



HAL
open science

**Comportement et endommagement en fatigue
oligocyclique d'un acier inoxydable austénitique 304L en
fonction de l'environnement (vide, air, eau primaire
REP) à 300°C.**

Laurent de Baglion de La Dufferie

► **To cite this version:**

Laurent de Baglion de La Dufferie. Comportement et endommagement en fatigue oligocyclique d'un acier inoxydable austénitique 304L en fonction de l'environnement (vide, air, eau primaire REP) à 300°C.. Sciences de l'ingénieur [physics]. ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique - Poitiers, 2011. Français. NNT: . tel-00623190

HAL Id: tel-00623190

<https://theses.hal.science/tel-00623190>

Submitted on 13 Sep 2011

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

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

THESE

Pour l'obtention du Grade de
DOCTEUR DE L'ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DE MECANIQUE ET
D'AEROTECHNIQUE

(Diplôme National – Arrêté du 7 août 2006)

Ecole Doctorale :

Sciences et Ingénierie en Matériaux, Mécanique, Energétique et Aéronautique

Secteur de Recherche : Mécanique des solides, des matériaux, des structures et des surfaces

Présentée par

Laurent DE BAGLION

COMPORTEMENT ET ENDOMMAGEMENT EN FATIGUE OLIGOCYCLIQUE D'UN ACIER INOXYDABLE AUSTENITIQUE 304L EN FONCTION DE L'ENVIRONNEMENT (VIDE, AIR, EAU PRIMAIRE REP) A 300°C

Directeur de thèse : **José MENDEZ**

Soutenue le 16 Juin 2011

JURY

L. REMY	Directeur de Recherche CNRS, Ecole des Mines de Paris	<i>Président</i>
E. ANDRIEU	Professeur, ENSIACET, Toulouse	<i>Rapporteur</i>
A. FISSOLO	Ingénieur de Recherche (HDR), CEA, Saclay	<i>Rapporteur</i>
V. AUBIN	Professeur, Ecole Centrale de Paris	<i>Examineur</i>
G. HENAFF	Professeur, ENSMA, Poitiers	<i>Examineur</i>
J. MENDEZ	Directeur de Recherche CNRS, Institut P' - ENSMA, Poitiers	<i>Examineur</i>
J.C. LE-ROUX	Ingénieur Chercheur, EDF, Site des Renardières	<i>Examineur</i>
J. A. LE DUFF	Ingénieur Expert Fatigue, AREVA NP, Paris	<i>Examineur</i>

THESE

Pour l'obtention du Grade de
DOCTEUR DE L'ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DE MECANIQUE ET
D'AEROTECHNIQUE

(Diplôme National – Arrêté du 7 août 2006)

Ecole Doctorale :

Sciences et Ingénierie en Matériaux, Mécanique, Energétique et Aéronautique

Secteur de Recherche : Mécanique des solides, des matériaux, des structures et des surfaces

Présentée par

Laurent DE BAGLION

COMPORTEMENT ET ENDOMMAGEMENT EN FATIGUE OLIGOCYCLIQUE D'UN ACIER INOXYDABLE AUSTENITIQUE 304L EN FONCTION DE L'ENVIRONNEMENT (VIDE, AIR, EAU PRIMAIRE REP) A 300°C

Directeur de thèse : **José MENDEZ**

Soutenue le 16 Juin 2011

JURY

L. REMY	Directeur de Recherche CNRS, Ecole des Mines de Paris	<i>Président</i>
E. ANDRIEU	Professeur, ENSIACET, Toulouse	<i>Rapporteur</i>
A. FISSOLO	Ingénieur de Recherche (HDR), CEA, Saclay	<i>Rapporteur</i>
V. AUBIN	Professeur, Ecole Centrale de Paris	<i>Examineur</i>
G. HENAFF	Professeur, ENSMA, Poitiers	<i>Examineur</i>
J. MENDEZ	Directeur de Recherche CNRS, Institut P' - ENSMA, Poitiers	<i>Examineur</i>
J.C. LE-ROUX	Ingénieur Chercheur, EDF, Site des Renardières	<i>Examineur</i>
J. A. LE DUFF	Ingénieur Expert Fatigue, AREVA NP, Paris	<i>Examineur</i>

A mes parents, mon broth et mon chou.

« Omne Solum Forti Patria Est »

Ces travaux de thèse financés par AREVA NP et l'ANRT ont été réalisés au sein du LMPM de l'ENSMA à Poitiers, rattaché depuis 2010 à l'institut P'. De nombreuses personnes ont contribué à faire de ces années, une réussite autant sur le plan professionnel que personnel. Je profite donc de cet espace pour leur adresser mes plus sincères remerciements.

Je tiens tout d'abord à remercier José MENDEZ (directeur du LMPM puis directeur - adjoint de P' et directeur - adjoint de l'ENSMA), de m'avoir encadré et accordé sa confiance. Son emploi du temps chargé m'a permis de développer mon autonomie et mon efficacité et nos multiples discussions scientifiques m'ont toujours été utiles pour avancer et progresser. Enfin, il a su me faire profiter de sa grande expérience et de son goût pour la recherche ; il m'aura notamment appris à « raconter une histoire et non des histoires » ...

Cette thèse a vu le jour sous l'impulsion d'AREVA NP et je souhaite remercier les personnes avec qui j'ai eu l'occasion de travailler. Ainsi, je remercie Jean-Alain LE DUFF pour son expertise dans le domaine de la fatigue, pour sa gentillesse et d'avoir su m'encadrer à distance. Je remercie également André LEFRANCOIS et Pierre JOLY pour leur recul et de m'avoir permis de concilier problématique industrielle et questions plus académiques. J'adresse également mes remerciements à Delphine BOSSU et Dominique MARTIN qui ont eu la difficile et lourde tâche d'effectuer les essais en milieu eau primaire REP au Centre technique d'AREVA du Creusot.

Par ailleurs, j'adresse mes remerciements aux membres du jury pour l'intérêt qu'ils ont porté à cette étude. Merci à Luc REMY de m'avoir fait l'honneur de présider le jury de cette thèse. Merci également à Eric ANDRIEU et Antoine FISSOLO d'avoir accepté la responsabilité d'être rapporteur de ce travail de recherche. Merci enfin à Véronique AUBIN, Gilbert HENAFF et Jean-Christophe LE-ROUX de s'être impliqué dans l'évaluation de ce travail.

Pour mener à bien ces travaux, qu'ils soient théoriques ou expérimentaux, j'ai nécessairement fait appel à de nombreuses compétences au sein du LMPM. Ainsi, j'adresse mille mercis à Patrick VILLECHAISE pour toutes les discussions (scientifiques ou non) et pour ses connaissances et son savoir-faire en ce qui concerne l'EBSO, les essais de fatigue et les aciers inoxydables austénitiques. Je remercie Jonathan CORMIER pour tous ses précieux conseils d'excellent chercheur. Je remercie également Michel GERLAND pour les observations MET de grande qualité qu'il a réalisé. Je tiens de plus à remercier Yves NADOT, Gilbert HENAFF, Jean PETIT, Christine SARRAZIN-BAUDOUX, Eric LAINE et Damien HALM avec qui j'ai eu le plaisir d'échanger et de débattre à de multiples reprises. Je tiens enfin à exprimer toute ma

sympathie et ma gratitude envers deux équipes que j'ai tenté d'épuiser, sans succès : 1) l'équipe technique du hall expérimental avec notamment MonSieur Denis BERTHEAU ; l'Excellent Guillaume BENOIT ; la Pétillante (et bavarde) Florence HAMON ; les trois Mousquetaires : Florent MAUGET, Matthieu COMYN et Damien MARCHAND ; mais également David MELLIER et Anne-Laure GORGE ; ... 2) l'équipe technique de l'atelier avec entre autres le Puissant Jacques LEFORT ; le Respecté Jean-Louis BRANGEON et l'Efficace Richard TESSIER ; ...

Par ailleurs, je souhaite remercier chaleureusement, Brigitte VIGNER, Eliane BONNEAU, Francine BAYLE, Patrick DUPLEIX et Gérard SAILLY qui de par leur disponibilité et leur gentillesse facilitent au quotidien la vie des doctorants.

Il ne peut y avoir de remerciements sans s'adresser aux doctorants ! Sans chercher à être exhaustif, je tiens d'abord à remercier mes chers Thomas BILLOT, Sébastien RICHARD, Michaël ARNOUX et Julien BEAUDET avec lesquels j'ai noué de profonds liens d'amitiés. Je tiens ensuite à faire de grosses bises à Fabien BILLY, Julien GHIGHI, Timothée DUVAL, Benoît GENTILLEAU, Marion DASRIAUX, José PINTO, Gaëlle LEOPOLD, Fanny RIALANT, Thomas GHIDOSI, Matthieu TATAT, Clara MORICONI, Julien JARAVEL, Luc DOREMUS et tous les autres, à qui je souhaite bon courage pour la fin de leur thèse. Enfin, je tiens à remercier les anciens doctorants pour leur accueil quand je n'étais qu'un jeune Palawan, j'ai nommé : Pierre LEFRANC, Sophie DARTOIS, Romain LEGER, Loïc OLIVIER, Olivier DE ALMEIDA, Nam LE HOAÎ, Kokleang VOR et Jean-Charles STINVILLE.

Je souhaite remercier de tout mon cœur mes parents ; c'est grâce à votre travail, votre éducation et vos encouragements que j'ai pu trouver ma voie et aller jusqu'au bout. Je remercie très fortement mon grand frère qui est également mon meilleur ami et mon confident ...

Enfin, l'accomplissement de ces années d'études n'aurait pu se faire sans le bonheur et le soutien indéfectible que m'apportent ma tendre et jolie Sophie *et les ronrons du Chaton* ...

Table des matières

Introduction et contexte	5
I. Etude bibliographique	11
I.1. Comportement des aciers inoxydables austénitiques en Fatigue Oligocyclique	11
I.1.1 Les Aciers Inoxydables Austénitiques	11
I.1.2 La Fatigue Oligocyclique	17
I.1.3 Mécanismes de déformation des aciers inoxydables austénitiques en fatigue oligocyclique	23
I.1.4 Mécanismes d'endommagement des aciers inoxydables austénitiques en fatigue oligocyclique	34
I.2. La Fatigue Oligocyclique en milieu eau primaire REP	43
I.2.1 Le milieu eau primaire REP	43
I.2.2 Les enjeux industriels	47
I.2.3 Comportement et durée de vie des aciers inox austénitiques en milieu eau primaire REP	55
I.3. Vieillessement dynamique dans les aciers inoxydables austénitiques	87
I.3.1 Introduction	87
I.3.2 Conditions	87
I.3.3 Causes	88
I.3.4 Conséquences	88
I.3.5 Prise en compte	91
I.3.6 Synthèse	92
I.4. Synthèse du travail bibliographique	93
II. Matériau et techniques expérimentales	97
II.1. L'acier inox austénitique 304L	97
II.1.1 Composition chimique	97
II.1.2 Microstructure	98
II.1.3 Propriétés mécaniques monotones et cycliques	100
II.2. Géométrie et préparation des éprouvettes de fatigue oligocyclique	103
II.2.1 Géométries	103
II.2.2 Usinage	105
II.2.3 Polissage	105
II.3. Techniques d'observation	106
II.3.1 Microscopie optique	106
II.3.2 Microscopie électronique	106
II.4. Essais de Fatigue Oligocyclique	108
II.4.1 Pilotage sur la partie utile	108
II.4.2 Pilotage déporté	110

III.	<i>Influence de paramètres clés en fatigue oligocyclique sous air et sous vide</i>	117
III.1.	Dispersion expérimentale des essais de fatigue	117
III.2.	Comportement intrinsèque de l'acier 304L en fatigue	120
III.3.	Comparaison Air/Vide selon la température et l'amplitude de déformation	124
III.3.1	Comportement cyclique sous Air	124
III.3.2	Influence de la température	125
III.3.3	Influence de l'amplitude de déformation	127
III.3.4	Influence de l'environnement Air	128
III.3.5	Mécanismes de déformation et d'endommagement	130
III.4.	Comparaison Air/Vide selon la vitesse de déformation	137
III.4.1	Influence de la vitesse de déformation selon la température	137
III.4.2	Influence intrinsèque de la vitesse de déformation	149
III.4.3	Etude du phénomène de vieillissement dynamique	153
III.4.4	Effet d'environnement en fonction de la vitesse de déformation	163
III.5.	Synthèse du chapitre	167
IV.	<i>Comportement en fatigue oligocyclique en milieu eau primaire REP</i>	171
IV.1.	Comportement cyclique et durée de vie	171
IV.1.1	Effets d'environnement REP selon l'amplitude et la vitesse de déformation	171
IV.1.2	Comparaison des résultats obtenus à ceux de la littérature	175
IV.1.3	Evaluation de l'influence dans l'air d'une couche d'oxyde créée en milieu REP	180
IV.2.	Endommagement	183
IV.2.1	Analyse de l'endommagement dans les premiers instants du cyclage	183
IV.2.2	Analyse de la phase de propagation des fissures	203
IV.3.	Discussion concernant les mécanismes de fatigue - corrosion	253
IV.3.1	Présentation de quelques modèles de CSC	254
IV.3.2	Confrontation entre modèles de corrosion et endommagement observé	256
IV.3.3	Discussion	263
IV.4.	Synthèse du chapitre	266
	<i>Conclusions et perspectives</i>	271
	<i>Références bibliographiques</i>	277
	<i>Annexes</i>	293
I.	<i>Essais sur éprouvette micro – entaillée</i>	293
II.	<i>Quelques modèles de CSC</i>	299

Introduction et contexte

Introduction et contexte

Les méthodologies de dimensionnement en fatigue des composants des Réacteurs à Eau Pressurisée « REP », codifiées (cf. codes ASME, RCC-M, KTA,...), sont basées sur l'utilisation de courbes de conception établies à partir d'essais réalisés en air à 20°C sur éprouvettes lisses. Ces courbes de conception intègrent des coefficients de sécurité qui couvrent la dispersion des essais associée à : la variabilité des matériaux, aux effets d'échelle, à l'influence de l'état de surface et aux effets d'environnement modéré. Cependant, ces coefficients ne considèrent pas explicitement les effets de l'environnement « eau primaire REP » à haute température.

Aujourd'hui, certaines Autorités de Sûreté (STUK en Finlande, NRC aux Etats-Unis, ...) demandent de prendre en compte à la conception et pour les prolongations de licences d'exploitation, ces effets d'environnement eau primaire REP sur la durée de vie en fatigue des composants de réacteurs.

Différentes méthodologies ont été proposées et codifiées récemment au Japon et aux Etats-Unis afin de prendre en compte ce phénomène : ces effets sont quantifiés par un facteur « Fen » d'effet d'environnement qui est égal au rapport de la durée de vie dans l'air sur la durée de vie en eau REP ($F_{en} = N_{Air} / N_{REP}$). Pour les aciers inoxydables austénitiques, différentes formulations empiriques permettent d'estimer ce facteur Fen en fonction de la température, de l'oxygène dissous présent dans le milieu eau REP et des vitesses de déformation imposées au cours des transitoires de fonctionnement

Afin de juger de la pertinence de ces modèles de prévision des effets d'environnement, en fonction des chargements et pour des états de surface représentatifs, AREVA NP a engagé depuis 2005, un important programme interne de R&D sur ce sujet :

Cette thèse s'inscrit dans le cadre de ce programme de Recherche et s'est déroulée à la fois au Centre Technique du secteur réacteur d'AREVA NP situé au Creusot et au Laboratoire de Mécanique et de Physique des Matériaux de l'ENSMA à Poitiers. Elle consiste en une étude expérimentale du comportement et de la durée de vie en fatigue oligocyclique d'un acier inoxydable austénitique de type 304L utilisé pour la fabrication de composants de réacteurs et notamment de tuyauteries de refroidissement du circuit primaire de centrales REP. Le travail comprend la réalisation d'essais de fatigue sous air et sous vide à 20 et 300°C ainsi qu'en milieu

eau REP à 300°C, sous sollicitations cycliques représentatives des conditions de chargement imposées en service sur les composants REP, en termes d'amplitudes et de vitesses de déformations.

Le but premier de cette thèse est la compréhension des cinétiques et des mécanismes d'endommagement de l'acier 304L en fatigue oligocyclique, selon différents paramètres de test : environnement, température, vitesse de déformation et amplitude de sollicitation.

A terme, le programme de Recherche devra étudier la combinaison des effets de l'état de surface et de signaux de chargements réalistes avec les effets de l'environnement eau primaire REP. En effet, la plupart des études ont été menées pour un état de surface poli de laboratoire et pour des types de sollicitations simplifiées sous la forme de signaux triangulaires ou de signaux trapézoïdaux. Or, ces conditions sont assez éloignées des signaux complexes représentatifs des chargements thermiques imposés en service et des états de surface industriels de fabrication pouvant exister sur les composants.

Ce manuscrit présente l'ensemble des travaux et comprend quatre chapitres :

Le premier chapitre, consacré à l'étude bibliographique, expose tout d'abord le comportement en fatigue oligocyclique des aciers inoxydables austénitiques en rappelant notamment les mécanismes de déformation et d'endommagement pouvant exister. Puis, l'influence du milieu eau primaire REP sur l'endommagement et sur la durée de vie en fatigue des aciers est discutée en listant le rôle de différents paramètres clefs. Enfin, un point sur la dépendance à la vitesse de déformation du comportement et de la durée de vie des aciers inoxydables austénitiques testés en fatigue plastique à haute température est réalisé.

Le second chapitre présente les caractéristiques physico - chimiques et mécaniques de l'acier inoxydable austénitique 304L utilisé, la géométrie et la préparation des éprouvettes de fatigue oligocyclique, mais également les différentes techniques expérimentales utilisées. Les essais de fatigue étant effectués dans divers environnements (vide, air ou eau REP) et sur deux sites distincts (LMPM ou Centre Technique d'AREVA), une attention particulière a été portée sur la reproductibilité des essais et le choix d'un mode commun de pilotage des essais s'est avéré utile.

Le troisième chapitre est dédié à l'étude expérimentale de l'influence de paramètres comme la température (20 ou 300°C) ; l'amplitude de déformation totale (± 0.3 ou $\pm 0.6\%$) ou la vitesse de déformation (0.4, 0.01 ou 0.001%/s), sur le comportement en fatigue de l'acier 304L. Ainsi, à l'aide d'essais réalisés sous vide, en l'absence d'effets d'environnement, le rôle intrinsèque

de chacun de ces paramètres est analysé et l'influence de l'environnement air sur la durée de vie en fatigue est également étudiée.

Le quatrième et dernier chapitre représente le cœur de la thèse et concerne l'analyse des effets de l'environnement eau primaire REP sur le comportement et sur l'endommagement de l'acier 304L en fatigue plastique. Premièrement, pour les différents paramètres testés sous vide et sous air, le comportement cyclique et la durée de vie en milieu eau REP sont listés et discutés. Puis, l'endommagement dans les premiers stades du cyclage et dans la phase de propagation est analysé. Enfin, une discussion sur les mécanismes possibles de fatigue-corrosion en milieu eau REP mais également dans l'air est proposée.

Enfin, une conclusion générale reprend les principaux acquis de cette étude et présente quelques perspectives de travaux futurs.

Chapitre I : Bibliographie

I.1. Comportement des aciers inoxydables austénitiques en Fatigue Oligocyclique	11
I.1.1 Les Aciers Inoxydables Austénitiques	11
I.1.1.1 Composition chimique	11
I.1.1.2 Traitement thermique	14
I.1.1.3 Les structures cristallographiques	14
I.1.1.3.1 L'austénite γ	15
I.1.1.3.2 La martensite α'	15
I.1.1.3.3 La martensite ϵ	16
I.1.1.4 L'Energie de Défaut d'Empilement (E.D.E.)	16
I.1.2 La Fatigue Oligocyclique	17
I.1.2.1 Définitions	17
I.1.2.2 Réponse cyclique d'un matériau métallique	18
I.1.2.3 Facteurs influençant la durée de vie en fatigue d'un acier inox austénitique	21
I.1.3 Mécanismes de déformation des aciers inoxydables austénitiques en fatigue oligocyclique	23
I.1.3.1 Le glissement des dislocations	23
I.1.3.2 Le maclage	25
I.1.3.3 La transformation martensitique	27
I.1.3.3.1 Transformation martensitique induite par refroidissement	27
I.1.3.3.2 Transformation martensitique induite par écrouissage	28
I.1.3.3.3 Transformation martensitique induite par la déformation plastique	30
I.1.3.3.4 Influences en fatigue de la transformation martensitique induite par déformation	32
I.1.4 Mécanismes d'endommagement des aciers inoxydables austénitiques en fatigue oligocyclique	34
I.1.4.1 Modifications microstructurales	35
I.1.4.2 Amorçage des fissures	36
I.1.4.3 Propagation des fissures	39
I.2. La Fatigue Oligocyclique en milieu eau primaire REP	43
I.2.1 Le milieu eau primaire REP	43
I.2.1.1 Classification des réacteurs nucléaires	43
I.2.1.2 Les réacteurs dits « PWR » ou « REP »	44
I.2.1.3 Les caractéristiques du milieu eau primaire REP	46
I.2.2 Les enjeux industriels	47
I.2.2.1 Historique des études Japonaises et Américaines, de 1980 à 2004	47

I.2.2.2	Code de conception Américain (ASME)	49
I.2.2.3	Facteur d'effet d'environnement eau LWR : F_{en}	53
I.2.3	Comportement et durée de vie des aciers inox austénitiques en milieu eau primaire REP	55
I.2.3.1	Les paramètres clefs	55
I.2.3.1.1.	Milieu Eau Primaire REP	57
I.2.3.1.2.	Amplitude de déformation	59
I.2.3.1.3.	Vitesse de déformation	61
I.2.3.1.4.	Température	61
I.2.3.1.5.	Etat de surface	63
I.2.3.1.6.	Taux d'oxygène dissous	63
I.2.3.1.7.	Temps de maintien	64
I.2.3.1.8.	Conductivité de l'eau LWR	66
I.2.3.1.9.	Débit d'eau	67
I.2.3.1.10.	Traitement thermique	68
I.2.3.1.11.	Modèle de durée de vie en fatigue en milieu eau LWR proposé par ANL	69
I.2.3.2	Amorçage et propagation des fissures en milieu eau primaire REP	71
I.2.3.3	Fissuration assistée par l'environnement et Corrosion	81
I.3.	 Vieillessement dynamique dans les aciers inoxydables austénitiques	87
I.3.1	Introduction	87
I.3.2	Conditions	87
I.3.3	Causes	88
I.3.4	Conséquences	88
I.3.5	Prise en compte	91
I.3.6	Synthèse	92
I.4.	 Synthèse du travail bibliographique	93

I. Etude bibliographique

I.1. Comportement des aciers inoxydables austénitiques en Fatigue Oligocyclique

I.1.1 Les Aciers Inoxydables Austénitiques

I.1.1.1 Composition chimique

L'acier est un alliage métallique constitué d'au moins deux éléments qui sont le fer et le carbone dans des proportions comprises entre 0,02 % et 1,67 % en masse. Il existe différentes familles d'aciers qui dépendent de la nature et de la teneur en éléments d'alliage qui modifient le diagramme d'équilibre Fer-Carbone. On distingue ainsi :

- Les aciers non-alliés, avec les aciers au carbone ou les aciers spéciaux,
- Les aciers faiblement alliés,
- Les aciers fortement alliés, avec les **aciers inoxydables** ou les aciers multiphasés.

Chaque sous-famille se décline selon les propriétés physico-chimiques et mécaniques. Nous nous intéressons aux aciers inoxydables qui présentent une excellente résistance à la corrosion grâce à l'ajout d'au moins 10,5% de Chrome en masse. Ces aciers ont aussi d'excellentes caractéristiques mécaniques en termes de ductilité ou de ténacité selon les éléments d'alliage. On distingue parmi les aciers inoxydables, selon leur teneur en Chrome et les traitements métallurgiques qu'ils ont subis :

- Les aciers inoxydables martensitiques,
- Les aciers inoxydables ferritiques et super-ferritiques,
- Les **aciers inoxydables austénitiques**,
- Les aciers inoxydables austénoferritiques,
- Les aciers inoxydables à durcissement par précipitation.

L'acier 304L étudié dans cette thèse fait donc partie des aciers inoxydables austénitiques. Ces aciers contiennent en général 0,02 à 0,10% de Carbone, 17 à 20% de Chrome, 7 à 25% de Nickel et 2 à 5% de Molybdène. La structure cristallographique de type Cubique à Faces Centrées (C.F.C.) leur confère une excellente ductilité et ténacité depuis des températures très basses, par absence de transition ductile-fragile, jusqu'à plusieurs centaines de degrés Celsius. Ils ont

également de très bonnes propriétés de forgeage et de soudage. La nuance de base X5CrNi18-10 (AISI 304) contient 18% de Chrome, 9.5% de Nickel et 0.05% de Carbone. La Figure I-1 ; [1] présente les principaux types d'aciers inoxydables austénitiques dérivés de cette nuance et parmi eux, l'acier 304L.

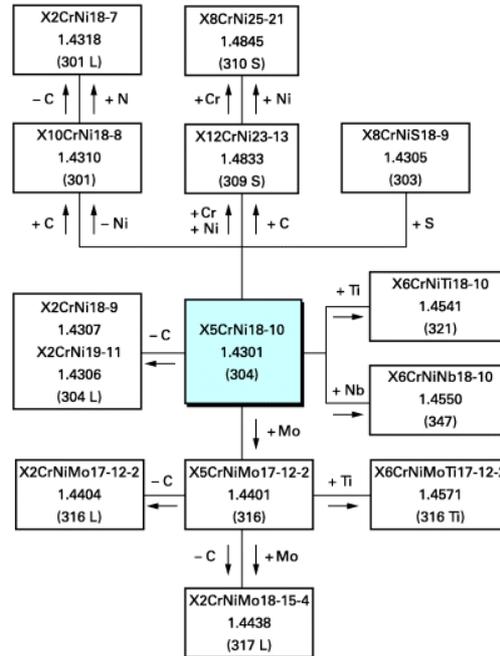


Figure I-1: Principaux aciers inoxydables austénitiques dérivés de la nuance de base X5CrNi18-10 (AISI 304) par ajouts ou retraits d'éléments d'alliage

Le chrome est un élément alphagène, c'est à dire qu'il élargit le domaine ferritique α au détriment de l'austénite γ . Il est donc nécessaire d'introduire un élément d'alliage gammagène comme le Nickel, pour stabiliser l'austénite à température ambiante. Mais d'autres éléments d'alliage sont soit alphagènes (Molybdène, Silicium, Titane, Niobium, Vanadium, Tungstène, Aluminium et Tantale), soit gammagènes (Carbone, Azote, Cobalt et Manganèse). On peut donc déterminer l'« équivalent Chrome » et l'« équivalent Nickel » à l'aide des formules suivantes :

$$\text{Equivalent Chrome : } Eq_{Cr} = \%Cr + \%Mo + 1,5(\%Si) + 0,5(\%Nb)$$

$$\text{Equivalent Nickel : } Eq_{Ni} = \%Ni + 30(\%C) + 0,5(\%Mn)$$

Ces équivalents permettent de déterminer à la température ambiante, la structure d'un acier inoxydable à l'aide du diagramme de Schaeffler, cf. Figure I-2, qui présente les domaines de l'austénite, de la ferrite ou de la martensite d'un alliage Fe-Cr-Ni. Notre acier 304L possède un Eq_{Cr} qui vaut **18.595** et un Eq_{Ni} qui vaut **11.8**.

L'addition de Sélénium ou de Soufre, à des teneurs d'environ 0.15%, améliore nettement l'usinabilité mais réduit légèrement la résistance à la corrosion.

En effet, les aciers inoxydables peuvent être le siège de corrosion dans certaines conditions d'utilisation et dans certains milieux [2] : corrosion par piqûres, corrosion caverneuse, corrosion intergranulaire après sensibilisation, corrosion sous contrainte et effets cumulatifs de la corrosion et de la fatigue. Le risque de corrosion intergranulaire des aciers inoxydables austénitiques est évité en ajoutant des éléments qui forment des carbures, comme le Titane et le Niobium, ou par l'emploi de nuances à très basse teneur en carbone («L» pour Low carbon) : les aciers contiennent alors moins de 0,03% de carbone pour empêcher la précipitation inter-cristalline de carbures de chrome, responsables d'une déchromisation de l'austénite aux joints de grains. De plus, l'addition de 2 à 4% de Molybdène augmente nettement la résistance à la corrosion de ces aciers dans la plupart des milieux.

Cependant, la diminution de la teneur en carbone entraîne une réduction des propriétés mécaniques. Ce phénomène est compensé par l'introduction d'azote qui, à des teneurs inférieures à 0.2%, augmente notablement la limite d'élasticité sans diminution de la ductilité, car comme le carbone, il occupe des sites interstitiels. Enfin, un apport de manganèse permet d'augmenter la solubilité, initialement faible, de l'azote dans l'acier.

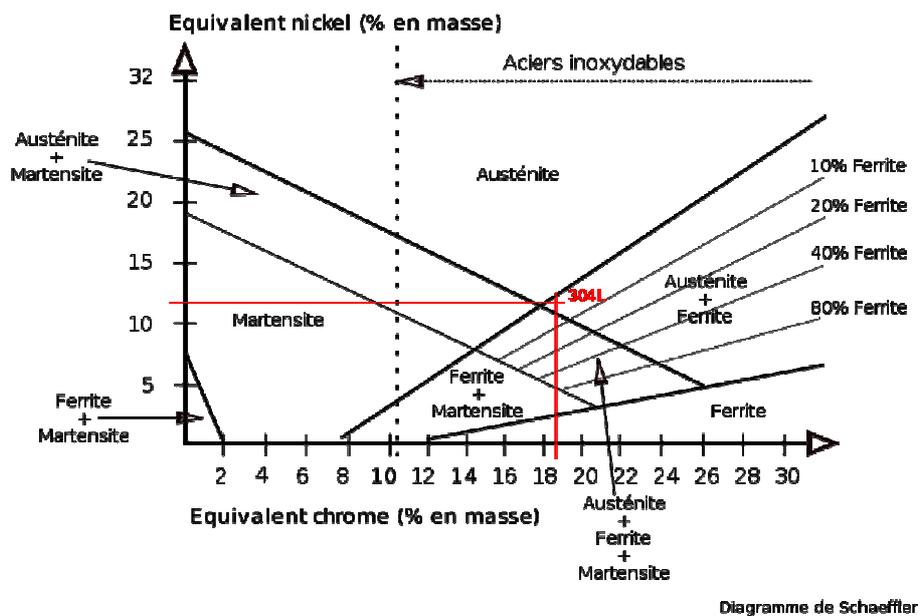


Figure I-2: Diagramme de Schaeffler : Equivalent en Nickel / Equivalent en Chrome

I.1.1.2 Traitement thermique

La phase austénitique n'est pas stable à température ambiante. Comme l'indique le diagramme de phases de la Figure I-3 ; [3], l'état d'équilibre à l'ambiante est un mélange triphasé d'austénite, de ferrite et de carbures de chrome. En effet, à haute température les aciers austénitiques Fe-Cr-Ni mettent en solution une certaine quantité de carbone, dont la solubilité diminue lorsque la température décroît.

Pour éviter cette précipitation de carbures riches en chrome, les aciers austénitiques subissent un traitement dit d'hypertrempe. Il consiste dans un premier temps en un recuit d'austénitisation entre 1000°C et 1150°C qui a pour effets de :

- o Solubiliser le carbone et l'azote en insertion dans le réseau CFC de l'austénite,
- o Homogénéiser les éléments d'additions (Cr, Ni, etc.) en solution solide de substitution.

Ce recuit est suivi d'un refroidissement rapide afin d'obtenir, à température ambiante, une solution solide austénitique métastable sursaturée en carbone.

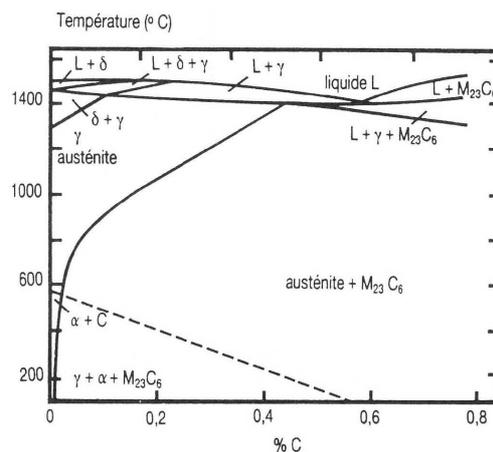


Figure I-3: Solubilité du Carbone en solution solide interstitielle dans une structure austénitique (Diagramme Fe-C)

I.1.1.3 Les structures cristallographiques

Il est utile de rappeler les variétés allotropiques du fer pur présentées sur la Figure I-4. A basse température et jusqu'à 910°C, la structure cristalline du fer est du type Cubique Centrée (C.C.), c'est le fer α (ferrite). A partir de 910°C, il se transforme en fer γ (austénite) dont la structure est Cubique à Face Centrée (C.F.C.). Une troisième forme cristalline apparaît lorsque la pression extérieure est suffisamment élevée, c'est le fer de type ϵ (martensite) de structure Hexagonale Compacte (H.C.). Enfin, une autre transformation intervient au-delà de 1400°C pour fournir le fer de type δ dont la structure est du type Cubique Centrée.

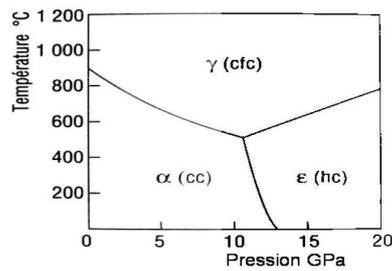


Figure I-4: Diagramme d'équilibre du fer pur

I.1.1.3.1. L'austénite γ

L'austénite est une solution solide d'insertion de carbone dans l'allotrope γ du fer. Cet allotrope paramagnétique est de structure cristallographique Cubique à Faces Centrées avec un paramètre de maille de 3,59 nm. Il s'agit donc d'un empilement de type ABC avec comme plans denses, la famille $\{111\}$ et comme directions denses, la famille $\langle 110 \rangle$.

I.1.1.3.2. La martensite α'

La martensite α' est une phase métastable, ferromagnétique, issue de la transformation sans diffusion de l'austénite en dessous d'une température martensitique. La transformation de l'austénite en martensite consiste en un changement du réseau cristallin qui évolue d'une structure C.F.C. à une structure Quadratique. C'est la sursaturation en atomes de carbone qui provoque la distorsion du réseau Cubique Centré du fer α en arrangement Quadratique.

Cependant, l'acier AISI 304L est un cas particulier car sa faible teneur en carbone n'engendre aucune distorsion de maille [4]. La martensite produite est alors de même structure C.C. que la ferrite α , avec un paramètre de maille de 2,86 nm [5] et ayant comme plans denses, la famille $\{110\}$ ou $\{112\}$ et comme directions denses, la famille $\langle 111 \rangle$. L'interface entre l'austénite et la martensite est cohérente, elle est appelée plan d'habitat ou plan d'accolement, c'est un plan invariant dans la transformation.

Enfin, la phase martensitique possède une grande dureté et une fragilité notable contrairement à sa phase mère austénitique très ductile.

I.1.1.3.3. La martensite ϵ

L'étude de clichés de diffraction de la martensite ϵ indique qu'il s'agit d'une phase de structure hexagonale compacte (HC) plutôt que d'une austénite fautée régulièrement [6]. La confusion est possible, car la phase hexagonale compacte est facilement obtenue par superposition de fautes d'empilement [7] tous les deux plans denses $\{111\}$, à partir d'une structure cubique à faces centrées. Il s'agit donc d'un empilement de type AB avec comme plans denses, la famille $\{0002\}$ et comme directions denses, la famille $\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$. De plus, la martensite ϵ se développe de façon displacive à partir de la phase austénitique, c'est pourquoi il existe une relation d'orientation spécifique entre ces deux phases : $\{111\}_\gamma // \{0001\}_\epsilon$ et $\langle \bar{1}\bar{1}0 \rangle_\gamma // \langle 11\bar{2}0 \rangle_\epsilon$.

