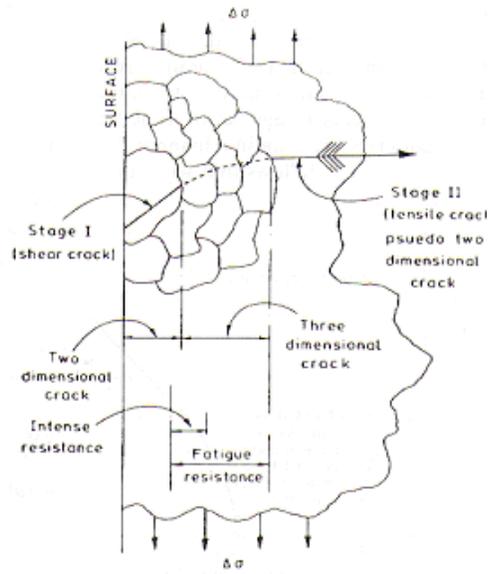


Figure IV-16. Représentation schématique des stades I et II de propagation de fissures de fatigue [Miller 93].

Les phases d'amorçage et de propagation des microfissures correspondent généralement à plus de 80% de la durée de vie de la pièce. Dans un matériau métallique, ces phases sont gouvernées par la résistance des joints de grains, des joints de phases, des particules de seconde phase (précipités, inclusions) à leur franchissement par les microfissures. Les orientations et la texture cristallographiques, la taille des grains et celle des phases, ainsi que leur morphologie, influencent fortement cette microfissuration (ou micropropagation). Enfin le type et le niveau de sollicitation, l'environnement [Magnin 88b] et la température [Llanes 99] ont également un rôle important.

IV.3.1.3. Amorçage et micropropagation dans les aciers inoxydables duplex

Dans ce paragraphe, nous rappelons les principaux résultats de la littérature traitant de l'amorçage en FPO des aciers inoxydables duplex. Les teneurs en azote et en carbone des aciers duplex (en solution solide interstitielle) jouent un rôle important sur les modes d'endommagement et l'amorçage en fatigue plastique. En particulier l'azote, essentiellement concentré dans la phase austénitique, y introduit un fort durcissement de solution solide, tout en diminuant la ductilité. Il s'ensuit une distribution de la déformation plastique entre les deux phases austénitique et ferritique fonction de cette teneur en azote. A très forte teneur (0,6%), l'azote peut causer de la rupture par clivage dans l'austénite [Vogt 94], tandis que les propriétés de la ferrite restent quasi-inchangées. Par ailleurs l'addition d'azote favorise le glissement plan et la réversibilité du glissement des dislocations dans l'austénite par abaissement de l'énergie de faute

d'empilement. Il s'ensuit une modification des sites d'amorçage des microfissures et une augmentation de la durée de vie à température ambiante [Seddouki 94]. L'amorçage des microfissures a alors lieu plutôt dans la ferrite, où la localisation des déformations plastiques est plus sévère [Polak 05] [Alvarez 07].

Stolarz [Stolarz 01], Krupp et al [Krupp 07], Düber et al [Düber 06] ont étudié les mécanismes de propagation des microfissures par fatigue dans les aciers inoxydables duplex, et l'influence des diverses barrières microstructurales. Düber et al [Düber 06] ont proposé une modification de la loi de Hall-Petch tenant compte des contributions des différents types de joints (joints de grains des deux phases et joints de phases) et du cyclage. Un modèle de propagation des fissures courtes a été développé en considérant les caractéristiques cristallographiques des deux phases pour déterminer les géométries de ces fissures. Les simulations réalisées sont en adéquation avec les observations [Düber 06]. [Magnin 89] et [Alvarez 06] ont étudié des aciers duplex à faible teneur en azote ($N < 0,1\%$) alors que [Vogt 94], [Polak05] et [Degallaix 96] ont étudié des aciers duplex relativement chargés en azote ($N \geq 0,15\%$).

Vogt [Vogt 94] a étudié un acier austéno-ferritique de teneur en azote $N=0,15\%$ en fatigue oligocyclique à différentes amplitudes de déformation. A bas niveau de déformation ($\Delta\varepsilon_t=0,4, 0,6\%$) la phase austénitique accommode seule la déformation plastique. Les intrusions/extrusions en surface y sont les sites privilégiés pour l'amorçage des microfissures. Aux niveaux moyens de déformation ($\Delta\varepsilon_t=0,8, 1\%$), la déformation est accommodée par les deux phases et l'amorçage a lieu plutôt dans la phase ferritique au niveau des bandes de glissement. Lorsque le niveau de déformation augmente de 0,8 à 1,8 %, la densité des extrusions-intrusions augmente dans les deux phases. Elle est deux fois plus importante dans la phase ferritique que dans la phase austénitique à 1,8%. L'amorçage est alors à la fois transgranulaire et intergranulaire. Aux hauts niveaux de déformation ($\Delta\varepsilon_t=2$ et $2,5\%$), les deux phases accommodent la déformation plastique mais dans des proportions très différentes. Les intrusions-extrusions sont 4 fois plus nombreuses dans la phase ferritique pour $\Delta\varepsilon_t=2,5\%$ et un amorçage intergranulaire est fréquemment observé dans la phase ferritique.

Seddouki [Seddouki 94] et Degallaix et al [Degallaix 95] ont étudié l'influence de la teneur en azote sur les mécanismes d'endommagement en fatigue oligocyclique, et plus particulièrement les mécanismes d'amorçage, dans deux aciers inoxydables duplex chargés respectivement de 0,11 et 0,18% N pour des variations de déformation totale $0,8\% \leq \Delta\varepsilon_t \leq 2,5\%$. Ces niveaux correspondent à des variations de déformation plastique $0,27\% \leq \Delta\varepsilon_p \leq 2\%$ qui se situent dans le stade III sur la CEC proposée par [Mateo 96], (cf. Chapitre III, Figure III-3). A noter que les observations ont été effectuées après rupture des éprouvettes. Au plus bas niveau de déformation plastique ($\Delta\varepsilon_p=0,27\%$), c'est la phase ferritique qui

présente des intrusions/extrusions très marquées, tandis que la phase austénitique ne présente que des lignes de glissement fines et des intrusions/extrusions très peu intenses. L'amorçage des microfissures est essentiellement observé dans la ferrite, avec une micropropagation suivant les marques de glissement. À $\Delta\varepsilon_t=2,5\%$, la déformation plastique est accommodée par les deux phases, qui contribuent toutes deux à l'amorçage des fissures. Ils définissent un niveau de déformation intermédiaire, au-delà duquel la phase austénitique voit aussi se localiser la déformation plastique et remarquent que ce niveau augmente avec la teneur en azote ($\Delta\varepsilon_t=1,4\%$ pour l'acier à 0,11% N et $\Delta\varepsilon_t=2\%$ pour l'acier à 0,18% N). Quel que soit le niveau de déformation, c'est la ferrite qui présente la plus forte intensité des intrusions/extrusions, traduisant la plus forte localisation des déformations plastiques cycliques, confirmée par des observations des sous-structures de dislocations au microscope électronique en transmission.

Polak et al. [Polak 05] ont étudié l'endommagement par fatigue plastique oligocyclique d'un acier inoxydable austéno-ferritique à 0,16% d'azote, pour des amplitudes de déformation plastique comprises entre $5 \cdot 10^{-5}$ et $5 \cdot 10^{-3}$. Ils ont observé de plus nombreuses marques de glissement dans la phase austénitique comparée à la phase ferritique. En revanche, l'amorçage des microfissures a lieu préférentiellement dans la ferrite, le long des marques de glissement, et aux joints de grains ferrite/ferrite. La micropropagation des fissures dans les grains austénitiques voisins se fait suivant une direction approximativement perpendiculaire à l'axe de sollicitation. Parfois certaines de ces microfissures sont stoppées par le joint le grain austénitique (austénite/austénite).

Magnin et al. [Magnin 89] et Ho et al [Ho 88] ont étudié des aciers inoxydables duplex (22-05) faiblement alliés à l'azote (N=0,07). Ils ont également observé que la déformation plastique est principalement accommodée par l'austénite aux faibles amplitudes de déformation, et que l'amorçage des microfissures y était alors observé. En revanche, aux fortes amplitudes de déformation, la majeure partie de la déformation plastique est accommodée par la phase ferritique. L'amorçage avait alors lieu principalement dans cette phase, et est essentiellement intergranulaire, et plus rarement transgranulaire.

Alvarez et al. [Alvarez 06] ont étudié les mécanismes d'amorçage en fatigue plastique dans un acier inoxydable duplex (22-05) faiblement allié à l'azote (N=0,06). Les endommagements de surface ont été observés sur des éprouvettes cyclées à des variations de déformation totale $\Delta\varepsilon_t= 0,8\%$, $1,2\%$. Ils ont montré qu'à $\Delta\varepsilon_t= 0,8\%$, les marques de glissement sont beaucoup plus nombreuses et intenses dans la phase ferritique que dans la phase austénitique. Ces marques sont presque perpendiculaires à l'axe de sollicitation. Pour ce niveau de déformation, deux types d'amorçages sont observés. Certaines microfissures s'amorcent dans les marques de glissement intenses dans la phase ferritique et d'autres

s'amorcent aux joints de phases austénite/ferrite, près d'un grain austénitique présentant de nombreuses marques de glissement. A $\Delta\varepsilon_t = 1,2\%$, l'endommagement est réparti de façon homogène dans les deux phases. Concernant l'amorçage, des fissures majoritairement intergranulaires et interphases sont observées. Ils ont observé par ailleurs que des relations d'orientation KS existent entre les deux phases, et qu'elles ont un impact fort sur l'amorçage. Lorsque ces relations existent entre un grain austénitique et un grain ferritique, ils n'ont pas observé de microfissures au joint de phases. En revanche des microfissures s'amorcent dans les bandes de glissement aux joints de phases, là où ces relations n'existent pas. Ces résultats ont été confirmés par Marinelli et *al.* [Marinelli 07] par des observations au MET juste en dessous de la surface d'un acier inoxydable duplex SAF 2507 avec 0,26% d'azote sollicité en traction-compression à $\Delta\varepsilon_t = 0,8 \cdot 10^{-2}$ ($\Delta\varepsilon_p = 0,24 \cdot 10^{-2}$) et $\Delta\varepsilon_t = 1,2 \cdot 10^{-2}$ ($\Delta\varepsilon_p = 0,6 \cdot 10^{-2}$). À $\Delta\varepsilon_t = 0,8 \cdot 10^{-2}$, ils ont observé le rôle important des orientations cristallographiques entre les phases. Lorsque les relations KS entre l'austénite et la ferrite sont satisfaites, le glissement franchit le joint de grain et aucune microfissure n'est observée au voisinage. Dans le cas contraire, les microfissures s'amorcent sur les marques de glissement intenses dans l'austénite et sont bloquées au joint de phases. À $\Delta\varepsilon_t = 1,2 \cdot 10^{-2}$, peu de relations KS ont été observées sur les lames minces analysées, et la déformation est alors répartie entre les deux phases. Dans ce cas, les microfissures sont préférentiellement observées sur les intrusions/extrusions dans la ferrite, traduisant une localisation de l'endommagement plus intense dans la ferrite.

Nous nous proposons d'analyser nos observations et nos mesures de champs cinématiques par CIN relatives à l'amorçage des microfissures.

IV.3.2. Amorçage de microfissures en FPO dans l'acier inoxydable duplex

Nous commencerons par étudier le rôle des relations d'orientation qui existent entre les deux phases, puis nous étudierons l'amorçage à proprement parler.

IV.3.2.1. Relations d'orientation entre les deux phases

La Figure IV-17 présente l'endommagement de surface de la zone 2 de l'essai 1 (cf. Figure IV-1a) observé par la caméra au cycle 1600 (Figure IV-17a) et au MEB après la rupture (à 1693 cycles, Figure IV-17b). La Figure IV-17c et la Figure IV-17d présentent les cartographies des champs de déformations longitudinales calculés respectivement entre les cycles $\frac{1}{4}$ et 10 et les cycles 1000 et 1200.