Plusieurs auteurs ont montré que cette phase apparaît plutôt à basse température [8, 9] et que sa stabilité dépend de la composition chimique de l'alliage. La martensite ϵ est paramagnétique.

I.1.1.4 L'Énergie de Défaut d'Empilement (E.D.E.)

De nombreuses études ont révélé la complexité de calcul de l'EDE qui dépend fortement de la température et des éléments d'alliage ; des effets contradictoires de ces éléments d'alliage ont été trouvés par différents auteurs [10]. Plusieurs formules empiriques existent pour calculer l'EDE et la plus couramment utilisée est celle proposée par Pickering [11], cf. Équation I-1.

$$EDE(mJ / m^2) = -25,7 + 2(\% Ni) + 410(\% C) - 0,9(\% Cr) - 77(\% N) - 13(\% Si) - 1,2(\% Mn)$$

Équation I-1: Calcul de l'E.D.E. dans les aciers inoxydables, défini par Pickering

Plus l'EDE est faible, plus il est facile de former des défauts d'empilement. Dans un acier présentant une faible EDE ($< 10 \text{ mJ.m}^{-2}$), les dislocations auront tendance à former des structures planaires et hétérogènes et le matériau présentera un fort effet mémoire d'un pré-écrouissage sur les niveaux de contrainte. À l'inverse, une forte EDE ($> 30 \text{ mJ.m}^{-2}$) favorisera le glissement dévié avec des arrangements tridimensionnels et homogènes et le matériau ne présentera pas d'effet mémoire. Les aciers inoxydables austénitiques présentent généralement une faible EDE. Cependant l'acier 304L de notre étude possède une valeur d'EDE de 30 mJ.m^{-2} , ce qui correspond à une valeur intermédiaire par rapport aux autres métaux de structure C.F.C. Ainsi, selon les conditions de sollicitation, le glissement des dislocations aura un caractère planaire ou dévié.

I.1.2 La Fatigue Oligocyclique

I.1.2.1 Définitions

Le terme « fatigue des matériaux » désigne l'ensemble des modifications des propriétés des matériaux dues à la répétition de cycles d'efforts. La répétition des sollicitations, mêmes inférieures à la limite d'élasticité du matériau, peut conduire à la rupture des pièces en service et être à l'origine d'accidents comme ceux survenus dans l'industrie ferroviaire ou aéronautique au cours des 150 dernières années [12]. Le caractère progressif de la détérioration du matériau qui conduit à une rupture brutale rend la prise en compte du phénomène de fatigue particulièrement importante dans l'estimation de la durabilité d'un composant.

Il existe plusieurs types de fatigue qui dépendent de la nature de la sollicitation cyclique et des conditions dans laquelle elle se répète. On distingue ainsi :

1. La fatigue mécanique, lorsque les sollicitations proviennent d'efforts mécaniques extérieurs,
2. La fatigue thermique, lorsque les chargements cycliques sont induits par des variations de température,
3. La fatigue thermomécanique, qui combine les efforts d'origines thermiques et mécaniques,
4. La fatigue-fluage, lorsque les sollicitations mécaniques se produisent à haute température,
5. La fatigue-corrosion, lorsque la répétition des sollicitations a lieu en milieux corrosif,
6. La fretting-fatigue, qui résulte de contraintes engendrées par le mouvement relatif de deux solides.

Une série d'essais menée sur éprouvettes lisses d'un même matériau à différents niveaux de chargement cyclique d'amplitude constante $\pm\sigma_a$ permet alors de tracer une courbe $\sigma_a = f(N_R)$ appelée courbe de Wöhler ou courbe S-N, cf. Figure I-5, avec N_R représentant le nombre de cycles à rupture. Cette courbe présente, dans la plupart des cas, trois domaines distincts :

1. La fatigue oligocyclique ou fatigue plastique, pour lequel les contraintes imposées sont élevées et le plus souvent accompagnées d'une déformation plastique à l'échelle macroscopique. Dans ce cas, la rupture survient après un faible nombre de cycles inférieur à 10^5 ,

2. L'endurance limitée, pour lequel les niveaux de contrainte et de déformation sont plus faibles et dans lequel la rupture se produit entre 10^5 et 10^7 cycles,
3. L'endurance illimitée observée sous de faibles niveaux de contrainte et pour lequel la rupture ne se produit pas avant environ 10^7 cycles. Pour un niveau de contrainte inférieur ou égal à σ_D , l'échantillon a peu de chance de se rompre même au-delà de 10^8 cycles. Cette contrainte σ_D est appelée « limite de fatigue », mais Bathias [13] précise qu'il n'existe pas réellement d'asymptote horizontale sur la courbe S - N et que la notion de « seuil de fatigue » serait préférable.

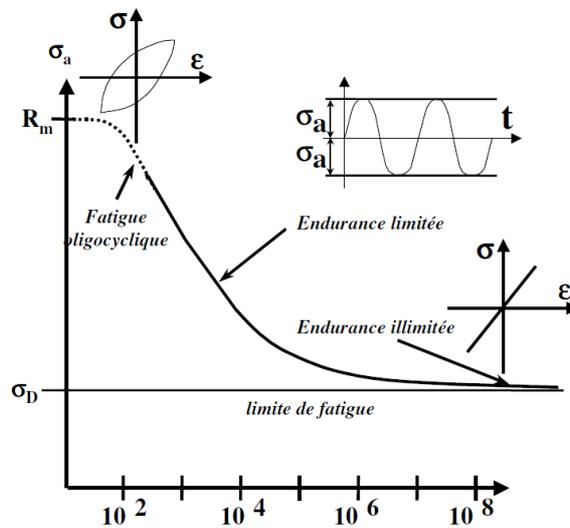


Figure I-5: Courbe de Wöhler : $\sigma_a = f(N_R)$

I.1.2.2 Réponse cyclique d'un matériau métallique

La plupart des essais de fatigue oligocyclique sont effectués à déformation totale imposée, $\Delta\epsilon_i/2$ et même à déformation plastique imposée, $\Delta\epsilon_p/2$, car c'est la déformation qui gouverne principalement le dommage. Pour des essais à déformation imposée, on représente généralement la réponse cyclique du matériau à l'aide d'une courbe $\Delta\sigma/2 = f(\log(N))$ ou $\sigma_{\max} = f(\log(N))$. Une échelle semi-logarithmique est préférée de manière à observer clairement les variations qui se produisent au cours des premiers cycles. La Figure I-6 représente la réponse cyclique en contrainte de notre acier inox austénitique 304L testé en fatigue à déformation totale imposée de $\pm 0.6\%$ sous air.

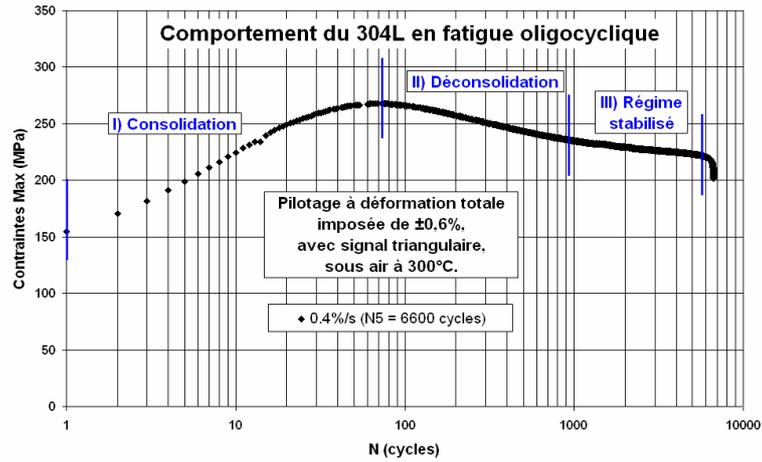


Figure I-6: Réponse cyclique en contrainte d'un acier 304L testé en fatigue oligocyclique à déformation totale imposée sous air à 300°C

On distingue généralement trois stades d'évolution des contraintes au cours d'un chargement cyclique symétrique en déformation totale. Ces différents stades sont principalement fonction du matériau, de la température, de la vitesse et de l'amplitude de déformation et de l'environnement.

1. La consolidation (« durcissement cyclique ») où les niveaux de contrainte augmentent et les déformations plastiques diminuent, cf. Figure I-7. Le durcissement est d'autant plus marqué que l'amplitude de déformation plastique [14] et/ou l'EDE augmentent. Ce comportement peut être expliqué par :
 - La production et les interactions entre dislocations,
 - Les interactions entre dislocations mobiles et atomes en solution solide,
 - La formation de précipités sur les dislocations.

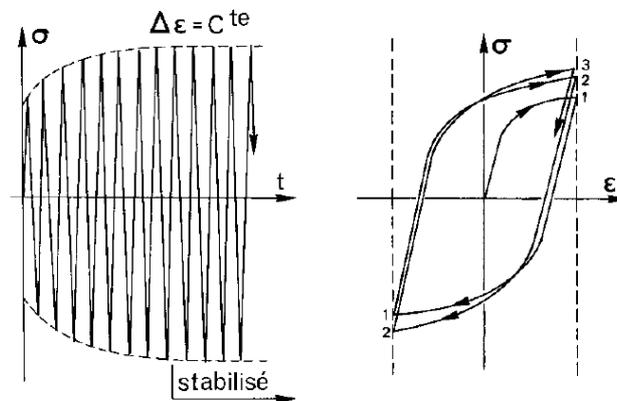


Figure I-7: Stade de consolidation dans un matériau métallique testé en fatigue oligocyclique à déformation imposée [15]

2. La déconsolidation (« adoucissement cyclique ») où les niveaux de contrainte diminuent et les déformations plastiques augmentent, cf. Figure I-8. Ce comportement peut être expliqué par :
- L'annihilation de dislocations et la baisse des interactions,
 - **Le réarrangement des dislocations en structures de types Cellules ou Sous - grains,**
 - **La localisation de la déformation dans des bandes de glissement,**
 - La perte de propriétés mécaniques due à la coalescence de précipités,
 - **Un changement de phase pour accommoder la déformation imposée.** (Transformation martensitique).

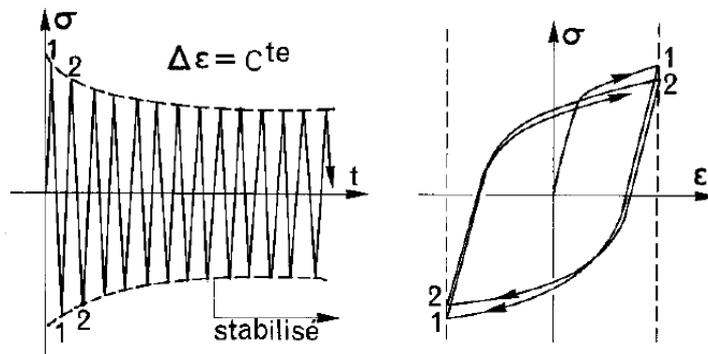


Figure I-8: Stade de déconsolidation dans un matériau métallique testé en fatigue oligocyclique à déformation imposée [15]

3. Le régime stabilisé où les contraintes et déformations plastiques sont constantes. Durant ce stade, les fissures formées en surface se propagent vers le cœur de l'éprouvette avant la chute brutale des niveaux de contrainte et la rupture. Précisons que dans certains cas, ce régime stabilisé peut ne pas exister à cause :
- D'un endommagement important et précoce qui conduit à rupture après la phase de déconsolidation.
 - D'un durcissement secondaire engendré, soit par la transformation martensitique d'une partie de la phase austénitique à température ambiante, soit par l'apparition à haute température d'une structure de dislocations du type « Corduroy » (« côtes de velours ») découverte par Gerland et al. [16, 17].

Manson [18] en 1952 et Coffin [19] en 1954, ont montré que la durée de vie N_R en fatigue plastique est liée à l'amplitude de déformation plastique imposée $\Delta\epsilon_p/2$ selon l'Équation I-2. Le

coefficient de ductilité C_p et la pente m (comprise expérimentalement entre -0,8 et -0,5) sont des constantes qui dépendent du matériau et de la température.

$$\frac{\Delta \varepsilon_p}{2} = C_p \times N_R^{-m}$$

Équation I-2: Loi dite de Manson-Coffin reliant la durée de vie à l'amplitude de déformation plastique

I.1.2.3 Facteurs influençant la durée de vie en fatigue d'un acier inox austénitique

De nombreux paramètres peuvent modifier les phases d'amorçage et/ou de propagation des fissures de fatigue dans un acier inox austénitique :

- La présence d'inclusions ou de retassures : De Kazinczy [20] ou encore Murakami [21], montrent que la taille et la répartition des défauts sont deux paramètres primordiaux pour la tenue en fatigue d'un matériau.
- La présence d'une seconde phase : dans le cas du 304L, Hong et al. [22] montrent que la ferrite résiduelle peut constituer un site potentiel d'amorçage notamment lorsque l'interface ferrite/austénite est perpendiculaire à l'axe de sollicitation.
- La nature de la sollicitation cyclique : d'après Lieurade et al. [23], la valeur de la limite d'endurance diminue lorsque l'on passe de la flexion rotative à la flexion plane, puis à la traction - compression et enfin à la torsion.
- La contrainte moyenne : L'introduction d'une contrainte moyenne σ_m positive lors d'un essai de fatigue conduit généralement à une réduction de la résistance aux sollicitations dynamiques du matériau. Ceci se traduit par une diminution de l'amplitude de contrainte admissible σ_a lorsque la contrainte moyenne augmente [24]. Wire et al. [25] proposent de quantifier les effets de la contrainte moyenne dans un acier inox 304 à partir des courbes de consolidation cyclique.
- L'état de surface : la dénomination « état de surface » englobe plusieurs paramètres qui peuvent jouer un rôle, bénéfique ou néfaste, sur la tenue en fatigue des matériaux métalliques. Ainsi, il faut distinguer les effets :
 - Des contraintes résiduelles : la présence de contraintes résiduelles de traction, positives, auront un effet néfaste sur la tenue en fatigue du matériau tandis que des contraintes résiduelles de compression, négatives, auront tendance à jouer un rôle bénéfique en retardant l'amorçage et en diminuant les vitesses de propagation dans un acier 316 [26] par exemple. Cette diminution des vitesses de fissuration due à la

présence d'un champ de contraintes de compression est aussi observée par Wagner et al. [27]. L'effet bénéfique des contraintes résiduelles de compression peut être atténué ou même annihilé lorsque les essais sont conduits en température [27] ou lorsqu'ils induisent des déformations plastiques au sein du matériau [28]. La relaxation des contraintes résiduelles induite par la plasticité est particulièrement effective dans le domaine de la fatigue plastique. Elle est d'autant plus importante que l'amplitude de sollicitation est élevée [29]. Cet effet est plus prononcé dans le cas des matériaux ductiles pour lesquels les niveaux de déformation plastique atteints lors du cyclage peuvent être importants.

- De la rugosité : dans le domaine de la fatigue oligocyclique, l'amorçage des fissures peut se produire très rapidement et la durée de vie du matériau est alors en grande partie gouvernée par la phase de propagation. Ainsi, les effets de la rugosité sont moins importants en fatigue oligocyclique qu'en endurance. En effet, Raman et al. [30, 31] montrent que pour les faibles $\Delta\epsilon_t/2$, la durée de vie de l'acier 304LN diminue quand la rugosité augmente, alors que pour les $\Delta\epsilon_t/2$ plus élevées, la durée de vie du matériau est moins affectée par la rugosité.

- De l'érouissage en surface : la préparation des pièces (usinage, polissage, etc.) est à l'origine d'une augmentation de la densité de dislocations dans les couches superficielles du matériau. Cette augmentation de la densité de dislocations se traduit par une élévation de la dureté à la surface du matériau qui peut jouer un rôle dans les mécanismes d'amorçage ainsi que dans les premiers stades de la propagation. En effet, la présence d'une couche érouie en surface peut retarder l'amorçage des fissures mais elle peut aussi accélérer la propagation des fissures du fait de son caractère fragile, ou moins ductile qu'à cœur. De plus, Raman et al. [32] observent sur un acier 304LN pré-écroui que, dans le cas des faibles $\Delta\epsilon_t/2$, la durée de vie augmente avec le taux d'érouissage, alors que dans le cas des $\Delta\epsilon_t/2$ élevées, la durée de vie diminue lorsque le taux d'érouissage augmente.

- Des transformations de phase induites par la préparation des échantillons ou par le cyclage : ce point sera abordé dans le paragraphe I.1.3.3.

- La fréquence : généralement, l'augmentation de la fréquence entraîne une diminution de la vitesse de propagation. Shih et al. [33] proposent une loi pour rendre compte de l'effet de la fréquence de chargement sur la vitesse de propagation des fissures dans un acier inoxydable 304. En effet, les effets d'environnement, de température et autres,

sont fortement dépendants de la vitesse de déformation mais nous verrons dans le paragraphe I.3 traitant du phénomène de vieillissement dynamique, qu'il existe un effet intrinsèque de la vitesse de déformation sur le comportement mécanique du matériau.

- La température : en 1986, Belamri [34] observe sur un acier austénitique 316L sollicité en fatigue plastique sous vide une augmentation de la durée de vie à 300°C et une diminution à 600°C. Alain [35] a montré en 1993, que ce comportement est dû à des modes de déformation différents suivant la température de l'essai.
- L'environnement : Mendez [36] souligne que la durée de vie d'un acier 316L est environ deux fois plus élevée sous vide que sous air. Il montre que les sites d'amorçage ainsi que la phase de propagation sont différents entre ces deux environnements. D'autre part, il met en avant un effet bénéfique intrinsèque (sous vide) de la température qui peut être annihilé sous air à cause de l'effet néfaste de l'environnement.

Dans le cadre de cette thèse, nous nous intéresserons principalement à l'influence de la vitesse de déformation, de la température et de l'environnement sur le comportement et la durée de vie des aciers inox austénitiques en fatigue oligocyclique.

I.1.3 Mécanismes de déformation des aciers inoxydables austénitiques en fatigue oligocyclique

Il existe pour les aciers inox austénitiques et plus généralement pour les matériaux métalliques polycristallins, trois mécanismes principaux de déformation plastique :

- Le glissement des dislocations
- Le maillage
- La transformation de phase (Transformation martensitique)

I.1.3.1 Le glissement des dislocations

A basse température, la déformation plastique des métaux de structure CFC s'effectue essentiellement par glissement des dislocations. Dans le cas des matériaux à forte ou à moyenne EDE, ce sont des dislocations parfaites qui glissent sur les plans denses $\{111\}$ et dans les directions denses $\langle 110 \rangle$. Le glissement dévié est donc favorisé, le mouvement des dislocations vis est plus facile, ce qui induit une structure tridimensionnelle plus homogène. En revanche, si les alliages métalliques ont une faible EDE, les dislocations parfaites sont dissociées, on parle de dislocations partielles et elles se déplacent dans les plans denses en formant de nombreuses fautes

d'empilement. La déformation est donc planaire, localisée et fortement hétérogène. Précisons que les différences de comportement mécanique entre matériaux métalliques proviennent de la facilité qu'ont les dislocations à se scinder. En effet, quand elles sont dissociées, les dislocations perdent de leur mobilité et le matériau présente une grande faculté d'écroutissage.

Au cours du cyclage, les dislocations s'organisent en structures particulières. La nature, planaire ou tridimensionnelle, des structures formées dépend essentiellement de trois facteurs : l'EDE, l'amplitude de déformation plastique imposée et la déformation plastique cumulée [17, 37]. Des exemples d'arrangements de dislocations rencontrés dans les aciers inoxydables sont présentés sur la Figure I-9 :

1. Les enchevêtrements de dislocations, les dipôles et multipôles, que l'on observe le plus souvent aux faibles amplitudes de déformation plastiques et qui reflètent une organisation peu évoluée des structures.
2. Les murs-canaux et les labyrinthes qui représentent généralement une étape intermédiaire vers la formation cellulaire.
3. Les cellules qui forment une configuration évoluée des dislocations et que l'on rencontre généralement à forte amplitude de déformation plastique.
4. Les côtes de velours qui correspondent à une structure originale, formée de fines bandes parallèles composées d'alignements de défauts quasi ponctuels. Cette microstructure sera décrite plus en détails dans le paragraphe III.2.
5. Les alignements de dislocations, structure relativement planaire, constituée de bandes de dislocations et se distinguant des murs-canaux par le fait qu'elles ne sont pas condensées ni séparées par des canaux à faible densité de dislocations.
6. Les bandes de glissement qui sont des bandes de localisation de la déformation plastique et qui sont caractéristiques d'un glissement planaire.

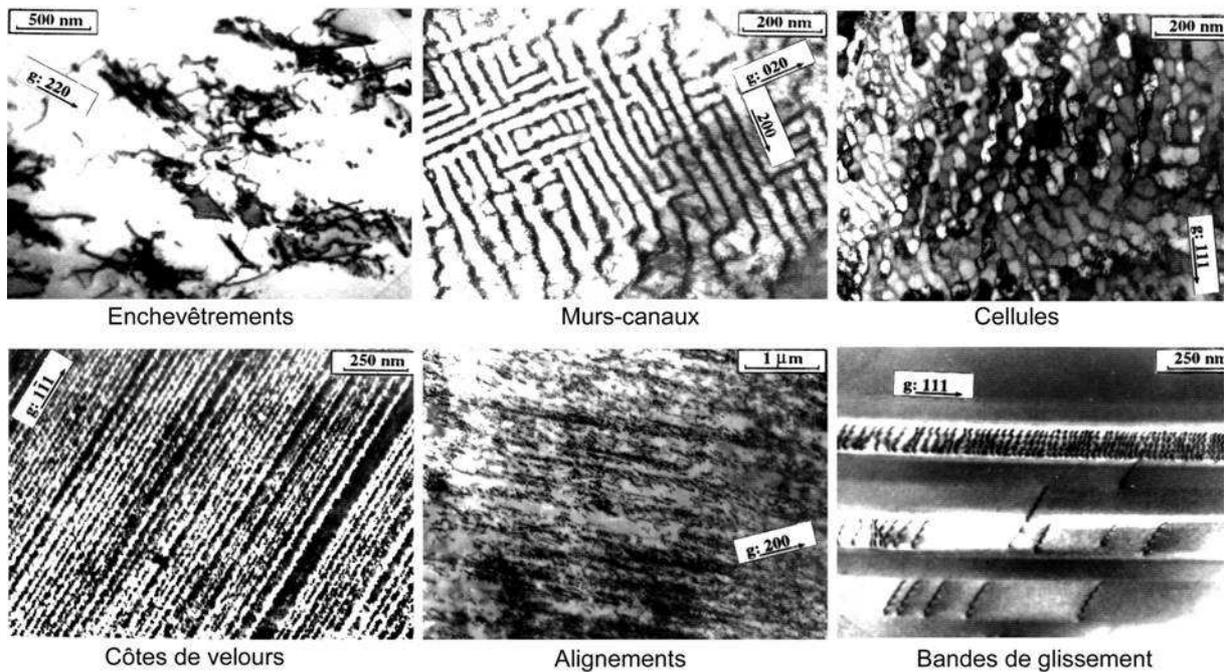


Figure I-9: Arrangements des dislocations dans un acier inox testé en fatigue

I.1.3.2 Le maclage

Il existe deux types de macles dont les origines sont différentes, mais seul le second type nous intéresse ici :

1. Les macles thermiques (macles de recuit) : Au cours de la solidification d'un métal liquide (qui se produit largement hors de l'équilibre thermodynamique) ou de la recristallisation d'un solide, la probabilité de former des macles est relativement élevée, d'autant plus que l'ÉDE du métal est faible. Ces macles sont des accidents de croissance qui se forment très facilement dans les aciers inoxydables austénitiques dans la formation des grains et pour diminuer les contraintes internes. Elles sont caractérisées par une grande épaisseur de l'ordre de quelques dizaines de micromètres, et traversent généralement la totalité des grains. En outre, ces macles thermiques n'induisent aucun cisaillement et leurs joints ne sont pas toujours cohérents avec la matrice.
2. Les macles de déformation (micromacles) : Le maclage peut également être provoqué par une déformation plastique qui engendre la formation de défauts d'empilements sur les plans $\{111\}$. Les micromacles de déformation sont bien plus fines que les macles thermiques, moins d'un micromètre d'épaisseur et ne doivent pas être confondues avec des lattes de martensite ϵ . Par ailleurs, ces macles de déformation sont dites cohérentes

car les joints de macles assurent une continuité cristallographique parfaite entre la matrice austénitique et la macle.

Le maclage est un mode de déformation qui concerne surtout les métaux à structure hexagonale compacte (HC) et quelques cubiques centrés (CC). Dans les hexagonaux, ce mode de déformation permet de compenser le manque de systèmes de glissement indépendants, tandis que dans des cristaux de plus haute symétrie, il peut intervenir à basse température, lorsque le glissement est rendu difficile par les fortes frictions de réseau [38]. Mais son apparition est de moindre importance dans le cas des matériaux ductiles qui disposent de meilleures capacités de glissement. Cependant, la déformation par maclage est également un mécanisme de déformation connu dans les aciers austénitiques [39]. En effet, ces aciers peuvent présenter une EDE assez faible qui favorise le glissement planaire des dislocations et le maclage [40].

Dans la structure CFC, il existe donc 12 systèmes de maclage, appelés variantes, car sur chacun des quatre plans denses $\{111\}$ (les plans de macles), trois directions de maclage de type $[112]$ sont accessibles. La déformation par maclage est décrite comme un cisaillement homogène d'une partie du cristal, qui n'altère ni la symétrie du cristal, ni les dimensions de la maille. Le maclage est donc une transformation à volume constant.

Il est généralement admis que le micromaclage est un mécanisme de déformation activé à basse température [41, 42], pour des niveaux de déformation élevés [43, 44] et à fortes vitesses de déformation [39, 42]. En outre, une contrainte critique est requise pour activer la déformation par maclage [41, 43, 45]. Cette contrainte critique a fait l'objet de plusieurs études [46] mais reste difficile à évaluer. Il a tout de même été montré que cette contrainte critique diminue avec : la diminution de la température, la diminution de l'EDE et l'augmentation de la vitesse de déformation [46]. Il a également été montré que la déformation par maclage dans les cristaux CFC ne se produit qu'après accumulation d'une certaine déformation plastique [40, 46].

Notons enfin que des micromacles de déformation ont tout de même été observées pour de faibles amplitudes de déformation dans un acier 316L [40, 47], même à haute température et pour de faibles vitesses de déformation [45].

De plus, une étude réalisée au CEA par Renault et al. [48] sur un acier 304L, montre d'une part, l'existence du phénomène de vieillissement dynamique entre 200°C et 400°C pour de faibles vitesses de déformation (10^{-4} et $10^{-5}.s^{-1}$) et révèle d'autre part, l'apparition de macles mécaniques. En conclusions de cette étude, l'existence de micromacles, à hautes températures et faibles vitesses de déformation, est expliquée par l'influence du vieillissement dynamique sur le

coefficient d'érouissage qui provoque une augmentation de la contrainte d'écoulement pouvant ainsi atteindre la contrainte critique d'activation du maillage.

I.1.3.3 La transformation martensitique

La transformation martensitique dans les aciers inox austénitiques peut être soit d'origine thermique (refroidissement), soit résulter d'un érouissage (contrainte ou déformation plastique). Ces deux types de transformation sont dépendants de températures caractéristiques que nous allons définir. Même si dans le cadre de notre étude, seule la transformation martensitique induite par la déformation plastique est susceptible de nous intéresser, nous présentons tout de même les différents types de martensite existants.

I.1.3.3.1. Transformation martensitique induite par refroidissement

La transformation de l'austénite γ en martensite α' , induite par refroidissement, débute à partir de la température M_s et pour $T \leq M_s$. A cette température, la force motrice chimique est suffisamment élevée pour que les embryons ou les sites de germinations préexistants dans la matrice austénitique deviennent actifs sans application de contraintes. La martensite α' obtenue apparaît sous forme de plaquettes [49] parfois décrites comme lenticulaires [7].

Différents auteurs ont établi des formules empiriques permettant d'exprimer cette température M_s à partir de la composition chimique de l'acier. On distingue ainsi l'expression proposée par Eichelman et Hull [50] et celle plus récente de Pickering [11] :

$$M_s(^{\circ}C) = 1305 - 1665(\%C + \%N) - 33(\%Mn) - 28(\%Si) - 61(\%Ni) - 42(\%Cr)$$

Équation I-3: Calcul de M_{Start} proposé par Eichelman

$$M_s(^{\circ}C) = 502 - 810(\%C) - 1230(\%N) - 13(\%Mn) - 30(\%Ni) - 12(\%Cr) - 54(\%Cu) - 6(\%Mo)$$

Équation I-4: Calcul de M_{Start} proposé par Pickering

Ainsi, pour notre acier 304L, M_s vaut selon Eichelman **-274,3°C** et selon Pickering **-131,9°C**. Ces températures sont donc très basses et très éloignées de nos températures d'essais.

I.1.3.3.2. Transformation martensitique induite par écouissage

La transformation martensitique peut également être causée par un chargement mécanique dans un intervalle de température [$M_s < T < M_d$]. On distingue alors, la martensite induite par la contrainte et celle induite par la déformation plastique.

Bolling et Richman [51, 52] ont les premiers défini la température M_s^σ , comprise entre M_s et M_d , en dessous de laquelle la germination est encore possible au sein d'un champ de contraintes. Dans l'intervalle [$M_s < T < M_s^\sigma$], le niveau de contrainte nécessaire appartient au domaine élastique et augmente avec la température puisque la force motrice chimique diminue de façon concomitante. La martensite α' assistée par la contrainte est morphologiquement semblable à la martensite induite par refroidissement [53, 54].

En revanche, au-dessus de M_s^σ et jusqu'à M_d , le mécanisme de formation et la morphologie de la martensite diffèrent, il apparaît alors de la martensite induite par déformation plastique [49, 53, 54]. En effet, à partir de la température M_s^σ , la contrainte nécessaire à la germination atteint la limite élastique et la transformation martensitique nécessite la production de nouveaux sites de germination assistée par la déformation plastique. Angel [55] et Pickering [11] ont établi des expressions reliant la température M_{d30} , correspondant à la température pour laquelle 50% de martensite est formée sous l'action d'une déformation vraie égale à 30%, à la composition chimique de l'acier :

$$M_{d30} (^{\circ}C) = 413 - 462(\%C + \%N) - 9,2(\%Si) - 8,1(\%Mn) - 13,7(\%Cr) - 9,5(\%Ni) - 18,5(\%Mo)$$

Équation I-5: Calcul de M_{d30} proposé par Angel

$$M_{d30} (^{\circ}C) = 497 - 462(\%C + \%N) - 9,2(\%Si) - 8,1(\%Mn) - 13,7(\%Cr) - 20(\%Ni) - 18,5(\%Mo)$$

Équation I-6: Calcul de M_{d30} proposé par Pickering

Ainsi, pour notre acier 304L, M_{d30} vaut selon Angel **13°C** et selon Pickering **-8°C**. Ces températures sont également inférieures à nos températures de tests.

La Figure I-10 a été réalisée par Olson et Cohen [53] suite aux travaux de Bolling et Richman. Elle résume bien les conditions de germination des deux types de martensite induits par écouissage, en fonction des paramètres pertinents que sont la température et la contrainte.

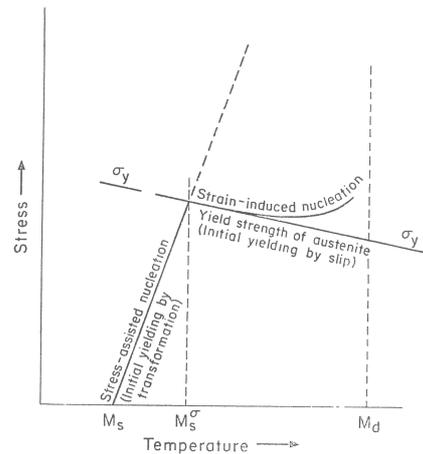


Figure I-10: Représentation schématique des modes de transformation martensitique

Différentes études sur la transformation martensitique induite par écrouissage, ont montré que la transformation $\gamma \rightarrow \varepsilon$ se fait directement et qu'elle peut servir d'intermédiaire à la formation de la phase α' : $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$ [6, 56]. D'autres chercheurs ont montré que la transformation $\gamma \rightarrow \alpha'$ peut également se produire directement [4, 49, 57-59].

La martensite ε se forme par superposition de défauts d'empilement [56, 60], dans les matériaux à faible EDE. Elle est décrite par Lecroisey et Pineau [49], comme de fines plaquettes et par Hennessy et al. [57] dans l'acier 304, comme de fines striations individuelles ou regroupées par paquets.

La martensite α' est réputée se former à l'intersection de bandes de cisaillement que sont les bandes de glissement [7], les macles, les faisceaux de défauts d'empilement ou les bandes de martensite ε et nécessite donc une déformation par glissement planaire. Osion et Cohen [60-62] proposent un mécanisme de formation de la phase α' basé sur le déplacement de dislocations partielles à l'intersection de deux systèmes de cisaillement, cf. Figure I-11. La martensite α' ainsi formée se présente sous forme de lattes. En revanche, la martensite α' apparaît sous forme de blocs, soit lorsque la transformation de l'austénite en martensite α' est directe [57, 63], soit lorsque le taux de déformation devient suffisamment élevé [64, 65].

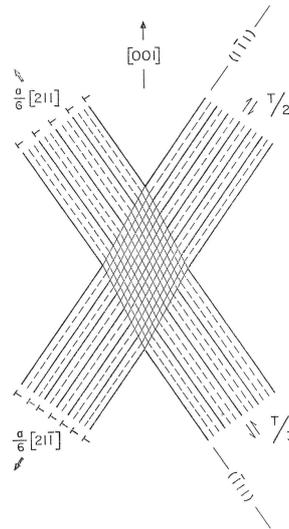


Figure I-11: Représentation schématique de l'intersection de deux bandes de cisaillement provoqué par l'arrangement de dislocations partielles de vecteur de Burgers $a/6 \langle 112 \rangle$

1.1.3.3. Transformation martensitique induite par la déformation plastique

A une température inférieure à M_d , dans une austénite stable (forte EDE), le glissement des dislocations parfaites est le mécanisme principal de déformation plastique ; il n'y a pas de martensite de déformation. Au contraire, pour une austénite instable (faible EDE), des modes de déformation tels que la transformation martensitique, le micromaclage et la dissociation de dislocations imparfaites de type Schockley deviennent compétitifs avec le glissement des dislocations parfaites. Notre acier 304L possédant une EDE intermédiaire est donc plus ou moins sensible à tous ces modes de déformation.

En effet, la transformation martensitique induite par la déformation plastique d'une austénite métastable est un véritable mode de déformation du matériau, concurrent des autres modes de déformation plastique de la phase mère : on parle de plasticité de transformation. Précisons que cette transformation martensitique se fait à une vitesse très élevée, de l'ordre de celle du son dans le matériau.

Baudry et Pineau [66] sont les premiers à avoir mis en évidence l'existence d'un seuil critique de déformation plastique au-delà duquel la transformation martensitique est susceptible de se produire. Ils ont constaté que ce seuil augmente avec la température, qui reste comprise entre M_s et M_d . Ensuite, Bayerlein et al. [63] ont travaillé sur des courbes du comportement cyclique de l'acier AISI 304L et ont établi que ce seuil d'amplitude de déformation plastique vaut $\pm 0,3\%$. En

effet, on constate sur la Figure I-12 qu'en dessous de ce seuil, la contrainte n'évolue pas à grand nombre de cycles, tandis qu'au-dessus, il apparaît un fort durcissement secondaire attribué à la formation de martensite d'écroissage. Baudry et Pineau ont également constaté que l'accumulation d'une certaine déformation plastique était nécessaire pour activer la transformation martensitique. Ceci a été confirmé ensuite par différents auteurs comme Teteruk et al. [67] ou Krupp et al. [68], sur le même type d'acier.