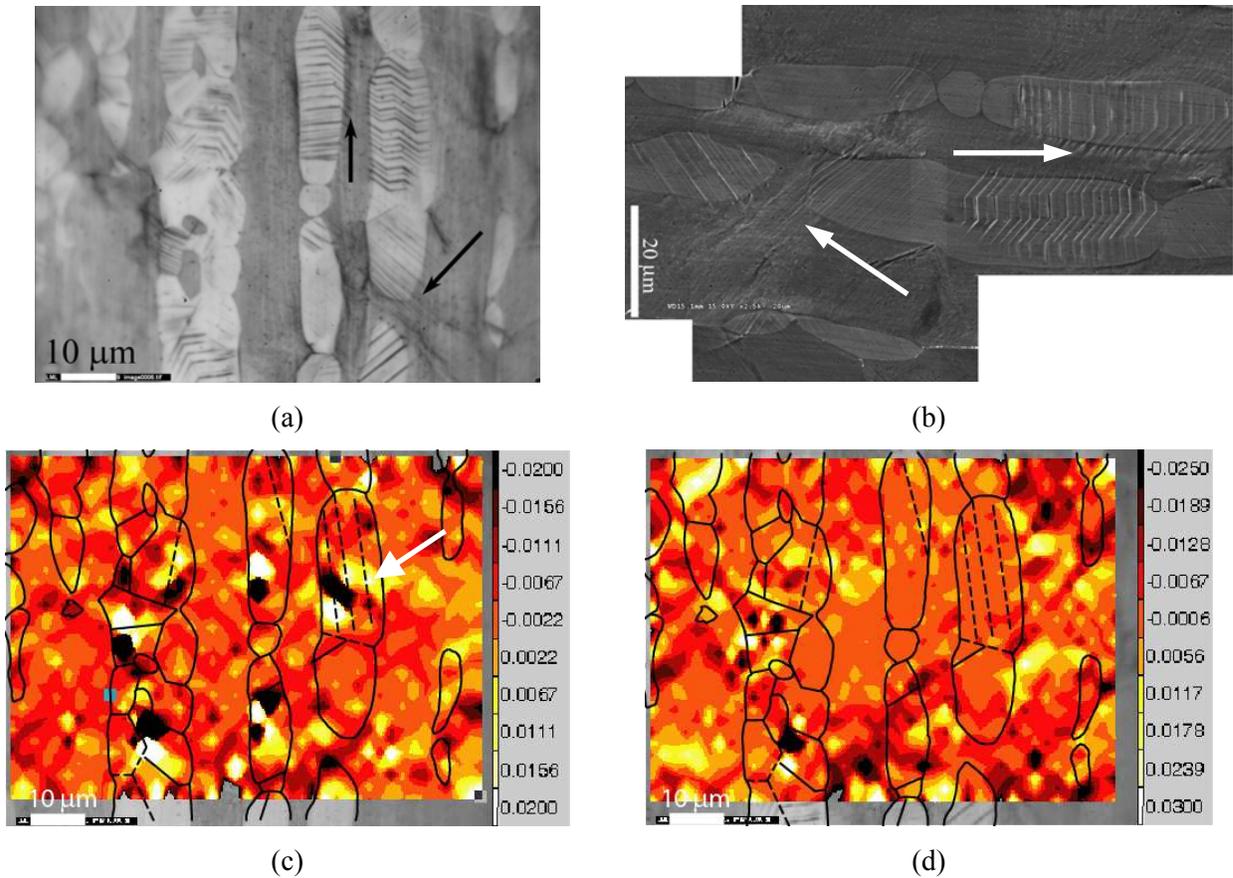


Figure IV-17. Endommagement de surface de la zone 2, éprouvette 1 (cf. Figure IV-1a) , image prise par la caméra CCD au cycle 1600 (a) et après Rupture, au MEB (b). Cartographies des déformations longitudinales ϵ_{11} calculées entre les cycles ¼ et 10 (c) et 1000 et 1200 (d).

Les Figure IV-17a et b montrent des marques de glissement qui se propagent en surface sans changer d'orientation d'un grain austénitique au grain ferritique voisin (cf. flèches, Figure IV-17a et b). Cette caractéristique témoigne de l'existence de relations d'orientations cristallographiques entre certains grains austénitiques et ferritiques, communément appelées relations de Kurjumov-Sachs (KS) [Kurjumov-Sachs 30] et/ou de Nishijama–Wassermann (NW) [Nishijama 34], [Wassermann 35] (cf. Chapitre III).

La Figure IV-17c montre de nombreuses hétérogénéités des déformations dans les grains austénitiques, dès les tout premiers cycles. Ces hétérogénéités sont localisées dans des grains présentant des macles, témoignant que le cristal et la macle sont tous deux favorablement orientés pour le glissement (cf. flèche, Figure IV-17c). Dans les zones où nous observons une continuité du glissement entre les deux phases, la déformation est relativement homogène. Entre les cycles 1000 et 1200 (Figure IV-17d), l'hétérogénéité des déformations est plus importante dans la ferrite que dans l'austénite. En revanche, la déformation dans

les grains avec macles est relativement homogène à présent, de même dans les grains présentant une continuité de glissement au joint de phase.

Il est bien connu que les joints de grains et de phases jouent un rôle important dans le durcissement des matériaux métalliques polycristallins, en grande partie en raison des désorientations entre grains. Les limitations des mouvements des dislocations entraînent des concentrations de contraintes aux joints de grains et des incompatibilités de déformations entre grains. Ceci conduit à des localisations des déformations aux joints de grains et de phases, déjà notées dans le chapitre précédent. Or l'existence de relations d'orientation signifie une compatibilité des systèmes de glissement entre les deux phases, d'où une transmission du glissement plus facile d'une phase à une autre, sans concentration de contraintes aux joints de phases. En conséquence il n'apparaît pas de localisation de la déformation dans ces grains et aux joints de grains correspondants. Cette absence de localisation de la déformation se traduit par une relative homogénéité des déformations mesurées par CIN, que ce soit au début du cyclage (Figure IV-17c) ou plus tard dans le cyclage (Figure IV-17d).

Dans le cas présent, l'existence de ces relations d'orientation est présupposée au vu des analyses des observations de surface et des résultats des champs de déformations calculés. Toutefois nous n'avons pas pu les vérifier, car cette éprouvette n'a pas été analysée par EBSD ni au MET. Ces relations ont été en revanche observées dans l'éprouvette 2 analysée par EBSD. La Figure IV-18.a présente une zone de l'éprouvette 2 sur laquelle ces relations d'orientation ont été observées. La Figure IV-18.b montre le grain austénitique et le grain ferritique adjacents entre lesquels une continuité des marques de glissement est observée au 50^e cycles.

La Figure IV-18.c montre la même zone à 1000 cycles. L'identification des systèmes de glissement dans chaque grain montre que :

- Dans le grain austénitique, le système de glissement activé est le système (111)[0-11] de facteur de Schmid de 0,45.
- Dans le grain ferritique, le système de glissement activé est le système (01-1)[111] de facteur de Schmid de 0,4.

Ces deux systèmes de glissement vérifient les relations KS (cf. Tableau III-1, **Chapitre III**).

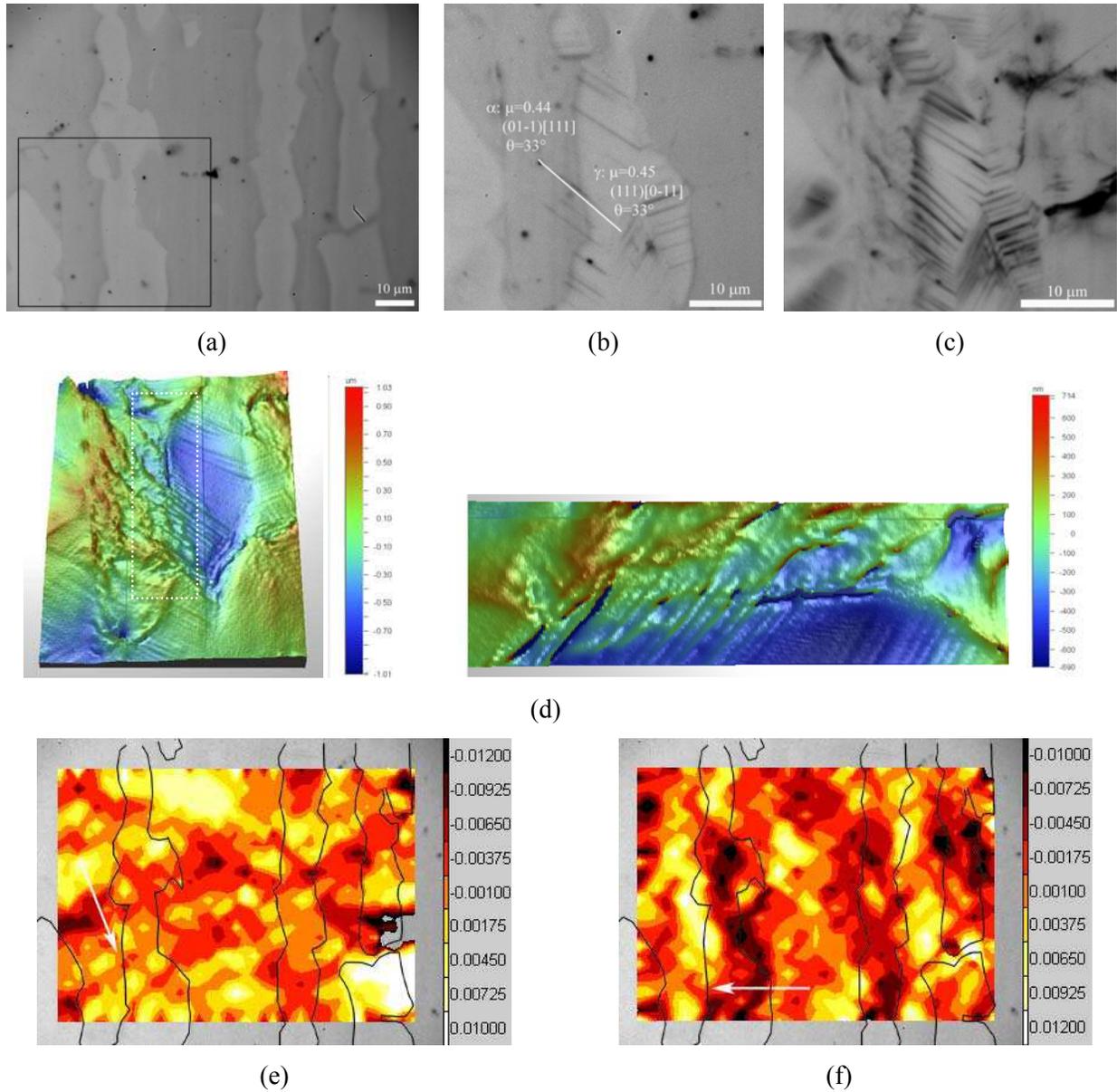


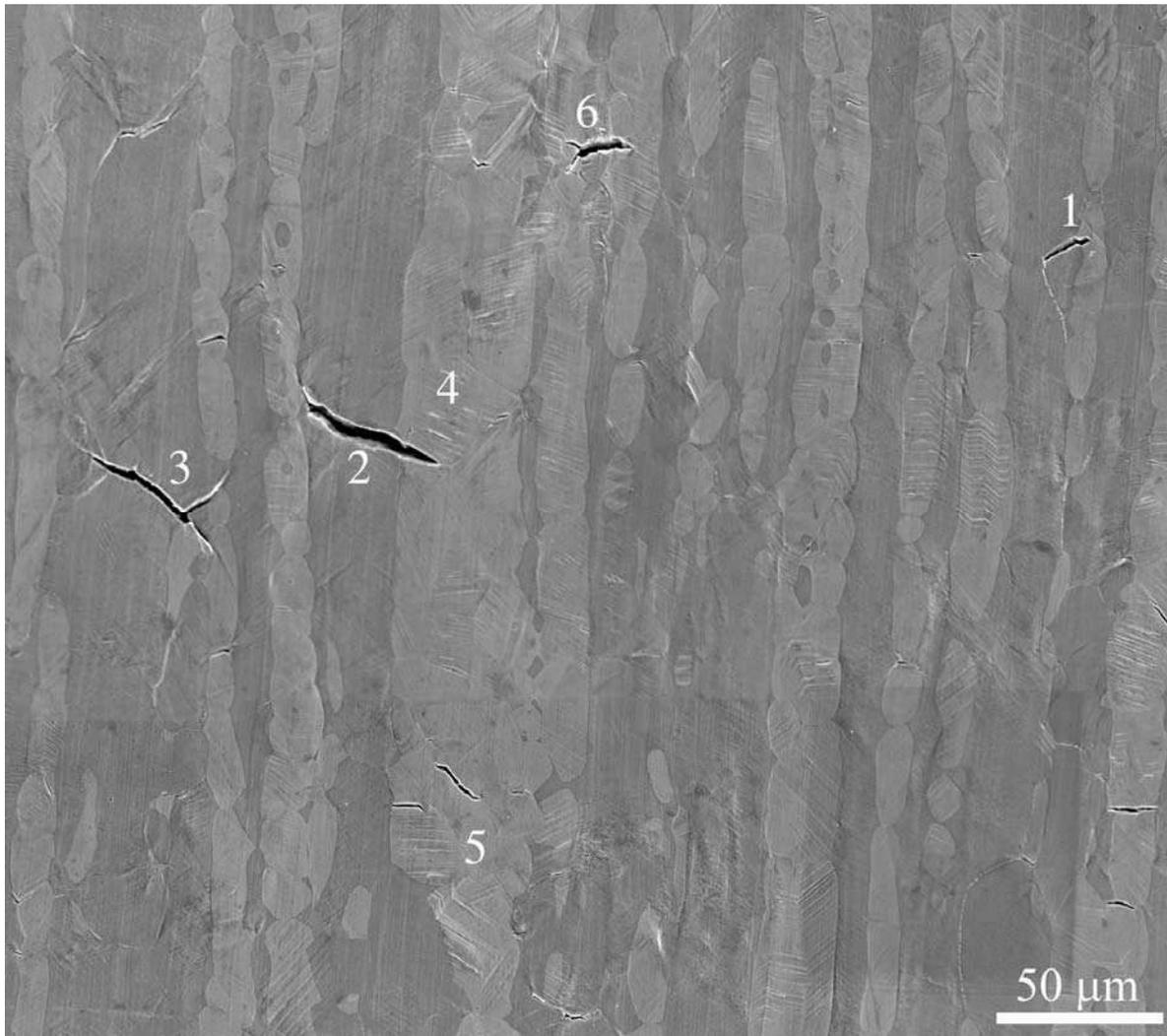
Figure IV-18. Relations d'orientation observées dans l'éprouvette 2. Image à la caméra avant le cylage (a), observation des relations d'orientation à 50 cycles (b), à 1000 cycles (c) ; topographie 3D de la surface (d) ; champs de déformations ϵ_{11} (e) et ϵ_{22} (f) calculés entre les cycles 20 et 50.

On observe que le grain ferritique concerné présente peu de déformation au voisinage du joint de phases et un relief peu marqué (Figure IV-18.d). En revanche, loin du joint de phases, au centre du grain ferritique, le relief est plus marqué et d'autre(s) système(s) de glissement est (sont) activé(s). La Figure IV-18.e (resp. la Figure IV-18.f) présente le champ des déformations longitudinales ϵ_{11} (resp. le champ

des déformations transversales ε_{22}) calculé entre les cycles 20 et 50. Les déformations γ sont relativement homogènes au joints de phase où les relations KS existent (cf. flèches Figure IV-18.e et f).

IV.3.2.2. Observations optiques des amorçages.

La Figure IV-19 présente les photographies MEB du domaine observé sur chacune des éprouvettes 1 et 2. Les principaux amorçages de microfissures ont été numérotés sur les photographies de 1 à 6 pour l'éprouvette 1 et de A à F pour l'éprouvette 2.



(a)



(b)

Figure IV-19. Principales microfissures observées dans l'acier duplex étudié ($\Delta\varepsilon/2=0,5\%$, $\dot{\varepsilon}=10^{-3}\text{ s}^{-1}$):
éprouvette 1 à 1693 cycles (a) ; éprouvette 2 à 2300 cycles (b)

Amorçage dans la phase ferritique

Ces observations montrent que les premières microfissures s'amorcent le plus souvent dans la phase ferritique. Elles s'amorcent au niveau des joints de grains ferrite/ferrite (voir Figure IV-19a, fissures 1 à 3). La Figure IV-20a (resp. la Figure IV-20b) présente l'amorçage de la microfissure 2 (resp. microfissure B) observée à 1000 (resp. 750) cycles. Pour l'éprouvette 1, nous avons initialement émis l'hypothèse que cet amorçage aux joints de grains ferrite/ferrite avait pu être favorisé par l'attaque électrochimique qui creuse plus sévèrement les joints de grains ferritiques (Figure IV-20a). Or pour l'éprouvette 2, le polissage électrolytique n'a révélé aucun joint de grain ferrite/ferrite quel qu'il soit, mais grâce aux mesures EBSD, nous avons pu identifier avec certitude que toutes les fissures amorcées dans la phase ferritique étaient situées aux joints de grains ferrite/ferrite (voir Figure IV-20b et Figure IV-19b, fissures A à F). L'amorçage dans la phase ferritique est donc essentiellement intergranulaire.

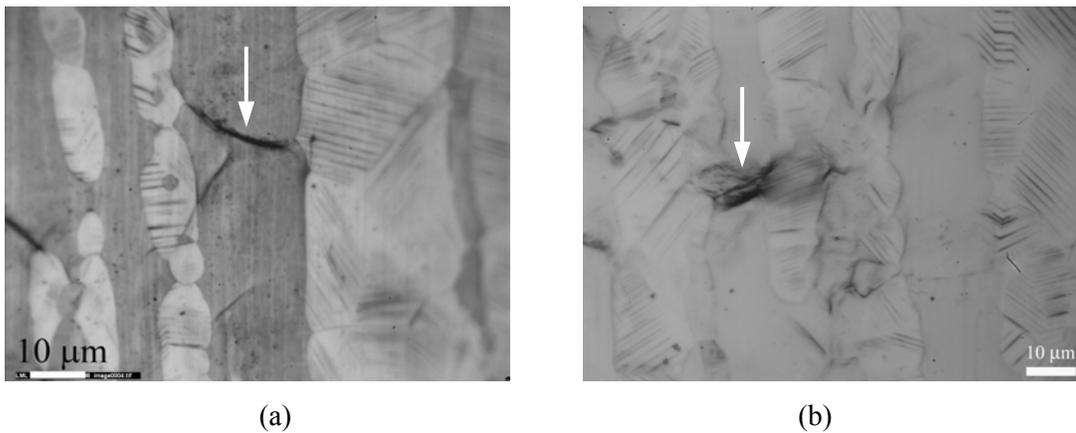


Figure IV-20. Amorçage de microfissures aux joints de grains ferrite/ferrite ; fissure 2, éprouvette 1 à 1000 cycles (a) ; fissure B, éprouvette 2 à 750 cycles (b).

Amorçage dans la phase austénitique

Quelques amorçages ont été observés dans l'austénite. La Figure IV-21 présente des microfissures amorcées dans la phase austénitique. Dans cette phase, les microfissures s'amorcent le plus souvent au sein des marques de glissement apparues en surface (Figure IV-21a, cf. fissure 4 Figure IV-19a). En revanche, très peu de microfissures s'amorcent aux joints de grains austénite/austénite (Figure IV-21b, fissure 5 Figure IV-19a) L'amorçage dans la phase austénitique est donc principalement transgranulaire. Les microfissures dans l'austénite sont moins ouvertes que celles dans la ferrite.

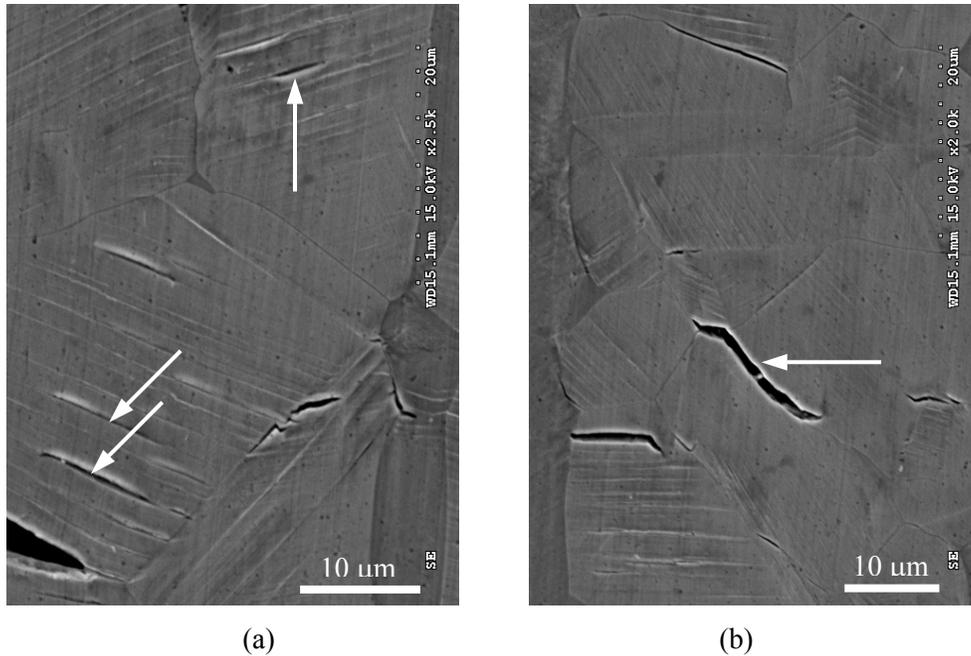


Figure IV-21. Amorçage dans la phase austénitique (éprouvette 1) : amorçage dans les marques de glissement, fissure 4 (a), amorçage au joint de grain austénite/austénite, fissure 5 (b).

Amorçage aux joints de phases

D'autres microfissures, moins fréquentes, se sont amorcées aux joints de phases (Figure IV-19a, fissure 6). La Figure IV-22 montre l'évolution au cours du cyclage de la microfissure 6 amorcée au joint de phase. Cette microfissure s'est amorcée entre les cycles 1000 et 1200 (Figure IV-22b) (à 1000 cycles, on ne distingue pas encore la microfissure, Figure IV-22a). Il semblerait que la microfissure s'est amorcée au joint triple entre les grains 1, 2 et 4 (Figure IV-22a) puis qu'elle s'est propagée dans le grain ferritique 2. À 1600 cycles, la microfissure s'est propagée dans les deux grains austénitiques 1 et 3. (Figure IV-22c et Figure IV-22d).

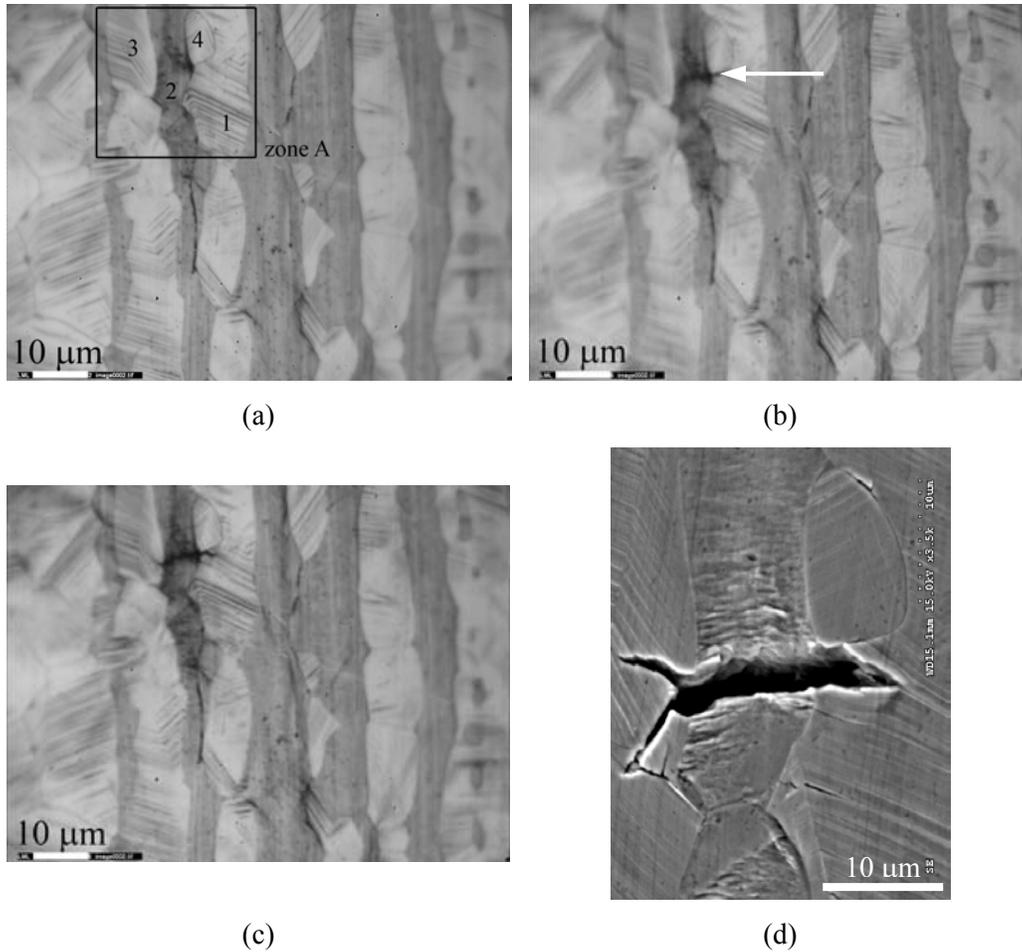


Figure IV-22. Amorçage aux joints de phases (éprouvette 1, fissure 6). Photographies caméra prises respectivement aux cycles 1000 (a), 1200 (b), 1600 (c) et après rupture au MEB (d)

Après l'amorçage d'une microfissure et quel qu'en soit le lieu, la micropropagation en surface se fait essentiellement en suivant les marques de glissement apparues en surface. Certaines microfissures se propagent longuement, environ 100 μm en surface entre les cycles 750 et 2300 sur l'éprouvette 2 par exemple (fissures A et B), d'autres en revanche sont freinées ou stoppées par les barrières microstructurales, à savoir les joints de grains, de phases ou de macles (fissures C, D et E, éprouvette 2).