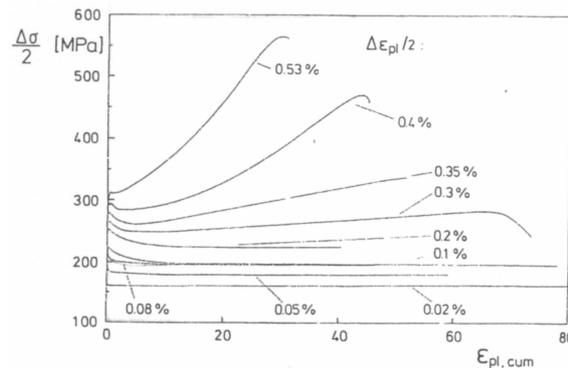


Figure I-12: Comportement cyclique à 20°C d'un acier 304L selon l'amplitude de déformation plastique imposée

Teteruk et al. [67] ont montré que le carbone stabilise l'austénite et Krupp et al. [68] ont prouvé qu'une décarburation entraîne une augmentation du taux de martensite produite comme le montre la Figure I-13. L'acier 304L est donc sensible à la transformation martensitique vu sa faible teneur en Carbone.

De plus, il a été montré que la quantité de martensite formée augmente avec : la diminution de la température ou avec l'augmentation de l'amplitude de déformation [68, 69]. La Figure I-14 ; [67] illustre bien le rôle important du niveau de déformation plastique sur la fraction volumique de martensite induite par déformation.

Enfin, lorsque la vitesse de déformation augmente, le nombre de sites de germination que sont les bandes de cisaillement augmentent et par conséquent, la fraction volumique de martensite α' est accrue [64, 69]. Cependant, une récente étude de Das et al. [59] a montré que la formation de martensite α' peut se produire à basse vitesse de déformation, sur de nombreux sites de germination (bandes de cisaillement, joints de grains, points triples), d'un acier 304LN testé en traction à température ambiante.

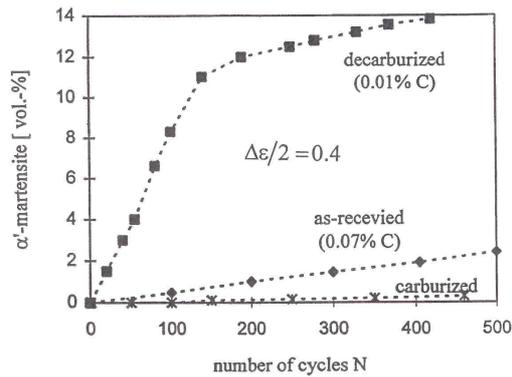


Figure I-13: Effet de la teneur en carbone sur la quantité de martensite produite par déformation à 20°C dans un acier AISI 304

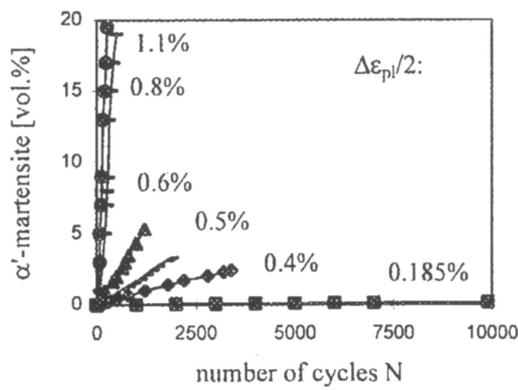


Figure I-14: Influence de l'amplitude de déformation plastique sur la fraction volumique de martensite formée dans un acier AISI 304L

La transformation martensitique induite par déformation plastique est donc tributaire de : la température, la composition chimique de l'acier (dont dépend entre autres l'EDE), l'amplitude et la vitesse de déformation. Pour détecter la martensite, différentes techniques sont possibles :

- Moyens de contrôle non destructif : Ultra Sons, Emission Acoustique ou Courants de Foucault, qui ont été utilisés dans la thèse de Shaira [70] avec plus ou moins d'efficacité.
- Moyens de contrôle destructif : Diffraction des Rayons X ou Magnétomètre de haute précision SQUID (Superconducting Quantum Interface Device).

1.1.3.3.4. Influences en fatigue de la transformation martensitique induite par déformation

Dans les aciers inox austénitiques métastables, il est parfois constaté que la transformation martensitique induite par la déformation plastique se produit en pointe de fissure [57, 71-73].

Pour Bathias et Pelloux [71], la présence de martensite en pointe de fissure est bénéfique pour la tenue en fatigue, car son effet durcissant permet de réduire la composante plastique de la déformation.

Quant à Hennessy et al. [57], Hornbogen et al. [72], et Stolarz et al. [73], ils expliquent cet effet bénéfique de la martensite α' sur la tenue en fatigue par le changement de volume engendré par la transformation martensitique qui introduit des contraintes résiduelles de compression ayant tendance à retarder la croissance des fissures. Ces derniers observent de plus, que l'activité du glissement en surface est limitée dans le cas où la martensite α' est présente dans les couches superficielles.

Un mécanisme particulier de propagation des fissures courtes est décrit et schématisé par Stolarz et al. [73]. La Figure I-15 montre qu'après s'être amorcée sur un îlot de martensite, la fissure se propage dans la zone précédemment transformée, perpendiculairement à l'axe de sollicitation, jusqu'à atteindre un joint de grain. Si celui-ci est désorienté par rapport à la direction de propagation, la fissure courte s'arrête. Lorsque la transformation de la zone intergranulaire est achevée, la fissure repart sans changer d'orientation jusqu'au prochain joint de grain ... Ce mécanisme de propagation associé à une transformation martensitique permet dans une certaine mesure d'améliorer la résistance du matériau à la déformation cyclique, car une partie de l'énergie disponible pour la fissuration est alors dissipée par la transformation martensitique. Néanmoins, pour des teneurs élevées de martensite, il est plus probable qu'une fissure courte rencontre une zone déjà transformée, ce qui limite l'influence bénéfique de la transformation martensitique.

De plus Hennessy et al. [57], montrent dans des aciers 301 et 304, que pour une amplitude de déformation plastique supérieure à $\pm 0,4\%$, la transformation martensitique a un effet néfaste sur la durée de vie en fatigue car la fissure se propage alors dans une matrice d'austénite et de martensite, or la martensite est plus dure et moins ductile que l'austénite et par conséquent, la propagation à travers la phase martensitique est plus rapide [72].

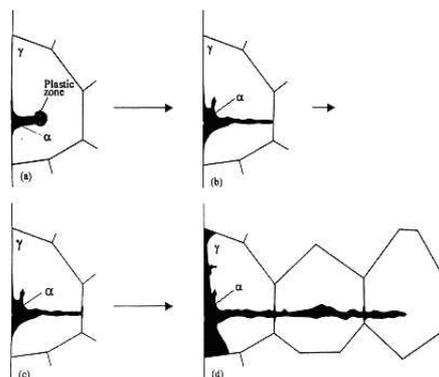


Figure I-15: Mécanisme de propagation d'une fissure courte dans un acier inox austénitique métastable

Nous avons donc vu que la transformation martensitique induite par la déformation ne peut se produire qu'à basse température, inférieure à M_d et pour de hauts niveaux de déformation plastique. Cependant Garcia [74] montre dans sa thèse, qu'une transformation martensitique se produit dans un acier 304L testé en fatigue plastique, pour de faibles amplitudes de déformation totale imposée : pour $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.10$ et $\pm 0.15\%$ à 20°C et pour $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.10\%$ à 300°C . A 20°C , des blocs de martensite α' sont observés à la croisée des systèmes de glissement et à 300°C , des lattes de martensite α' sont présentes aux intersections des structures Corduroy. Considérant les données de la littérature, l'observation de martensite à 300°C est surprenante. De plus, l'amplitude de déformation où elle apparaît est ici bien inférieure au seuil de déformation plastique fixé par Bayerlein à $\pm 0.30\%$. Garcia suggère que le mécanisme de cisaillement croisé existant aux intersections de deux structures Corduroy est suffisamment important pour engendrer cette transformation de phase.

I.1.4 Mécanismes d'endommagement des aciers inoxydables austénitiques en fatigue oligocyclique

D'un point de vue endommagement physique, la durée de vie en fatigue d'un matériau peut être décomposée en trois étapes successives :

1. Apparition de modifications microstructurales qui engendrent un dommage irréversible,
2. Amorçage de microfissures qui croissent et coalescent pour former des fissures principales,
3. Propagation de la fissure principale jusqu'à la rupture de l'échantillon.

On considère plus simplement que la durée de vie d'un matériau est constituée de la phase d'amorçage et de la phase de propagation des fissures. En fatigue oligocyclique, la durée de vie est essentiellement dépendante de la phase de propagation car les déformations plastiques imposées entraînent un amorçage rapide des fissures. Pour exemple, Magnin [75] a observé sur un acier inoxydable 316L sollicité à $\Delta\epsilon_p/2=2.10^{-3}$ qu'une population de fissures s'amorce en surface après un nombre de cycles correspondant à 10% de la durée de vie totale. En Fatigue - Endurance, la phase d'amorçage peut en revanche représenter jusqu'à 90% de la durée de vie.

I.1.4.1 Modifications microstructurales

Durant le cyclage, les dislocations se multiplient et peuvent s'arranger en une structure particulière dite « en échelle », caractéristique des Bandes de Glissement Persistantes (BGP), cf. Figure I-9. Ces BGP émergent à la surface du matériau et sont observables comme sur la Figure I-16. Elles sont appelées ainsi car même après recuit ou polissage, on les retrouve dès que l'on cycle à nouveau le matériau [14, 76-78]. Une partie de la déformation plastique est assurée par glissement dans ces bandes où se forment des extrusions et des intrusions comme illustré sur la Figure I-17, mais également des marches parallèles aux systèmes de glissement activés.

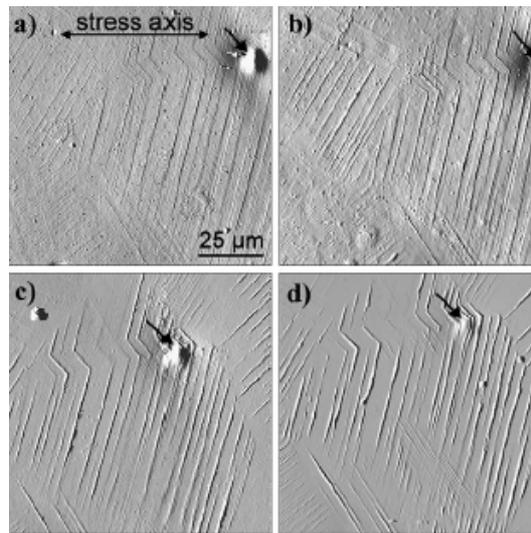


Figure I-16: Evolution des bandes de glissement à la surface d'un acier 316L testé en fatigue à $\Delta\epsilon_p/2=\pm 2.10^{-3}$, après : a) 50 cycles; b) 500 cycles; c) 5000 cycles; d) 20000 cycles; [78]

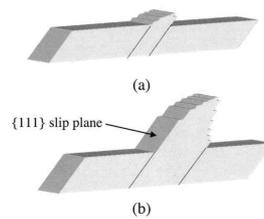


Figure I-17: Représentation schématique de a) petites et b) grandes extrusions à la surface d'un métal déformé[77]

I.1.4.2 Amorçage des fissures

Les BGP sont donc le siège d'une localisation de la déformation plastique et constituent ainsi des sites préférentiels d'amorçage des fissures de fatigue [79, 80], comme le montre la Figure I-18.

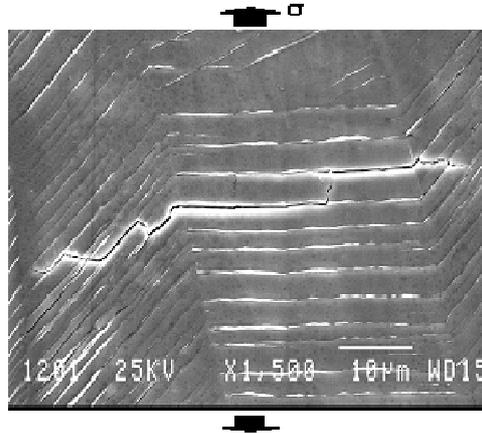


Figure I-18: Amorçage de fissures sur des BGP (Fissures transgranulaires) dans un acier 316L testé en fatigue sous air à 20°C et $\Delta\epsilon_p/2=\pm 2.10^{-3}$ [80]

Cependant, il existe d'autres sites d'amorçage tels que les Joints de Grains (JG) [81], les joints de macles (JM) [80, 82], cf. Figure I-19, ou les défauts (inclusions, porosités ou inhomogénéités) [20] qui correspondent à des sites d'incompatibilité de déformation plastique.

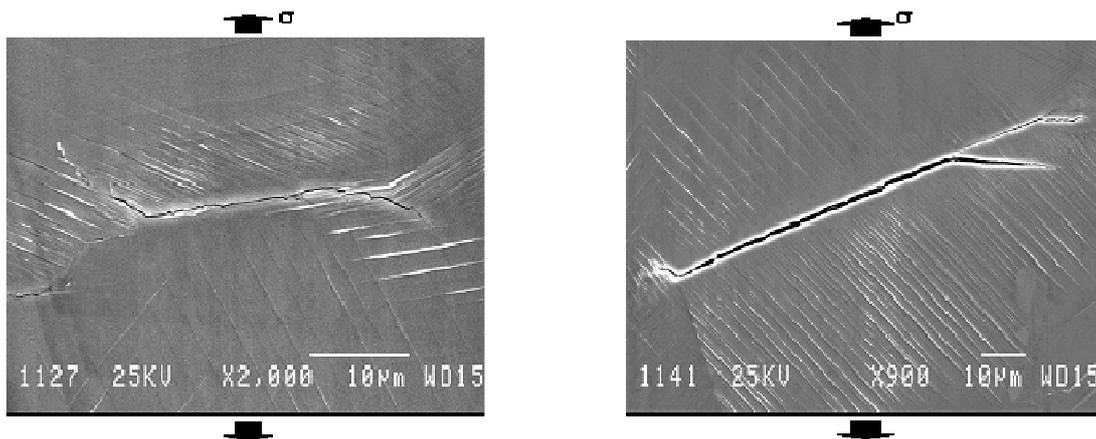


Figure I-19: Amorçage de fissures dans un acier 316L testé en fatigue sous air à 20°C et $\Delta\epsilon_p/2=\pm 2.10^{-3}$; a) Fissure Intergranulaire sur un Joint de Grain ; b) Fissure sur un Joint de Macle Thermique [80]

Hors effets de l'état de surface, la proportion de chacun de ces sites d'amorçage dépend essentiellement de l'amplitude de sollicitation, de la température, de l'environnement et de la microstructure du matériau :

- L'environnement influence fortement l'amorçage des fissures de fatigue [83, 84]. Par exemple, Mendez et al.[85] ont montré dans du Cuivre sollicité en fatigue, que la fissuration sous air s'effectue dans les BGP à faible amplitude de déformation et dans les JG à haute amplitude, alors que sous vide, l'amorçage des fissures s'effectue toujours aux JG quel que soit le niveau de déformation imposé. Ces résultats obtenus sur le Cuivre sont difficilement généralisables à l'ensemble des matériaux car les couplages entre plasticité cyclique et environnement sont nombreux et complexes. On peut citer de manière non exhaustive différents mécanismes pour tenter d'expliquer l'action de l'environnement sur l'amorçage des fissures de fatigue :
 - Des auteurs comme Srinivasan [86], évoquent une réversibilité du glissement amoindrie par l'adsorption de molécules de gaz en surface, ce qui facilite l'apparition de fissures transgranulaires.
 - D'autres comme Chene [87] ou Donovan [88] montrent une fragilisation du matériau due au transport d'Hydrogène par les dislocations. D'autres espèces fragilisantes peuvent être transportées dans les bandes de glissement. Précisons que la présence d'Hydrogène peut avoir d'autres conséquences sur les mécanismes de déformation et d'endommagement du matériau, cf. paragraphe I.2.3.3.
 - Snowden [89] ou Nieh [90] expliquent que la diffusion d'oxygène dans les JG proches de la surface peut faciliter l'apparition de fissures intergranulaires. En effet, l'interaction métal/oxygène entraîne une diminution de l'énergie des JG qui se fissurent plus vite.
 - Enfin, Greenfield et al. [91] incriminent la couche d'oxyde formée en surface. Ils expliquent qu'il existe des « forces images » dont la nature et l'intensité résultent de la différence de caractéristiques mécaniques entre le métal et la couche d'oxyde. Selon la valeur de cette force image, les dislocations sont repoussées à cœur ou au contraire, attirées vers la surface favorisant ainsi la formation de fissures.

- La température exerce également une grande influence sur l'amorçage des fissures de fatigue. En effet, à haute température, la fissuration est majoritairement intergranulaire [84] alors qu'aux températures cryogéniques, les fissures s'amorcent essentiellement dans les BGP ou dans les JM [92, 93].

- Les effets respectifs de la déformation plastique, de la température et de l'environnement sont difficiles à découpler car le type et la densité des fissures créées, ainsi que la durée de vie du matériau sont affectés par chacun de ces facteurs. Si l'on souhaite étudier les effets intrinsèques des paramètres clefs, il est nécessaire de se placer sous vide ou dans une atmosphère neutre vis-à-vis des effets d'environnement. Les travaux de Belamri, Alain et Mendez évoqués précédemment, montrent que pour un acier 316L, la fissuration sous vide est plutôt transgranulaire jusqu'à environ 400°C puis intergranulaire jusqu'à 600°C. Parallèlement, les densités de fissures diminuent de 20 à 300°C puis réaugmentent jusqu'à 600°C [35, 94]. La densité de fissures croît également avec l'amplitude de déformation plastique imposée et la valeur minimale observée à 300°C est accompagnée d'une durée de vie maximale. Ceci a été expliqué par un mécanisme de déformation plus planaire à 300°C alors qu'il est plutôt dévié à 20 et 600°C. Ainsi, le caractère plus planaire du glissement modifie les conditions d'émergence des bandes en surface, ce qui a un effet bénéfique sur la résistance à l'amorçage des microfissures. L'effet bénéfique de la température de 300°C sur la durée de vie sous vide est compensé sous air par un effet d'environnement accru à 300°C par rapport à l'ambiante.

Il est important de noter que la notion d'amorçage reste subjective car les ingénieurs qui travaillent le plus souvent sur structures et qui disposent d'outils de détection moins fins, considèrent une fissure comme amorcée, quand elle atteint une longueur de plusieurs centaines de micromètres ou une profondeur supérieure au millimètre. Au contraire, le chercheur peut considérer que la phase d'amorçage se limite à la création de fissures longues d'une dizaine de micromètres.

En fatigue oligocyclique où l'amorçage des fissures se produit essentiellement en surface et de façon transgranulaire, Magnin [95] classe les fissures en quatre types selon leur longueur en surface, cf. Figure I-20. Les fissures de type I se sont amorcées dans les bandes de glissement et leur longueur en surface est inférieure à la taille d'un grain. La croissance des fissures de type I vers le type IV s'effectue par coalescence et/ou croissance cristallographique. Pour cet auteur, l'amorçage est réalisé lorsqu'il existe une fissure de type IV, c'est-à-dire une fissure dont la profondeur est au moins égale à la taille de grain. A partir de cette longueur ou profondeur critique, cette seule fissure se propage en volume et conduit à la rupture de la pièce.

Dans le cas d'une fissuration intergranulaire, d'autres auteurs [96] classent les fissures selon le nombre de segments de joints successifs fissurés. La connaissance d'une longueur moyenne de JG permet alors d'évaluer la longueur de la fissure en surface.

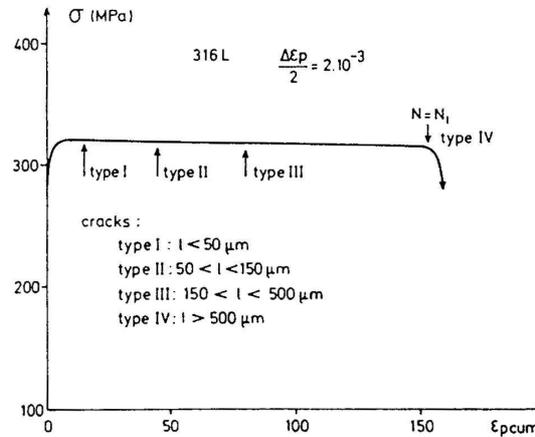


Figure I-20: Microfissuration de surface dans un acier 316L au cours d'un essai de fatigue sous air à 20°C, $\Delta\epsilon_p/2=\pm 2.10^{-3}$ et $d\epsilon/dt=10^{-2}s^{-1}$; ($\epsilon_{p,cum}=2.\Delta\epsilon_p.N$)

I.1.4.3 Propagation des fissures

Quel que soit le critère d'amorçage retenu, la propagation des fissures transgranulaires, en chargement cyclique uniaxial, s'effectue en deux temps, comme le montre la Figure I-21 :

- Le stade I : la fissure se propage selon les plans dans lesquels la contrainte de cisaillement est maximale, c'est-à-dire ceux dont la normale fait globalement un angle de 45° avec l'axe de sollicitation. Ce stade est qualifié de régime cristallographique car la propagation dépend des barrières microstructurales que rencontre la fissure qui peut ralentir et même s'arrêter et qui ne parcourra que quelques grains. Ce stade se produit dans la région A du diagramme bilogarithmique da/dN vs. ΔK présenté Figure I-22. Précisons que le terme « stade I » s'applique en général aux monocristaux. Dans le cas des polycristaux testés sous vide, on utilise généralement le terme « pseudo-stade I ». Par abus de langage, ce dernier est également utilisé sous air.
- Le stade II : la fissure se propage dans un plan globalement perpendiculaire à la contrainte appliquée. La vitesse de fissuration est ici généralement représentée par la loi de Paris-Erdogan [97] (Régime de Paris = Région B de la Figure I-22) :

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

Équation I-7: Loi de Paris-Erdogan

$$\text{Avec : } \Delta K = Y.\Delta\sigma.\sqrt{\pi.a}$$

Équation I-8: Amplitude du facteur d'intensité de contrainte selon Irwin

Les paramètres **C** et **m** dépendent du matériau et des conditions de sollicitation. **ΔK** correspond à l'amplitude de variation du Facteur d'Intensité de Contrainte (FIC) introduit par Irwin [98] dans le cadre de la mécanique linéaire élastique de la rupture. **Y** correspond au facteur de forme de la fissure, **Δσ** représente l'amplitude de contrainte appliquée lors du chargement et **a** définit la profondeur de la fissure.

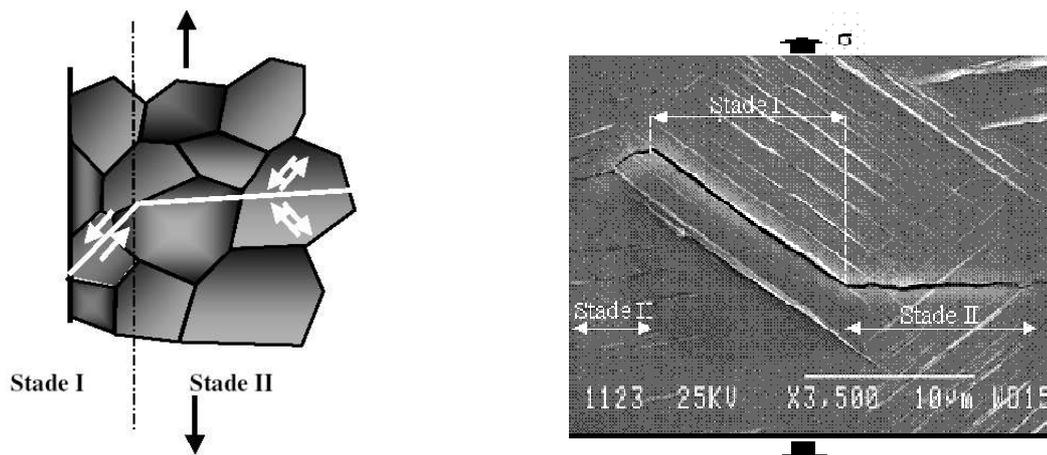


Figure I-21: Passage du stade I au stade II de propagation d'une fissure de surface ; a) Schéma [12] et b) Micrographie réalisée sur un acier 316L testé 6000 cycles sous air à 20°C et $\Delta\varepsilon_p/2=\pm 2.10^{-3}$ [80]

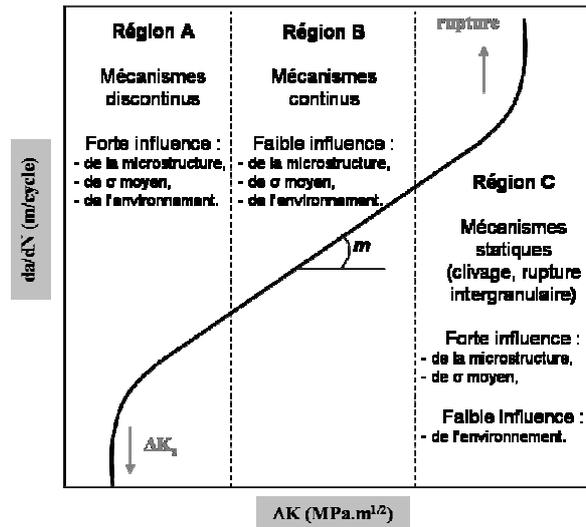


Figure I-22: Diagramme bilogarithmique da/dN vs. ΔK décrivant les trois régimes de vitesse de fissuration en fatigue d'un alliage métallique

Selon le type de fissure considérée, longue ou courte, Obrtlík [99] propose de représenter leurs vitesses de propagation sur le schéma de la Figure I-23. On constate alors, que les fissures dites « courtes » se propagent plus vite que les fissures « longues » pour les faibles valeurs de ΔK inférieures à ΔK_{th} . Nous reviendrons sur ce point dans le Chapitre IV.

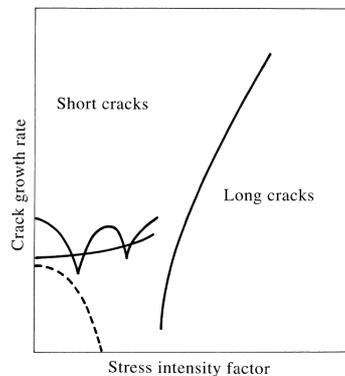


Figure I-23: Représentation schématique des vitesses de propagation des fissures longues ou courtes

Précisons qu'il existe de nombreuses lois de propagation des fissures ainsi que d'autres expressions du facteur d'intensité de contrainte ou du facteur de forme. Nous travaillons sur éprouvettes cylindriques et non pas sur éprouvettes CT (Compact Tension) ou CCT (Center Crack Tension). Dans le cas de fissures semi-elliptiques présentes à la surface d'un barreau cylindrique, cf. Figure I-24, Carpinteri [100, 101] a défini le facteur de forme Y , comme un polynôme d'ordre 3 dépendant du rapport a/b qui définit la forme du front de fissure et du rapport a/D qui représente la profondeur relative de la fissure, cf. Tableau I-1.

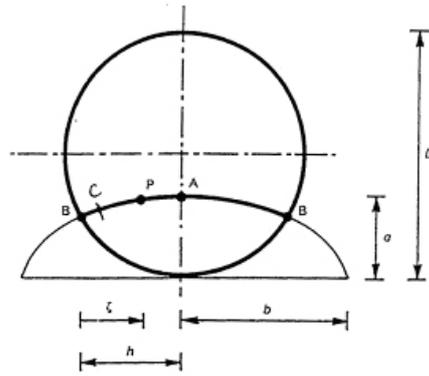


Figure I-24: Paramètres géométriques du front de fissure semi-elliptique

Rapport a/b	Equation du facteur de forme Y
0 (front droit)	$Y = 0,9556 + 1,6117 \frac{a}{D} - 4,9012 \left(\frac{a}{D}\right)^2 + 17,166 \left(\frac{a}{D}\right)^3$
0.2	$Y = 0,8843 + 1,4822 \frac{a}{D} - 3,3427 \left(\frac{a}{D}\right)^2 + 14,34 \left(\frac{a}{D}\right)^3$
0.4	$Y = 0,8473 + 1,31 \frac{a}{D} - 3,2055 \left(\frac{a}{D}\right)^2 + 13,954 \left(\frac{a}{D}\right)^3$
0.6	$Y = 0,8175 + 1,2585 \frac{a}{D} - 3,029 \left(\frac{a}{D}\right)^2 + 11,684 \left(\frac{a}{D}\right)^3$
0.8	$Y = 0,7605 + 1,1383 \frac{a}{D} - 3,2445 \left(\frac{a}{D}\right)^2 + 9,467 \left(\frac{a}{D}\right)^3$
1 (front semi-circulaire)	$Y = 0,643 + 0,986 \frac{a}{D} - 1,357 \left(\frac{a}{D}\right)^2 + 4,172 \left(\frac{a}{D}\right)^3$

Tableau I-1: Equations du facteur de forme Y, définies par Carpinteri pour différents rapports a/b

La plupart des expressions du FIC ne concernent la propagation que d'une seule fissure et nécessitent des facteurs correctifs lorsque plusieurs fissures se propagent. Shu et al. [102, 103] ont calculé les FIC pour différentes configurations de fissures parallèles dans une plaque. Ils ont montré que selon la taille et la position des fissures, le FIC peut être réduit en raison d'un « effet d'écran ». Noda et al. [104] ont étudié les variations du FIC le long des fronts de deux fissures coplanaires. Ils ont montré que l'effet d'interaction est négligeable quand l'espacement entre les deux fissures est supérieur à la longueur de la plus petite d'entre elles.

I.2. La Fatigue Oligocyclique en milieu eau primaire REP

I.2.1 Le milieu eau primaire REP

I.2.1.1 Classification des réacteurs nucléaires

Une centrale nucléaire est destinée à produire de l'électricité à partir d'un combustible nucléaire. Cependant, même si le principe de fonctionnement est identique dans toutes les centrales nucléaires, il existe plusieurs familles de réacteurs, que l'on appelle filières. Quatre constituants principaux sont nécessaires pour concevoir un cœur de réacteur :

1. Un combustible dans lequel se produit la fission :
 - Oxyde d'uranium naturel, plus ou moins enrichi,
 - Mélange d'oxydes Uranium - Plutonium,
 - Thorium, etc ...
2. Un fluide caloporteur qui transporte la chaleur hors du réacteur :
 - Eau pressurisée,
 - Eau bouillante,
 - Gaz (Hélium),
 - Métal liquide (Sodium, Plomb),
 - Sels fondus.
3. Un modérateur qui permet de ralentir les neutrons :
 - Eau,
 - Eau lourde,
 - Graphite,
 - Ou absence de modérateur dans le cas d'un réacteur à neutrons rapides.
4. Des barres de commande qui contrôlent la réaction en chaîne par absorption de neutrons.
 - Cadmium,
 - Gadolinium,
 - Bore.

Parmi toutes les combinaisons possibles entre les différents combustibles, caloporteurs ou modérateurs, seules certaines ont été retenues et ont donné lieu à des réalisations industrielles. Les principales familles de réacteurs sont décrites dans le Tableau I-2.

Filière de réacteur nucléaire	Types (classification internationale)	Combustible	Caloporteur	Modérateur	Proportion du total
Uranium naturel graphite gaz	GCR: Gas cooled reactor	Uranium naturel	« CO ₂ »	Graphite	epsilon %
	AGR Magnox: Advanced gas cooled reactor	UO ₂ enrichi			0,5 %
Eau lourde	HWGCR: Heavy water gas cooled reactor	UO ₂ naturel	« CO ₂ »	Eau lourde	epsilon %
	HWLWR: Heavy water light water reactor	UO ₂ naturel	Eau légère		epsilon %
	SGHWR: Sodium gas heavy water reactor	Uranium naturel	Sodium, « CO ₂ »		epsilon %
Réacteur à eau sous pression (REP)	PWR : Pressurized water reactor	UO ₂ enrichi	Eau légère	Eau légère (pressurisée)	67,4 %
	WWER: Pressurized water power reactor	UO ₂ enrichi			
Réacteur à eau bouillante (REB)	BWR : Boiling Water Reactor	UO ₂ enrichi	Eau légère (bouillante)	Eau légère (bouillante)	22,5 %
	ABWR: Advanced Boiling Water Reactor	UO ₂ enrichi			
	ESBWR: Economic Simplified Boiling Water Reactor	UO ₂ enrichi			
Réacteurs RBMK (RBMK)	LWGR (RBMK): Light water graphite reactor	U faiblement enrichi	Eau légère bouillante	Graphite	3,4 %
CANDU	PHWR: Pressurized heavy water reactor	UO ₂ naturel ou faiblement enrichi	Eau légère	Eau lourde	6,1 %
Haute température (HTR)	HTGR : High temperature gas cooled reactor	UO ₂ moyennement enrichi	Hélium	Graphite	epsilon %
Surgénérateurs (RNR)	FBR : Fast breeder reactor	PUO ₂ , UO ₂	Sodium	Aucun	epsilon %

Tableau I-2: Familles de réacteurs nucléaires dans le monde [source : CEA]

Nous ne nous intéressons dans le cadre de la thèse qu'aux réacteurs LWR (Light Water Reactor) et principalement aux réacteurs PWR (Pressurized Water Reactor).

I.2.1.2 Les réacteurs dits « PWR » ou « REP »

Dans la famille des LWR utilisant de l'eau comme caloporteur, on distingue deux sous-familles : les BWR (Boiling Water Reactor) et les PWR. La filière des PWR est la plus répandue dans le monde. Ces réacteurs produisent environ la moitié de l'électricité mondiale d'origine nucléaire [source : CEA]. En France, les 58 réacteurs nucléaires encore en activité, sont des PWR : 34 délivrent une puissance de 900 MWe (mégawatts électriques), 20 une puissance de 1 300 MWe et 4 une puissance de 1 450 MWe.

On peut s'apercevoir sur la Figure I-25 qu'une grande variété d'alliages métalliques (Zircaloy, Inconel, Aciers ...) est utilisée dans les systèmes PWR. Les différents aciers inoxydables utilisés dans les systèmes PWR sont listés dans le Tableau I-3.

Nous ne nous intéressons dans cette étude, qu'aux aciers inoxydables austénitiques et plus particulièrement à l'acier 304L utilisé pour la fabrication de tuyauteries du système de refroidissement du circuit primaire des centrales PWR.