Connaissant les sites d'amorçage et les nombres de cycles auxquels les microfissures sont apparues, dans le paragraphe suivant nous allons analyser les champs de déplacements et de déformations associés afin de comprendre comment se manifestent ces amorçages sur les champs cinématiques de surface. Seules les fissures 2 et 6 sur l'éprouvette 1 et la fissure B sur l'éprouvette 2 seront étudiées.

IV.3.2.3. Détection de l'amorçage par analyse des champs de déplacements et de déformations

Dans les analyses qui suivent, nous ne reviendrons pas sur la description globale des cartographies. Les observations sont similaires à celles qui ont été faites sur les différentes zones dans le chapitre précédent : à savoir apparition des premières hétérogénéités dans la phase austénitique dès les premiers cycles, ensuite celles-ci augmentent en nombre au cours du cyclage. Pour la phase ferritique, très peu d'hétérogénéités sont observées dans les premiers cycles mais elles apparaissent plus tard dans le cyclage. Nous allons ici nous focaliser sur les quelques grains austénitiques et ferritiques au voisinage d'une fissure.

Tout d'abord, nous allons décrire l'évolution des champs de déformations longitudinales relatifs à la fissure amorcée au joint de phase (éprouvette 1, fissure 6) (voir zone A sur la Figure IV-22a). La Figure IV-23 présente les champs de déformations longitudinales ϵ_{11} calculés respectivement entre les cycles $\frac{1}{4}$ et 10 (Figure IV-23a); 10 et 50 (Figure IV-23b); 651 et 1000 (Figure IV-23c); 1000 et 1200 (Figure IV-23d).

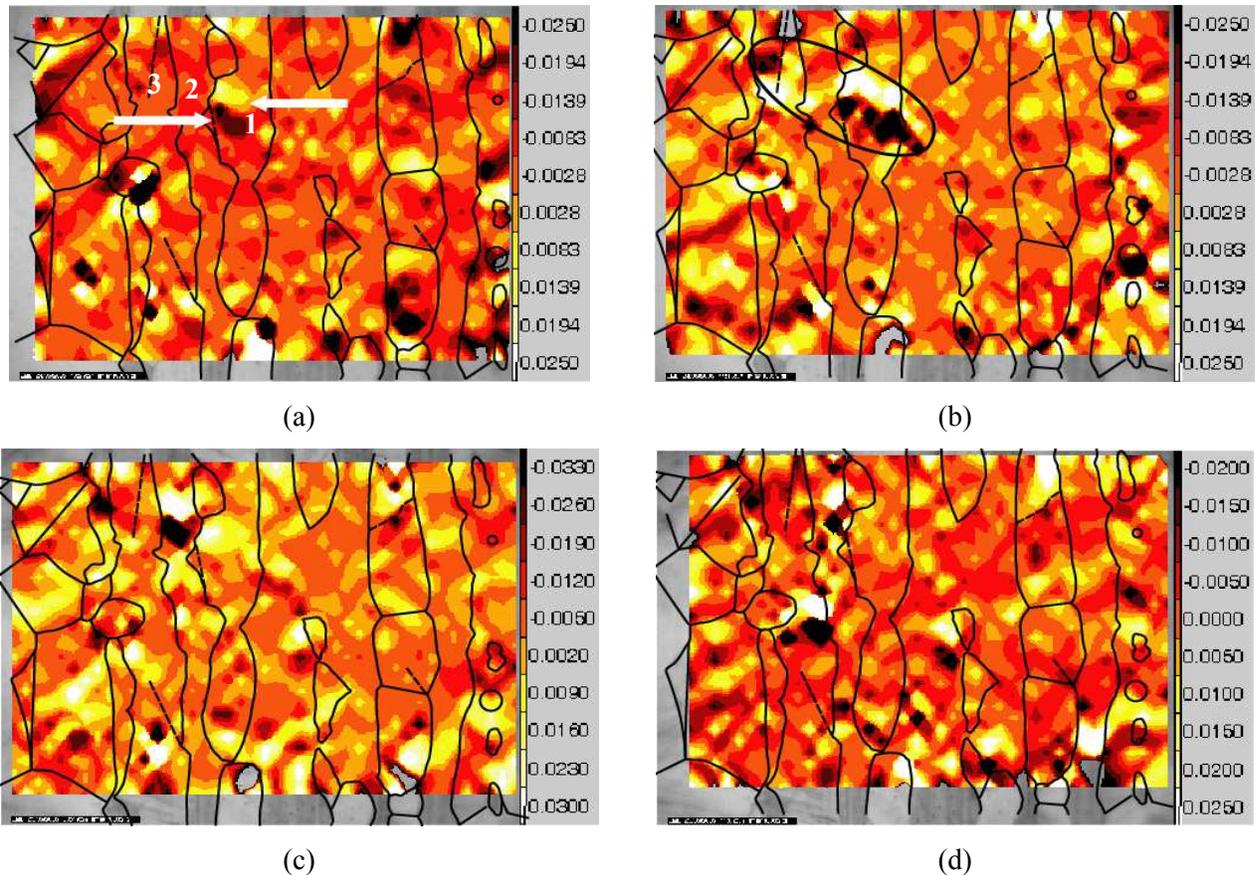


Figure IV-23. Champs des déformations longitudinales calculés sur la zone A Figure IV-22, cf. maillage Figure IV-11, entre les cycles $\frac{1}{4}$ et 10 (a); 10 et 50 (b); 651 et 1000 (c); 1000 et 1200 (d).

La Figure IV-23a montre un fort gradient de déformation mesuré dans le grain austénitique 1 entre les cycles ¼ et 10 (voir flèches). Ce gradient y est observé uniquement dans la moitié gauche du grain. Entre les cycles 10 et 50, ce gradient s'étend à tout le grain 1 et traverse même le joint de phase à droite (Figure IV-23b). Ce gradient sépare le grain austénitique 1 en deux parties. La partie supérieure subit une déformation de traction et la partie inférieure une déformation de compression, toutes deux égales à 2,5%. Entre les cycles 10 et 50, le grain austénitique 3 présente à son tour un fort gradient de déformation qui le coupe en deux parties ; la partie supérieure est déformée en compression et la partie inférieure en traction. Les parties en traction des grains austénitiques 1 et 3 se rejoignent dans le grain ferritique 2 pour ne former d'une seule bande de localisation de la déformation plastique [El Bartali 07a].

Ultérieurement, entre les cycles 651 et 1000 (Figure IV-23c), les gradients de déformation dans les grains austénitiques 1 et 3 se sont atténués et les déformations additionnelles dans ces grains sont relativement homogènes. La déformation additionnelle dans le grain 1 reste très élevée, elle atteint 1.6% alors que dans le grain 3, elle est faible, de l'ordre de -0.5%. En revanche le grain ferritique 2 présente un fort gradient, avec des déformations localisées très élevées, $\pm 3\%$. Entre les cycles 1000 et 1200, les déformations additionnelles dans les grains 1 et 3 sont faibles et dans le grain 2, le gradient de déformation est toujours présent mais son intensité a diminué. La présence d'une microfissure maintenant totalement ouverte à 1200 cycles entraîne probablement une relaxation des contraintes et des déformations en son voisinage.

La Figure IV-24 présente les champs de déplacements et de déformations longitudinaux calculés sur la zone Figure IV-20a (correspondant à la zone 4 de l'éprouvette 1 sur la Figure IV-1a) entre les cycles 1000 et 1200. Ces cartographies montrent un fort gradient à la fois en déplacement et en déformation entre les grains ferritiques 1 et 2 (au joint de grain ferrite/ferrite). C'est ce même joint qui va rompre ultérieurement. Ces calculs ont été effectués juste avant que la microfissure ne soit observée sur les photographies optiques (à 1200 cycles).

La Figure IV-25 présente les champs de déplacements et de déformations longitudinaux calculés sur la zone Figure IV-20b (zone B de l'éprouvette 2 sur la Figure IV-1b) entre les cycles 350 et 500. Comme pour le cas précédent (éprouvette 1, Figure IV-24), les forts gradients de déplacement et de déformation entre les deux grains ferritiques a et b sont annonciateurs de la microfissure observée entre ces deux grains au cycle 750 [El Bartali 07b].

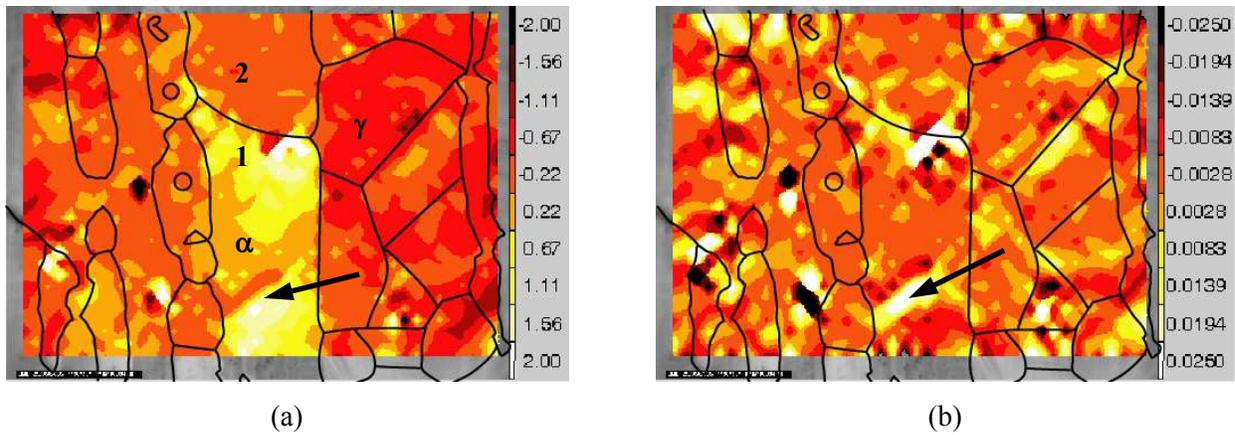


Figure IV-24. Champs de déplacements longitudinaux (a) et de déformations longitudinales (b) calculés sur la zone 4 (cf. Figure IV-1a) entre les cycles 1000 et 1200.

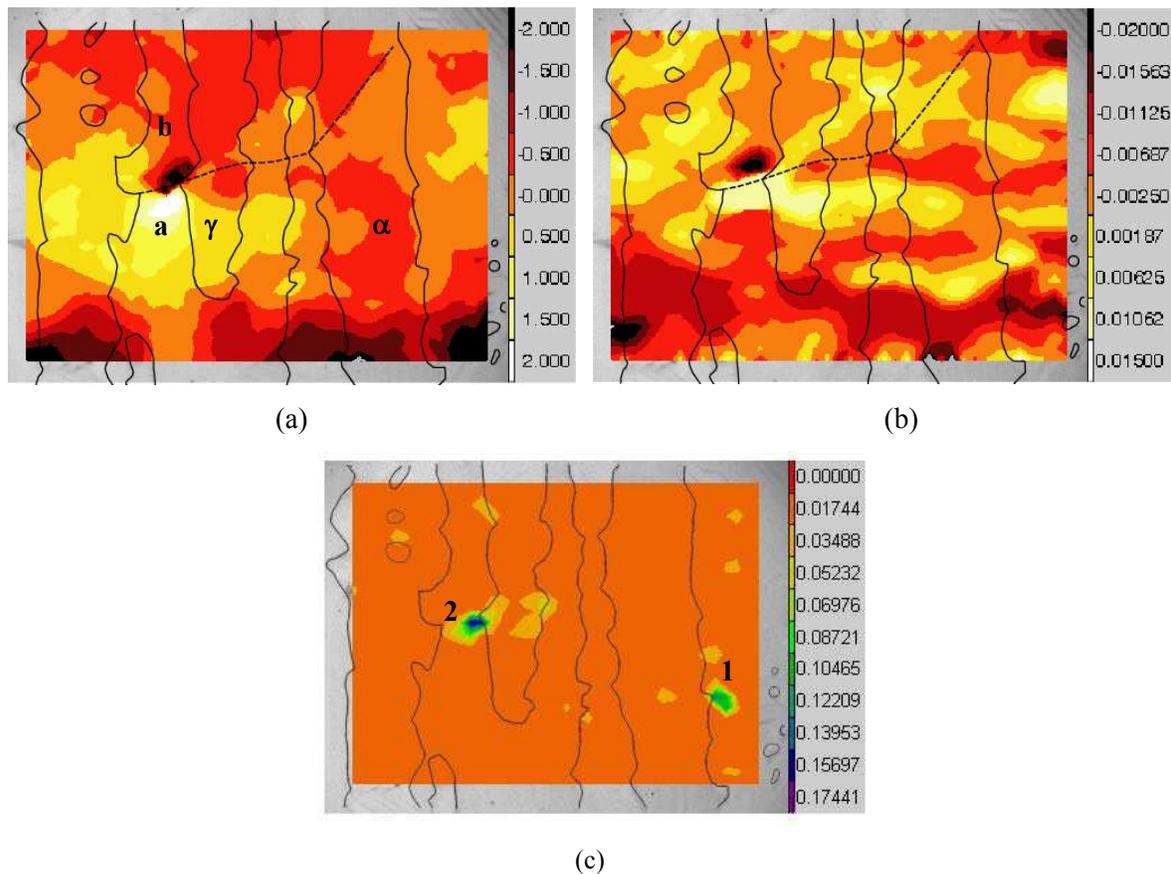


Figure IV-25. Champs de déplacements longitudinaux (a) et de déformations longitudinales (b) calculés sur la zone Figure IV-20b (cf. zone B, Figure IV-1b) entre les cycles 350 et 500 ; résidu local d'erreur calculé entre les cycles 100 et 200 (c).

Ces forts gradients de déplacements et de déformations sont systématiquement observés sur d'autres zones, là où une microfissure s'amorce ultérieurement. La présence de tels gradients suggère l'amorçage futur probable d'une microfissure ; notons que ce n'est néanmoins pas systématique. La Figure IV-24 montre aussi un gradient de déplacement et un gradient de déformation dans un grain ferritique (cf. flèche) et l'image optique prise à 1200 cycles (Figure IV-20a) montre la présence d'une marque de glissement intense à cet endroit. Les images de cette zone prises à partir du 1200^e cycle jusqu'à rupture et celles prises au MEB à rupture ne permettent pas d'affirmer avec certitude la présence d'une microfissure, mais le joint de grain est très marqué. On peut supposer que si l'essai n'avait pas été arrêté par la rupture survenue ailleurs, une microfissure aurait pu s'amorcer à cet endroit.

Outre les composantes des champs de déplacements et de déformations en surface, le logiciel CorreliQ4 fournit une cartographie du résidu local de corrélation. Ce résidu traduit les variations locales des niveaux de gris des images entre les deux instants de la mesure [Besnard 06]. La Figure IV-25c présente la cartographie du résidu local de corrélation calculé entre les cycles 100 et 200. Elle est donnée en niveaux de gris adimensionné. Cette cartographie montre deux fortes variations locales des niveaux de gris. La variation (1) est due à la présence d'une rayure sur le capteur de la caméra, entraînant ainsi une perturbation locale. La seconde variation (2) se situe au joint de grain ferrite/ferrite au voisinage de la zone d'amorçage. Une variation importante de ce résidu correspond à un changement conséquent de la texture de surface de l'image, dû à l'apparition de marques de glissement très intenses ou à l'apparition d'une microfissure. Cette cartographie de résidu s'est révélée être un outil complémentaire pertinent pour mettre en évidence des endommagements souvent non encore décelables sur les images numériques. La Figure IV-25c signale l'amorçage de la microfissure dès le 200^e cycle, alors que celle-ci n'est observée qu'au 750^e cycle. Le même phénomène a été constaté sur les résultats de calculs de corrélation dans plusieurs zones d'amorçage [El Bartali 06b].

Reprenons le graphique d'évolution des incréments de déformations longitudinales additionnelles par cycle calculés sur chacune des phases de cette zone B (cf. Figure IV-13a et Figure IV-26). On peut noter qu'entre les cycles 200 et 350 et entre les cycles 500 et 750, cet incrément dans la phase ferritique est plus important que dans l'austénite. Entre les cycles 350 et 500, les incréments par cycle dans les deux phases sont très proches. On peut remarquer par ailleurs qu'entre les cycles 200 et 350, ces incréments sont positifs. Le graphique des écarts types montre aussi qu'après 200 cycles, l'écart type sur les déformations longitudinales dans la phase ferritique augmente fortement et est nettement plus élevé que celui dans la phase austénitique (cf. Figure IV-13c). Enfin, l'intensité moyenne des déformations longitudinales additionnelles est nettement plus élevée dans la ferrite après 200 cycles (cf. Figure IV-14). Toutes ces

observations corroborent le plus fort endommagement de la phase ferritique par amorçage d'une microfissure.

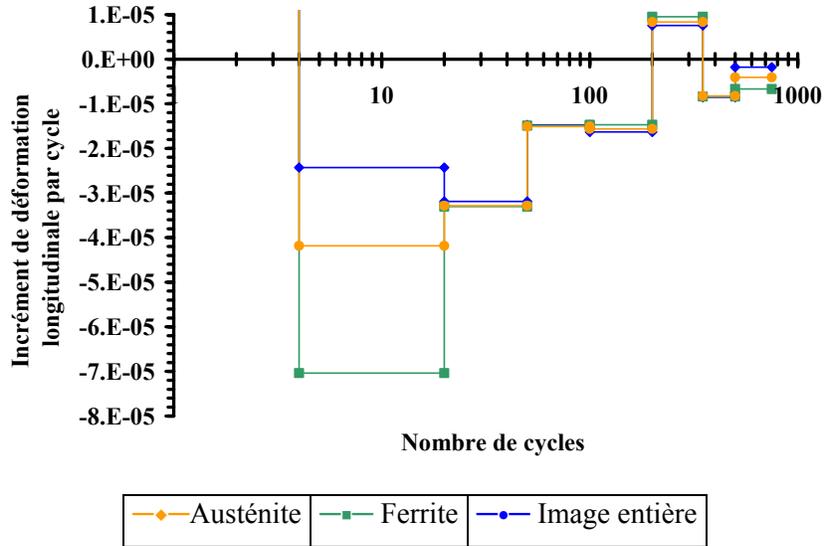


Figure IV-26. Evolution de l'incrément de déformation longitudinale par cycle (échelle des ordonnées délatée).

IV.3.3. Conclusions

Dans cette partie IV-3, nous avons étudié les mécanismes d'amorçage des microfissures dans l'acier inoxydable duplex.

- **Les premières microfissures se sont amorcées dans la phase ferritique, essentiellement aux joints de grains ferrite/ferrite.** Ces fissures sont observées dès le cycle 750 pour l'essai 1, au cycle 1200 pour l'essai 2. **Des fissures secondaires se sont amorcées dans la phase austénitique, le plus souvent dans les intrusions apparues en surface. D'autres, moins fréquemment, se sont amorcées aux joints grains austénite/austénite ou aux joints de phases austénite/ferrite.** Quel que soit le type d'amorçage, la micropropagation en surface se fait essentiellement en suivant les marques de glissement. Certaines microfissures se sont propagées longuement (entre 5 et 10 grains), d'autres au contraire sont restées bloquées sur les joints de grains ou de phases.
- **Les analyses des champs de déplacements et de déformations calculés par CIN au cours du cyclage ont mis en évidence les sites potentiels d'amorçage de ces microfissures souvent bien avant leur détection sur les images optiques, par la présence de forts gradients locaux de déplacements et de déformations en leur voisinage.** Les analyses quantitatives des champs de

déformations et de leur dispersion dans chacune des phases ont montré que durant les cycles précédant les amorçages dans la ferrite, les intensités des déformations dans la ferrite augmentent fortement et sont supérieures à celles dans l'austénite.

- **Certains joints de phases présentent une relative homogénéité des déformations de part et d'autre du joint, correspondant à une continuité de glissement d'une phase à l'autre. Ceci témoigne de l'existence de relations d'orientation de type KS ou NW entre les deux phases, favorisant la transmission du glissement des dislocations d'une phase à une autre, sans concentration de contraintes. En conséquence un relief peu marqué est observé et aucun amorçage n'est constaté au voisinage d'un tel joint. Au contraire, de fortes localisations des déformations, dues à des incompatibilités des systèmes de glissement donc des déformations entre phases, existent aux autres joints de phases (cf. partie IV-2). L'empilement des dislocations aux joints de phases non traversés par le glissement entraîne des concentrations de contraintes se manifestant par un fort relief de surface en intrusions/extrusions dans lesquelles les microfissures sont susceptibles de s'amorcer.**

-Conclusion générale et perspectives-

CONCLUSION GENERALE

L'objectif de ce travail était l'étude des micromécanismes d'endommagement et d'amorçage en fatigue plastique oligocyclique dans un acier inoxydable duplex (bi-phasé austénite, CFC / ferrite, CC) par une technique de corrélation d'images numériques.

Dans une première partie, un dispositif de microscopie in situ a été développé et utilisé pour observer l'endommagement de surface d'une éprouvette légèrement entaillée, en cours d'essai de fatigue, à l'échelle de la microstructure. Les observations ont permis d'identifier le développement, la localisation de la plasticité cyclique, et l'amorçage des microfissures. Des analyses EBSD effectuées préalablement sur la zone observée de l'éprouvette ont permis d'identifier les systèmes de glissement activés dans chacune des phases.

La déformation plastique cyclique est d'abord accommodée par la phase austénitique. Les premières marques de glissement sont observées dès les premiers cycles dans quelques grains austénitiques. Un seul système de glissement est alors activé, celui dont le facteur de Schmid est le plus élevé ($\mu \geq 0,45$ le plus souvent). Après environ 100 cycles, des marques de glissement sont observées dans la plupart des grains austénitiques. Deux (parfois trois) systèmes sont activés. Le facteur de Schmid du système le premier activé est toujours supérieur à 0,38, ceux des systèmes secondaires sont supérieurs à 0,26. Les marques de glissement dans l'austénite sont fines, parallèles, rectilignes et régulièrement distribuées. Ces caractéristiques sont dues au glissement planaire des dislocations, favorisé par la présence d'azote interstitiel dans l'austénite.

La phase ferritique accommode plus tardivement la déformation plastique cyclique. Les premières marques de glissement apparaissent localement dans certains grains après une cinquantaine de cycles. La déformation est fortement hétérogène d'un grain à un autre et au sein d'un même grain. Certains grains ferritiques présentent plusieurs systèmes de glissement activés (jusqu'à 6) et d'autres restent peu déformés. Le système de facteur de Schmid maximum n'est pas toujours le système activé, tandis que des systèmes de facteur de Schmid faible ($< 0,2$) peuvent être activés. Le nombre élevé de systèmes de glissement activés dans la ferrite est dû au glissement dévié facile des dislocations dans la structure CC. Cela se traduit par des traces de glissement en surface plus épaisses et ondulées, comparé à celles dans l'austénite.

Des mesures au profilomètre interférométrique ont révélé un relief de surface beaucoup plus prononcé dans la ferrite que dans l'austénite. Le glissement plan dans la phase austénitique contribue en effet à une meilleure réversibilité du glissement, qui se traduit par un relief de surface plus régulier et moins marqué.

Au contraire le glissement dévié facile dans la ferrite, conduit à une irréversibilité du glissement, qui se traduit par l'émergence d'extrusions/intrusions moins nombreuses mais beaucoup plus marquées.

Dans une seconde partie, les images acquises ont été utilisées pour calculer les champs de déplacements et de déformations par corrélation d'images numériques à l'échelle de la microstructure. Nous avons analysé les champs de déformations longitudinales et transversales après $\frac{1}{4}$ de cycle (traction monotone), puis les champs de déformations additionnelles par cycle et cumulées au cours du cyclage. Les déformations additionnelles cumulées augmentent logiquement au cours du cyclage (endommagement cyclique). Les incréments de déformations par cycle et les écarts types moyens par cycle sont très élevés durant les premiers cycles puis diminuent fortement et enfin se stabilisent. Ceci témoigne de la forte activité plastique durant les premiers cycles (phase de durcissement/adoucissement cyclique) au cours desquels les microstructures de dislocations se développent progressivement dans les grains.