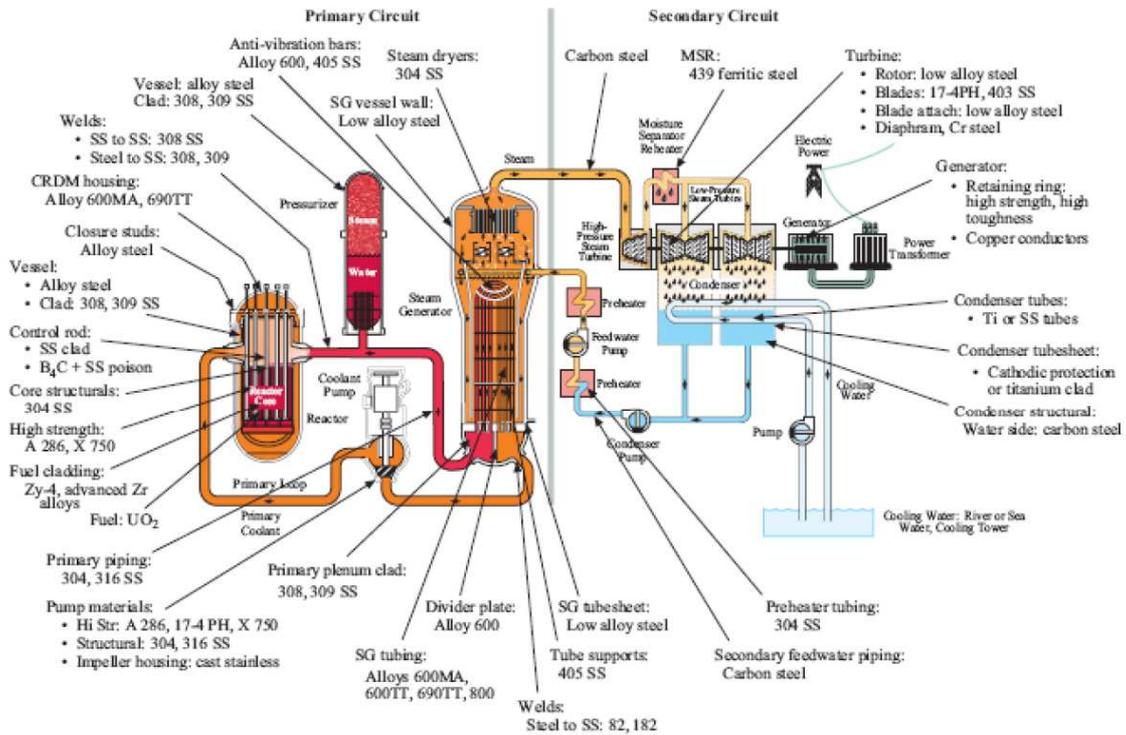


Figure I-25: Alliages métalliques utilisés dans le système PWR [105]

	Type 304L	Type 316	Type 321	Type 347	Type 308L	Type 309L	A-286	17-4PH
Carbon								
Manganese	≤2.0	≤2.0	≤2.0	≤2.0	≤2.0	≤2.0	≤2.0	≤1.00
Silicon	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.00
Chromium	18-20	16-18	17-19	17-19	19-21	22-24	12-15	15-17.5
Nickel	8-12	10-14	9-12	9-13	10-12	12-15	24-27	3.0-5.0
Molybdène		2.0-3.0					1.00-1.50	
Phosphore	≤0.045	≤0.045	≤0.045	≤0.045	≤0.045	≤0.045	≤0.040	≤0.040
Sulfure	≤0.030	≤0.030	≤0.030	≤0.030	≤0.030	≤0.030	≤0.030	≤0.030
Autres éléments			Ti >5C	Nb+Ta >10C			Ti 1.55-2.00 Al ≤0.35 V 0.10-0.50	Cu 3.0-5.0 Nb+Ta 0.15-0.45

Tableau I-3: Variétés d'aciers inox présents dans le système PWR ; (pourcentage massique des éléments d'alliage à l'exception du Carbone) [105]

I.2.1.3 Les caractéristiques du milieu eau primaire REP

On peut observer sur la Figure I-26, les différents environnements auxquels sont soumis les matériaux constitutifs du système PWR, dans le circuit primaire et dans le circuit secondaire.

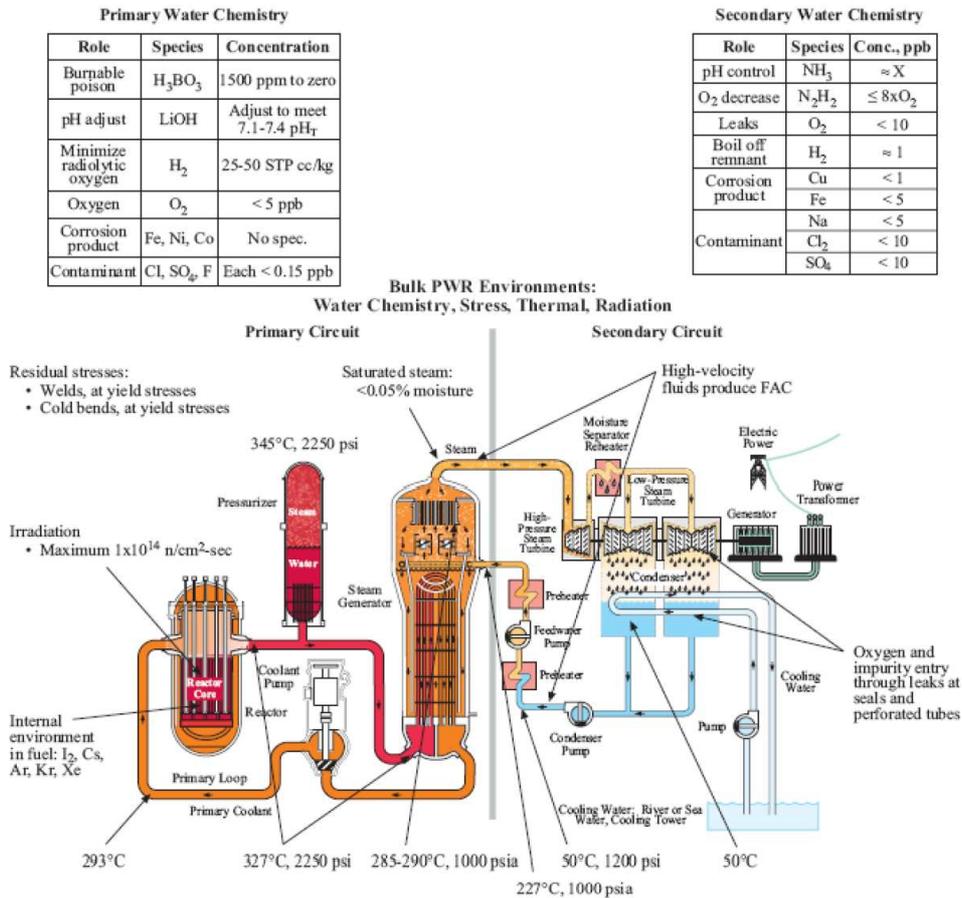


Figure I-26: Environnements présents dans le système PWR [105]

Le **milieu eau primaire REP** circulant dans la boucle primaire afin d'assurer le refroidissement du réacteur, est maintenu à une **température d'environ 300°C** pour une **pression d'environ 140bars** et possède des **caractéristiques physico-chimiques très précises** : il est constitué d'eau déminéralisée et désoxygénée avec un PH optimum légèrement alcalin. Pour contrôler la réaction neutronique, de l'Acide Borique est utilisé (acide faible) car il possède une section de capture des neutrons importante, une solubilité élevée ainsi qu'une bonne stabilité physique et chimique. Pour neutraliser l'acide borique et rester dans un milieu légèrement alcalin, de la Lithine est ajoutée. Enfin, pour éliminer les espèces oxydantes produites par la radiolyse de l'eau, de l'Hydrogène est dissous dans le circuit.

Les caractéristiques physico-chimiques du milieu eau primaire REP utilisé au Creusot pour nos essais, sont présentées dans le Tableau I-4.

Oxygène dissous	< 0.01 mg/Kg
Hydrogène	25-35 ml/kg
Chlorures, Fluorures, Sulfates	<0.05 mg/Kg
Bore	1000 ppm \pm 10% (Par additions d'acide borique)
Lithium	2 ppm \pm 10%.
Conductivité électrique	2-40 μ S/cm
PH	[7 – 10]

Tableau I-4: Caractéristiques physico-chimique du milieu eau primaire REP utilisé pour les essais de fatigue effectués au centre technique d'AREVA au Creusot

I.2.2 Les enjeux industriels

L'évaluation des effets du milieu eau primaire REP sur la tenue en fatigue des composants de centrales nucléaires est de première importance tant pour les constructeurs au niveau de la conception des réacteurs que pour les exploitants au niveau des normes de sécurité et des prolongations de durées d'exploitation. Ainsi, de très nombreuses campagnes d'essais de fatigue ont été menées dans le monde, particulièrement au Japon, aux Etats-Unis ou en Europe et la compilation de tous ces résultats conduit à l'établissement de nouvelles règles de conception prenant en compte les effets d'environnement qui peuvent varier d'un pays à l'autre.

I.2.2.1 Historique des études Japonaises et Américaines, de 1980 à 2004

Dans les années 80's, de nombreux résultats de fatigue à déformation imposée en milieu eau LWR ont été générés au Japon par **MHI** (Mitsubishi Heavy Industries), **IHI** (Ishikawajima-Harima Heavy Industries) et d'autres compagnies. A l'aide de ces données, Makoto Higuchi et al. [106] ont développé des équations permettant d'estimer la durée de vie en fatigue dans cet environnement, pour diverses conditions, en se basant sur des relations expérimentales entre durée de vie et certains paramètres comme la vitesse de déformation, la température et le taux d'oxygène dissous. Ces résultats ont été présentés au **SGFS** (Sub-Group on Fatigue Strength) au cours de différentes réunions **ASME** (American Society for Mechanical Engineers) aux Etats-Unis en Décembre 1988.

Aux vues de ces informations, l'**US NRC** (United States Nuclear Regulatory Commission) a demandé en 1991 dans le cadre du renouvellement des licences d'exploitation des centrales nucléaires, d'évaluer l'endommagement par fatigue des composants de réacteurs en incluant les

effets d'environnement LWR. Précisons que l'US NRC se substituait ainsi aux pratiques du code ASME.

En 1991, à la demande de l'ASME, l'**US PVRC** (Pressure Vessel Research Council) mis en place un nouveau comité **CLEE** (Committee on Cyclic Life and Environmental Effects) dans le but d'établir de nouvelles procédures d'évaluation du dommage par fatigue des matériaux utilisés en milieu LWR. La plupart des données japonaises ont été à cette occasion communiquées au CLEE du PVRC. Ainsi, dans les années 90's, l'**ANL** (Argonne National Laboratory) [107], [108] a établi des modèles de prédiction de la durée de vie en fatigue en milieu LWR puis l'**EPRI** (Electric Power Research Institute) a publié en 1995, (cf. rapport TR-105759 [109]), de nouvelles règles pour l'évaluation de facteurs d'effets d'environnement en milieu eau LWR afin d'estimer la durée de vie en fatigue des composants réacteurs. L'EPRI a ensuite engagé un projet **MRP** (Materials Reliability Program) concernant également la prise en compte des effets d'environnement LWR en fatigue et a publié en 2002, différents rapports.

S'appuyant sur toutes ces données et tous les modèles proposés par le CLEE, Van Der Sluys a publié en 2004 un rapport du PVRC sous la référence **WRC** (Welding Research Council) Bulletin 487 [110] dont les conclusions sont différentes de celles des documents MRP.

Pour conclure sur les travaux menés aux Etats-Unis, les sous comités du code ASME ont donc débuté en 1999, un travail visant à établir différents codes cases pour la prise en compte des effets de l'environnement eau LWR sur la tenue en fatigue des composants réacteurs. Ces nouvelles règles ont été discutées puis adoptées en 2010 mais ces activités continuent aujourd'hui encore au sein des sous groupes de travail ASME.

Au Japon, en parallèle des études entreprises aux Etats-Unis, le projet **EFD** (Environmental Fatigue Data) du **TENPES** (Thermal and Nuclear Power Engineering Society) conduit de 1993 à 1995 et financé par les exploitants ainsi que le projet **EFT** (Environmental Fatigue Tests) de la **JAPEIC** (Japan Power Engineering and Inspection Corporation) conduit de 1994 à 2004 et financé par le gouvernement Japonais ont généré de nombreux résultats de fatigue dans différentes conditions d'essais. Ces données concernent les alliages métalliques soudés ou non suivants : Aciers au Carbone, Aciers faiblement alliés, Aciers inoxydables et alliages base Nickel. De nombreux papiers concernant l'évaluation du dommage par fatigue en milieu LWR ont alors été publiés.

En Septembre 2000, le **MITI** (Ministry of International Trade and Industry) Japonais a édité un guide d'évaluation du dommage et de la réduction de durée de vie occasionnée en fatigue par les effets d'environnement eau LWR. Ce guide est d'application au cas des composants de réacteurs

dont les durées de vie sont supérieures à 30 ans [111]. En Juin 2002, le TENPES a publié les directives permettant d'évaluer, dans les centrales nucléaires Japonaises, les effets d'environnement en fatigue [112]. Dans ce rapport, les expressions du facteur d'effet d'environnement F_{en} , sont celles établies par le MITI.

En 2003, le comité EFT a proposé des corrections [113] aux expressions proposées par le TENPES. Les équations pour le calcul du facteur F_{en} pour les aciers inoxydables ont alors été remplacées par celles du MITI. Le modèle revu a été publié par Higuchi et al. lors de la conférence ASME **PVP** (Pressure Vessels and Piping) de 2004.

Enfin, en 2004, la **JSME** (Japan Society of Mechanical Engineering) a lancé un nouveau comité chargé d'établir le code de conception Japonais JSME, pour la prise en compte des effets d'environnement en fatigue dans les centrales nucléaires.

Le bref historique présenté ci-dessus couvre donc la période 1980-2004. Il permet de présenter les travaux Américains et Japonais, réalisés sur ce sujet important qui est toujours d'actualité pour l'industrie nucléaire. On constate qu'il y a de nombreuses évolutions dans les essais et résultats mais que les données générées sont principalement destinées à l'établissement de règles de conception et de recommandations. **De nombreuses interrogations subsistent sur les mécanismes physiques d'endommagement couplés aux effets d'environnement en fatigue.** Nous tentons dans l'étude bibliographique suivante portant sur les effets d'environnement eau REP en fatigue, d'utiliser un maximum de documentation publiée essentiellement après 2004.

I.2.2.2 Code de conception Américain (ASME)

Nous parlerons principalement du code de conception ASME, différent du code **RCC-M** (Règles de Conception et de Construction des Matériels Mécaniques des Ilots Nucléaires REP) utilisé par AREVA pour le dimensionnement en fatigue des composants REP. Cependant AREVA utilise également le code ASME pour la conception de l'EPRTM aux Etats-Unis.

Le code ASME « Boiler and Pressure Vessel » ; Section III ; Sous-section NB, fournit les règles de conception des composants de Classe 1 des centrales nucléaires aux Etats-Unis. Il considère la fatigue comme un mode possible d'endommagement des enceintes sous pression et des tuyauteries.

La fatigue est une préoccupation majeure dans les industries Automobile et Aéronautique pour la conception de pièces soumises à de grands nombres de cycles (Fatigue - Endurance) et leur but est souvent de déterminer la limite de fatigue.

En revanche, les chargements cycliques des composants de réacteurs sont occasionnés par des variations de chargements thermiques et mécaniques occasionnés par exemple par des arrêts redémarrages de tranches ou pour différents transitoires de fonctionnement. Le nombre de cycles vus par le composant durant sa vie excède rarement 10^5 cycles et est plutôt pour les grands transitoires de l'ordre de quelques milliers, car les déformations plastiques cycliques sont importantes (Fatigue Oligocyclique).

Les procédures d'évaluation du risque d'endommagement par Fatigue du code ASME, sont décrites dans les parties NB-3200 « Design by Analysis » et NB-3600 « Piping Design ». Pour chaque cycle de contrainte ou chaque type de chargement, un facteur d'usage individuel est déterminé en faisant le rapport entre le nombre de cycles attendus et le nombre de cycles admissibles. Les figures I-9.1 à I-9.6 de l'annexe I obligatoire du code ASME ; section III, représentent les courbes de conception qui définissent le nombre de cycles admissibles en fonction de l'amplitude de contrainte appliquée.

Le facteur d'usage cumulé (CUF : Cumulative Usage Factor) est la somme des facteurs d'usage individuels et ne doit pas être supérieur à 1.

Les courbes de conception du code ASME sont basées sur des essais effectués sous air à température ambiante sur des éprouvettes polies. Elles correspondent à des courbes moyennes établies sur la base de données expérimentales ϵ -N dont les déformations ont été divisées par 2 et le nombre de cycles par 20. Elles sont exprimées par les équations définies il y a 40 ans par Langer [114] dont la forme est la suivante (cf. Équation I-9) :

$$\epsilon_a = A_1 \times N^{-n_1} + A_2$$

Équation I-9: Forme des équations des courbes moyennes utilisées pour établir les courbes de conception ϵ -N du code ASME

L'amplitude de déformation appliquée est représentée par ϵ_a , la durée de vie par N et les variables A_1 , A_2 et n_1 sont les coefficients de ce modèle. Précisons que cette équation peut également être exprimée en fonction de l'amplitude de contrainte pseudo élastique S_a telle que $S_a = E \cdot \epsilon_a$, E étant le module d'Young du matériau.

La durée de vie en fatigue d'un matériau est en général définie comme étant le nombre de cycles effectués jusqu'à une chute de 25% de la valeur maximale ou stabilisée de la contrainte de traction. Pour les éprouvettes couramment utilisées dans ce type d'essais, la durée de vie correspond à la création d'une fissure profonde d'environ 3mm. La durée de vie est donc décrite en fonction de trois paramètres qui sont : l'amplitude de déformation, le nombre de cycles et la profondeur de la fissure principale. Ainsi, le nombre de cycles nécessaire à la création d'une fissure profonde d'environ 3mm est le plus souvent exprimé en réécrivant l'Équation I-9 comme suit, cf. Équation I-10.

$$\ln(N) = A - B \ln(\varepsilon_a - C)$$

Équation I-10: Forme plus courante des équations des courbes de conception ε -N utilisées dans le code ASME

Les paramètres **A**, **B** et **C** sont des constantes telles que **C** représente la limite de fatigue du matériau et **B**, la pente du tracé $\log(\varepsilon) - \log(N)$.

Les courbes de conception ε -N du code ASME ont donc été obtenues après une analyse statistique des données expérimentales permettant d'obtenir des courbes moyennes qui ont elles-mêmes été ajustées des effets de la contrainte moyenne en utilisant la relation de Goodman modifiée et enfin, la durée de vie en chaque point de cette courbe ajustée a été diminuée d'un **facteur 2 pour la déformation** et d'un **facteur 20 pour le nombre de cycles**.

Cette méthode est conservative et les facteurs 2 et 20 ne sont pas des marges de sécurité mais plutôt des facteurs d'ajustement qui doivent être appliqués aux résultats obtenus sur petites éprouvettes pour permettre une estimation raisonnable des durées de vie des composants de réacteurs.

Le document [115] qui définit les « criteria » du code ASME ; Section III, précise que ces facteurs doivent inclure : la dispersion expérimentale (incluant la variabilité des matériaux), les différences d'état de surface et les différences de tailles entre les éprouvettes et les composants de réacteurs. En compléments de ce document, Cooper [116] précise que le facteur 20 sur la durée de vie est le produit des trois sous – facteurs suivants :

1. Dispersion expérimentale : 2
2. Effet de la taille : 2,5
3. Influences de l'état de surface, de l'atmosphère, etc. : 4

Le document [115] considérait que les effets d'environnement étaient couverts par ces facteurs 2 et 20 mais Cooper a précisé plus tard que le terme « atmosphère » représentait le milieu industriel

par opposition à l'air conditionné d'un laboratoire et que les effets potentiels d'un milieu de refroidissement spécifique aux centrales nucléaires n'étaient pas pris en compte.

La sous section NB-3121 du code ASME ; Section III note explicitement que les données utilisées pour l'établissement des courbes de conception n'incluent absolument pas d'essais en milieu corrosif qui pourrait accélérer la rupture en fatigue. L'article B-2131 de l'annexe B de la Section III, précise que le constructeur doit fournir dans ses règles de dimensionnement, toutes informations concernant des réductions de durées de vie occasionnées par des effets d'environnement.

Dans la Section III, le code ASME présente donc les courbes de conception, applicables aux matériaux de structure. Cependant, les effets de l'environnement eau LWR ne sont pas explicitement pris en compte par ces courbes. Les données de fatigue existantes mettent en évidence un effet significatif du milieu eau LWR sur la résistance en fatigue des matériaux des cuves et des tuyauteries. Pour certaines conditions de chargement et d'environnement très défavorables, la durée de vie en milieu eau LWR peut par exemple être inférieure à celle sous air, d'un **facteur 15 pour les aciers inoxydables austénitiques**, d'un facteur 5 pour les alliages Ni-Cr-Fe et d'un facteur > 50 pour les aciers au carbone ou faiblement alliés en présence d'oxygène dissous. Par conséquent, les marges du code ASME sont sans doute moins conservatives que supposées initialement.

Des études montrent ainsi que le milieu eau LWR est responsable de réductions importantes de durées de vie engendrées par une accélération de l'amorçage [117] & (cf. paragraphe I.2.3.2) et de la propagation [118] & (cf. paragraphe I.2.3.2) des fissures de fatigue. Ces effets d'environnements sont fonction de paramètres clefs définis dans le paragraphe I.2.3.1.

Deux approches ont été proposées pour incorporer les effets d'environnement dans le code ASME ; Section III « Fatigue Evaluations for Primary Pressure Boundary Components in Operating Nuclear Power Plants » :

1. Développer de nouvelles courbes de conception applicables au milieu eau LWR. Cette première approche serait basée sur les mêmes procédures que celles du code ASME, mais ici les données expérimentales utilisées seraient issues d'essais conduits en milieu eau LWR. Toutefois, vu que les effets d'environnement sur la durée de vie en fatigue dépendent de nombreux paramètres, une telle approche nécessiterait le développement de nombreuses courbes de conception afin de couvrir toutes les conditions rencontrées par les centrales en service.
2. Utiliser un facteur d'effets d'environnement eau LWR nommé F_{en} . Cette seconde approche est expliquée plus en détail dans le paragraphe I.2.2.3.

La courbe moyenne du code ASME définie par Langer pour les aciers inoxydables austénitiques testés sous air à l'ambiante est décrite par l'Équation I-11 ou l'Équation I-12.

$$\ln(N) = 6.954 - 2.0 \ln(\varepsilon_a - 0.167)$$

Équation I-11: Equation de la courbe moyenne ε -N, proposée par Langer pour un acier inoxydable austénitique

$$\varepsilon_a = 32.365 \times N^{-0.5} + 0.167$$

Équation I-12: Autre version de l'équation de la courbe moyenne ε -N, proposée par Langer pour un acier inoxydable austénitique

Le rapport **NUREG/CR-6909** [119] & (cf. paragraphe I.2.3.1) révisé cette courbe moyenne du code ASME et remet en cause les marges de 2 sur les contraintes/déformations et de 20 sur les durées de vie, utilisées pour la détermination des courbes de conception. Ce rapport évalue également le conservatisme probable des courbes de conception du code ASME.

I.2.2.3 Facteur d'effet d'environnement eau LWR : F_{en}

Aux Japon et au Etats-Unis, un facteur d'effet d'environnement nommé facteur F_{en} est utilisé pour traduire l'influence du milieu eau LWR sur la durée de vie en fatigue de différents alliages métalliques. Ainsi selon l'alliage, la vitesse de déformation, la température, le taux d'oxygène dissous et d'autres paramètres, le facteur d'usage en milieu eau LWR est équivalent au facteur d'usage dans l'air multiplié par le facteur F_{en} .

Il a initialement été défini par Makoto Higuchi et al. [120] comme étant le rapport de la durée de vie dans l'air à température ambiante $N_{f(RT, Air)}$ sur la durée de vie dans l'eau LWR en température $N_{f(T, LWR)}$, cf. Équation I-13.

$$F_{en_{exp}} = \frac{N_{f(RT, Air)}}{N_{f(T, LWR)}}$$

Équation I-13: Calcul du facteur F_{en} expérimental

Mais entre ces deux pays, les équations permettant de calculer le facteur F_{en} **théorique** diffèrent légèrement. Ainsi, **pour un acier inoxydable austénitique**, les anciennes versions et les équations actuelles de calcul du F_{en} , utilisées aux **Etats-Unis** sont données dans le Tableau I-5 alors que celles utilisées au **Japon** sont données dans le Tableau I-6. On constate que le $F_{en_{théo}}$

dépend uniquement de la température, de la vitesse de déformation et du taux d'oxygène dissous pour ces aciers.

NUREG/CR-5704 (1999)	NUREG/CR-6909 (2007)
Fen = exp(0.935 - T* ε* O*)	Fen = exp(0.734 - T* ε* O*)
T*=0, for T < 200C T*=1, for T ≥ 200C ε* = 0 for ε > 0.4%/s ε* = ln(ε/0.4) for 0.0004 ≤ ε < 0.4%/s ε* = ln(0.0004/0.4) for ε < 0.0004%/s O* = 0.260 for DO < 0.05 ppm O* = 0.172 for DO ≥ 0.05 ppm	T*=0, for T < 150C T*=(T-150)/175 for 150C ≤ T < 325C T*=1, for T ≥ 325C ε* = 0 for ε > 0.4%/s ε* = ln(ε/0.4) for 0.0004 ≤ ε < 0.4%/s ε* = ln(0.0004/0.4) for ε < 0.0004%/s O* = 0.281 for all DO levels

Tableau I-5: Calculs du Fen théorique pour un acier inoxydable aux Etats-Unis

Code JSME (2006)	Code JSME (2009)
ln(Fen) = (C - ε*).T*	ln(Fen) = (C - ε*).T*
C=1.182 (BWR) C=3.910 (PWR) ε*=ln(3.26) (BWR: ε > 3.26%/s) ε*=ln(49.9) (PWR: ε > 49.9%/s) ε*=ln(ε) (BWR not cast: 0.0004 ≤ ε ≤ 3.26%/s) (BWR cast: 0.00004 ≤ ε ≤ 3.26%/s) (PWR not cast: 0.0004 ≤ ε ≤ 49.9%/s) (PWR cast: 0.00004 ≤ ε ≤ 49.9%/s) ε*=ln(0.0004) (not cast: ε < 0.0004%/s) ε*=ln(0.00004) (cast: ε < 0.00004%/s) T*=0.000813.T (BWR) T*=0.000782.T (PWR: T ≤ 325°C) T*=0.254 (PWR: T > 325°C) Fen=1.0 (ε _a ≤ 0.11% or in case of earthquake)	C=0.992 (BWR) C=3.910 (PWR) ε*=ln(2.69) (BWR: ε > 2.69%/s) ε*=ln(49.9) (PWR: ε > 49.9%/s) ε*=ln(ε) (BWR: 0.00004 ≤ ε ≤ 2.69%/s) (PWR not cast: 0.0004 ≤ ε ≤ 49.9%/s) (PWR cast: 0.00004 ≤ ε ≤ 49.9%/s) ε*=ln(0.0004) (PWR not cast: ε < 0.0004%/s) ε*=ln(0.00004) (BWR,PWR cast: ε < 0.00004%/s) T*=0.000969.T (BWR) T*=0.000782.T (PWR: T ≤ 325°C) T*=0.254 (PWR: T > 325°C) Fen=1.0 (ε _a ≤ 0.11% or in case of earthquake)
<u>Basic S-N curve in RT Air:</u> ε _a = 23.N _A - 0.457 + 0.11	<u>Basic S-N curve in RT Air:</u> ε _a = 23.N _A - 0.457 + 0.11

Tableau I-6: Calculs du Fen théorique pour un acier inoxydable au Japon

I.2.3 Comportement et durée de vie des aciers inox austénitiques en milieu eau primaire REP

De nombreuses études ont montré que le milieu eau primaire REP est un milieu agressif vis-à-vis de la tenue en service des alliages métalliques. Vue l'étendue des modes de sollicitations, des alliages et des environnements, nous tâchons de faire ici une étude bibliographique centrée sur les effets du milieu eau primaire REP sur la tenue en fatigue oligocyclique des aciers inoxydables austénitiques.

I.2.3.1 Les paramètres clefs

Pour décrire l'influence importante de certains paramètres sur le comportement et la durée de vie en fatigue des **aciers inoxydables austénitiques** en milieu **eau primaire REP (PWR)**, nous utiliserons comme document de référence tout au long de la thèse, le rapport **NUREG/CR-6909**, « Effect of LWR Coolant Environment on the Fatigue Life of Reactor Materials » de 2007 [119]. Il sera complété et comparé à d'autres données de la littérature et il nous servira de base pour interpréter nos résultats.

Ce rapport résume, révisé et quantifie les effets du milieu eau LWR sur la durée de vie en fatigue des matériaux utilisés dans la fabrication de composants de réacteurs comme : les alliages Ni-Cr-Fe, les aciers au carbone, les aciers faiblement alliés et les aciers inoxydables austénitiques. L'objectif principal de ce rapport est de fournir les données et les bases techniques nécessaires au « Regulatory Guide » 1.207, (Guidelines for Evaluating Fatigue Analyses Incorporating the life Reduction of Metal Components Due to the Effects of the Light-Water Reactor Environment for New Reactors).

Le rapport CR-6909 s'appuie sur de nombreux rapports précédemment publiés par l'US NRC : **NUREG/CR-6583** [107], paru en Février 1998 ; **NUREG/CR-5704** [108], paru en Avril 1999; **NUREG/CR-6717** [121], paru en Mai 2001; **NUREG/CR-6787** [122], paru en Août 2002 et le **NUREG/CR-6815** [123], paru en Septembre 2003. Il rassemble les données existantes de fatigue oligocyclique obtenues à déformation imposée, permettant de définir les effets potentiels du chargement et des paramètres environnementaux, sur la durée de vie en fatigue des aciers précités. A l'aide de cette base de données, des modèles de prédiction de durée de vie en fatigue ont été proposés par ANL puis réglementés par l'US NRC afin d'estimer des courbes de fatigue qui dépendent de ces différents paramètres.

Toutes ces données et observations ont conduit la NRC à imposer des directives pour incorporer les effets d'environnement eau LWR aux évaluations de durée de vie en fatigue après avoir

revisité la courbe de conception en fatigue des enceintes sous pression et des composants internes fabriqués en acier inoxydable.

Ce rapport propose également une méthode pour établir des courbes de référence et déterminer des facteurs correctifs d'effet d'environnement, F_{en} , à utiliser pour évaluer la durée de vie en fatigue des composants de réacteurs exposés au milieu eau LWR. Le « Regulatory Guide » 1.207 recommande l'utilisation des nouvelles courbes de conception pour les composants en acier inox qui permettent de définir les durées de vie en fatigue des composants des nouveaux réacteurs.

Enfin, ce rapport précise que les courbes de conception sont non-conservatives pour les aciers inoxydables austénitiques (304, 316 et 316NG). Cependant, en raison d'un conservatisme important dans la quantification des effets de paramètres comme le comportement cyclique incluant les vitesses et amplitudes de chargement, sur la durée de vie en fatigue, la conception des centrales actuelles est jugée satisfaisante.

Les données de fatigue obtenues pour les aciers inoxydables austénitiques et utilisées dans ce rapport sont issues de nombreuses études.

Les données sous air proviennent : de résultats compilés par Jaske et O'Donnell [124] pour le développement du code ASME ; de la base de données Japonaise **JNUFAD** (Japanese Nuclear and Fatigue Database) ; d'études Françaises conduites par **EDF** (Electricité De France) [125] et de résultats Américains de Conway et al. [126] ou de Keller [127]. Environ 60% des essais sous air ont été conduits à température ambiante, 20% entre 250 et 325°C et 20% entre 350 et 450°C.

En milieu eau LWR, les données proviennent : d'essais conduits par **GE** (General Electric) dans une boucle du réacteur Dresden 1 [128], [129] ; de la base de données Japonaise du JNUFAD ; d'études conduites au Japon par **MHI**, **IHI** et par **Hitachi** [130-141] ; du travail effectué par le laboratoire ANL ([108], [121-123], [142-145]) et enfin d'études financées par EDF [146], [147]. Environ 90% des tests réalisés dans l'eau LWR ont été menés entre 260 et 325°C et le reste à de plus faibles températures. Pour l'acier inox austénitique 304, une moitié des essais a été conduite en milieu eau PWR et l'autre moitié en milieu eau BWR.

De tous les paramètres présentés ci-dessous, seuls les quatre premiers ont une influence significative. Pour cette raison et pour des questions de moyens d'essais et de temps imparti, la thèse repose principalement sur l'influence de ces quatre variables clefs que sont : le milieu eau primaire REP, l'amplitude de déformation, la vitesse de déformation et la température.

I.2.3.1.1. Milieu Eau Primaire REP

La Figure I-27, [119], montre l'évolution des durées de vie en fatigue de l'acier 304 sous air selon l'amplitude de déformation et la température. On distingue sur cette figure, la courbe moyenne du code ASME (cf. Équation I-11 ou Équation I-12) et la courbe moyenne ϵ -N proposée par ANL et décrite par l'Équation I-14 ou l'Équation I-15 : Précisons que la courbe moyenne ϵ -N Japonaise est quant à elle calculée à l'aide de l'Équation I-16.

$$\ln(N) = 6.891 - 1.92 \ln(\epsilon_a - 0.112)$$

Équation I-14: Equation de la courbe moyenne ϵ -N, sous Air de 20 à 400°C, proposée par ANL pour un acier inoxydable austénitique

$$\epsilon_a = 36.2 \times N^{-0.52} + 0.112$$

Équation I-15: Autre version de l'équation de la courbe moyenne ϵ -N, sous Air de 20 à 400°C, proposée par ANL pour un acier inoxydable austénitique

$$\epsilon_a = 23 \times N^{-0.457} + 0.11$$

Équation I-16: Equation de la courbe moyenne ϵ -N sous Air, proposée par Higuchi et al., pour un acier inoxydable austénitique

On constate sur la Figure I-28, [119], que les durées de vie en fatigue, en milieu **eau primaire REP (eau PWR ou Low DO water)**, d'un acier inoxydable austénitique 304 sont inférieures à celles sous air.

Nous verrons que la durée de vie en milieu eau REP est d'autant plus réduite lorsque trois conditions sont remplies simultanément : une amplitude de déformation et une température au dessus d'un certain seuil et une vitesse de déformation en dessous d'une valeur seuil. Précisons que les effets de l'environnement eau LWR sont comparables pour les aciers inox austénitiques du type 304, 316 et 316NG.

Le milieu eau primaire REP a des effets significatifs sur la durée de vie en fatigue des aciers inox austénitiques mais ces effets ne sont pas explicitement incorporés dans la courbe de conception du code ASME. Ils pourraient l'être en utilisant notamment le facteur F_{en} .

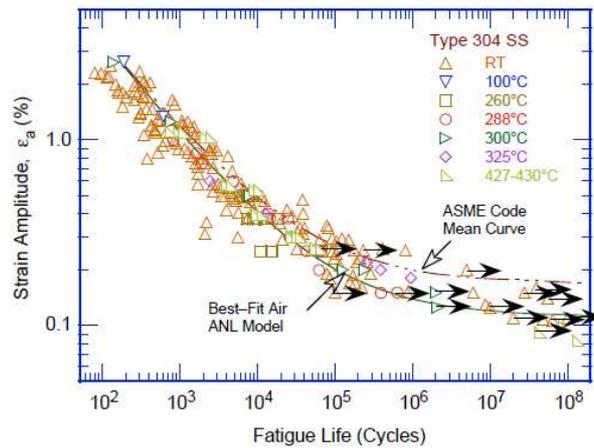


Figure I-27: Amplitude de déformation vs. Durée de vie pour un acier inox austénitique 304 sous air selon la température

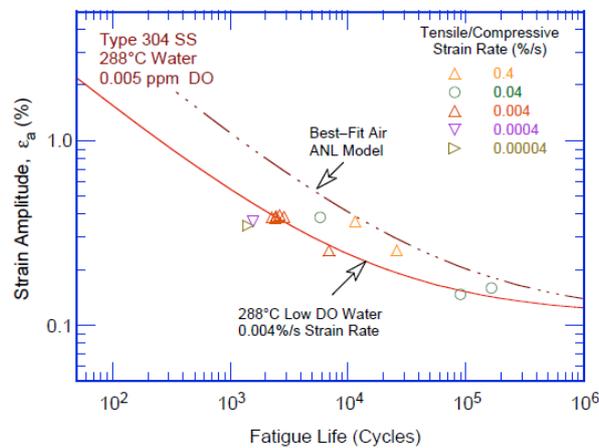


Figure I-28: Amplitude de déformation vs. Durée de vie pour un acier inox austénitique 304 en milieu eau primaire REP

Solomon et Amzallag comparent dans un papier de 2005 [148], les principaux modèles existants pour décrire le comportement en fatigue des aciers inox austénitiques testés sous air ou en milieu eau LWR. Ces modèles sont ceux de **Langer**, de l'**ANL**, de **Jaske et O'Donnell**, de **Tsutsumi et al.**, de **Higuchi et al.** et de **Leax et al.**. Les données utilisées pour les comparer sont celles de la littérature auxquelles viennent s'ajouter des résultats récents de General Electric et d'EDF. On constate sur la Figure I-29, que ces modèles sont très proches les uns des autres et qu'ils divergent uniquement au voisinage de la limite d'endurance, celui de Langer étant le moins conservatif de tous.