Les champs de déformations calculés durant les premiers cycles montrent la présence de fortes hétérogénéités dans les grains austénitiques. Les déformations additionnelles sont alors très élevées, elles peuvent atteindre $\pm 3\%$, pour une déformation moyenne de l'ordre de $0,1\%$. Ces hétérogénéités correspondent aux grains où les premières marques de glissement sont observées. En revanche, dans la phase ferritique, les déformations sont relativement homogènes. Ultérieurement dans le cyclage, des hétérogénéités sont observées dans les deux phases. Celles observées dans la ferrite correspondent à des marques de glissement déjà apparues ou bien aux zones où elles apparaîtront plus tard.

Les champs de déformations montrent par ailleurs des localisations des déformations aux joints de grains et/ou de phases. Ils sont les lieux de fortes concentrations de contraintes dues aux incompatibilités des déformations entre phases. Au contraire, une relative homogénéité des déformations est observée à d'autres joints de phases. Les photographies optiques y montrent une continuité des lignes de glissement d'une phase à l'autre, due à l'existence de relations d'orientations cristallographiques type KS ou NW entre phases.

Nous nous sommes également intéressés à l'amorçage des microfissures en FPO. L'amorçage des microfissures a lieu principalement dans la phase ferritique, essentiellement aux joints de grains ferrite/ferrite. D'autres fissures, moins nombreuses, se sont amorcées dans la phase austénitique, principalement dans les intrusions, et d'autres encore aux joints de phases. Les microfissures se propagent en surface essentiellement en suivant les marques de glissement, longuement pour certaines, tandis que d'autres sont restées bloquées sur un joint de grain ou de phases.

Les champs de déformations ont également été analysés relativement aux zones d'amorçage observées optiquement. Les champs de déplacements et de déformations calculés par corrélation d'images

numériques au cours du cyclage ont mis en évidence les sites potentiels d'amorçage des microfissures souvent bien avant leur détection sur les images optiques, par la présence de forts gradients locaux de déplacements et de déformations en leur voisinage.

Enfin la technique de corrélation d'images numériques utilisée ici à l'échelle de la microstructure d'un acier duplex (taille des grains de l'ordre de 10 μm), même si elle est utilisée à la limite de ses capacités résolutive, se révèle un outil complémentaire très intéressant pour l'étude des micromécanismes de plasticité cyclique dans un matériau polycristallin. Elle permet d'analyser les champs de déformations associés aux différentes phases de l'endommagement par fatigue plastique oligocyclique, depuis l'apparition des marques de glissement jusqu'à l'amorçage des microfissures.

PERSPECTIVES

Suite à ce travail, on peut envisager plusieurs perspectives

1. Il convient d'approfondir d'une part l'analyse des mesures de champs cinématiques, en exploitant davantage les autres composantes des champs de déformations (ε_{22} et ε_{12}), d'autre part les analyses EBSD pour relier les caractéristiques cristallographiques locales (orientations des grains, désorientations entre grains, orientations des plans de glissement...) aux champs de déformation mesurés et aux mécanismes d'endommagement observés. Cela nécessite une analyse statistique sur l'ensemble des grains austénitiques et ferritiques de la zone étudiée, qui permettra de mettre en évidence les paramètres qui jouent un rôle dans le processus d'endommagement.

2. L'objectif final sera d'établir un critère d'amorçage de microfissure représentatif des mécanismes physiques observés, prenant en compte l'agencement des grains et phases (texture morphologique) et les paramètres cristallographiques (texture cristallographique). Les calculs d'agrégat en cours de développement au laboratoire [thèse P. Evrard] offrent l'opportunité de multiplier les "essais numériques" sur des microstructures fictive ou réelle. Les calculs sur agrégats réels doivent permettre de valider le critère proposé et les hypothèses sur lesquelles il repose.

3. Les observations de surface et les mesures de champs cinématiques ont été menées ici sur éprouvettes sous un niveau de chargement uniaxial. Il conviendrait de mener le même type d'étude à d'autres amplitudes de déformation uniaxiale, mais aussi sous d'autres types de chargement (multi-axiaux, proportionnels et non proportionnels). En effet, des analyses de microstructures de dislocations sous

chargement biaxial non-proportionnel dans un acier duplex ont montré que ces microstructures ne peuvent être extrapolées à partir d'observations faites sous chargement uniaxial [Petre nec 05]. Par ailleurs, excepté ces analyses MET, très peu d'études de la littérature se sont intéressées aux micromécanismes d'endommagement et d'amorçage en fatigue plastique des aciers duplex sous chargement multiaxial. La technique de corrélation d'images numériques devrait y aider. En traction-compression / torsion par exemple, il conviendrait alors probablement d'utiliser des mesures 3D (stéréovision).

- Références -

REFERENCES**[Adda 79]**

Adda, Y.; Dupouy, J.M.; Philibert, J. & Quere, Y. *Eléments de Métallurgie Physique* vol. 5. Déformation Plastique. **1979**. CEA ed.

[Alvarez 06]

Alvarez-Armas, I.; Marinelli, M.C.; Herenu, S.; Degallaix, S. & Armas, A.F. On the cyclic softening behavior of SAF 2507 duplex stainless steel. *Acta Materialia*, **2006**, 54, 5041-5049.

[Alvarez 07a]

Alvarez-Armas, I.; Marinelli, M.C.; Malarría, J.A.; Degallaix, S. & Armas, A.F. Microstructure associated with crack initiation during low-cycle fatigue in a low nitrogen duplex stainless steel. *International Journal of Fatigue*, **2007**, 29, 4, 758-764.

[Alvarez 07b]

Alvarez-Armas, I. & Degallaix, S. Low cycle fatigue behavior and microcracks nucleation on duplex stainless steels. *Submitted to Progress in Understanding the Fatigue Behavior of Metallic Materials” Key Engineering Materials (published by Trans Techpublications)*, **2007**.

[Aubin 01]

Aubin, V. Plasticité cyclique d'un acier inoxydable austéno-ferritique sous chargement biaxial non proportionnel. Thèse de doctorat, *Université des Sciences et technologies de Lille*, **2001**.

[Aubin 03]

Aubin, V.; Quaegebeur, P. & Degallaix, S. Cyclic plasticity of a duplex stainless steel under non-proportional loading. *Materials Science and Engineering A*, **2003**, 346, 208-215.

[Basinski 83]

Basinski, Z.S; Pascual, R. & Basinski, S.J. Low amplitude fatigue of copper single crystals—I. The role of the surface in fatigue failure. *Acta Metallurgica*, **1983**, 31, 591-602.

[Basinski 85a]

Basinski, Z.S. & Basinski, S.J. Low amplitude fatigue of copper single crystals—II. Surface observations. *Acta Metallurgica*, **1985**, 33, 1307-1317.

[Basinski 85b]

Basinski, Z.S. & Basinski, S.J. Low amplitude fatigue of copper single crystals—III. PSB sections. *Acta Metallurgica*, **1985**, 33, 1319-1327.

[Béranger 90]

Béranger, G. & Charbonnier, J.C. La corrosion intergranulaire des aciers inoxydables, Les aciers inoxydables, **1990**, 411- 433. Les éditions de physique.

[Bergonnier 05]

Bergonnier, S.; Hild, F.; Rieunier, J. & Roux, S. Strain heterogeneities and local anisotropy in crimped glass wool. *Journal of Materials Science*, **2005**, *40*, 5949–5954.

[Bernard 04]

Bernard, F. ; Daudeville, L & Gy, R. La photoélasticité : un moyen de contrôle des structures en verre. **2004**. *Colloque photomécanique 2004: étude du comportement des matériaux et des structures*, CD ROM, Albi, France.

[Besnard 06]

Besnard, G.; Hild, F. & Roux, S. “Finite-Element” Displacement fields analysis from digital images: Application to Portevin–Le Châtelier bands. *Experimental Mechanics*, **2006**, *46*, 789–803.

[Bornert 06]

Bornert, M. Resolution and spatial resolution of digital image correlation techniques. **2006**. In: *Proceedings of Photomechanics 2006, International Conference on full-field measurement technique and their application in experimental solid mechanics*, CD ROM, Grédiac, M. & Huntley, J. ed. Clermont-Ferrand, France.

[Bridier 06]

Bridier, F. Analyse expérimentale des modes de déformation et d'endommagement par fatigue à 20°C d'alliages de titane. Aspects cristallographiques à différentes échelles. Thèse de doctorat, *Université de Poitiers, ENSMA*, **2006**.

[Bugat 00]

Bugat, B. Comportement et endommagement des aciers austéno-ferritiques vieillis : une approche micromécanique. Thèse de doctorat, *Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris*, **2000**.

[Bunge 82]

Bunge, H.J. Texture analysis in materials science. **1982**. London: Butterworths.(Reprint: Cuvillier Verlag Göttingen 1993).

[Calonne 01]

Calonne, V. Propagation de fissure par fatigue dans les aciers austéno-ferritiques moulés: influence de la microstructure, du vieillissement et de la température d'essai. Thèse de doctorat, *Ecole des Mines de Paris*, **2001**.

[Castro 90]

Castro, R. Historique des aciers inoxydables, les aciers inoxydables. **1990**. Les éditions de physique.

[Charles 91]

Charles, J. *Duplex Stainless Steels 9*, **1**, **1991**, 3-48. Charles, J. & Bernhardsson, S. Ed.

[Charles 05]

Charles, J. The new 200-series an alternative answer to Ni. Surcharge? Risks or opportunities? In: *Proceedings of Stainless Steel World 2005*, **2005**, 24-32, Maastricht, Pays Bas.

[Charles 07]

Charles, J. Past, present and future of the duplex stainless steels. In: *Proceedings of the 7th of Duplex International Conference & Exposition*, **2007**, AIM 2007, CR ROM, Grado, Italy.

[Chen 93]

Chen, D.J.; Chiang, F.P.; Tan, Y.S. & Don, H.S. Digital speckle-displacement measurement using a complex spectrum method. *Applied Optics*, **1993**, *32*, 1839-1849.

[Chen 05]

Chen, J.; Xia, G.; Zhou, K.; Xia, G. & Qin, Y. Two-step digital image correlation for micro-region measurement. *Optics and Lasers in Engineering*, **2005**, *43*, 836–846.

[Chiu 06]

Chiu, P.; Wang, S.; Yang, J.; Weng, K. & J., F. The effect of strain ratio on morphology of dislocation in low cycle fatigued SAF 2205 DSS. *Materials Chemistry and Physics*, **2006**, *98*, 103–110.

[Chu 95]

Chu, T.C.; Ranson, W.F.; Sutton, M.A. & Peters, W.H. Applications of digital image correlation techniques to experimental mechanics. *Experimental Mechanics*, **1985**, *25*, 232-244.

[Coudert 04]

Coudert, S. ; Triconnet, K ; Zebiri, A. & Surrel, Y. Etalonnage transverse d'un objectif de camera par la méthode de grille. *Colloque photomécanique 2004: étude du comportement des matériaux et des structures*, **2004**, CD ROM, Albi, France.

[Dakhlaoui 06]

Dakhlaoui, R. Analyses du comportement mécaniques des constituants d'un alliage polycristallin multiphasé par diffraction des rayons X et neutronique. Thèse de doctorat, *ENSAM Paris*, **2006**.

[Degallaix 84]

Degallaix, S., Taillard, R. & Foct, J. Role of nitrogen interstitials in plastic fatigue of austenitic stainless steels. In: *Proceedings of Fatigue 84*, **1984**, 49-59, Beevers, C.J. ed.

[Degallaix 95]

Degallaix, S.; Seddouk, A.; Degallaix, G.; Kruml, T. & Polák, J. Fatigue damage in austenitic-ferritic duplex stainless steels. *Fatigue Fracture Engineering Materials and Structures*, **1995**, *18*, 65-77.

[Desestret 90]

Desestret, A. & Charles, J. Les aciers inoxydables austéno-ferritiques, *Les aciers inoxydables*, **1990**, 31- 677. Les éditions de physique.

[Doumalin 00]

Doumalin, P. Microextensométrie locale par corrélation d'images numériques. Thèse de doctorat, *Ecole polytechnique*, **2000**.

[Düber 06]

Düber, O.; Künkler, B.; Krupp, U.; Christ, H.J. & Fritzen, C.P. Experimental characterization and two-dimensional simulation of short-crack propagation in an austenitic –ferritic duplex steel, *International journal of Fatigue*, **2006**, 28, 983-992.

[Eberhart 97]

Eberhart, J. Analyse structurale et chimique des matériaux. **1997**. Dunod *ed.*

[EBSD]

<http://www.oxford-instruments.com/wps/wcm/resources/file/ebcdd14ee13ed6f/EBSDExplained.pdf>

[El Bartali 06a]

El Bartali, A.; Aubin, V. & Degallaix; Fatigue damage micromechanism in an austenitic-ferritic stainless steel. In: *Proceedings of the 9th of European Mechanics of Material Conference, Local approach to fracture*, **2006**, 347-352, Besson, J.; Moinereau, D. & Steglich, D. *ed.* Moret-sur-loing, France

[El Bartali 06b]

El Bartali, A.; Aubin, V. & Degallaix, S. Fatigue damage micromechanism in an austenitic-ferritic stainless steel. In: *Proceeding of the 16th of European conference of Fracture*, **2006**, CD-ROM, Alexandroupolis, Greece.