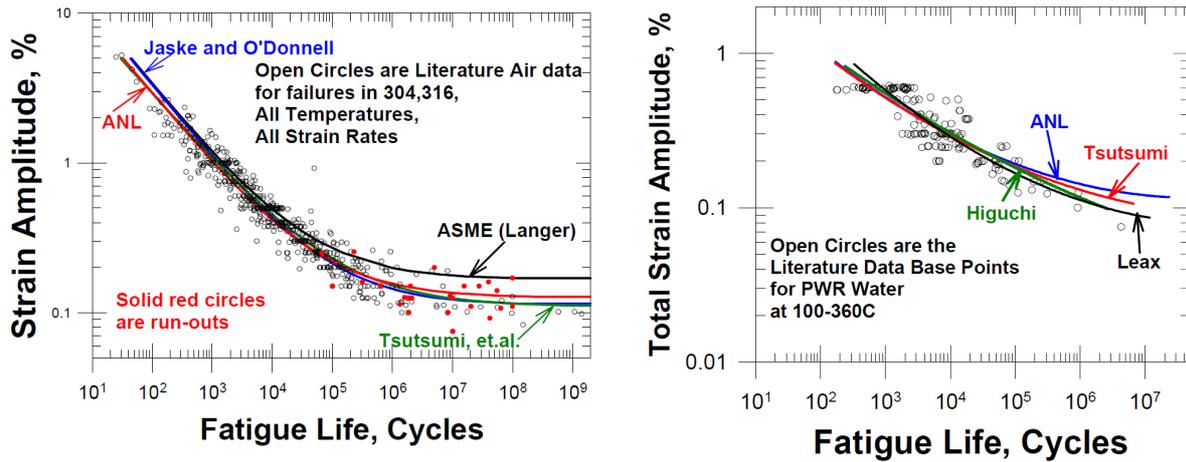


Figure I-29: Comparaison de modèles de la littérature, pour les aciers inox austénitiques; a) Sous Air, b) En milieu eau primaire REP

1.2.3.1.2. Amplitude de déformation

Comme pour les aciers au carbone ou faiblement alliés, il existe pour les aciers inox austénitiques, une amplitude de déformation seuil au dessus de laquelle, les effets de l'environnement eau primaire REP se produisent au cours d'un cycle de fatigue et entraînent une diminution de la durée de vie de l'acier. Cette théorie est validée par des essais exploratoires, cf. Figure I-30, [119], menés avec des signaux de chargement où la faible vitesse de déformation n'est appliquée que sur une fraction de la partie en traction du cycle. L'amplitude de déformation seuil $\Delta\epsilon_{th}$ semble être indépendante du type d'acier (métal déposé ou métal de base) et de la température (dans la gamme 250-325°C), mais a tendance à décroître quand l'amplitude décroît. Ce seuil peut être exprimé en fonction de l'amplitude de déformation appliquée $\Delta\epsilon$ (en %) par l'Équation I-17 :

$$\frac{\Delta\epsilon_{th}}{\Delta\epsilon} = -0.22 \times \Delta\epsilon + 0.65$$

Équation I-17: Calcul de l'amplitude de déformation seuil nécessaire pour que les effets d'environnement LWR se produisent

Ces résultats suggèrent que le seuil de déformation est relié à la déformation élastique et qu'il ne correspond pas au niveau de déformation où les fissures se ferment.

Le calcul du facteur Fen proposé par ANL, inclue un seuil de déformation en dessous duquel l'environnement eau primaire REP n'a pas d'effets sur la durée de vie en fatigue. Il vaut 0.10% (soit une amplitude de contrainte d'environ 195 MPa) pour les aciers inox austénitiques.

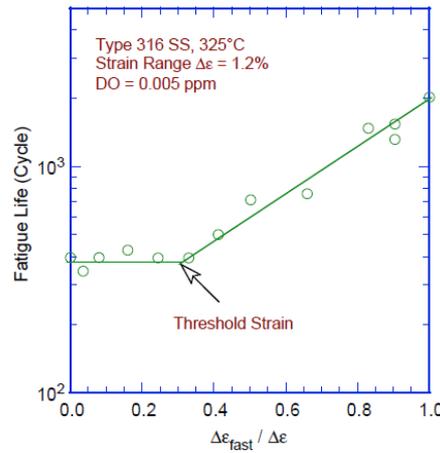


Figure I-30: Essai exploratoire permettant de déterminer une amplitude de déformation seuil

La chute de durée de vie en fatigue, engendrée par les effets d’environnement eau LWR à haute température, disparaît pour les faibles amplitudes de déformation. Dans ce cas, l’amplitude de déformation est trop basse pour rompre, durant le cyclage, le film d’oxyde protecteur présent à la surface du matériau. Les nombreuses données de fatigue en milieu eau LWR indiquent que le seuil de déformation est proche de la limite d’endurance dans l’air à température ambiante.

Pour les aciers inox austénitiques, les modèles Japonais et Américains donnent respectivement une valeur du seuil de déformation de **0.11%** et **0.10%**, contre 0.042% et 0.07% pour les aciers au carbone ou faiblement alliés. Des données de fatigue environnementale, à amplitude de déformation totale imposée inférieure à 0.25% et issues des bases de données Japonaises, ont été utilisées par Makoto Higuchi [149], afin d’illustrer les relations entre amplitude de déformation et durée de vie pour les aciers inox austénitiques en milieu eau LWR, cf. Figure I-31.

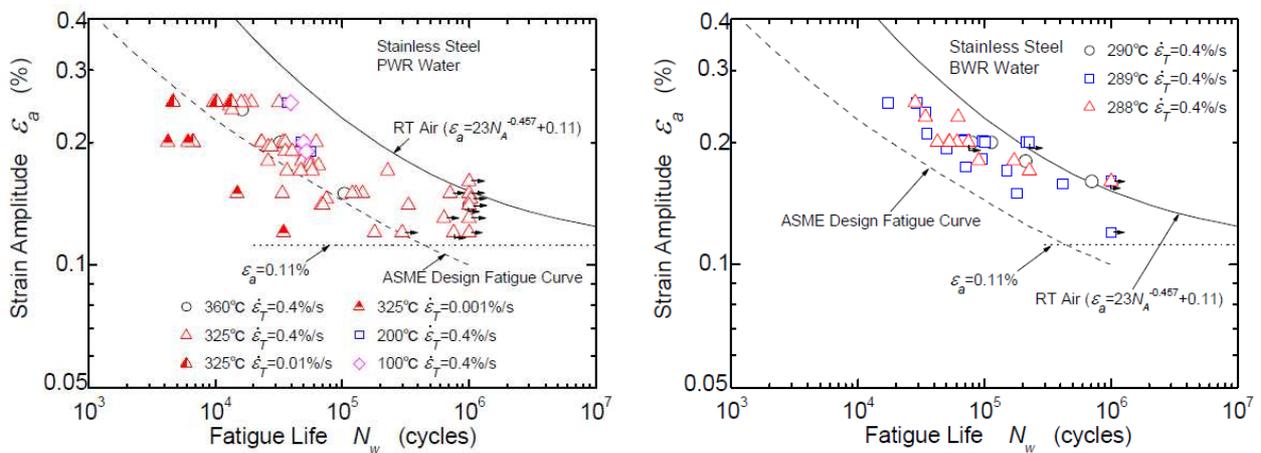


Figure I-31: Relations entre amplitude de déformation et durée de vie en fatigue, pour les aciers inox austénitiques; a) En milieu eau PWR, b) En milieu eau BWR

I.2.3.1.3. Vitesse de déformation

En milieu eau primaire REP, la durée de vie en fatigue des aciers inox austénitiques diminue avec la vitesse de déformation dans l'intervalle de vitesse $[0.4 - 0.0004\%/s]$, comme le montre la Figure I-32, [119]. Au dessus de $0.4\%/s$, l'influence du milieu eau primaire REP est faible alors qu'en passant de 0.4 à $0.0004\%/s$, la durée de vie est divisée par 10. On peut préciser que pour les aciers inoxydables moulés comme l'acier CF-8M, les effets d'environnement semblent continuer à s'accroître à des vitesses inférieures à $0.0004\%/s$. Il est d'ailleurs recommandé pour ces aciers de considérer $0.00004\%/s$, comme vitesse de déformation seuil.

Enfin, la littérature considère que les effets d'environnement et de vitesse de déformation n'opèrent que dans la partie du cycle en traction. Ainsi, de nombreux essais ont été effectués avec un signal en dent de scie où seule la partie en traction est à vitesse lente.

Les effets de la vitesse de déformation sur la durée de vie en fatigue des aciers inox austénitiques sont explicitement introduits dans le calcul du facteur F_{en} en milieu eau primaire REP, proposé par ANL.

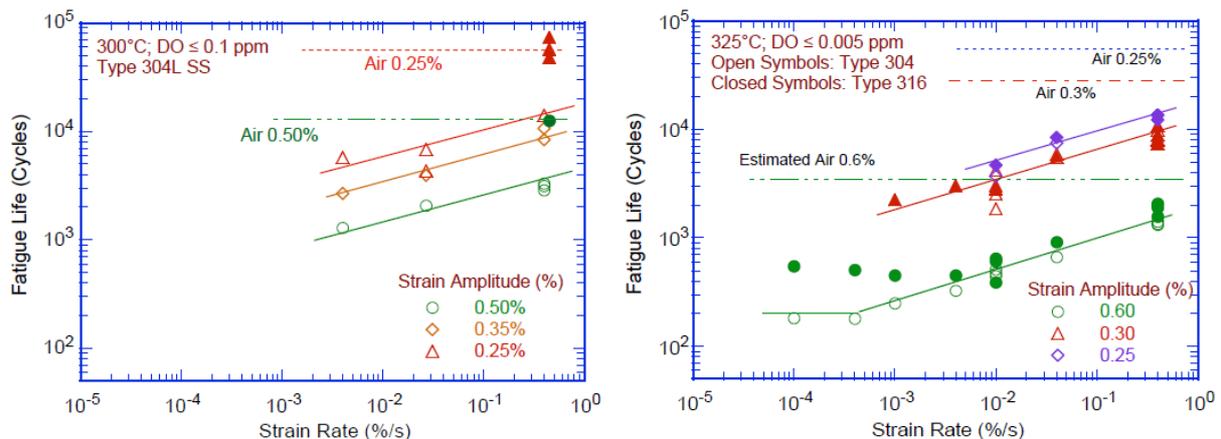


Figure I-32: Influence de la vitesse de déformation sur la durée de vie en fatigue des aciers inox austénitiques en milieu eau LWR

I.2.3.1.4. Température

En milieu eau primaire REP, pour une vitesse de déformation inférieure à $0.4\%/s$, la durée de vie en fatigue des aciers inox austénitiques diminue lorsque la température augmente, comme illustré sur la Figure I-33, [119], pour deux amplitudes et deux vitesses de déformation. En dessous de 150°C , les effets d'environnement eau REP sur la durée de vie sont faibles. Entre 150 et 325°C , la durée de vie décroît linéairement (en échelle logarithmique) avec la température.

Les effets de la température sur la durée de vie en fatigue des aciers inox austénitiques sont également introduits explicitement dans le calcul du facteur F_{en} en milieu eau primaire REP, proposé par ANL.

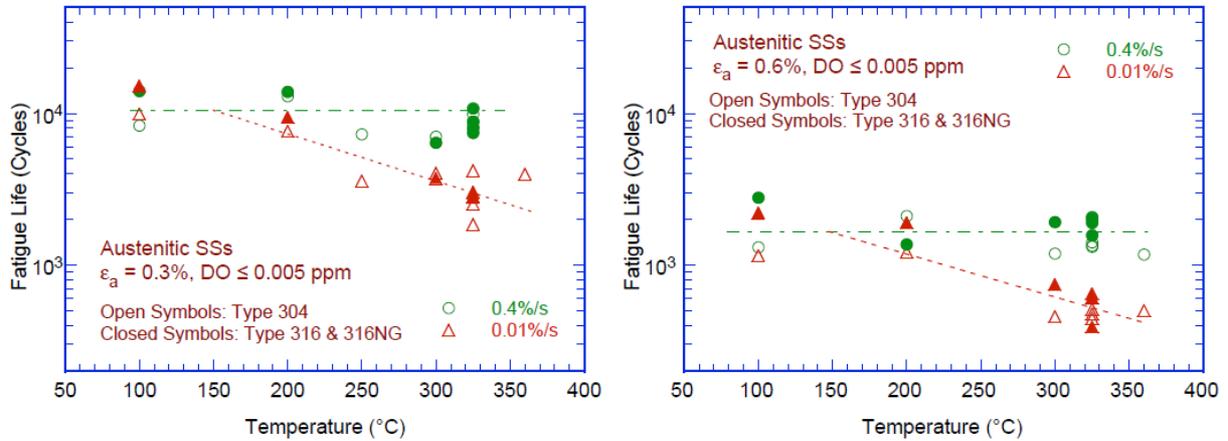


Figure I-33: Influence de la température sur la durée de vie en fatigue des aciers inox austénitiques en milieu eau primaire REP

Pour une vitesse de déformation de 0.001%/s, le code JSME de 2006 [150] propose une relation inchangée en 2009, cf. Équation I-18, entre le facteur F_{en} et la température pour les aciers inoxydables austénitiques en milieu eau PWR, comme le montre la Figure I-34, [151]. Le facteur F_{en} augmente, *i.e.* la durée de vie diminue, lorsque la température augmente.

$$\ln(F_{en(0.001\%/s)}) = 0.00846 \times T$$

Équation I-18: Relation entre le facteur $F_{en(0.001\%/s)}$ et la température pour les aciers inox austénitiques en milieu eau PWR

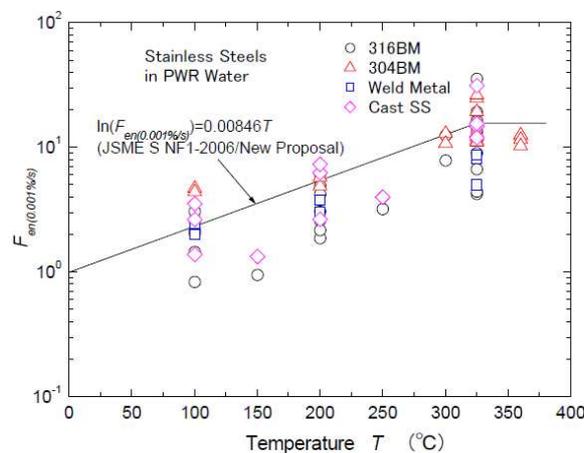


Figure I-34: Relation entre le facteur $F_{en(0.001\%/s)}$ et la température pour les aciers inox austénitiques en milieu eau PWR

1.2.3.1.5. Etat de surface

Des essais de fatigue ont été entrepris sur des éprouvettes rendues rugueuses à l'aide de papier abrasif de granulométrie 50, sur un tour. Des rayures circonférentielles ont été obtenues à la surface avec une rugosité d'environ $1.2\mu\text{m}$ ($R_q \approx 1.6\mu\text{m}$). Les résultats présentés sur la Figure I-35, [119], et obtenus pour des aciers du type 316NG et 304, montrent que la durée de vie des éprouvettes polies est supérieure à celles des éprouvettes rugueuses, en milieu eau REP comme sous air.

Les effets de l'état de surface sur la durée de vie en fatigue ne sont pas pris en compte dans le calcul du facteur F_{en} mais dans celui d'un sous facteur nommé « surface finish and environment » et utilisé pour obtenir la courbe moyenne du code ASME.

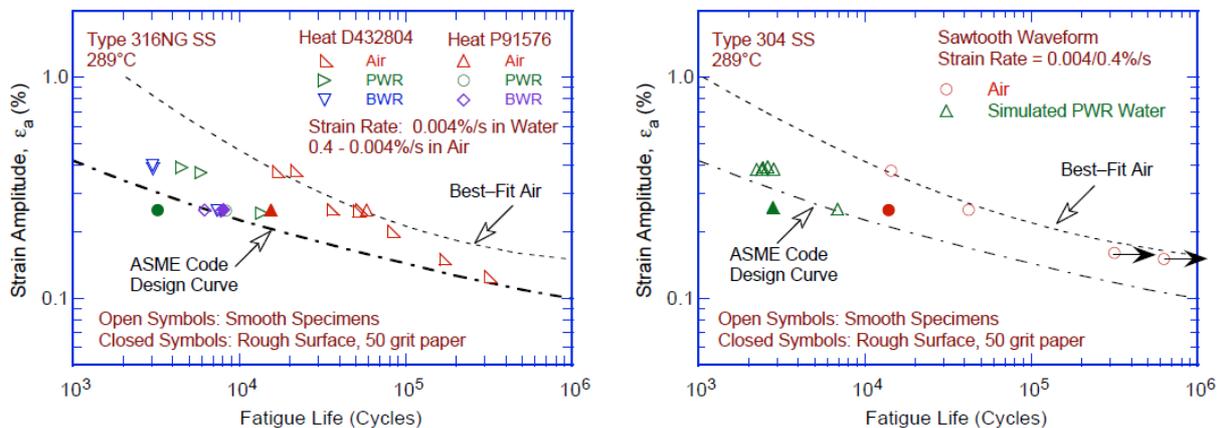


Figure I-35: Influence d'un état de surface rugueux sur la durée de vie en fatigue des aciers inox austénitiques en milieu eau primaire REP

1.2.3.1.6. Taux d'oxygène dissous

Contrairement aux aciers au carbone ou faiblement alliés, la durée de vie en fatigue des aciers inox austénitiques en milieu eau PWR (Low DO water) est proche et dans certains cas plus faible qu'en milieu eau BWR (High DO water).

De plus, on constate Figure I-36,a), [119], pour l'acier 304, une absence d'effet de vitesse en milieu eau BWR alors que la durée de vie décroît linéairement avec la vitesse en milieu eau PWR. Pour l'acier 316NG, on observe sur la Figure I-36,b), [119], une légère influence de la vitesse en milieu eau BWR, somme toute inférieure à celle observée en milieu eau PWR.

Précisons enfin qu'en milieu eau PWR, la durée de vie n'est pas affectée par la composition ou le traitement thermique de l'acier au contraire du milieu eau BWR.

Les effets du taux d'oxygène dissous sur la durée de vie en fatigue des aciers inox austénitiques sont également introduits explicitement dans le calcul du facteur F_{en} en milieu eau LWR, proposé par ANL.

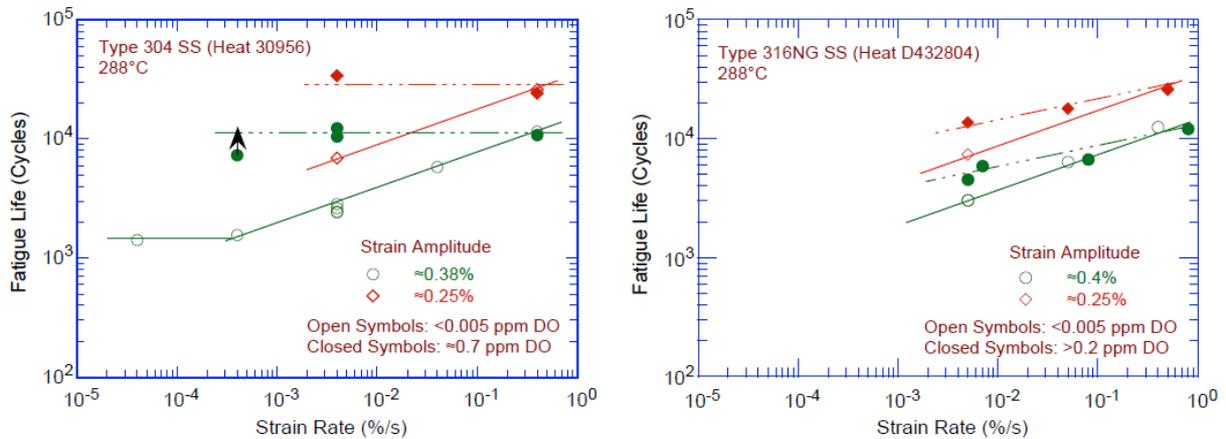


Figure I-36: Influence du taux d'oxygène dissous sur la durée de vie en fatigue des aciers inox austénitiques en milieu eau LWR

1.2.3.1.7. Temps de maintien

Les effets d'environnement en milieu eau LWR sont donc les plus marqués durant la phase de traction et lorsqu'un certain seuil de déformation est franchi. Les informations sur les effets d'un temps de maintien en fatigue en milieu eau LWR pour les aciers inox austénitiques sont limitées. Ainsi, en milieu eau BWR, les durées de vie de l'acier 304 testé en fatigue avec un signal de type trapèze (temps de maintien aux pics de traction et de compression) sont comparables à celles du 304 testé avec un signal du type triangle, comme le montre la Figure I-37, [119].

Précisons qu'une très faible influence du temps de maintien a été observé pour les aciers au carbone et faiblement alliés en milieu eau BWR. Ainsi, les données actuelles ne mettent pas en évidence un effet significatif d'un temps de maintien sur la durée de vie en fatigue des aciers inox austénitiques en milieu eau primaire REP.

Les données existantes ne démontrent pas d'effets d'un temps de maintien au pic de traction sur la durée de vie en fatigue des aciers inox austénitiques en milieu eau LWR. Toutefois des essais complémentaires et des évolutions pour le calcul du facteur F_{en} sont à prévoir.

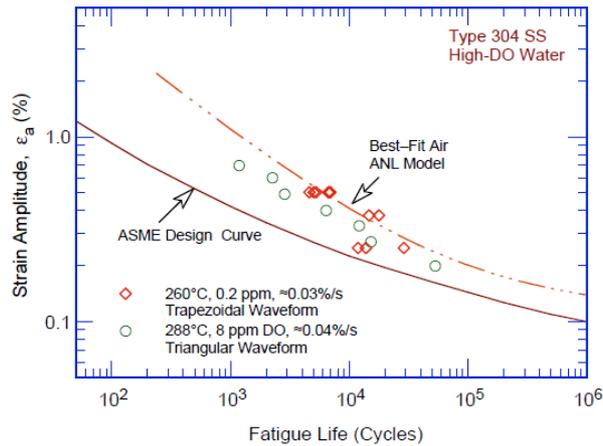


Figure I-37: Influence d'un temps de maintien aux pics sur la durée de vie en fatigue des aciers inox austénitiques en milieu eau BWR

Des essais Japonais [152] de fatigue oligocyclique à déformation imposée de $\pm 0.6\%$ en milieu eau BWR, ont été effectués sur un acier 316NG à différentes vitesses de déformation en imposant un temps de maintien, soit au pic de déformation de 0.6% , soit à $0.6-0.03\%$, soit à $0.6-0.06\%$. Les résultats montrent que la durée de vie en fatigue des aciers inox austénitiques testés en milieu eau BWR est réduite lorsqu'un temps de maintien au pic est appliqué. Cette réduction de durée de vie disparaît pour des vitesses de déformation supérieures ou égales à $0.04\%/s$ ou si le temps de maintien n'est pas effectué au pic de déformation exactement. Il est de plus précisé que cette réduction de durée de vie diminue avec l'augmentation du temps de maintien mais qu'elle n'est toujours pas saturée pour une durée de maintien au pic de 2000 secondes.

En milieu eau PWR, la durée de vie en fatigue des aciers inox austénitiques n'est quant à elle pas affectée par l'application d'un temps de maintien au pic de chargement et ceci, quelle que soit la vitesse de déformation.

En milieu eau LWR, les relations entre le facteur F_{en} et le temps de maintien sont présentées sur la Figure I-38, [151]. On constate pour les aciers inox austénitiques, que le facteur F_{en} est plus élevé en milieu eau PWR qu'en milieu eau BWR. **Il est ainsi considéré que les effets d'environnement sont saturés en milieu eau PWR ce qui pourrait expliquer l'indépendance de la durée de vie au temps de maintien dans ce milieu.**

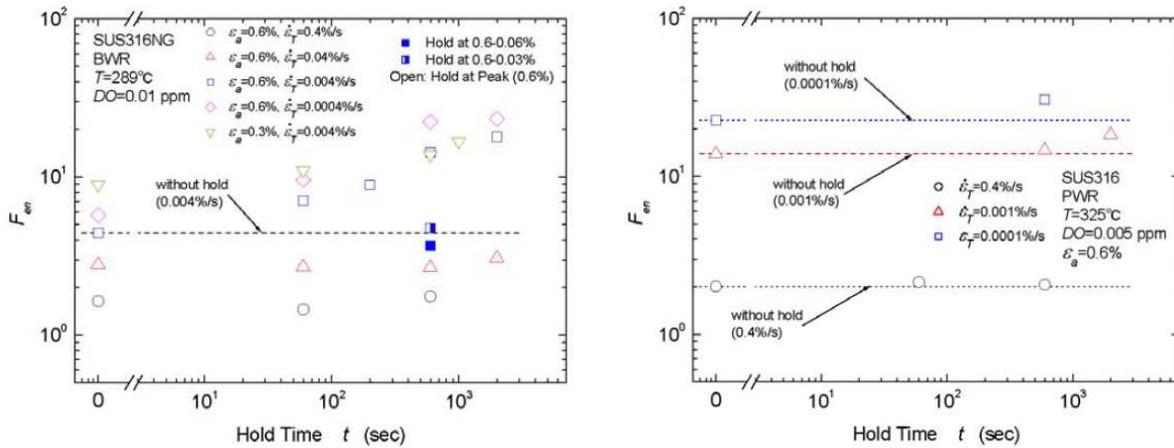


Figure I-38: Relation entre le facteur F_{em} et le temps de maintien au pic pour les aciers inox austénitiques en milieu ; a) eau BWR, b) eau PWR

1.2.3.1.8. Conductivité de l'eau LWR

Les études du laboratoire ANL montrent que pour des essais de fatigue en milieu eau BWR, la conductivité de l'eau et le potentiel électrochimique de l'acier sont deux paramètres importants qui doivent être maintenus constants. Pour des essais en laboratoire, le temps nécessaire à l'établissement de conditions environnementales stables, dépend du volume de l'autoclave, du taux d'oxygène dissous, du flux de circulation d'eau etc.... Pour les essais de fatigue sur aciers inox austénitiques en milieu eau BWR du laboratoire ANL, la période d'exposition au milieu, nécessaire à la stabilisation du potentiel électrochimique de l'acier, est de cinq à six jours. Le potentiel passe ainsi d'une valeur négative ou nulle à un niveau de 150 mV durant cette période. Pour un acier 304 en milieu eau BWR, la Figure I-39, [119], montre que lorsque la conductivité du milieu augmente, passant de 0.07 à 0.4 $\mu S/cm$, la durée de vie diminue d'un facteur deux. De plus, si le temps d'exposition au milieu est plus court, le potentiel électrochimique du matériau est plus bas et la durée de vie est plus faible. Ainsi, les effets d'environnement eau LWR sont plus marqués pour une forte conductivité du milieu et pour un faible potentiel électrochimique de l'acier.

Les effets de la conductivité de l'eau LWR sur la durée de vie en fatigue des aciers inox austénitiques ne sont pas pris en compte dans le calcul du facteur F_{em} . Des évolutions sont à prévoir.

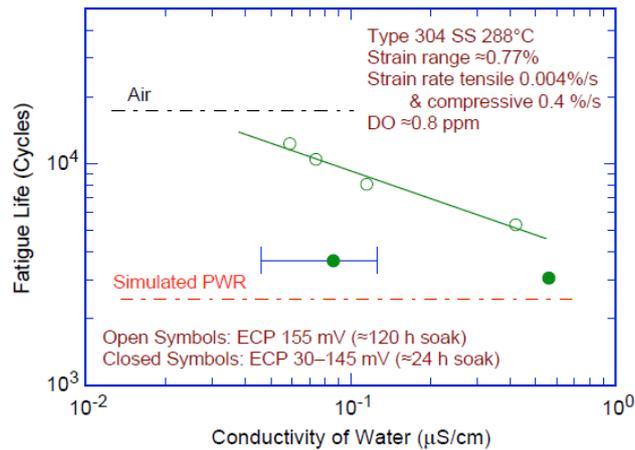


Figure I-39: Influences de la conductivité de l'eau et du temps d'exposition au milieu sur la durée de vie en fatigue des aciers inox austénitiques en milieu eau BWR

1.2.3.1.9. Débit d'eau

Il est généralement considéré que le débit d'eau LWR peut affecter la durée de vie en fatigue des alliages métalliques car il peut occasionner des différences de composition chimique locale, notamment à la pointe des fissures formées dans les premiers instants du cyclage. Pour les aciers au carbone testés en milieu eau BWR, la durée de vie en fatigue est divisée par deux lorsque l'on passe d'un haut débit (7 m/s) à un faible débit d'eau (0.3 m/s).

Cependant, des essais similaires, conduits en milieu eau BWR et en milieu eau PWR, indiquent que l'augmentation du débit d'eau peut avoir un léger effet néfaste sur la durée de vie en fatigue des aciers inox austénitiques. On observe sur la Figure I-40, [119], pour les milieux eau BWR et PWR, que la durée de vie des aciers inox austénitiques est légèrement plus faible à haut débit qu'à bas débit d'eau ou en conditions stagnantes.

Des essais de fatigue en milieu eau primaire REP à 240°C sur tubes soudés en acier inoxydable, indiquent quant à eux, que le débit d'eau n'a pas d'effet sur la durée de vie des aciers inox austénitiques. En effet, l'augmentation d'une vitesse d'écoulement de 0.005 à 2.2 m/s ne modifie pas l'amorçage des fissures de fatigue.

Ces résultats indiquent qu'en milieu eau LWR, les mécanismes d'amorçage des fissures de fatigue des aciers inox austénitiques diffèrent de ceux des aciers au carbone ou faiblement alliés.

De nombreuses incertitudes existent pour déterminer précisément le débit d'eau au niveau des fissures et pour dégager un réel effet de ce débit sur la durée de vie en fatigue. Pour ces raisons, les effets du débit d'eau pour l'évaluation de la durée de vie en fatigue des aciers inox austénitiques en milieu eau LWR ne sont pas pris en compte dans le code ASME.

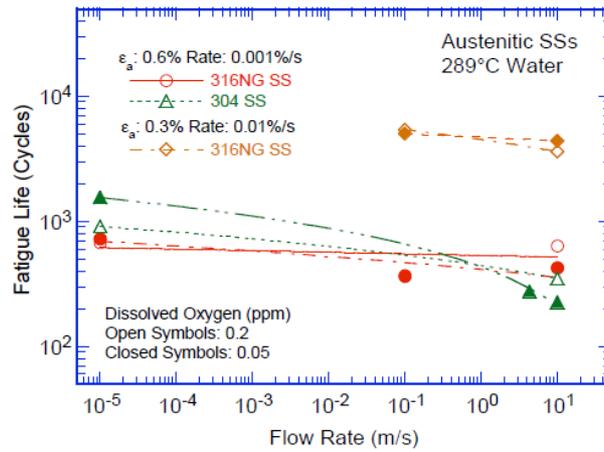


Figure I-40: Influence du débit d'eau sur la durée de vie en fatigue des aciers inox austénitiques en milieu eau LWR

Des données de fatigue oligocyclique obtenues sur trois aciers inox austénitiques (316NG, 304 et 304L) [152], montrent qu'en milieu eau BWR, leur durée de vie est réduite avec l'augmentation du débit d'eau. Cet effet est légèrement plus marqué pour l'acier inox austénitique du type 304. Toutefois, compte tenu de la dispersion expérimentale importante, il paraît difficile de dégager une réelle tendance. En milieu eau PWR, la durée de vie des aciers inox austénitiques semble être en revanche, indépendante du débit d'eau. Ces résultats sont illustrés sur la Figure I-41, [151].

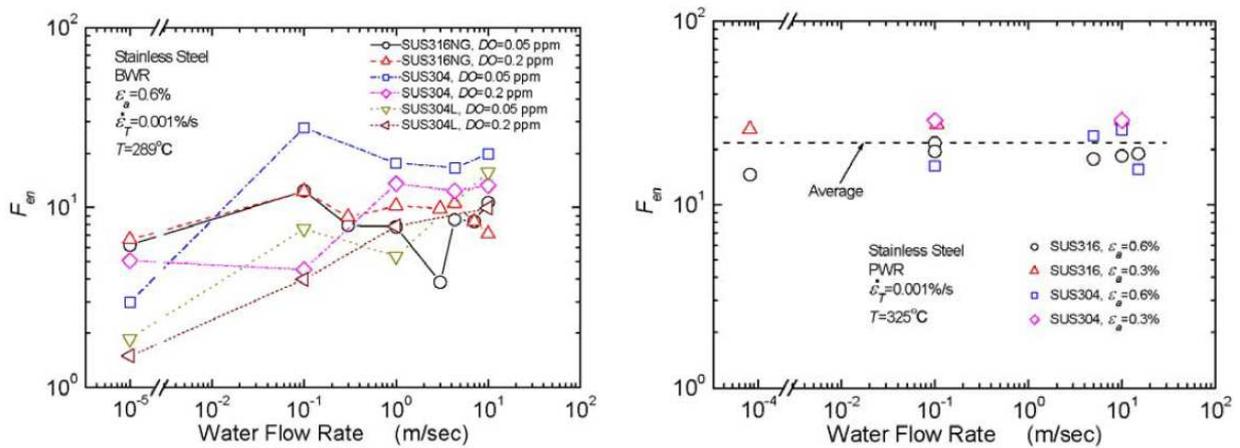


Figure I-41: Relation entre le facteur $F_{en(0.001\%/s)}$ et le débit d'eau pour les aciers inox austénitiques en milieu ; a) eau BWR, b) eau PWR

1.2.3.1.10. Traitement thermique

Les rares données existantes montrent que le traitement thermique peut avoir une légère influence sur la durée de vie des aciers inox austénitiques en fatigue sous air et en milieu eau

PWR. En revanche, en milieu eau BWR, les durées de vie semblent plus longues pour des aciers inox austénitiques non ou faiblement sensibilisés.

Les effets du traitement thermique sur la durée de vie en fatigue de l'acier 304 sous air, en milieu eau BWR et en milieu eau PWR sont illustrés sur la Figure I-42, [119]. Sur cette figure, la durée de vie est indiquée en fonction de la valeur du potentiel électrochimique (EPR : Electrochemical Potentiodynamic Reactivation) qui diffère selon les conditions de traitement thermique de l'acier 304. Les résultats confirment que le traitement thermique n'a pas ou peu d'effets sur la durée de vie en fatigue de l'acier 304 sous air ou en milieu eau PWR. En milieu eau BWR, la durée de vie en fatigue est en revanche plus faible pour l'acier 304 sensibilisé, la durée de vie diminue donc avec l'augmentation de la valeur du potentiel électrochimique EPR.

Les effets du traitement thermique ne sont pas pris en compte dans le calcul du facteur F_{en} et quelques valeurs de ce facteur pourraient être conservatives pour certains aciers inox en milieu eau BWR.

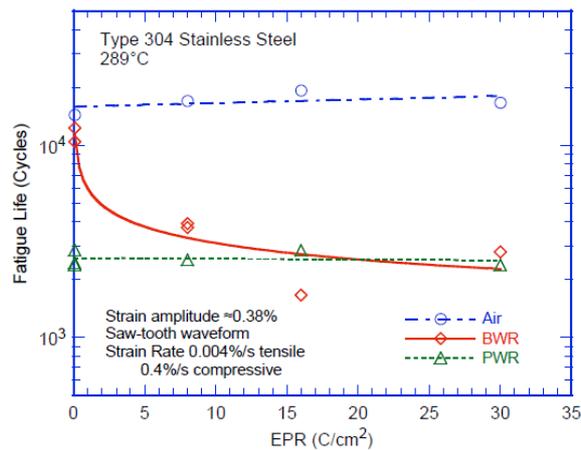


Figure I-42: Influence du traitement thermique sur la durée de vie en fatigue des aciers inox austénitiques en milieu eau LWR

I.2.3.1.11. Modèle de durée de vie en fatigue en milieu eau LWR proposé par ANL

En milieu eau LWR, la durée de vie en fatigue des aciers inox austénitiques dépend donc de la vitesse de déformation (dans l'intervalle [0.4 – 0.0004%]), de la température (au dessus de 150°C) et du taux d'oxygène dissous. Précisons pour ces aciers, que les effets du taux d'oxygène dissous ne sont pas encore parfaitement compris et que par conséquent, ils sont considérés comme identiques dans les milieux eau BWR et eau PWR.

L'ajustement, par la méthode des moindres carrés, des données obtenues en milieu eau LWR permet d'obtenir une courbe ϵ -N de pente plus élevée que celle de la courbe obtenue sous air. Ces résultats indiquent que les effets d'environnement sont plus marqués à faible qu'à haute amplitude de déformation. Toutefois, utiliser deux courbes de pentes différentes entre l'air et le milieu eau LWR ajouterait trop de complexité pour la détermination du facteur F_{en} .

Ainsi, le modèle ANL, permettant de prévoir les durées de vie en fatigue inférieures ou égales à 10^6 cycles, considère que la pente de la courbe ϵ -N est identique dans les deux environnements air et eau LWR. Il repose par conséquent sur l'Équation I-14.

Le laboratoire ANL propose donc l'Équation I-19 pour décrire la durée de vie en fatigue des aciers inox austénitiques en incluant les effets du milieu eau LWR.

$$\ln(N) = 6.157 - 1.92 \ln(\epsilon_a - 0.112) + T' \epsilon^{\circ} O'$$

Équation I-19: Equation de la courbe moyenne ϵ -N, en milieu eau LWR, proposée par ANL pour un acier inoxydable austénitique

Les facteurs T' , ϵ° et O' sont décrits dans la colonne de droite du Tableau I-5.

Les durées de vie expérimentales et celles prédites par le modèle ANL sont regroupées sur la Figure I-43, [119]. On observe un bon accord entre ces valeurs, avec un facteur 3 d'écart au plus.

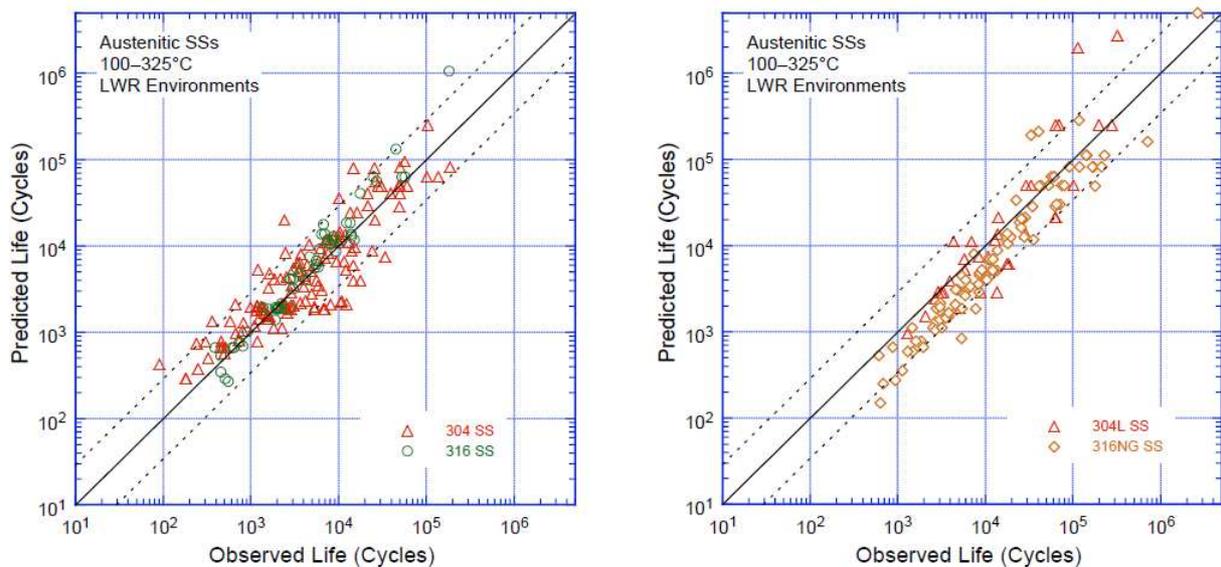


Figure I-43: Durées de vie en fatigue des aciers inox austénitiques en milieu eau LWR ; Valeurs prédites par le modèle ANL vs. Valeurs expérimentales

I.2.3.2 Amorçage et propagation des fissures en milieu eau primaire REP

Le rapport **NUREG/CR-6787** [122] de 2002, étudie et tente d'expliquer les mécanismes d'amorçage et de propagation des fissures de fatigue dans les aciers inox austénitiques testés en milieu eau LWR. Comme pour le rapport CR-6909 précédemment utilisé, nous nous servirons du rapport CR-6787 comme référence dans ce paragraphe et nous le compléterons par d'autres documents de la littérature.

La formation des fissures à la surface des éprouvettes et la croissance de la fissure principale jusqu'à une profondeur de 3mm (« engineering size ») constituent la durée de vie du matériau. Pendant le cyclage d'une éprouvette polie, moins de 10% de la durée de vie suffisent à créer des fissures d'une longueur supérieure ou égale à 10 μ m. Elles se forment sur des irrégularités de surface déjà existantes ou elles sont produites par des bandes de glissement, des joints de grains et autres [107], [99, 153-156]. Ainsi, la durée de vie des aciers inox austénitiques en fatigue est considérée comme principalement égale au nombre de cycles nécessaires à la croissance d'une fissure de 10 μ m à plus de 3000 μ m [157].

Les deux phases de la durée de vie : amorçage et propagation des fissures, sont illustrées sur la Figure I-44, [122]. La phase d'amorçage correspond à la formation de fissures microstructurellement courtes (MSCs : Microstructurally Small Cracks), caractérisée par un ralentissement des vitesses de propagation (Région AB). La croissance de ces MSCs est fortement dépendante de la microstructure [154], [155]. En revanche, les fissures de longueur plus importante que la « taille critique » des MSCs, ne dépendent pas ou peu de la microstructure et sont nommées : fissures mécaniquement courtes (msc's). Ces msc's se propagent en stade II transgranulaire et se distinguent par la formation de stries de fatigue sur un faciès de rupture perpendiculaire à l'axe de chargement.

En effet, lorsqu'une fissure se forme à la surface du matériau, elle croît d'abord en mode II ou III d'ouverture et en pseudo stade I de propagation, c'est-à-dire le long des plans de glissement orientés à 45° de l'axe de chargement. Précisons qu'à faible amplitude de déformation, cette fissure courte peut parcourir plusieurs grains avant que le facteur d'intensité de contrainte plus élevé ne lui permette de passer dans des systèmes de glissement différents du système primaire. Ensuite, la fissure peut se propager en stade II transgranulaire, mode I d'ouverture jusqu'à atteindre une profondeur de 3mm.

De nombreux critères ont été utilisés pour définir la « longueur critique » de fissure correspondant au passage d'une MSC à une msc. Ces critères sont reliés à la taille de zone

plastique, à la courbe : Longueur de la fissure vs. durée de vie, à la statistique de Weibull pour le cumul de dommage, à la courbe : Amplitude de contrainte vs. longueur de la fissure ou encore à la taille de grains. Ces critères résumés dans le rapport **NUREG/CR-6717** [121], indiquent que la longueur critique de fissure est fonction de la contrainte appliquée et de la microstructure du matériau. Cette « longueur critique » serait comprise entre 150 et 250 μm .

Pour de faibles niveaux de contrainte, à $\Delta\sigma_1$ sur la Figure I-44 ; b) par exemple, le passage d'une MSC à une msc ne se produit pas, cette amplitude de contrainte représente la limite d'endurance σ_d . En effet, des fissures peuvent se former en dessous de cette limite mais elles ne peuvent croître jusqu'à une profondeur de 3 mm que si les contraintes sont supérieures à σ_d . Toutefois, des fissures plus longues que la taille critique, des fissures formées par propagation des MSCs à haut niveau de contrainte ou encore des fissures formées sur des défauts dans des zones soudées, peuvent croître en dessous de la limite de fatigue. Leur croissance peut être estimée par la mécanique linéaire élastique de la rupture ou par la mécanique élasto-plastique de la rupture.

La compréhension des phases d'initiation et de propagation des fissures est donc capitale pour estimer au mieux, la durée de vie en fatigue des matériaux de structure.

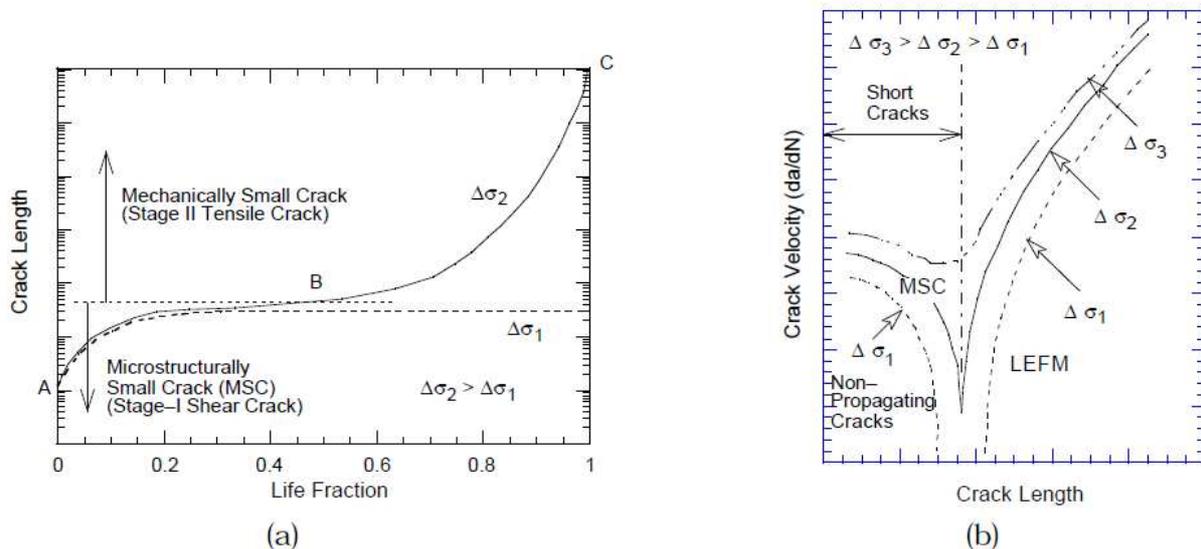


Figure I-44: Représentation schématique de; a) la croissance des fissures courtes sur éprouvettes polies en fonction de la fraction de la durée de vie en fatigue, b) la vitesse de propagation en fonction de la longueur des fissures (LEFM = « Mécanique Linéaire Élastique de la Rupture »)

La réduction de durée de vie des matériaux de structure en milieu eau LWR a souvent été attribuée à un amorçage de fissures facilité par l'environnement. Toutefois, en milieu eau PWR ou sous air, pour des conditions de sollicitation similaires, les densités surfaciques de fissures

mesurées sont comparables bien que la durée de vie soit nettement plus faible dans l'eau PWR. Dans un acier 316NG testé à $T = 288^{\circ}\text{C}$, $\Delta\epsilon_f/2 = 0.75\%$ et $d\epsilon/dt = 0.005\%/s$ [142, 143], le nombre de fissures supérieures à $20\mu\text{m}$, sur une partie utile de 7mm , est de 16 sous air, 14 en milieu eau PWR et de 8 en milieu eau BWR. Si la réduction de durée de vie est uniquement due à une création de fissures facilitée par l'environnement, les éprouvettes testées en milieu eau LWR devraient contenir plus de fissures. Ce point est cependant discutable, car les densités ne sont pas mesurées à même nombre de cycles sur des essais interrompus tôt dans la durée de vie, mais sur des éprouvettes proches de la rupture, ainsi les fissures ont plus de temps pour se former sous air. De plus, il ne s'agit pas ici de densités circonférentielles de fissures mais de densités linéiques qui pourraient être affectées par la texture cristallographique.

Quoiqu'il en soit, sous air comme en milieu eau LWR, la formation de fissures d'au moins $10\mu\text{m}$ nécessite moins de 10% de la durée de vie. Ainsi, la création de fissures facilitée par l'environnement peut diminuer la durée de vie de 10% au plus.

La réduction de la durée de vie en milieu eau LWR est plus volontier expliquée par une accélération des vitesses de propagation pendant la phase d'amorçage (croissance des MSCs) et/ou pendant la phase de propagation (croissance des msc's). La fissuration est assistée par l'environnement, on parle d'Environmentally Assisted Cracking (EAC). Cette accélération des vitesses de propagation peut être expliquée par différents mécanismes qui sont présentés dans le paragraphe I.2.3.3.

Des études portant sur l'amorçage des fissures de fatigue sur éprouvettes polies, montrent que, même si la vitesse de propagation des msc's est plus grande en milieu eau LWR que sous air, la chute de durée de vie des aciers inox austénitiques en milieu eau LWR semble principalement due aux effets de l'environnement sur la croissance des MSCs [158].

La croissance de la fissure principale dans des aciers inox austénitiques, testés en fatigue sous air ou en milieu eau LWR, est illustrée sur la Figure I-45 ; [122]. La longueur de la fissure sur l'éprouvette testée sous air à $T = 288^{\circ}\text{C}$ et $\Delta\epsilon_f/2 = 0.75\%$ n'a été mesurée que vers la fin de l'essai. Les données obtenues par Obrtlík et al. [99], sur un acier 316L sous air à $T = 25^{\circ}\text{C}$ et $\Delta\epsilon_f/2 = 0.2\%$ ont alors été utilisées pour estimer la croissance sous air à $\Delta\epsilon_f/2 = 0.75\%$. Cette figure montre qu'à même nombre de cycles (1500 cycles par exemple), la profondeur de la fissure

principale est plus importante en milieu eau PWR (1100 μm) qu'en milieu eau BWR (300 μm) que sous air (40 μm).

Ainsi, la croissance des MSCs (croissance des fissures pendant la phase d'amorçage) est accélérée en milieu eau LWR. En effet, **le nombre de cycles nécessaire pour former une fissure profonde de 500 μm est environ 11 fois plus faible en milieu eau PWR que sous air (800 cycles contre 9000)** et environ 3 fois plus faible en milieu eau BWR que sous air (3000 cycles contre 9000).

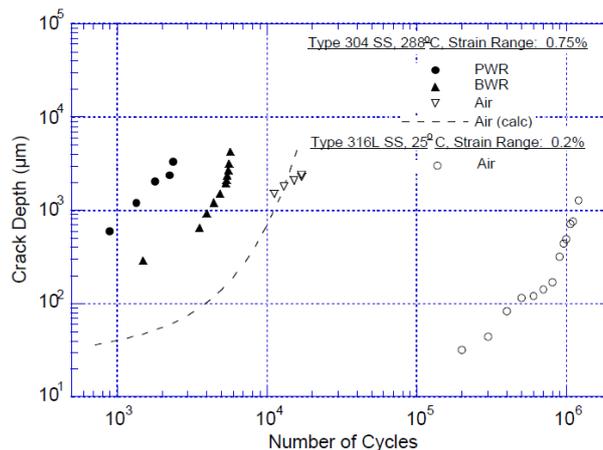


Figure I-45: Profondeur de la fissure principale en fonction du nombre de cycles pour des aciers austénitiques testés en fatigue en milieu eau LWR ou sous air

Les vitesses de propagation des msc's (vitesses de propagation des fissures pendant la phase de propagation), en milieu eau LWR ou sous air, sont représentées en fonction de la longueur des fissures sur la Figure I-46 ; [122]. Ces vitesses ont été calculées après ajustement des résultats de la Figure I-45. Les vitesses de propagation des fissures de l'éprouvette testée en milieu eau BWR, avec un temps d'exposition au milieu de 24 heures, ont été déterminées à l'aide des stries de fatigue.

Les vitesses de propagation sont 2 à 6 fois plus rapides en milieu eau LWR que sous air. En effet, la vitesse de propagation (pour une longueur de fissure de 1000 μm par exemple) est plus élevée en milieu eau PWR (1.05 $\mu\text{m}/\text{cycle}$ ou $5.6 \cdot 10^{-9}$ m/s) qu'en milieu eau BWR (0.64 $\mu\text{m}/\text{cycle}$ ou $3.4 \cdot 10^{-9}$ m/s) que sous air (0.30 $\mu\text{m}/\text{cycle}$ ou $1.6 \cdot 10^{-9}$ m/s). Précisons que les vitesses de propagation pour l'essai en milieu BWR avec un faible temps d'exposition au milieu (24h contre 120h pour les autres tests) sont les plus rapides. **Les vitesses de propagation en milieu eau PWR sont environ 3.5 fois plus rapides que sous air.**

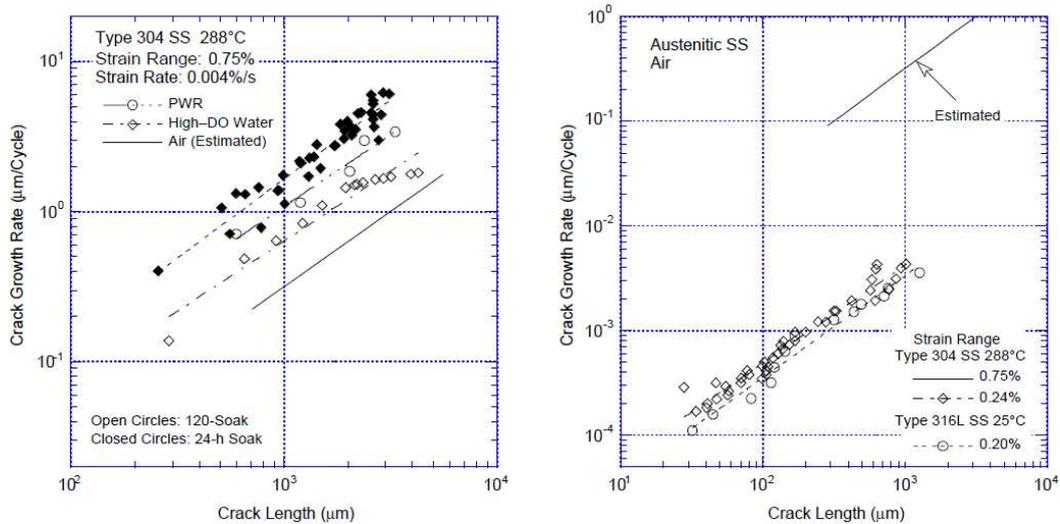


Figure I-46: Vitesses de propagation en fonction de la longueur des fissures dans les inox austénitiques testés en milieu eau LWR ou sous air

Shack et Kassner [159] ont compilé des données concernant des vitesses de propagation obtenues à l'aide d'essais de fissuration effectués sur éprouvettes CT (Compact Tension) d'aciers inox austénitiques en milieu eau LWR.

Précisons qu'ils utilisent une représentation dépendante du temps, en da/dt au lieu de da/dN , qui a été initialement développée par Shoji et al. [160] pour corréliser des résultats obtenus sur aciers faiblement alliés et qui a également été utilisée par d'autres auteurs [161, 162]. Cette représentation sous air, définie comme suit : $(da/dt)_{air} = (da/dN)_{air}/T_R$, est utilisée dans le domaine de la Fatigue – Corrosion pour représenter la vitesse de déformation en pointe de fissure qui ne peut être calculée directement. Cette même représentation en environnement correspond donc à : $(da/dt)_{env} = (da/dN)_{env}/T_R$. Le facteur T_R est le temps de montée en seconde du signal de chargement.

Les résultats indiquent une importante augmentation des vitesses de propagation en milieu eau BWR pour des vitesses inférieures à 10^{-10} m/s sous air. En effet, en milieu eau BWR nominale (Normal Water Chemistry, avec 0.2ppm d'oxygène dissous), les vitesses de propagation sont 20 à 30 fois supérieures à celle de la courbe moyenne ASME sous air. Les vitesses de propagation expérimentales en milieu eau BWR et celles prédites sous air, pour un acier 316NG et pour un acier sensibilisé 304, testés dans les mêmes conditions sont représentées sur la Figure I-47 ; [122]. Les vitesses de propagation sous air, a_{air} (m/s), ont été déterminées en utilisant le code ASME ; Section XI qui donne à 288°C, l'Équation I-20 ; avec $S(R)=1$ quand $R<0$; $S(R)=1+1,8.R$ quand

$0 < R < 0,79$ et $S(R) = -43,35 + 57,97.R$ quand $0,79 < R < 1$. Le facteur R est le rapport de charge et ΔK est l'amplitude de variation du FIC.

$$a_{air} = \frac{da}{dt} air = 3.43 \times 10^{-12} \times S(R) \times \frac{\Delta K^{3.3}}{T_R}$$

Équation I-20: Vitesse de propagation sous air, code ASME

Ainsi, la vitesse de propagation en milieu eau BWR (NWC), a_{env} (m/s), est exprimée en fonction de a_{air} par l'Équation I-21.

$$a_{env} = a_{air} + 4.5 \times 10^{-5} \times (a_{air})^{0.5}$$

Équation I-21: Vitesse de propagation en milieu eau BWR (NWC)

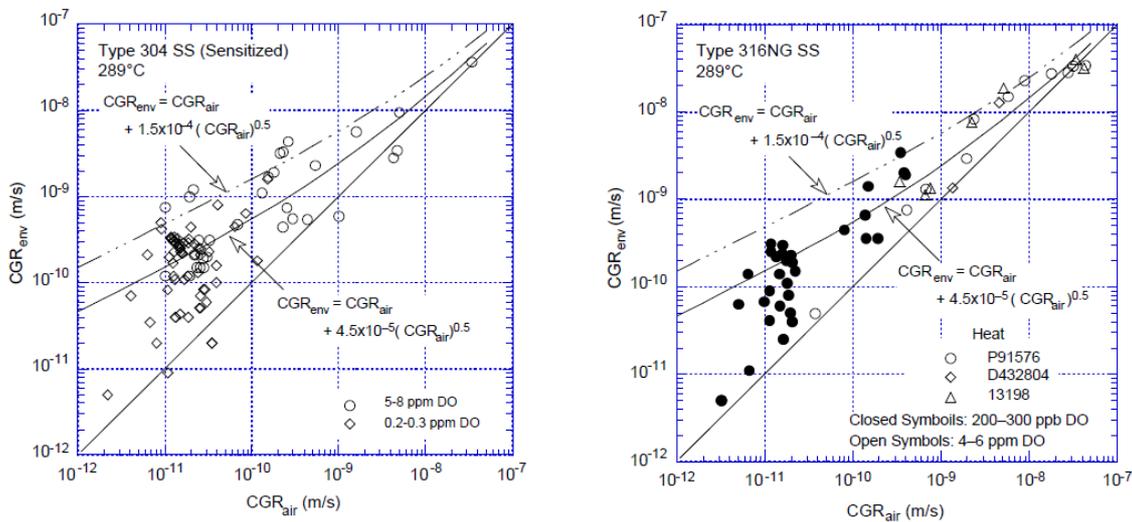


Figure I-47: Données de Fatigue - Corrosion pour des aciers 316NG et 304 testés en milieu eau BWR à 289°C

Les vitesses de propagation en milieu eau PWR obtenues lors d'essais de fissuration sont **relativement peu nombreux**, en particulier pour des vitesses inférieures à 10^9 m/s. Pour les hautes vitesses de propagation, l'accélération en milieu eau PWR comme en milieu eau BWR est relativement faible par rapport à l'air et les niveaux d'accélération, pour des conditions de chargement identiques, sont comparables dans ces deux environnements. Ainsi, **jusqu'à ce que de nouvelles données en milieu eau PWR soient disponibles, Shack et Kassner recommandait alors que l'Équation I-21 soit utilisée pour décrire l'accélération des vitesses de propagation engendrée par le milieu eau LWR en général.**

Les vitesses de propagation en milieu eau LWR à 289°C, déterminées à l'aide de données de fatigue ϵ -N ainsi que les vitesses de propagation sous air estimés dans les mêmes conditions sont représentées sur la Figure I-48. On constate que les vitesses de propagation obtenues sur des éprouvettes cylindriques lors d'essais de fatigue sont en bon accord avec celles déterminées sur éprouvettes CT lors d'essais de fissuration. De plus, les vitesses en milieu eau BWR coïncident avec la tendance donnée par l'Équation I-21 et les vitesses en milieu eau PWR sont légèrement supérieures.

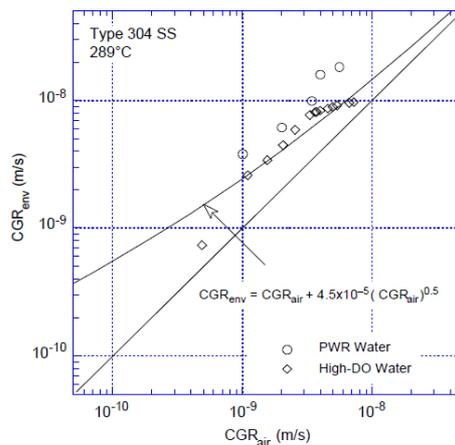


Figure I-48: Vitesses de propagation en milieu eau LWR comparées à celles sous air, pour un acier 304 testé à 289°C

Tice, Rigby et al. [163, 164] en 2005, ont par la suite étudié l'influence du milieu eau PWR sur la vitesse de propagation des fissures dans les aciers inox austénitiques, dans le régime des faibles vitesses de propagation inférieures à 10^{-9} m/s.

Ils ont d'une part effectué de nouveaux essais de fissuration sur acier 304L et confirmé entre autres, que la vitesse de propagation est fortement accélérée en milieu eau PWR avec l'augmentation de la température, entre 150 et 300°C, ou avec la diminution de la fréquence d'essai.

Ils ont d'autre part rassemblé les résultats existants en milieu eau PWR en incluant les leurs, effectués à basses fréquences (longs temps de montée) où les effets d'environnement sont les plus forts, afin de compléter les données [165-168] compilées par Shack et Kassner [159]. Il apparaît sur la Figure I-49 ; [164], qu'à basse vitesse de propagation, inférieure à 10^{-9} m/s sous air et non pas 10^{-10} m/s, le milieu eau PWR accélère de manière significative la propagation des fissures mais pas plus que le milieu eau BWR. **Les recommandations de Shack et Kassner qui s'appliquent essentiellement aux données obtenues en milieu eau BWR seraient également applicables au cas des vitesses de propagation obtenues en milieu eau PWR.**

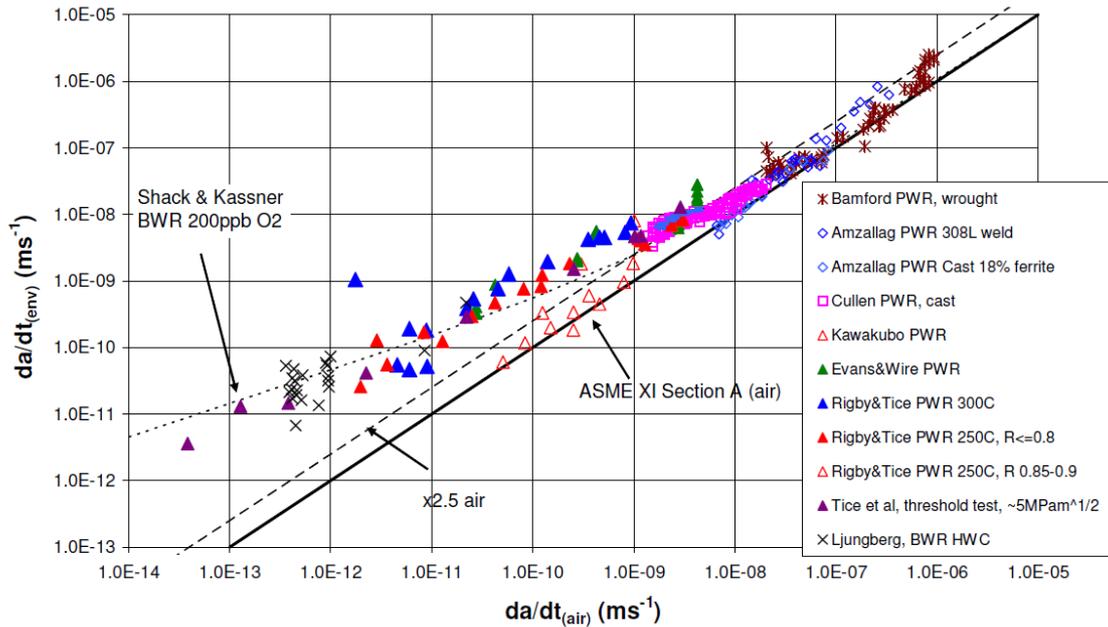


Figure I-49: Comparaison des vitesses de propagation en milieu eau PWR obtenues par Tice et al., avec celles générées par Evans et Wire [169, 170] ou celles compilées par Shack et Kassner [159]. Les données obtenues par Ljunberg [171-173] en milieu eau BWR HWC sont également présentées.

Wire et al. [174, 175] en 2004/2005 et Nomura et al. [176] en 2006 ont également étudié l'influence du milieu eau PWR sur les vitesses de propagation dans les aciers inox austénitiques 304 et 316. Ils arrivent à des conclusions proches et proposent eux aussi des équations de vitesses de propagation en da/dt ou en da/dN .

Quoiqu'il en soit, l'importante réduction de durée de vie des aciers inox austénitiques en milieu eau PWR ne peut pas s'expliquer entièrement par une accélération des vitesses de propagation des msc's. En effet, les vitesses de propagation en milieu eau PWR sont 1.6 fois plus grandes qu'en milieu eau BWR, mais la durée de vie en milieu eau PWR est environ 4 fois plus faible qu'en milieu eau BWR. **Comme le montre la Figure I-46, la chute de durée de vie en milieu eau PWR semble donc causée principalement par l'accélération des vitesses de croissance des MSCs.**

L'Équation I-21 indique que les effets d'environnement augmentent lorsque les vitesses de propagation diminuent. Pour des conditions de chargement où les vitesses sont supérieures à 10^{-8} m/s, l'avancée des fissures est gouvernée par la Fatigue et la contribution de l'environnement (Fatigue – Corrosion) n'a plus d'effets significatifs. De plus, en considérant que les vitesses de

propagation augmentent avec l'augmentation de l'amplitude de déformation, Figure I-46, la contribution de la Fatigue – Corrosion à l'amorçage des fissures est censée diminuer avec l'augmentation de l'amplitude de déformation.

On peut ajouter que si l'augmentation des vitesses de propagation était à elle seule responsable de la chute de durée de vie des alliages métalliques en milieu eau LWR, les effets d'environnement eau LWR sur la durée de vie en fatigue de l'alliage 600 devraient être comparables à ceux sur la durée de vie des aciers austénitiques. En effet, sous air, les comportements en fatigue ϵ -N de ces deux matériaux sont comparables [124]. Il en est de même pour l'accélération des vitesses de propagation en milieu eau LWR [177]. Cependant, les effets d'environnement eau LWR n'ont qu'une faible influence sur la durée de vie en fatigue de l'alliage 600 [178].

Pour exemple, la durée de vie en fatigue d'un alliage 600 testé en milieu eau PWR à $T = 325^{\circ}\text{C}$ et $\Delta\epsilon_t/2 = 0.6\%$ est réduite d'un facteur 2,5 quand la vitesse de déformation passe de 0.4 à 0.001%/s alors qu'elle est réduite d'un facteur 10 pour un acier inox austénitique dans les mêmes conditions de test.

Des observations micrographiques des éprouvettes testées en fatigue ont été réalisées afin de comprendre l'influence du milieu eau LWR sur la formation et la croissance des fissures :

Des fissures, observées à la surface des parties utiles et sur des coupes longitudinales d'éprouvettes d'acier 304 testé en fatigue à $T = 288^{\circ}\text{C}$, $\Delta\epsilon_t/2 = 0.75\%$ et $\dot{\epsilon} = 0.004\%/s$, en milieu eau LWR et sous air, sont présentées sur la Figure I-50, [122]. La morphologie des fissures obtenues en milieu eau PWR est différente de celle des fissures obtenues sous air ou en milieu eau BWR. En effet, à la surface de la partie utile, les fissures sont droites et perpendiculaires à l'axe de sollicitation en milieu eau PWR alors qu'elles semblent être dépendante de la cristallographie sous air ou en milieu eau BWR. Cependant leur croissance dans le matériau paraît identique dans les trois environnements. En effet, elles se propagent principalement en stade II transgranulaire, mode I d'ouverture et de rares courtes fissures de cisaillement sont visibles [142, 143].

Les faciès de rupture d'aciers inox austénitiques 304 et 316NG testés en fatigue à $T = 288^{\circ}\text{C}$, $\Delta\epsilon_t/2 = 0.75\%$ et $\dot{\epsilon} = 0.004\%/s$, en milieu eau LWR et sous air, sont présentées sur la Figure I-51, [122]. Ces faciès ont été observés après nettoyage chimique pour des fissures de

profondeur proche. On observe pour les deux aciers, sous air comme en milieu eau LWR, la présence de stries fortement marquées durant la phase de propagation en stade II. La distance inter - stries est plus importante en milieu eau PWR que sous air [108, 142].

Ces observations ont été confirmées dans le rapport NUREG/CR-6878,[145], de 2005. Quel que soit l'environnement, air ou eau LWR : la propagation des fissures est principalement transgranulaire et pour des **profondeurs supérieures à 200µm**, il y a **présence de stries de fatigue** marquées.

La présence de stries de fatigue suggère que les facteurs mécaniques sont importants pour la propagation des fissures et non le mécanisme de « film rupture/slip dissolution ».

En effet, ces stries ne devraient pas être observées si la croissance des fissures était accélérée par ce processus, cf. paragraphe I.2.3.3.