[El Bartali 06c]

El Bartali, A.; Aubin, V. & Degallaix, S. In situ surface strain measurements during low-cycle fatigue tests. In: *Proceedings of Photomechanics 2006, International Conference on full-field measurement technique and their application in experimental solid mechanics*, **2006**, CD ROM, Grédiac, M. & Huntley, J. *ed.* Clermont-Ferrand, France.

[El Bartali 07a]

El Bartali, A.; Aubin, V. & Degallaix, S.. Fatigue damage analysis in a duplex stainless steel by digital image correlation, accepté dans *Fatigue Fracture Engineering Materials and Structures*, **2007**.

[El Bartali 07b]

El Bartali, A.; Aubin, V. & Degallaix, S. Micromécanismes d'endommagement en fatigue oligocyclique d'un acier inoxydable duplex, *18^e Congrès français de Mécanique CFM'07*, **2007**, CD ROM, Grenoble, France.

[Essmann 81]

Essmann, U.; Gösele, U. & Mughrabi, H. Model of extrusions and intrusions in fatigued metals – I. Point defect production and growth of extrusions. *Philosophical Magazine A.*, **1981**, 44, 405–426.

[Evrard 08]

Evrard, P. Modélisation polycristalline du comportement plastique cyclique d'un acier inoxydable duplex et validation expérimentale. Thèse de doctorat à soutenir, *Ecole Centrale de Lille*, **2008**.

[Expertreviews]

<http://www.expertreviews.org/00001587h.htm>

[Forquin 04]

Forquin, P.; Rota, L.; Charles, Y. & Hild, F. A method to determine the macroscopic toughness scatter of brittle materials. *International Journal of Fracture*, **2004**, *125*, 171-187.

[France-optique]

www.france-optique.org/revue/articles%202002/Ph%207-%20microscopie.pdf

[François 92]

François, D., Pineau, A. & Zaoui, A. Comportement mécanique des matériaux. Tome 1 : élasticité et plasticité. **1992**, les éditions Hermès.

[Friedel 64]

Friedel, J. Dislocations. **1946**. Pergamon Press.

[Gaudin 02]

Gaudin, C. Etude des mécanismes associés au rochet cyclique d'un acier austénitique AISI : 316L. Thèse de doctorant, *UTC Compiègne*, **2002**.

[GDR 2519]

Mesures de Champs et Identification en Mécanique des Solides (CNRS).

<http://www.ifma.fr/lami/gdr2519/>

[Geymonat 02]

Geymonat, G.; Hild, F. & Pagano, S. Identification of elastic parameters by displacement field measurement. *Comptes Rendus de Mécanique*, **2002**, *330*, 403-408.

[Gironès 04]

Gironès, A.; Villechaise, P.; Anglada, M. & Mendez, J. EBSD studies on the influence of texture on the surface damage mechanisms developed in cyclically loaded aged duplex stainless steels. *Materials Science and Engineering A*, **2004**, *387–389*, 516–521.

[Gunn 97]

Gunn, R. Duplex stainless steels: microstructure, properties and applications. **1997**. Abington publishing, Cambridge England,. Gunn, R. ed.

[Gympel 90]

Gympel, P. & Norbert, A. Constitution et propriétés. Les aciers inoxydables : Propriétés, mise en oeuvre, emploi, normes, **1990**, Technique et Documentation-Lavoisier.

[Hild 02a]

Hild, F. CORRELI^{LMT} : A software for displacement field measurements by digital image correlation. **2002**, rapport interne.

[Hild 02b]

Hild, F.; Raka, B.; Baudequin, M.; Roux, S. & Cantelaube, F. Multi-Scale Displacement Field Measurements of Compressed Mineral Wool Samples by Digital Image Correlation. *Applied Optics*, **2002**, *41*, 6815-6828.

[Hild 03]

Hild, F. Mesure de champs de déplacement par corrélation d'images et applications en mécanique des solides. **2003**. *Cours IPSI: identification du comportement mécanique des matériaux et de la rupture des structures à l'aide de méthodes optiques*.

[Hild 06a]

Hild, F. & Roux, S. Digital Image Correlation: from displacement measurement to identification of elastic properties. *Strain*, **2006**, 42, 69-80.

[Hild 06b]

Hild, F. & Roux, S. Measuring stress intensity factors with a camera: Integrated digital images correlation (I-DIC). *Comptes Rendus de Mécanique*, **2006**, 334, 8-12.

[Hild 06c]

Hild, F.; Périé, J.; Lamon, J. & Puyo-Pain, M. On the Use of Digital Image Correlation to Analyze the Mechanical Properties of Brittle Matrix Composites. **2006**, In: *Proceedings of 107th Annual Meeting, Exposition, and Technology Fair of the American Ceramic Society*, 174, 63-76.

[Ho 88]

Ho, N.J.; Wu, L. & Tjong, S.C. Cyclic deformation of duplex Fe-30Mn-10Al-0.4C alloy room temperature. *Material Science and Engineering A*, **1988**, 102, 49-54.

[Hull 89]

Hull, D. & Bacon, D.J. Introduction to dislocations. *International Series on Materials Science and Technology*, **1989**. Pergamon Press, 3ème édition.

[Jenčuš 06]

Jenčuš, P.; Polák, J.; Lukás, P. & Muránsky, O. In situ neutron diffraction study of the low cycle fatigue of the α - γ duplex stainless steel, *Physica B*, **2006**, 385–386, 597–599.

[Johansson-J 99]

Johansson, J.; Odén, M. & Zeng, X.H. Evolution of the residual stress state in a duplex stainless steel during loading. *Acta Metallurgica*, **1999**, 47, 2669-2684.

[Johansson-K 00]

Johansson, K. 25 years with duplex. From Tommeliten to Gjoa. **2000**, p. 13 Roberti, R.T. *ed.*

[Jonas 05]

Jonas, J. J.; He, Y.; & Godet, S. The role of partial dislocation in facilitating transformations of the Nishiyama-Wassermann type. *Scripta Materialia*, **2005**, 52, 175-179.

[Kempf 06]

Kempf, D.; Vignal, V.; Cailletaud, G & Oltra, R., S. Strain field analysis on multiphase materials at the nano- and micro-scale using grid methods. In: *Proceedings of Photomechanics 2006, International Conference on full-field measurement technique and their application in experimental solid mechanics*, **2006**, CD ROM, Grédiac, M. & Huntley, J. *ed.* Clermont-Ferrand, France.

[Klensil 93]

Klensil, M.; Lukas, P. & Polak, J. Cyclic deformation and fatigue of metals : General features of the fatigue process, *Elsevier*, **1993**, Bílý, J. ed.

[Kruml 97]

Kruml, T. ; Polák, J. Obrtlík, K. & Degallaix, S. Dislocation structures in the bands of localised cyclic plastic strain in austenitic 316L and austenitic-ferritic duplex stainless steels. *Acta Metallurgica*, **1997**, *45*, 5145-5151.

[Krupp 07]

Krupp, U.; Christ, H.; Künkler, B.; Köster, P. & Fritzen, C. Propagation mechanisms of microstructurally short cracks-Factors governing the transition from short- to long-crack behavior. *Materials Science and Engineering A*, **2007**, *464*, 174-177.

[Kurdjumov 30]

Kurdjumov, G. & Sachs, G. *Zeitschrift für Physik*, **1930**, *64*, p. 325-343.

[Lagattu 04]

Lagattu, F.; Brillaud, J. & Lafarie-Frenot, M. High strain gradient measurements by using digital image correlation technique. *Materials Characterization*, **2004**, *53*, 17– 28.

[Leffler 05]

Leffler, B. Stainless- stainless steels and their properties. **2005**

<http://www.outokumpu.com/files/Group/HR/Documents/STAINLESS20.pdf>

[Le Roux 99]

Le Roux, J. Etude du comportement et de l'endommagement en fatigue d'un acier inoxydable austéno-ferritique moulé vieilli. Thèse de doctorat, *CEA*, **1999**.

[Llanes 96]

Llanes, L.; Mateo, A.; Itugoyen, L. & Anglada, M. Aging effects on the cyclic deformation mechanisms of a duplex stainless steel. *Acta materialia*, **1996**, *10*, 3967-3978

[Llanes 99]

Llanes, L.; Mateo, A.; Villechaise, P.; Mendez, J. & Anglada, M. Effect of testing atmosphere (air/in vacuo) on low cycle fatigue characteristics of a duplex stainless steel. *International Journal of Fatigue*, **1999**, *21*, 119–125.

[Long 73]

Long, C.J. & DeLong, W. The ferrite of stainless steel *Welding Journal*, **1973**, *52*, 281-297.

[Magnin 84a]

Magnin, T. ; Driver, J. ; Lepinoux, J. & Kubin, L.P. Aspects microstructuraux de la déformation cyclique dans les métaux et alliages CC et CFC : I - Consolidation cyclique, *Revue de physique appliquée*, **1984**, *19*, 467-482.

[Magnin 84b]

Magnin, T. ; Driver, J. ; Lepinoux, J. & Kubin, L.P. Aspects microstructuraux de la déformation cyclique dans les métaux et alliages CC et CFC : II - Saturation cyclique et localisation, *Revue de physique appliquée*, **1984**, 19, 483-502.

[Magnin 88a]

Magnin, T.; Lardon, J. & Coudreuse, L. A new approach to low cycle fatigue behavior of a duplex stainless steel based on the deformation mechanisms of the individual phases. *Low-Cycle Fatigue, American Society for Testing and Materials ASTM STP*, **1988**, 942, 812-823. Solomon, H.D.; Halford, G. R.; Kaisand, L. R. & Leis, B. N. *Ed.*

[Magnin 88b]

Magnin, T. & Lardon, J.M. Cyclic deformation mechanisms of two-phase stainless steel in various environment conditions. *Materials Science and Engineering A*, **1988**, 104, 21-28.

[Man 03]

Man, J; M.; Obrtlík, K. & Polák, J. Study of surface relief evolution in fatigued 316L stainless steel by AFM. *Materials Science and Engineering A*, **2003**, 315, 123–132.

[Man 04]

Man, J.; Petreñec, M.; Obrtlík, K. & Polák, J. AFM and TEM study of cyclic slip localization in fatigued ferritic X10CrAl24 stainless steel. *Acta Materialia*, **2004**, 52, 5551–5561.

[Marinelli 06]

Marinelli, M.C.; Degallaix, S. & Alvarez-Armas, I. Dislocation structure developed in the austenitic-phase of SAF 2507 duplex stainless steel. *Materials Science and Engineering A*, **2006**, 435-436, 305-308.

[Marinelli 07]

Marinelli, M.C.; Degallaix, S. & Alvarez-Armas, I. Short crack initiation during low-cycle fatigue in SAF 2507 Duplex Stainless Steel. *Key Engineering Materials*, **2007**, 345-346, 343-346.

[Martin 00]

Martin, J. Dislocations et plasticité des cristaux. **2000**. Les éditions de physique.

[Mathias 04]

Mathias, J.D.; Balandraud, X. & Grédiac, M. Analyse de l'état cinématique en surface d'un patch composite par la méthode de la grille. *Colloque photomécanique 2004: étude du comportement des matériaux et des structures*, **2004**, CD ROM, Albi, France.

[Mateo 96]

Mateo, A.; Llanes, L.; Iturgoyen, L. & Aglada, M. Cyclic stress-strain response and dislocation substructure evolution of a ferrite-austenite stainless steel. *Acta Metallurgica*, **1996**, 44, 1143-1153.

[Mateo 01]

Mateo, A.; Gironès, A.; Keichel, J.; Llanes, L.; Akdut, N. & Anglada, M. Cyclic deformation behaviour of superduplex stainless steels. *Materials Science and Engineering A*, **2001**, 314, 176–185.

[Miller 93]

Miller, K.J. The two thresholds of fatigue behaviour. *Fatigue Fracture Engineering Materials and Structures*, **1993**, 16, 931-939.

[Mineur 00]

Mineur, M. Conditions locales d'amorçage des fissures de fatigue dans un acier inoxydable de type 316L : aspects cristallographiques (EBSD). Thèse de doctorat, *Université de Poitiers, ENSMA*, **2000**.

[Moussavi 97]

Moussavi Torshizi S.E. Ecrouissage cyclique d'aciers inoxydables austénitiques, ferritiques et austéno-ferritiques : influence de l'histoire de chargement. Thèse de doctorat, *Université de Lille1*, **1997**.