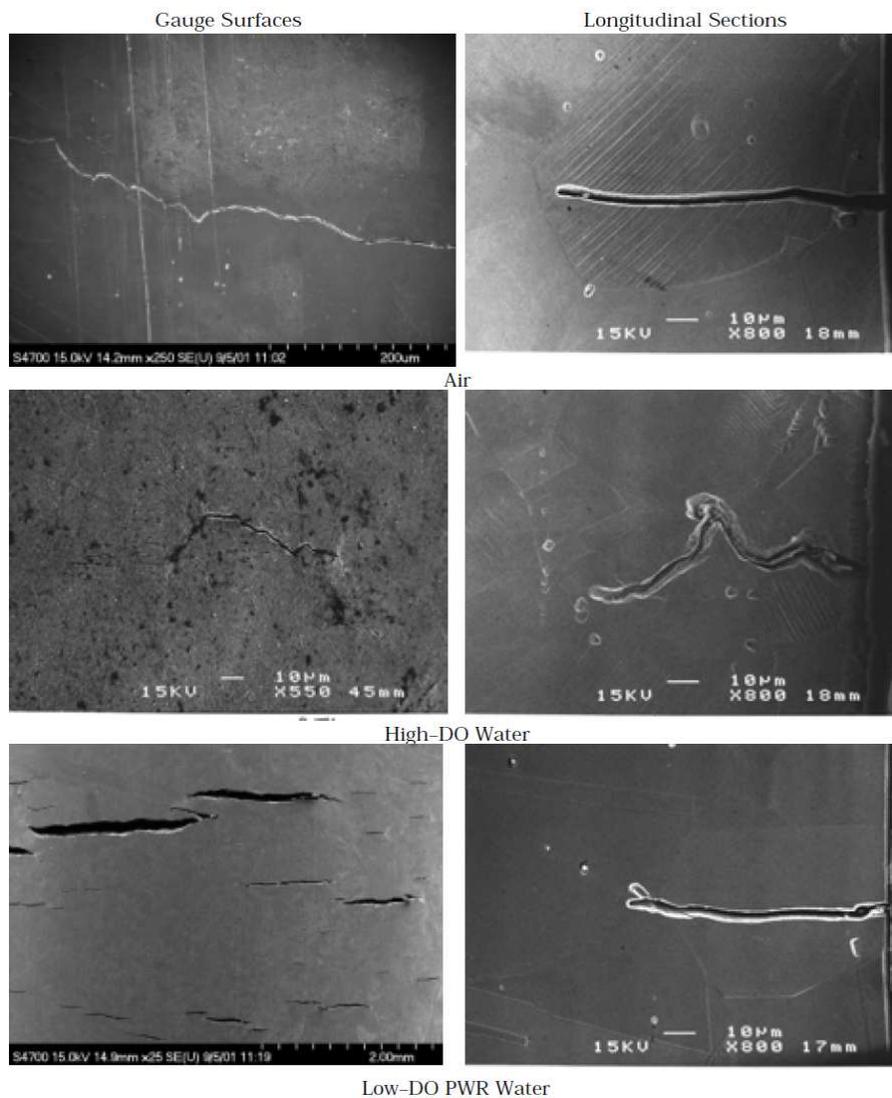


Figure I-50: Micrographies des fissures de fatigue, réalisées sur acier 304 testé sous air, en milieu eau BWR et en milieu eau PWR; (colonne de gauche: partie utile et colonne de droite : coupe longitudinale)

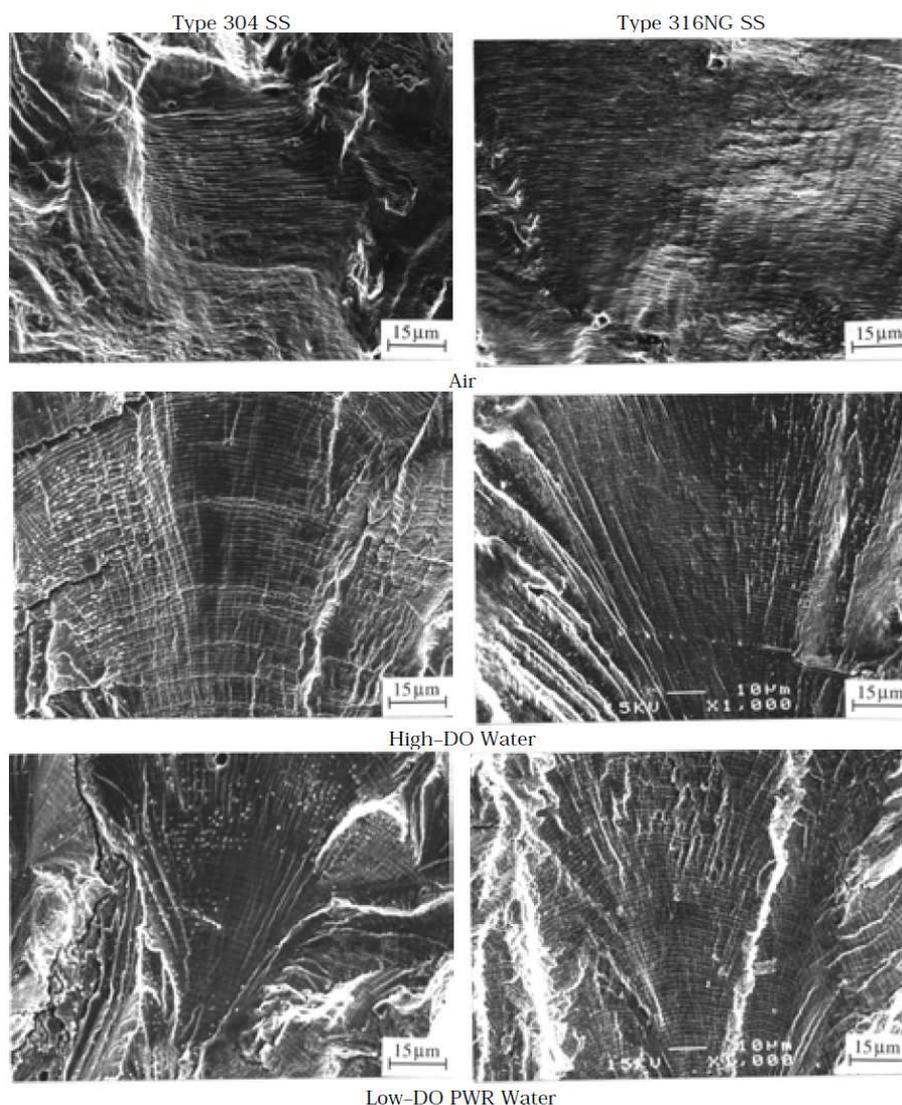


Figure I-51: Micrographies des faciès de rupture, réalisées sur aciers inox austénitiques testés sous air, en milieu eau BWR et en milieu eau PWR; (colonne de gauche: acier 304 et colonne de droite : acier 316NG)

I.2.3.3 Fissuration assistée par l'environnement et Corrosion

Ce sujet de thèse concerne le domaine de la Fatigue Oligocyclique mais touche également à d'autres problématiques comme la Fatigue – Corrosion ou la Corrosion Sous Contrainte (CSC). En effet, en environnements gazeux ou aqueux [179] et ici en milieu eau primaire REP, la fissuration n'est pas uniquement gouvernée par la « Fatigue » mais elle est également assistée par l'environnement. L'influence de chaque paramètre est difficile à identifier en raison des nombreux couplages existants. **Nous proposerons à la fin du Chapitre IV, une discussion concernant les mécanismes de fatigue – corrosion pouvant expliquer l'action du milieu eau REP, mais voici les mécanismes de CSC discutés dans certains rapports NUREG.**

Un premier mécanisme est celui de « film rupture/slip dissolution » (rupture du film et dissolution - glissement) [180]. Ce modèle nécessite que la couche d'oxyde formée à la surface du matériau, soit thermodynamiquement stable afin que la fissure puisse se propager sans s'émousser. Ainsi, l'augmentation de la déformation en pointe de fissure entraîne la rupture du film protecteur et la matrice est de nouveau exposée à l'environnement agressif comme le montre la Figure I-52 ; [122]. Dès que le film passif est rompu, la propagation de la fissure est contrôlée par la dissolution de la surface libre et par les mécanismes d'oxydation.

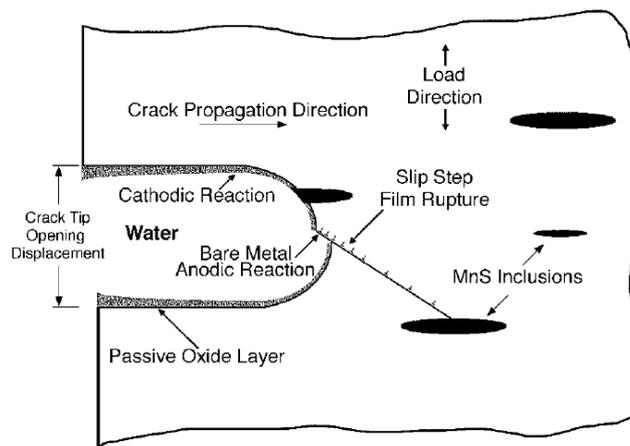


Figure I-52: Schéma du processus "film rupture/slip dissolution"

Un second mécanisme est celui de « Hydrogen - induced cracking » (fissuration assistée par l'hydrogène) [181]. L'hydrogène, produit par la réaction d'oxydation en pointe de fissure est partiellement absorbé par le métal. Cet hydrogène diffuse en avant de la pointe de fissure et interagit avec des inclusions. Il entraîne la formation de fissures de clivage à l'interface inclusion/matrice. Le raccordement de ces fissures, provoque une croissance discontinue de l'endommagement couplée avec la croissance mécanique due aux sollicitations de fatigue. D'autres modes de rupture assistés par l'hydrogène peuvent également accélérer la propagation des fissures en milieu eau LWR. Par exemple, l'hydrogène peut localiser et augmenter la déformation plastique en pointe de fissure en réduisant le niveau de contrainte nécessaire au mouvement des dislocations, c'est le « Corrosion Enhanced Plasticity Model ».

Ces deux mécanismes dépendent des vitesses de rupture du film d'oxyde, de passivation et de diffusion. Il est donc difficile de les différencier et d'établir la contribution relative de chacun dans l'accélération des vitesses de propagation en milieu eau LWR.

Des études sur l'amorçage des fissures dans des aciers au carbone ou faiblement alliés conduisent aux mêmes résultats que ceux exposés précédemment pour les inox austénitiques : la chute de durée de vie en milieu eau LWR est principalement causée par les effets d'environnement sur la croissance des MSCs (fissures d'une profondeur $<100\mu\text{m}$), [107], [155]. Des observations micrographiques des éprouvettes indiquent que la croissance des MSCs, dans les aciers au carbone ou faiblement alliés, est principalement assistée par le mécanisme de « film rupture/slip dissolution ».

Cependant, contrairement aux aciers au carbone ou faiblement alliés, la durée de vie des inox austénitiques est plus faible en milieu eau PWR qu'en milieu eau BWR. Ce résultat est difficilement imputable au mécanisme de « film rupture/slip dissolution » qui veut que la vitesse de propagation des fissures augmente avec le taux d'oxygène dissous.

Les caractéristiques de la couche d'oxyde qui se forme à la surface des inox austénitiques en milieu eau LWR peuvent influencer les mécanismes et les cinétiques des processus de corrosion et ainsi perturber la phase d'amorçage (croissance des MSCs). De plus, la réduction de la durée de vie en fatigue dans l'eau à haute température a souvent été attribuée à la présence de micropiqûres qui peuvent jouer le rôle de concentrateurs de contrainte et ainsi devenir des sites privilégiés d'amorçage.

La couche d'oxyde se développant en milieu LWR pour les aciers inoxydables austénitiques, est constituée de deux couches, Figure I-53: la **Couche interne** à grains fins (Fine-grain Inner Layer), fortement adhérente et riche en Chrome et la **Couche externe** cristalline riche en Nickel (Outer Layer), composée de grosses et moyennes particules.

La couche interne se forme par croissance en phase solide, alors que la couche externe se crée par précipitation ou déposition de la solution sur la surface libre.

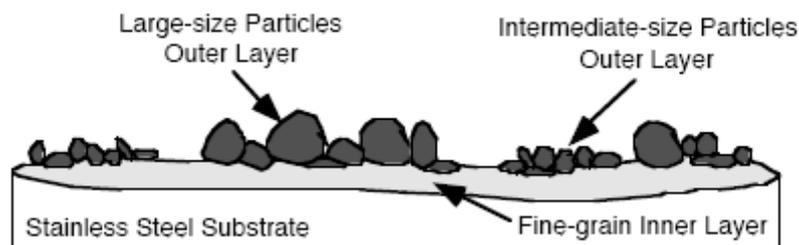


Figure I-53: Schéma du film d'oxyde formé à la surface des aciers inox austénitiques en milieu LWR

Des observations MEB de la surface d'une éprouvette d'acier 316NG testé soit en milieu eau PWR, soit en milieu eau BWR sont présentées sur la Figure I-54 ; [122].

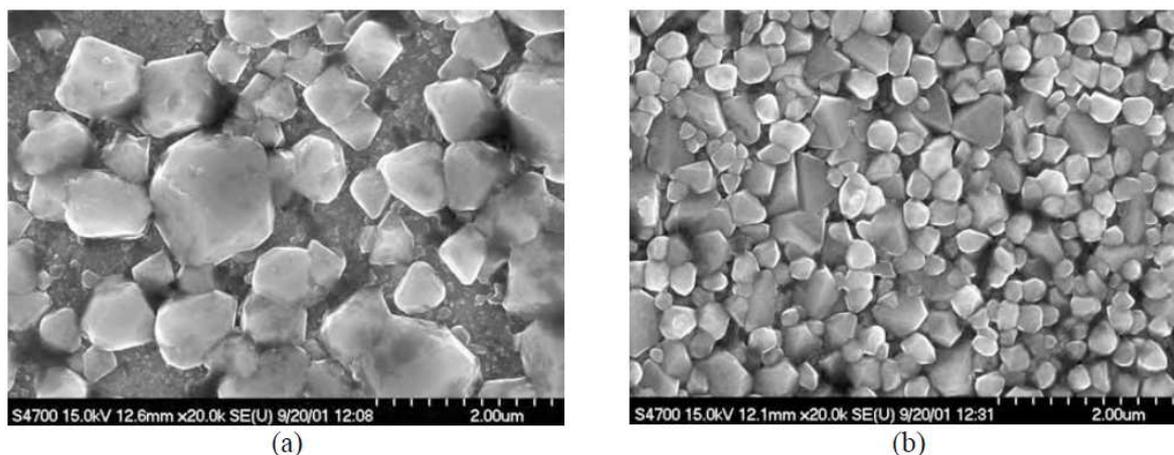


Figure I-54: Micrographies des films d'oxyde formés à la surface d'un acier 316NG; a) en milieu eau PWR, b) en milieu eau BWR

De nombreuses études ont permis la caractérisation plus précise des films d'oxyde formés à la surface des inox austénitiques en milieu eau LWR [182-188] :

La couche interne possède une structure du type spinelle riche en chrome et de composition non stoechiométrique : $\text{Ni}_x\text{Cr}_y\text{Fe}_{3-x-y}\text{O}_4$. La composition exacte varie selon les conditions environnementales. **Da Cunha Belo et al. [186], ont déterminé que la couche d'oxyde interne formée en milieu eau PWR à 350°C, sur un acier inox austénitique 316L est un mélange d'oxydes de Chrome ($\text{Cr}_2\text{O}_3 + \text{FeCr}_2\text{O}_4$) et d'oxyde de Fer (Fe_3O_4).** Nakayama et Oshida [188], ont quant à eux caractérisé la couche d'oxyde interne formée en milieu eau BWR à 300°C (8ppm d' O_2 dissous) et déterminé qu'elle est principalement composée de $\text{NiO}(\text{Cr,Fe})_2\text{O}_3$ et/ou de NiFe_2O_4 qui peuvent se former par réaction en phase solide entre NiO et $(\text{Cr,Fe})_2\text{O}_3$ ou $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$. Enfin, Kim [182, 183], a identifié les oxydes riches en Chrome (FeCr_2O_4 ou $\text{Fe}_x\text{Cr}_{3-x}\text{O}_4$) et l'oxyde NiFe_2O_4 qui se forment en milieu eau BWR HWC (milieu hydrogéné ; Hydrogen Water Chemistry ou faiblement oxygéné ; Low-DO water) et en milieu eau BWR NWC (Normal Water Chemistry ou High-DO water), à la surface des aciers inox austénitiques 304 et 316, à 288°C. Il a remarqué que cette couche d'oxyde interne contient moins de Chrome en milieu eau BWR NWC qu'en milieu eau BWR HWC et a expliqué ces différences par l'oxydation du Chrome en milieu eau BWR NWC.

La composition et la structure de la couche d'oxyde externe dépendent également de la chimie de l'eau LWR. Les larges particules de cette couche sont composées d'hématite $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ en milieu eau BWR NWC et de magnétite Fe_3O_4 en milieu eau BWR HWC, [182, 183]. Les particules intermédiaires de cette couche sont composées d'hématite $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ en milieu eau BWR NWC et de FeCr_2O_4 en milieu eau BWR HWC. Cette couche externe évolue avec les variations

cycliques des teneurs en hydrogène et oxygène dans l'eau BWR. **En milieu eau PWR, les larges particules ont été identifiées comme étant des spinelles du type $\text{Ni}_{0.75}\text{Fe}_{2.25}\text{O}_4$ et les particules de taille intermédiaire sont définies comme étant du type $\text{Ni}_{0.75}\text{Fe}_{2.25}\text{O}_4 + \text{Fe}_3\text{O}_4$, [186].**

Ainsi, des données expérimentales indiquent que : la présence de micropiqûres à la surface des éprouvettes et les faibles différences de composition ou de structure de la couche d'oxyde, n'ont pas d'influences sur la formation des fissures et sur les durées de vie en fatigue. En effet, des éprouvettes d'acier 316NG (Heat P91576) ont été préoxydées pendant 10 jours à 288°C, soit en milieu eau PWR ($\text{DO} < 5\text{ppb}$ et $\text{DH}_2 \approx 23\text{cm}^3$), soit en milieu eau BWR ($\text{DO} \approx 500\text{ppb}$ et $\text{DH}_2 \approx 0\text{cm}^3$). Ces éprouvettes préoxydées et d'autres éprouvettes non oxydées d'acier 316NG (Heat P91576 & Heat P432804) ont été testées sous air ou en milieu eau PWR à 288°C. Les résultats de ces essais sont illustrés sur la Figure I-55 ; [119]. La durée de vie de l'éprouvette préoxydée en milieu eau BWR et testée en milieu eau PWR, est identique aux durées de vie des éprouvettes testées sans préoxydation. De plus, les durées de vie des éprouvettes préoxydées en milieu eau PWR et testées sous air, sont identiques à celles des éprouvettes sans préoxydation. Si les micropiqûres étaient responsables de la chute de durée de vie en fatigue, les éprouvettes préoxydées devraient avoir des durées de vie plus faibles. La limite de fatigue de ces aciers devrait également être plus faible en milieu eau LWR que sous air, or les données de la littérature montrent que la limite de fatigue est constante dans ces deux environnements.

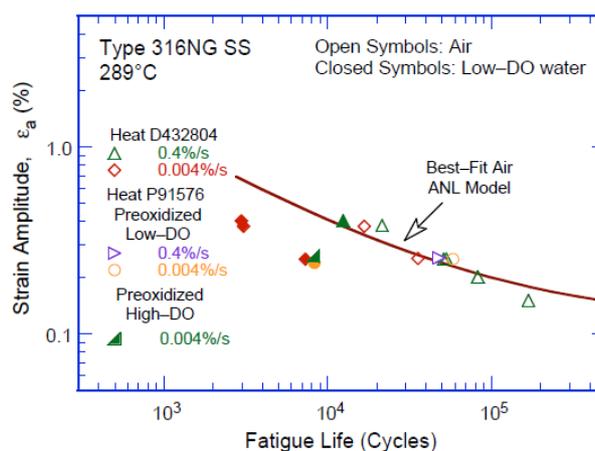


Figure I-55: Effets d'une préoxydation en milieu eau LWR, sur l'amorçage des fissures et sur les durées de vie en fatigue sous air ou en milieu eau PWR à 288°C

Ces résultats couplés aux observations micrographiques indiquent que : l'accélération de la fissuration et la chute de vie des aciers inox austénitiques testés en milieu eau LWR, ne s'expliquent pas par le mécanisme de « film rupture/slip dissolution », mais plutôt par d'autres mécanismes comme celui de « Hydrogen - induced cracking » [122, 143, 144].

1.3. Vieillessement dynamique dans les aciers inoxydables austénitiques

1.3.1 Introduction

A haute température, la durée de vie en fatigue d'un alliage métallique est affectée par divers paramètres comme le signal de chargement ou la vitesse de déformation.

Ceci peut être attribué à des **processus d'endommagement et de déformation** qui sont **dépendants du temps** : Modes de glissement, Instabilités microstructurales, Interactions avec l'environnement, Fluage, Oxydation, Vieillessement dynamique ou autres.

Divers paramètres influencent donc le comportement cyclique et la fissuration d'un alliage testé en fatigue, mais les nombreux couplages existant rendent difficile la distinction du rôle joué par chacun.

Dans la littérature, il est admis que l'influence néfaste de l'environnement eau primaire REP à 300°C, augmente avec la diminution de la vitesse de déformation. Ceci est expliqué par le fait qu'à basse vitesse de déformation, le matériau soit exposé plus longtemps aux effets du milieu REP. Or, il existe dans les aciers inox austénitiques, un effet intrinsèque de la vitesse de déformation sur le comportement et la durée de vie en fatigue, avec l'apparition du phénomène de vieillissement dynamique.

Nous faisons ici un point sur le **vieillessement dynamique** ou « **Dynamic Strain Ageing** » (**D.S.A.**) qui se manifeste entre autres, dans les **aciers inoxydables** testés **en fatigue oligocyclique** à **haute température**. Le D.S.A. est un phénomène thermiquement activé, fortement dépendant du temps et plus précisément de la **vitesse de déformation**. Il a d'importantes répercussions sur la tenue en fatigue de ces alliages et nous tenterons d'expliquer pourquoi et comment ?

1.3.2 Conditions

Pour que ce phénomène se produise, il faut travailler **en température**, dans une large gamme comprise entre **200 et 800°C** pour les aciers inoxydables austénitiques [189] et [190], ainsi qu'à **basse vitesse** de déformation, entre 10^{-2} s^{-1} et 10^{-6} s^{-1} . En effet, la température et la vitesse de déformation gouvernent respectivement la vitesse de diffusion des atomes en solution solide et la vitesse des dislocations mobiles.

Le D.S.A. est plus marqué lorsque la vitesse diminue ou que la température augmente, mais de nombreuses nuances existent selon le matériau testé.

Pour l'acier inoxydable austénitique 316L par exemple, des auteurs [191] ont déterminé différents couples, Température - Vitesse de déformation, dans lesquels se manifeste ce phénomène de D.S.A. : [250-550°C] à 10^{-4}s^{-1} ; [250-600°C] à 10^{-3}s^{-1} et [250-650°C] à 10^{-2}s^{-1} .

I.3.3 Causes

Le D.S.A. est principalement expliqué par **l'attraction et l'interaction entre dislocations mobiles et atomes en solution solide** [192, 193]. Les atomes responsables sont soit de substitution, soit des interstitiels, selon la température [194]. Ils varient selon l'alliage et les conditions d'essai. Pour l'acier inoxydable martensitique 17-4 PH [195], c'est le Cuivre qui est responsable, alors que pour l'acier inoxydable austénitique 316L(N) [196], ce sont les atomes de Chrome qui sont incriminés.

I.3.4 Conséquences

Nous parlerons ici des conséquences du D.S.A. pour des essais de fatigue oligocyclique à déformation totale ou plastique imposée.

Lorsque la vitesse diminue, le blocage des dislocations par les atomes en solution solide entraîne la création de nouvelles dislocations nécessaires pour assurer l'amplitude de déformation imposée. La densité de dislocations augmentant, la matrice se trouve durcie et l'amplitude de contrainte appliquée est donc accrue. Cette augmentation des niveaux de contrainte est accompagnée d'une baisse de l'amplitude de déformation plastique.

En clair, à haute température constante, lorsque la vitesse de déformation diminue : les contraintes augmentent, les déformations plastiques diminuent et la durée de vie baisse également. On parle alors pour les **niveaux de contrainte**, de **sensibilité négative à la vitesse de déformation**. Précisons que la chute de durée de vie, malgré la baisse des déformations plastiques, peut être expliquée par une augmentation des niveaux de contrainte en pointes de fissures, accélérant ainsi leurs propagations.

A l'inverse, si la température est très élevée et que la vitesse de déformation diminue, alors de gros précipités ont la possibilité et le temps de se former. Ainsi, les propriétés mécaniques de l'alliage sont affectées et l'on observe un adoucissement cyclique, ou autrement dit, une chute des niveaux de contraintes, accompagnée d'une chute de la durée de vie. On parle alors, de **sensibilité positive, des contraintes, à la vitesse de déformation**.

Le 316L(N) présente par exemple une sensibilité négative à 500 et 550°C lorsque la vitesse diminue, puis une sensibilité positive à 600°C pour des vitesses de 10^{-4} s^{-1} et 10^{-5} s^{-1} [196].

En clair, dans le domaine où le D.S.A. est actif, la durée de vie d'un acier inoxydable est fortement réduite lorsque l'on diminue la vitesse de déformation ou que l'on augmente la température, comme le montre la Figure I-56, obtenue sur le 316L [197].

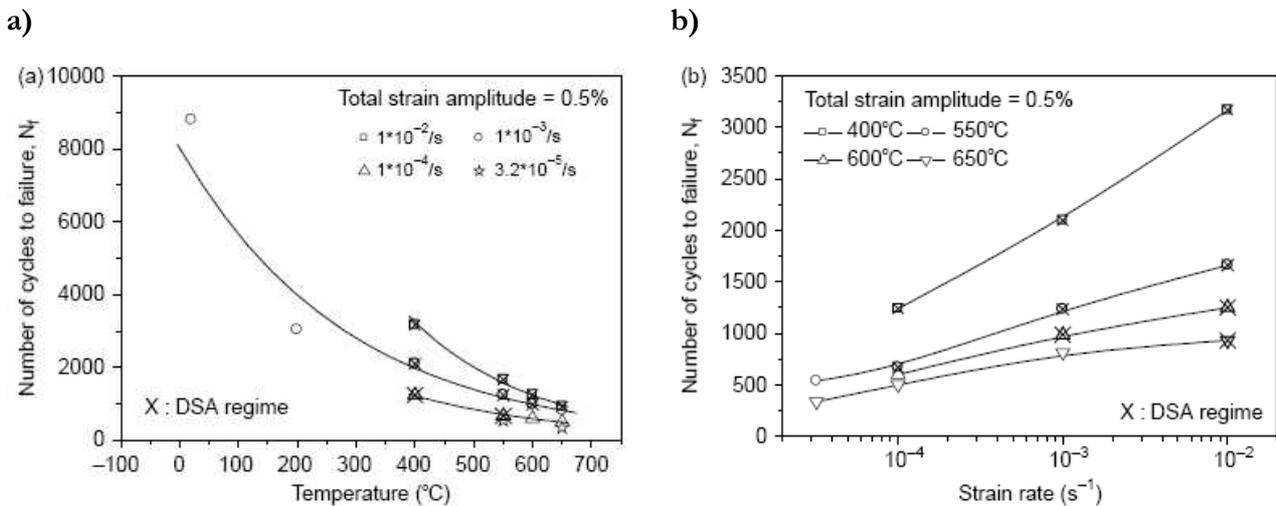


Figure I-56 : Variations des durées de vie d'un acier 316L avec (a) la température et (b) la vitesse

En ce qui concerne les modes de déformation, le D.S.A. est réputé **diminuer le glissement dévié** et **favoriser le glissement planaire** des dislocations. En effet, dans le régime de température et de vitesse où le vieillissement dynamique est opérant, les interactions, entre dislocations et atomes en solution solide, réduisent la déviation des dislocations et favorisent leur empilement, ce qui facilite le glissement plan.

Une étude sur un acier inoxydable austénitique 310 [198], a montré que les structures de dislocations sont de type planaire entre 200 et 550°C (gamme de température dans laquelle se manifeste le D.S.A.), alors qu'elles sont de type cellule en dessous de 200°C et de type cellule/sous grains au dessus de 550°C. Des résultats similaires ont été trouvés pour l'acier 316L [197] : 1) Structures type cellule pour $T < 250^{\circ}\text{C}$, 2) Structures planes pour $250 < T < 600^{\circ}\text{C}$, 3) Structures type sous grains pour $T > 600^{\circ}\text{C}$ et $d\epsilon/dt < 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Enfin, pour le 316L(N) [196], dans le régime de vieillissement dynamique, de nombreuses BGP sont observées.

On peut ajouter que le blocage, entre les bandes de glissement, des dislocations mobiles par les atomes en solution solide, **augmente le degré d'inhomogénéité de la déformation**. En effet,

le D.S.A. augmente le partitionnement de la déformation cyclique dans différentes régions caractérisées par des hautes ou des basses amplitudes de mouvement de dislocations. En clair, la **déformation n'est pas uniforme mais localisée dans d'intenses bandes de glissement**.

Cette localisation de la déformation plastique associée à des niveaux de contrainte élevés a pour conséquence d'**augmenter les densités de fissures inter et intragranulaire** et de **diminuer sensiblement la durée de vie**.

L'étude sur le 316L(N) [196], a révélé trois points concernant les fissures créées dans le régime de D.S.A. :

1. Quelle que soit la température ou la vitesse de déformation, le nombre de fissures transgranulaire est supérieur au nombre de fissures intergranulaires.
2. Quand la vitesse diminue, le nombre total de fissures augmente, avec quelques exceptions selon la température.
3. Lorsque la vitesse diminue, la longueur des fissures augmente.

L'étude sur le 316L [197], a montré notamment par l'observation des faciès de rupture, que :

1. Les fissures s'initient principalement sur les bandes de glissement connectées à la surface et qui représentent des sites d'amorçage privilégiés.
2. La propagation initiale de ces fissures se fait le long des bandes de glissement orientées à 45° de l'axe de chargement (Pseudo – stade I). Ceci est mis en évidence par l'observation de facettes de clivage. Cette propagation initiale est confinée dans les plans de glissement actifs, sur quelques grains seulement.
3. La propagation des fissures se fait ensuite en stade II transgranulaire. Ceci est mis en évidence par l'observation de stries de fatigue.

Ainsi, le D.S.A. provoque une **accélération de l'amorçage et de la propagation des fissures**, ce qui entraîne une chute de durée de vie. Des tests ont été menés sous vide sur un alliage base nickel 800H [199], pour étudier l'influence du D.S.A. sur l'endommagement en éliminant les effets d'environnement. Cette étude montre que le D.S.A. est responsable d'un amorçage plus rapide, d'une augmentation de la densité de fissures et d'une réduction de la durée de vie.

I.3.5 Prise en compte

Pour tenter de qualifier et même de quantifier le phénomène de vieillissement dynamique, différents outils sont à notre disposition :

1. On peut d'abord étudier la réponse cyclique en contrainte à l'aide de **courbes σ - N** et de **boucles d'hystérésis**. On peut ainsi aisément distinguer une **sensibilité négative ou positive de la contrainte, à la vitesse de déformation**. On peut également remarquer, dans certains cas, si $\Delta\epsilon_i/2$ est grand et $d\epsilon/dt$ est petit), **l'effet Portevin - Le Chatelier (P.L.C.)** qui se traduit par des instabilités périodiques sur les boucles d'hystérésis. Ces instabilités sont causées par un déblocage périodique des dislocations dans leur atmosphère d'atomes en solution solide entraînant des chutes ponctuelles de contrainte. Précisons qu'il peut y avoir présence de vieillissement dynamique sans apparitions de cet effet P.L.C., l'inverse n'étant pas vrai.
2. On peut ensuite utiliser la contrainte normalisée définie comme suit :

$$\sigma^t_{norm} = \frac{\sigma^t_{max} (pic)}{\sigma^t_{max} (cycle1)}$$

Équation I-22: Calcul de la contrainte normalisée

Ainsi, dans le cas d'une sensibilité négative en contrainte, la valeur de σ_{norm} augmente lorsque la vitesse diminue, ou que la température augmente.

3. On peut enfin analyser l'évolution de la contrainte de friction, $\sigma_{friction}$ et de la contrainte en retour, σ_{back} . La $\sigma_{friction}$ est la contrainte isotrope, dite thermique alors que σ_{back} est la contrainte cinématique, dite athermique. Elles peuvent être déterminées graphiquement par la méthode de Cottrell [200], Figure I-57. D'après Hong et Laird [201], les interactions élastiques, entre dislocations mobiles et atomes ségrégués en solution solide, entraînent l'augmentation de $\sigma_{friction}$ et donc de σ_{max} . Ainsi, les interactions engendrées par le phénomène de D.S.A. ont des répercussions sur les contraintes de friction et de retour.

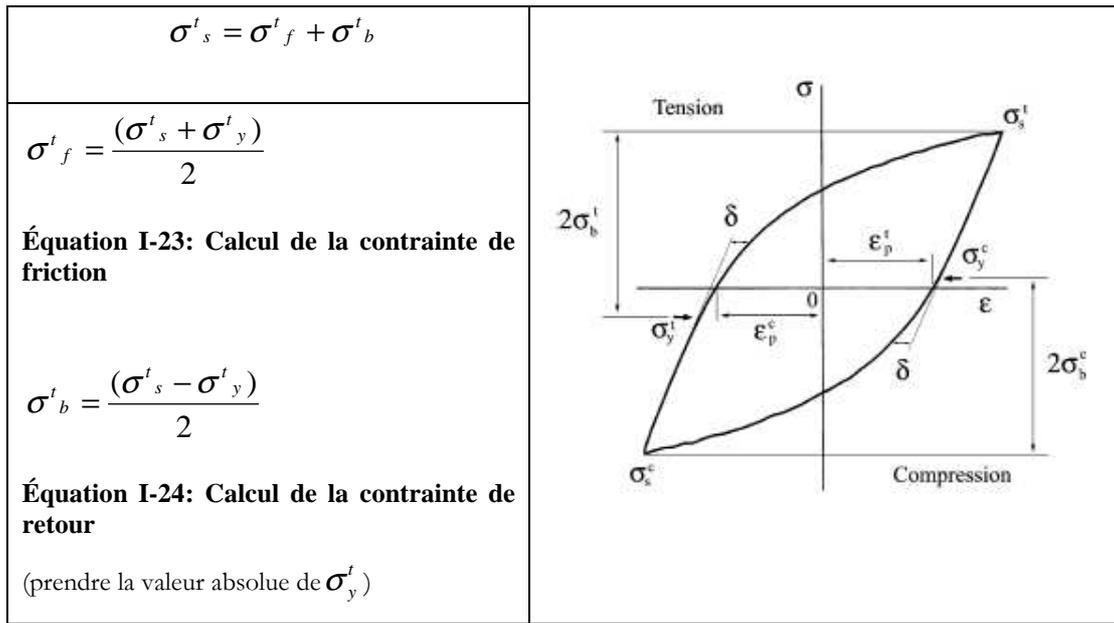


Figure I-57 : Méthode de Cottrell pour déterminer $\sigma_{friction}$ et σ_{back}

I.3.6 Synthèse

Les changements de modes de déformations et d'endommagement engendrés par le phénomène de vieillissement dynamique, ont des conséquences néfastes sur la tenue en fatigue des aciers inoxydables testés à haute température et basse vitesse de déformation. Il est donc important de ne pas perdre de vue l'effet intrinsèque de la vitesse de déformation que nous essayerons de découpler de l'effet de l'environnement eau primaire REP.

1.4. Synthèse du travail bibliographique

L'étude bibliographique montre une forte dépendance du comportement et de la durée de vie des aciers inoxydables austénitiques en fatigue oligocyclique à des paramètres clés comme l'amplitude ou la vitesse de déformation, la température et l'environnement.

Aux vues des conditions de chargement et de la valeur d'EDE de l'acier 304L, notre matériau présente à la fois un mode de glissement plan et hétérogène et un mode de glissement dévié et homogène.

La transformation martensitique induite par la déformation plastique a trois effets importants sur le comportement en fatigue des aciers inox austénitiques : La martensite ϵ ou α' est plus dure et plus fragile que la phase austénitique ; La martensite est plus sensible aux effets d'environnement et enfin ; La martensite augmente les contraintes résiduelles dans le matériau. Toutefois, dans nos conditions d'essais où la température est égale à 300°C et où l'amplitude de déformation vaut $\pm 0.3\%$ ou $\pm 0.6\%$, l'acier 304L est censé être peu sujet à cette transformation de phase. Elle peut sans doute se produire à 20°C et expliquer partiellement des différences de durées de vie observées entre 20 et 300°C. Quoiqu'il en soit, l'acier inox austénitique 316L est moins sensible à cette transformation que l'acier 304L et présente malgré tout, une chute de durée de vie semblable en milieu eau primaire REP. La transformation martensitique ne fera donc pas l'objet d'une étude poussée mais nous serons tout de même amené à en discuter.

Le milieu eau primaire REP est responsable d'une chute de durée de vie en fatigue importante pour les hautes températures et amplitudes de déformation et pour les basses vitesses de déformation. Ceci est expliqué dans la littérature par une accélération de la croissance des MSCs assistée par les effets d'environnements et notamment par les effets de l'Hydrogène mais les scénarios sont nombreux.

Enfin, ce matériau présente une forte sensibilité au phénomène de vieillissement dynamique pour des températures comprises entre 250 et 650°C et pour des vitesses de déformation inférieures à 10^{-2}s^{-1} . Le DSA augmente la planéité et l'hétérogénéité de la déformation plastique et réduit les durées de vie sous air par une accélération de l'amorçage et de la propagation des fissures. Toutefois, ce phénomène est rarement considéré lors des études portant sur les effets de l'environnement eau REP. Ce phénomène constitue donc un point relativement important que nous étudierons afin de mieux appréhender les effets du milieu eau primaire REP sur la durée de vie en fatigue oligocyclique de l'acier inoxydable austénitique 304L.