[Moverare 02]

Moverare, J. & Odén, M. Deformation behaviour of a prestrained duplex stainless steel. *Materials Science and Engineering A*, **2002**, 337, 25-38.

[Murakami 05]

Murakami, Y. & Miller, K.J. What is fatigue damage? A view point from the observation of low cycle fatigue process. *International Journal of Fatigue*, **2005**, 27, 991-1005.

[Navitar]

http://machinevision.navitar.com/pdfs/12x_brochure.pdf

[Nirosta 02]

Nirosta, K.T. Practical guidelines for the fabrication of duplex stainless steels. **2002**.

http://www.nidi.org/index.cfm/ci_id/10683.htm

[Nishiyama 34]

Nishiyama, Z. X-Ray investigation of the mechanism of the transformation from face-centred cubic lattice to body-centred cubic. *Sci. Rep. Tohoku Imp. Univ.*, **1934**, 23, 637-664.

[Nyström 96]

Nyström, N. & Karlsson, K. Fatigue of duplex stainless steel influence of discontinuous, spinodally decomposed ferrite. *Materials Science and Engineering A*, **1996**, 215, 26-38.

[Pan Bing 06]

Pan Bing, X.H. & Fu-long, D. Performance of sub-pixel registration algorithms in digital image correlation. *Measurement Science and Technology*, **2006**, 17, 1615–1621.

[Périé 02]

Périé, J.; Calloch, S.; Cluzel, C. & Hild, F. Analysis of a Multiaxial Test on a C/C Composite by Using Digital Image Correlation and a Damage Model. *Experimental Mechanics*, **2002**, 42, 318-328.

[Petre nec 05]

Petre nec, M.; Aubin, V.; Polák, J. & Degallaix, S. Dislocation structures of duplex stainless steel in uniaxial and biaxial cyclic loading. *Materials Science Forum*, **2005**, 482, 179-182.

[Petre nec 06]

Petre nec, M.; Polak, J.; Obrtlik, K. & Man, J. Dislocation structures in cyclically strained X10CrAl24 ferritic steel. *Acta Materialia*, **2006**, 54, 3429–3443.

[Photomécanique 04]

Photomécanique. Atelier thématique photomécanique 2007. Mesures optiques de champs en mécanique expérimentale des matériaux et des structures, **2004**, St-Etienne, France.

[Photomechanics 06]

Photomechanics. International conference on full-field measurement technique and their application in experimental solid mechanics, **2006**, Grédiac, M. & Huntly, J. Ed. Clermont-Ferrand, France.

[Polák 87]

Polák, J. On the role of point defects in fatigue crack initiation. *Materials Science. Engineering*, **1987**, 92, 71–80.

[Polák 91]

Polák, J. Cyclic plasticity and low cycle fatigue life of materials. *Elsevier*, **1991**.

[Polák 99]

Polák, J.; Kruml, T.; Degallaix, S. & Nilsson, J.O. Fatigue damage in austenitic-ferritic duplex stainless steel. In: *Proceedings of Eighth International Conference on Mechanical Behaviour (ICM8)*, Progress in Mechanical Behaviour of Materials **1**, **1999**, 47-52, Ellyin, F. & Provan, J.W. Ed., Canada.

[Polák 03]

Polák, J.; Man, J. & Obrtlik, K. AFM evidence of surface relief formation and models of fatigue crack nucleation. *International Journal of Fatigue*, **2003**, 25, 1027-1036.

[Polák 05a]

Polák, J. & Zezulka, P. Short crack growth and fatigue life in austenitic-ferritic duplex stainless steel. *Fatigue Fracture of Engineering Materials and Structures*, **2005**, 28, 923-935.

[Polák 05b]

Polák, J.; Petre nec, M. & Man, J. Dislocation structure and surface relief in fatigued metals. *Materials Science and Engineering A*, **2005**, 400-401, 405-408.

[Puyo-Pain 05]

Puyo-Pain, M.; Lamon, J. & Hild, F. Determination of elastic moduli and poisson coefficient of thin silicon-based joint using digital image correlation. *Ceramic Engineering and Science Proceedings*, **2005**, 26, 143-148.

[Roblin 99]

Roblin, G. Microscopie optique. *Techniques de l'ingénieur*, **1999**, R 6 712.

[Roux 05]

Roux, S.; Hild, F. & Pagano, S. A stress scale in full-field identification procedures: A diffuse stress gauge. *European Journal of Mechanics A*, **2005**, *24*, 442-451

[Roux 06] Roux, S. & Hild, F. Stress intensity factor measurements from digital image correlation: post-processing and integrated approaches. *International Journal of Fracture*, **2006**, *140*, 141–157.

[Runciman 95]

Runciman, H. & Meyzonnette, J.L. Eléments de conception optique. *Techniques de l'ingénieur*, **1995**, R 6712.

[Sabatier 02]

Sabatier, L. Apport des techniques d'analyse locale EBSD et AFM à l'étude de l'émergence des bandes de glissement induites par fatigue dans l'acier inoxydable 316L. Influence de couches minces. Thèse de doctorat, *Université de Poitiers, ENSMA*, **2002**.

[Salazar 07]

Salazar, D.; Serre, I. & Vogt, J. Using atomic force microscopy to study cyclic plasticity mechanisms in DSS-25Cr-7Ni-0.25N. In: *Proceedings of the 7th of Duplex International Conference & Exposition*, **2007**, AIM 2007, CD ROM, Grado, Italy.

[Schaeffler 49]

Schaeffler, A. Constitution diagram for stainless steel weld metal. *Metal progresses*, **1949**, *56*, 680-680.

[Schmid 03]

Schmidt, T. & Tyson, J. Full-field dynamic displacement and strain measurement using advanced 3D image correlation photogrammetry. *Experimental Techniques*, **2003**, *27*, 47-50.

[Schmid 50]

Schmid, E. & Boas, W. Plasticity of crystals. **1950**. *Hughes, London*.

[Schreier 02]

Schreier, H. & Sutton, M.A. Systematic errors in digital image correlation due to undermatched subset shape functions. *Experimental Mechanics*, **2002**, *42*, 303-310.

[Seddouki 94] Seddouki, A. Endommagement en fatigue plastique oligocyclique à température ambiante d'aciers inoxydables duplex austéno-ferritiques type Z2 CND 22-05 allié à l'azote. Thèse de doctorat, *Université de Lille 1*, **1994**.

[Stolarz 01]

Stolarz, J. & Foct, J. Specific features of two phase alloys response to cyclic deformation. *Materials Science and Engineering A*, **2001**, *319–321*, 501–505.

[Sun 05]

Sun, Y.; Pang, J.H.L.; Weng, C.K. & Su, F. Finite element formulation for a digital image correlation method. *Applied Optics*, **2005**, *44*, 7357-7363.

[Surrel 04] Surrel, Y. Les techniques optiques de mesure de champ : essai de classification, *Instrumentation Mesure Métrologie RS série I2M*, **2004**, 4, 11-42.

[Triconnet 04]

Triconnet, K.; Derrien, K.; Baptiste, D. Surrel, Y. & Molimard, J. Détermination des champs de déformations par Moiré interférométrique dans les constituants d'un matériau composite. *Colloque photomécanique 2004: étude du comportement des matériaux et des structures*, **2004**, CD ROM, Albi, France.

[Triconnet 07]

Triconnet, K. Identification des propriétés mécaniques à partir de mesures de champs dans un matériau multi-phasé. Thèse de doctorat, *ENSAM Paris*, **2007**

[Vacher 03]

Vacher, P. Apport des techniques de corrélation d'images en mécanique : analyses de déformations et numérisations 3D. *Laboratoire de Mécanique Appliquée d'ANNECY (LMéca)*, 2003.

[Veeco]

Wyco surface profilers. Technical Reference Manuel.

http://www.veeco.com/products/Metrology_and_Instrumentation/Optical_Profilers/Wyko_NT1100/

[Villechaise 02]

Villechaise, P.; Sabatier, L. & Girard, J.C. On slip band features and crack initiation in fatigued 316L austenitic stainless steel: Part 1: Analysis by electron back-scattered diffraction and atomic force microscopy. *Materials Science and Engineering A*, **2002**, 323, 377-385

[Vogt 94]

Vogt, J.B.; Messai, A. & Foch, J. Factors influencing the low cycle behaviour of a duplex stainless steel: effect of strain amplitude and nitrogen content. In: proceedings of 4th *International Conference on duplex stainless steel*, **1994**, Glasgow, Ecosse.

[Wagne 02]

Wagne, B.; Roux, S. & Hild, F. Spectral approach to displacement evaluation from image analysis. *European Physical Journal Applied Physics*, **2002**, 17, 247-252.

[Wang 07]

Wang, Z. Y.; Li, H.Q.; Tong, J.W. & Ruan, J.T. Statistical analysis of the effect of intensity pattern noise on the displacement measurement precision of digital image correlation using self-correlated images. *Experimental Mechanics*, **2007**, 47, 701-707.

[Wattrisse 99]

Wattrisse, B. Etude cinématique des phénomènes de localisation dans les aciers par intercorrélation d'images. Thèse de doctorat, *Université de Montpellier II*, **1999**.

[Wassermann 35]

Wassermann, G. *Mitt. K.-Wilh.-Inst. Eisenforsch*, **1935**, 17, 149-155.

[wikipédia] http://fr.wikipedia.org/wiki/Microscopie_%C3%A9lectronique_en_transmission

Résumé

« Apport des mesures de champs cinématiques à l'étude des micromécanismes d'endommagement en fatigue plastique d'un acier inoxydable duplex »

L'objectif du présent travail est double : d'une part mettre au point un dispositif de microscopie in situ qui permette de faire des observations de l'endommagement de surface en fatigue d'une éprouvette standard en acier duplex, à l'échelle de la microstructure (images de $120 \times 90 \mu\text{m}^2$), en cours d'essais ; d'autre part acquérir régulièrement des images durant le cyclage à l'aide de ce dispositif, afin d'analyser l'endommagement grâce aux champs cinématiques calculés par corrélation d'images numériques (CIN) (logiciels CORRELI^{LMT} et CORRELIQ4). Des observations de surface permettent d'identifier et de suivre le développement et la localisation de la déformation plastique cyclique, d'identifier les sites d'amorçage des microfissures et de suivre la propagation des microfissures en surface. Ces observations, associées à des analyses EBSD, permettent d'identifier les systèmes de glissement activés dans chaque phase. Des mesures de relief de surface par profilométrie interférométrique permettent de caractériser la morphologie des marques de glissement apparues en surface. La texture de niveaux de gris de l'image, nécessaire à la CIN, est obtenue par attaque électrochimique. Les champs mesurés mettent en évidence les hétérogénéités de déformations à l'échelle des grains, le niveau des déformations plastiques cumulées et leur dispersion, dans chacune des phases. Ils permettent par ailleurs de détecter les sites probables d'amorçage des microfissures, bien avant leur observation. L'étude montre la complémentarité des diverses techniques utilisées, et en particulier l'intérêt des mesures de champs à l'échelle de la microstructure, vis-à-vis de la compréhension de l'endommagement en fatigue plastique oligocyclique dans le matériau biphasé qu'est l'acier duplex (taille de grain de l'ordre de $10 \mu\text{m}$).

Abstract

« Contribution of the kinematical field measurements to the study of low-cycle fatigue damage micromechanisms in a duplex stainless steel »

The aim of this work is firstly to develop an in-situ microscopy device to perform surface damage observations at the microstructural scale (images of $120 \times 90 \mu\text{m}^2$) on standard duplex stainless steel fatigue specimen during low-cycle fatigue tests, and secondly, to acquire digital images regularly during cycling to analyse damage thanks to kinematical fields calculated by digital image correlation (DIC) technique (CORRELI^{LMT} and CORRELIQ4 softwares). Surface observations allow to identify and to follow development and localisation of cyclic plastic strain, to identify microcrack initiation sites, and to follow propagation of these cracks at the surface. These observations combined with EBSD analysis enable to identify activated slip systems in each phase. The relief measurements by interferometric profiler allow to characterise the morphology of the slip markings appeared at the surface. The random surface texture necessary to DIC is obtained by a lightly electrochemically etching of the specimen. Fields measured highlight strain heterogeneities at grain scale, cumulated plastic strain levels and their dispersions in each phase. They allow also to detect the probable microcrack initiation sites, very before their observation. The study shows the complementarity of the various techniques used, in particular the interest of field measurements at the microstructural scale, towards the understanding of low-cycle fatigue damage in a two-phased material such as a duplex stainless steel (grain size is about $10 \mu\text{m}$).