Chapitre II : Matériau et techniques expérimentales

II.1.	L'acier inox austénitique 304L	97
II.1.1	Composition chimique	97
II.1.2	Microstructure	98
II.1.3	Propriétés mécaniques monotones et cycliques	100
II.2.	Géométrie et préparation des éprouvettes de fatigue oligocyclique	103
II.2.1	Géométries	103
II.2.2	Usinage	105
II.2.3	Polissage	105
II.3.	Techniques d'observation	106
II.3.1	Microscopie optique	106
II.3.1.1	Microscope optique « classique »	106
II.3.1.2	Microscope à interférométrie optique	106
II.3.2	Microscopie électronique	106
II.3.2.1	Microscopie Electronique à Balayage	106
II.3.2.2	Microscopie électronique en transmission	107
II.4.	Essais de Fatigue Oligocyclique	108
II.4.1	Pilotage sur la partie utile	108
II.4.2	Pilotage déporté	110
II.4.2.1	Etalonnages expérimentaux	112
II.4.2.2	Vérifications numériques d'un étalonnage	112
II.4.2.3	Conclusions sur le pilotage déporté	114

II. Matériau et techniques expérimentales

II.1. L'acier inox austénitique 304L

Le matériau utilisé dans cette étude est un acier inoxydable austénitique de type 304L (Z2 CN 18-10). Il a été élaboré par **Creusot-Loire Industrie (C.L.I.)** sous la forme d'une tôle (coulée XY 182) de dimension 5000 x 2000 x 30 mm, obtenue par laminage et soumise ensuite à une hypertrempe à partir d'une température comprise entre 1050°C et 1150°C. Ce matériau a déjà été utilisé au LMPM dans le cadre des doctorats de **Sébastien PETITJEAN** en 2003 [202] et de **Yoann LEHERICY** en 2007 [203]. Les coupons de tôle utilisés durant la thèse, sont référencés T218XC et T218XE.

De plus, de nombreux essais de fatigue oligocyclique ont été réalisés depuis 2005, au Centre technique d'AREVA NP, sous Air ainsi qu'en milieu REP sur un acier 304L fourni par **Industeel** sous la forme d'une tôle obtenue par laminage, repérée 15271, d'épaisseur 103mm. Cet acier présente des caractéristiques chimiques et mécaniques légèrement différentes que nous présenterons également car quelques résultats obtenus par AREVA NP seront utilisés dans ce manuscrit.

II.1.1 Composition chimique

L'analyse chimique de la tôle CLI a été réalisée par le Département, « Etude des Matériaux » d'E.D.F. (E.M.A). Les résultats de cette analyse sont consignés dans le Tableau II-1. Pour information, les teneurs relatives de chaque élément chimique notifiées par la spécification RCC-M M3307, sont également reportées dans ce tableau.

Eléments	C	Mn	Si	S	P	Ni	Cr	Mo	Cu	N ₂
RCC-M	≤ 0.03	≤ 2	≤ 1	≤ 0.03	≤ 0.04	9 à 12	17 à 20	-	≤ 1	-
E.M.A.	0.029	1.86	0.37	0.004	0.029	10.00	18.00	0.04	0.02	0.056

Tableau II-1: Composition chimique de l'acier 304L, tôle CLI, (% masse)

La composition chimique fournie par Industeel de l'acier 304L utilisé au centre technique du Creusot est donnée dans le Tableau II-2.

Eléments	C	Mn	Si	S	P	Ni	Cr	Mo	Cu
Industeel	0.025	1.687	0.407	0.0001	0.032	9.12	18.33	0.381	0.217
Eléments	V	Ti	Co	Nb	W				
Industeel	0.042	<0.005	0.052	<0.005	0.029				

Tableau II-2: Composition chimique de l'acier 304L, tôle Industeel, (% poids)

II.1.2 Microstructure

Pour l'acier 304L CLI, l'observation au microscope optique d'un échantillon ayant subi un polissage mécanique et une attaque métallographique à l'eau Régale (4 vol. HCl + 3 vol. HNO₃ + 4 vol. H₂O), révèle la présence de chapelets de ferrite résiduelle orientés dans le sens du laminage ainsi que la présence d'inclusions réparties de manière aléatoire au sein de la microstructure, cf. Figure II-1. La teneur en ferrite est faible, de l'ordre de 3% dans le matériau. L'analyse des inclusions au microscope électronique à balayage équipé de E.D.S.X. [202] a révélé qu'il s'agit d'oxydes principalement composés de chrome, de manganèse, de titane et d'aluminium. La taille de ces inclusions peut atteindre 10 µm.

Précisons que pour le 304L Industeel, le taux de ferrite résiduelle est d'environ 1.5%.

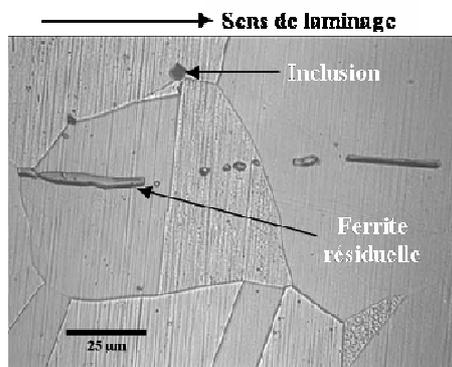
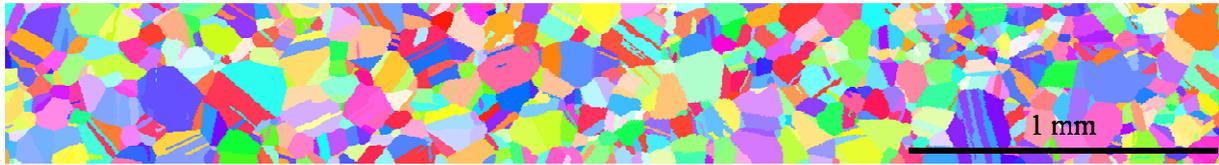


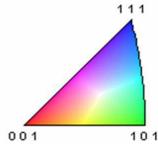
Figure II-1: Inclusion et ferrite résiduelle, tôle CLI [203]

Enfin, la taille apparente des grains d'austénite varie de 10 à 400µm avec une majorité de grains mesurant entre 40 et 140µm. Une cartographie EBSD (cf. paragraphe IV.2.1.2), longue de 3.8mm et large de 0.520mm, a été réalisée sur un méplat usiné sur une éprouvette en 304L (tôle CLI) de diamètre 9mm. Cette cartographie présente les orientations cristallographiques d'environ 1090 grains selon l'axe TD (parallèle à l'axe de sollicitation), cf. Figure II-2. On constate également sur cette figure que la taille moyenne des grains est de 80µm en comptant les joints de macles comme

des joints de grains ou de $138\mu\text{m}$ après reconstruction des grains. Enfin, la texture cristallographique est faible avec un indice de texture inférieur à 2.



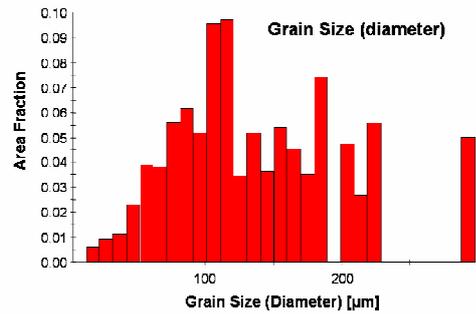
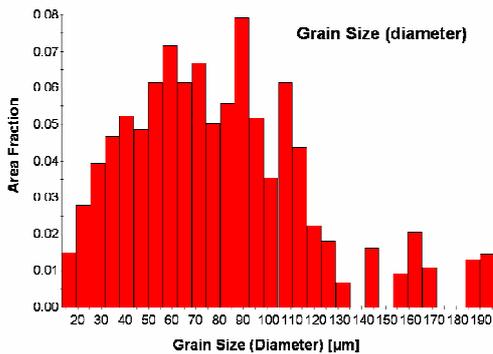
Orientations selon axe TD (direction parallèle à l'axe de chargement) avec macles thermiques



Axe de chargement

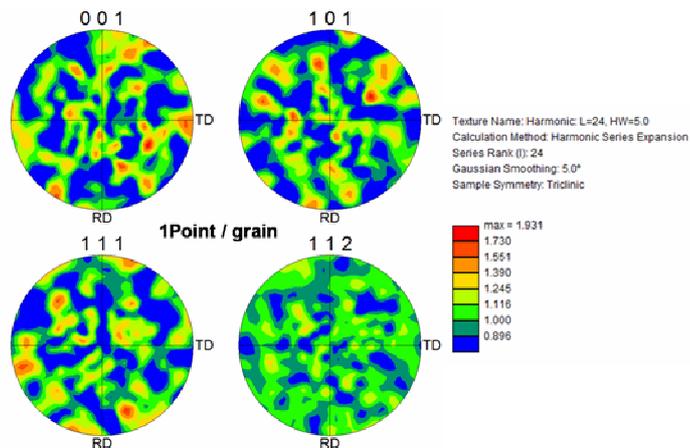


Orientations selon axe TD (direction parallèle à l'axe de chargement) sans macles thermiques



Taille moyenne de grains, (1 macle = 1 grain) : $80\mu\text{m}$

Taille moyenne de grains, (sans macles) : $138\mu\text{m}$



Indice de texture avec 1 point de mesure par grain : ≈ 1.9

Figure II-2: Cartographies EBSD et mesures de taille moyenne des grains et de texture cristallographique, sur un méplat d'une éprouvette d'acier 304L CLI

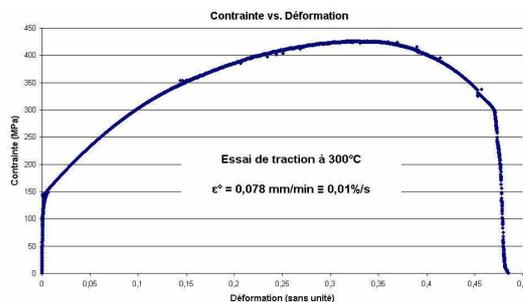
II.1.3 Propriétés mécaniques monotones et cycliques

Les propriétés mécaniques du 304L CLI ont été établies par Petitjean et al. [202] au L.M.P.M. grâce à des essais de traction monotone à 25°C et à 300°C, avec une vitesse de traverse égale à 2mm/min, sur des éprouvettes de diamètre 10 mm prélevées dans les sens longitudinal et transversal, au cœur de la tôle. Les valeurs obtenues sont consignées dans le Tableau II-3. On constate que l'acier 304L CLI présente une ductilité importante comme le montre la valeur d'allongement de 57% à l'ambiante.

	Sens du laminage		Sens transversal	
	25°C	300°C	25°C	300°C
σ_e (0.2%) (MPa)	214	130	224	133
σ_{max} (MPa)	592	414	593	409
A (%)	57	39	57	39
Z (%)	84	78	81	75

Tableau II-3: Propriétés mécaniques monotones de l'acier 304L, tôle CLI [202]

Pour compléter ces données, un essai de traction à 300°C a été réalisé au LMPM avec une vitesse de traverse de 0.078mm/min qui correspond à une vitesse de déformation de 0.01%/s utilisée lors des essais de fatigue oligocyclique. Cet essai a été réalisé sur une éprouvette de diamètre 9mm, prélevée à cœur de la tôle dans le sens de laminage. Les caractéristiques mécaniques obtenues sont présentées sur la Figure II-3. On constate ainsi, qu'à plus faible vitesse de déformation, la contrainte maximale et l'allongement à rupture sont plus élevés. Cet essai révèle donc une sensibilité à la vitesse de déformation qui sera confirmée par la suite lors d'essais de fatigue.



Essai de traction à 300°C, 0.078mm/min. Sens de laminage	
σ_e (0.2%) (MPa)	130
σ_{max} (MPa)	428
A (%)	49

Figure II-3: Essai de traction monotone réalisé à 300°C, à une vitesse de déformation de 0.01%/s et caractéristiques mécaniques obtenues pour le 304L CLI

La limite de fatigue de cet acier établie sur éprouvette lisse à $R=-1$ et $f = 10\text{Hz}$ [202], est égale à $\pm 200\text{MPa}$, ce qui est très proche de la limite d'élasticité conventionnelle à 25°C .

La valeur du module d'élasticité dynamique a été déterminée entre 25°C et 300°C au LMPM [202] par une méthode résonnante reposant sur la vibration d'une lame en flexion, le module d'Young longitudinal E étant relié à la fréquence propre de vibration de la lame. On observe sur la Figure II-4 une décroissance importante du module d'Young E avec l'augmentation de la température.

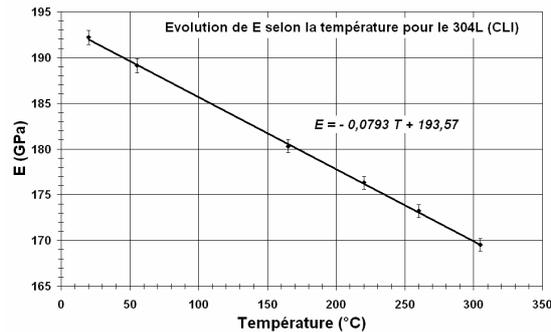


Figure II-4: Evolution du module d'Young en fonction de la température pour le 304L (CLI)

Les caractéristiques mécaniques cycliques ont été déterminées par EDF [204] pour le 304L (CLI) lors d'essais de fatigue à déformation totale imposée conduits à l'ambiante. Les résultats obtenus sont présentés dans le Tableau II-4.

Fatigue strength coefficient, σ_f' (MPa)	330 ou : 1890 , pour $\Delta\sigma/2 > 217\text{MPa}$
Fatigue strength exponent, b	- 0.0373 ou : - 0.204 , pour $\Delta\sigma/2 > 217\text{MPa}$
Fatigue ductility coefficient, ϵ_f'	0.1325
Fatigue ductility exponent, c	- 0.3738
Cyclic strength coefficient, K' (MPa)	400 ou : 4742 , pour $\Delta\sigma/2 > 217\text{MPa}$
Cyclic strain hardening exponent, n'	0.098 ou : 0.512 , pour $\Delta\sigma/2 > 217\text{MPa}$
Cyclic yield strength, YS' (MPa)	217
Fatigue strength (at 10^6 cycles), σ_d (MPa)	192

Tableau II-4: Propriétés mécaniques cycliques du 304L (CLI) à 20°C

Les facteurs σ_f' , ε_f' , \mathbf{b} et \mathbf{c} sont les coefficients et exposants de la loi reliant la durée de vie à la demie amplitude de déformation totale, cf. Équation II-1 :

$$\frac{\Delta\varepsilon_t}{2} = \frac{\sigma_f'}{E} (2N_f)^b + \varepsilon_f' (2N_f)^c$$

Équation II-1: Expression de la durée de vie selon la déformation

Le coefficient \mathbf{K}' et l'exposant \mathbf{n}' sont les paramètres de la loi de comportement cyclique en contrainte-déformation, cf. Équation II-2 :

$$\frac{\Delta\varepsilon_t}{2} = \frac{\Delta\sigma}{2E} + \left(\frac{\Delta\sigma}{2K'}\right)^{\frac{1}{n'}}$$

Équation II-2: Relation contrainte-déformation

\mathbf{K}' et \mathbf{n}' peuvent également être déterminés à l'aide de l'expression reliant la demie amplitude de contrainte à la demie amplitude de déformation plastique, cf. Équation II-3 :

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

Équation II-3: Relation entre demie amplitude de contrainte et demie amplitude de déformation plastique

L'acier 304L CLI présente un comportement bilinéaire, car pour des valeurs de $\Delta\sigma/2$ supérieures à YS' (limite d'élasticité cyclique), les facteurs σ_f' et \mathbf{b} ou les facteurs \mathbf{K}' et \mathbf{n}' sont différents.

Enfin, on constate que les propriétés mécaniques du 304L (tôle Industeel), présentées dans le Tableau II-5, sont légèrement différentes de celles du 304L (tôle CLI), notamment en ce qui concerne la limite d'élasticité conventionnelle à 25°C, qui vaut 255 MPa, contre 214 MPa pour la tôle CLI. Cependant, les propriétés mécaniques des deux tôles sont conformes à la spécification RCC-M.

à 25°C	Industeel	RCC-M
σ_e (0.2%) (MPa)	255	> 175
σ_{max} (MPa)	573	> 490
A (%)	64	> 45

Tableau II-5: Caractéristiques mécaniques à l'ambiante, du 304L (Tôle Industeel)

II.2. Géométrie et préparation des éprouvettes de fatigue oligocyclique

II.2.1 Géométries

Les éprouvettes doivent permettre la réalisation d'essais de fatigue oligocyclique à amplitude de déformation totale imposée. Il faut de plus prendre en compte la nécessité de piloter ces essais de manière déportée, sur épaulements ou sur collerettes, conditions imposées par les essais en milieu eau primaire REP dans une autoclave (140bars, 300°C) ou sous Vide à 300°C, qui empêchent l'utilisation d'un extensomètre placé sur la partie utile.

Les éprouvettes choisies présentent une partie utile cylindrique et des congés de raccordement toriques. Elles comportent des épaulements qui permettent d'y fixer les couteaux de l'extensomètre, à l'ambiante, ou bien des collerettes qui permettent d'adapter un montage de renvois d'extensométrie, à chaud. Ce type de pilotage déporté requiert un étalonnage préalable permettant de relier la déformation réelle dans la partie utile au déplacement imposé sur les épaulements ou collerettes, cf. paragraphe II.4.2.

Les dimensions des éprouvettes de **diamètre utile 6mm**, utilisées dans les thèses de Petitjean et Lehericy [202, 203], sont rappelées sur la Figure II-5.

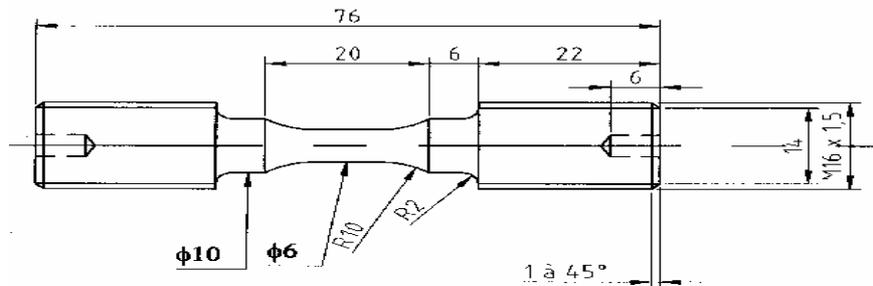


Figure II-5: Eprouvette de fatigue de diamètre utile 6mm utilisée au LMPM [202, 203]

En revanche, les éprouvettes utilisées au centre technique d'AREVA NP du Creusot pour les essais sous air et sous eau REP ont des géométries différentes comme le montre la Figure II-6, avec un **diamètre utile de 9mm**.

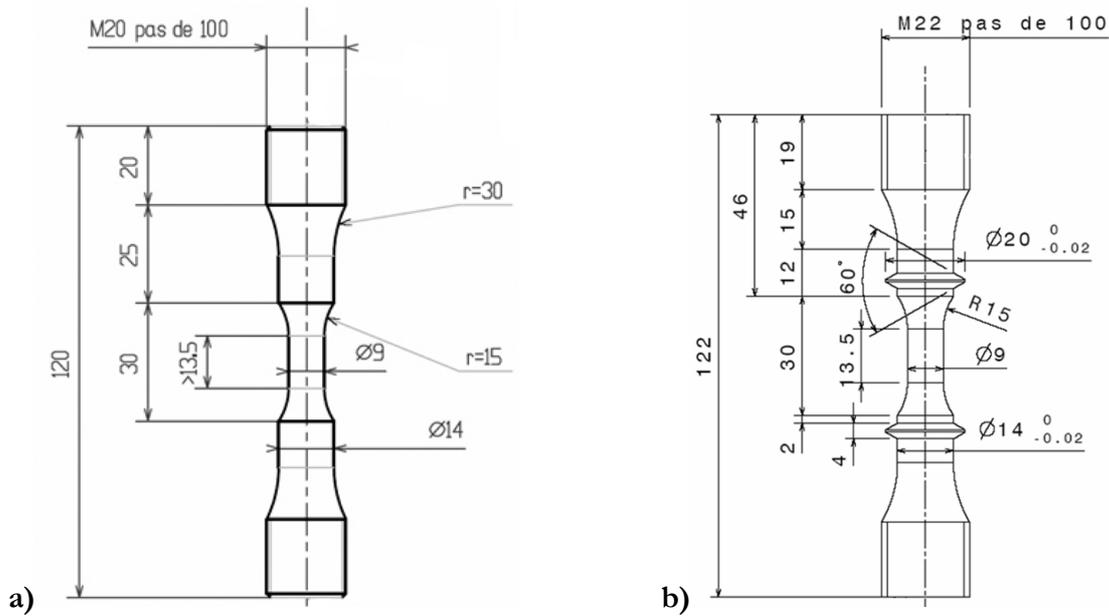


Figure II-6: Eprouvettes de fatigue de diamètre utile 9mm utilisées au Creusot ; a) Sous Air, b) Sous REP

Afin de faciliter la comparaison des résultats entre les essais effectués au Centre technique d'AREVA NP du Creusot (sous air ou sous eau REP) et ceux effectués au LMPM (sous air ou sous vide à T_{amb} ou à 300°C), il est apparu souhaitable d'utiliser des éprouvettes possédant **la même partie utile avec : $l = 13.5\text{mm}$ et $\Phi = 9\text{mm}$** . Compte tenu du dispositif expérimental disponible au LMPM pour les essais à 300°C qui impose une **longueur maximale d'éprouvette de 90 mm** et considérant les dimensions de la partie utile à respecter, les géométries des éprouvettes utilisées au LMPM sont présentées sur la Figure II-7.

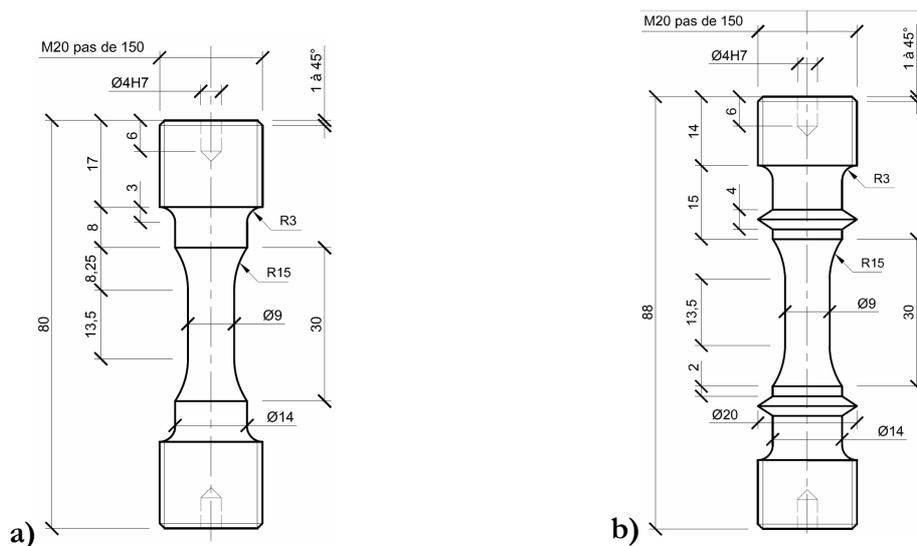


Figure II-7: Eprouvettes de fatigue du LMPM de diamètre utile 9mm utilisées sous air/vide ; a) Pour pilotage sur partie utile ou épaulements, b) Pour pilotage sur partie utile ou collerettes

II.2.2 Usinage

Toutes les éprouvettes sont prélevées par électroérosion dans le sens du laminage au cœur de la tôle. Ensuite, ces éprouvettes sont tournées mécaniquement à l'aide d'un tour conventionnel selon les conditions du Tableau II-6.

Diamètre utile (mm)	Avance (mm/tr)	Vitesse de rotation (tr/min)	Profondeur de passe (mm)	Rayon de l'outil (mm)
6	0.05	1 600	0.2	0.8
9	0.05	800	0.2	0.4

Tableau II-6: Caractéristiques du tournage préalable à l'opération de polissage des éprouvettes

Les éprouvettes tournées dans ces conditions présentent une rugosité faible qui facilite les opérations d'usinage postérieures (polissage ou meulage) et assure une bonne reproductibilité de l'état de surface. Cette opération de tournage est à l'origine d'un écrouissage en surface qui s'étend sur une profondeur de plusieurs dizaines de micromètres (180 μm pour les éprouvettes de diamètre 6mm [202]).

Dans le cadre de cette étude, nous avons décidé, comme dans le cas des travaux de Lehericy [203], de ne pas réaliser de traitement d'hypertrempe après usinage afin de conserver cette couche superficielle écrouie qui est plus représentative des conditions de surface des pièces industrielles et notamment des becs de piquage primaires.

II.2.3 Polissage

Les échantillons, préalablement tournés, sont polis mécaniquement en utilisant successivement des papiers abrasifs de granulométrie 320, 500, 1 000, 2 400 et 4 000.

Puis ces échantillons sont polis à l'aide de draps de polissage et de sprays diamantés de 3 μm et 1 μm afin d'obtenir un état de surface « poli miroir », cf. Figure II-8.

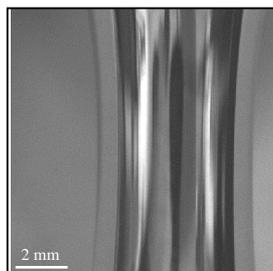


Figure II-8: Aspect de la surface des éprouvettes polies

Au cours de cette étape, seuls les 20 à 30 premiers microns sous la surface sont enlevés. Ainsi l'état poli étudié présente une couche écrouie non négligeable qui s'étend sur une profondeur de plus de 100 μ m, comme l'a montré Lehericy [203], à l'aide de tests de microdureté Vickers.

II.3. Techniques d'observation

II.3.1 Microscopie optique

II.3.1.1 Microscope optique « classique »

Un microscope optique Reichert-Jung Mef-3 permettant des grossissements compris entre x40 et x1880, ainsi qu'une binoculaire Leica MZ-95, ont été utilisés pour vérifier les états de surface polis ou meulés et pour réaliser diverses macrographies à la surface, sur des coupes longitudinales ou sur des faciès de rupture des éprouvettes de fatigue.

II.3.1.2 Microscope à interférométrie optique

Un interféromètre optique Talysurf CCI 6000 de marque Taylor Hobson a été utilisé pour caractériser la rugosité de la surface de quelques éprouvettes polies ou meulées mais également pour déterminer avec précision les géométries de deux entailles réalisées à la surface de deux éprouvettes, l'une testée sous air et l'autre testée en milieu eau REP. Cet appareil permet d'effectuer des mesures 3D sans contacts avec une résolution optique de 0.4 à 0.6 μ m pour un objectif x50.

II.3.2 Microscopie électronique

II.3.2.1 Microscopie Electronique à Balayage

Le suivi de l'évolution du dommage sur le fût des éprouvettes ainsi que l'examen des faciès de rupture et des coupes longitudinales ont été réalisés à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB) JEOL 6400. Nous avons utilisé soit les électrons secondaires (mode SEI), qui permettent d'obtenir une image contrastée par le relief, soit les électrons rétrodiffusés, avec lesquels le contraste est dû en grande partie à la composition chimique (mode COMPO) et dans une moindre mesure à la topographie de surface (mode TOPO). Une tension d'accélération de 20 ou de 25kV a été utilisée selon le mode choisi.

Les analyses quantitatives de l'endommagement de surface en termes de densités et de longueurs des fissures ont été effectuées en utilisant un porte-échantillon tournant réalisé au LMPM. Ce porte-échantillon, permet la rotation manuelle de l'éprouvette lors des observations et rend possible l'examen de la totalité de la surface utile sans avoir à ouvrir la chambre du MEB. Pour réaliser cette analyse quantitative, la partie utile de l'éprouvette est divisée en 5 zones d'égale surface comme le montre la Figure II-9.

Dans un premier temps, la totalité de la surface utile est observée à faible grandissement afin de repérer les fissures les plus longues. Cette étape est nécessaire pour être sûr de repérer la fissure qui conduira à la rupture finale.

Dans un second temps, 3 zones seulement (Zones 1, 3, 4 \equiv Zones 5, 3, 2), vont servir à la quantification. Selon le nombre de cycles effectués et la taille des fissures, un grandissement est fixé (x200 ou x500), et une bande circumférentielle par zone est photographiée.

Enfin, chaque image est analysée pour mesurer et compter les fissures présentes à la surface des éprouvettes. **Précisons que la longueur de fissure indiquée, n'est pas une longueur projetée, mais une longueur totale.**

Les conditions d'observation choisies (mode, grandissement, ...) seront précisées lors de la présentation des résultats. Les données obtenues seront exposées sous forme de tableaux et graphiques résumant les grandeurs pertinentes telles que : la densité totale, la densité par zone, les classes de longueurs et autres. Cette approche statistique, nous permet d'obtenir une bonne approximation de la densité totale de microfissures en réduisant le temps d'observation.

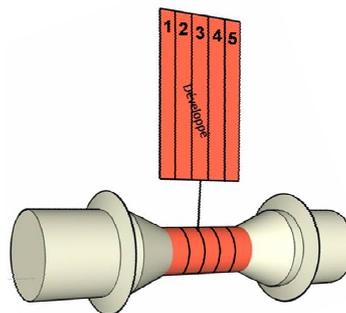


Figure II-9: Délimitation de 5 zones sur la surface utile pour la quantification de l'endommagement

II.3.2.2 Microscopie électronique en transmission

Un microscope électronique en transmission (MET) de type Philips CM20 a été utilisé pour observer les microstructures et densités de dislocations au cœur d'échantillons sollicités à 300°C pour différentes vitesses de déformation.

Les lames parallèles de diamètre 3 mm et d'épaisseur 0.8mm sont prélevées par électroérosion. Dans un premier temps, un demi fut est découpé en six galettes et 3 lames MET sont extraites par galette comme l'explique la Figure II-10. Chacune des faces de ces lamelles est ensuite polie mécaniquement à l'aide de papiers abrasifs de granulométrie 1000, 2400 et 4000 jusqu'à obtenir une lame d'épaisseur finale d'environ 70 μm . Les lames polies sont alors amincies électrochimiquement dans un bain acéto-perchlorique (5% d'acide perchlorique, 95% d'acide acétique) en utilisant un appareil de type TENUPOL à double jet.

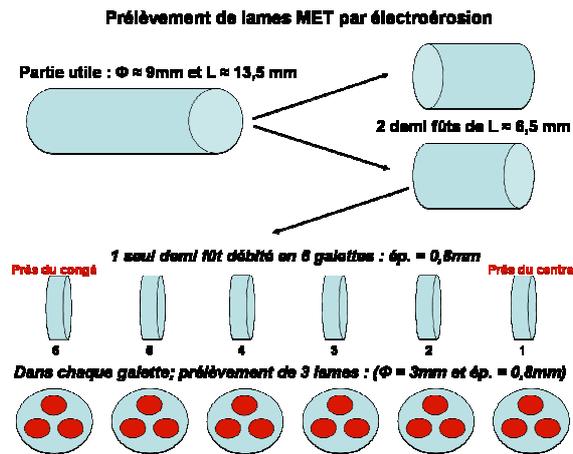


Figure II-10: Principe de prélèvement des lames MET à coeur des éprouvettes de fatigue

II.4. Essais de Fatigue Oligocyclique

II.4.1 Pilotage sur la partie utile

Les essais de fatigue oligocyclique, **sous air**, sont conduits au LMPM sur une machine de fatigue électromécanique de type INSTRON 1362, Figure II-11, a), dotée d'une cellule de force de $\pm 50\text{kN}$ en dynamique et équipée d'un four MAIR à lampes.

La déformation peut être imposée sur la partie utile en utilisant à 25°C, un extensomètre INSTRON à couteaux dont la base est réglable à l'aide de cales.

A 300°C, nous utilisons un extensomètre INSTRON à tiges céramique positionnées en appui sur des plots de colle placés à la surface de l'éprouvette afin d'améliorer le contact et pour éviter d'endommager le fût. Ces deux types d'extensomètre sont présentés sur la Figure II-12.

Les essais **sous vide** sont réalisés au LMPM sur une machine identique à celle utilisée pour les essais sous air, cf. Figure II-11, b). Celle-ci est équipée d'une enceinte à vide et d'un four à résistances placé dans l'enceinte. Le vide est assuré par une pompe primaire de type, pompe à

palette et par une pompe secondaire de type, pompe turbo - moléculaire. A 25°C, l'extensomètre utilisé est identique à celui servant sous air, mais à 300°C, pour des raisons d'encombrement et de température, seul un pilotage déporté (montage à renvoi d'extensométrie) est possible.

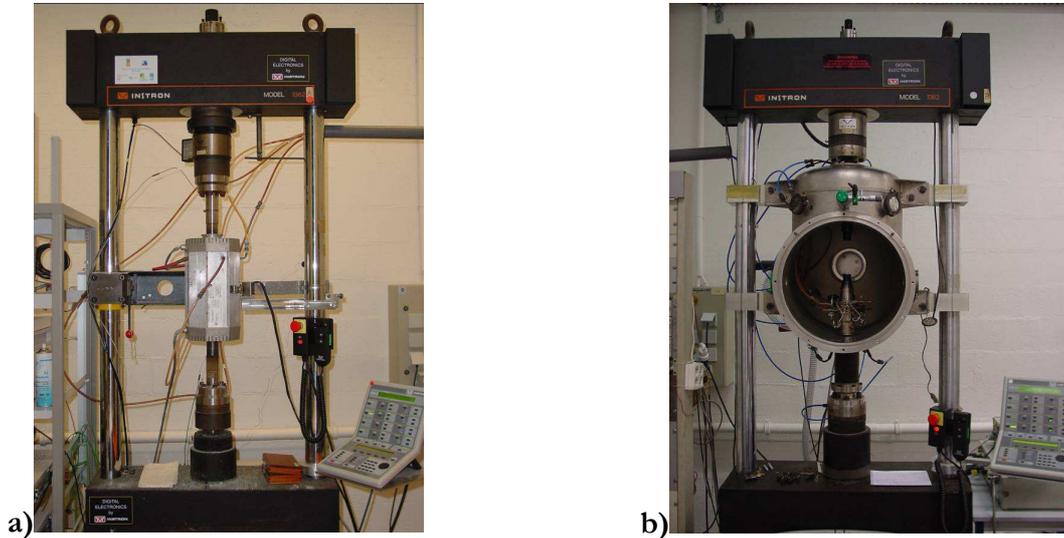


Figure II-11: Machines de fatigue oligocyclique INSTRON du LPM; a) 1362 Air, b) 1362 Vide

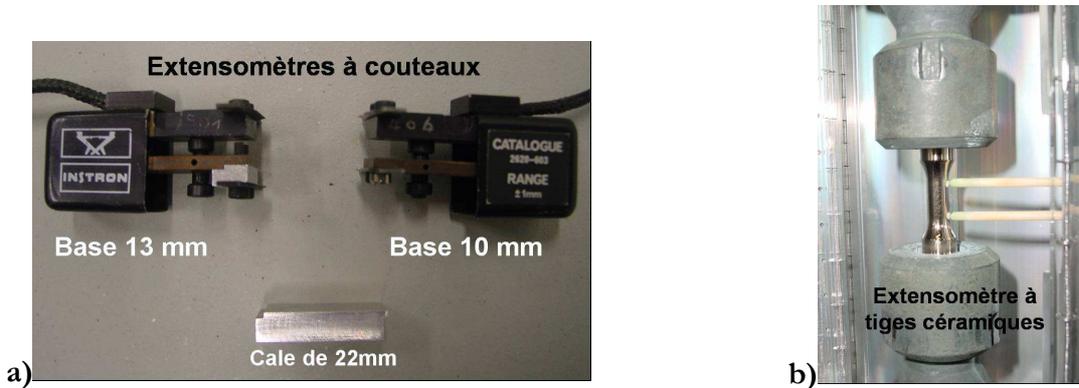


Figure II-12: Extensomètres pour pilotage en déformation sur la partie utile; a) Extensomètres à couteaux de base réglable utilisés à 25°C, b) Extensomètre à tiges céramique utilisé à 300°C

Des essais de fatigue oligocyclique **sous air à 300°C**, ont été réalisés au **Creusot** en imposant la déformation sur la partie utile, à l'aide d'un extensomètre MTS (+2.4 / -1.2mm). Les tiges de quartz sont maintenues sur le fût à l'aide d'une colle souple, comme le montre la Figure II-13. La machine utilisée est du type MTS 7 dotée d'une cellule de charge de $\pm 50\text{kN}$ et associée à un système de pilotage FTA.



Figure II-13: Four + extensomètre à tiges de quartz, pour essais sous Air à 300°C au Creusot

II.4.2 Pilotage déporté

Les essais **en milieu REP** sont réalisés sur une machine MTS dotée d'une cellule de charge de $\pm 100\text{kN}$ et d'un système de pilotage MTS. Cette machine est équipée d'un autoclave permettant d'obtenir les conditions requises : 140 bars et 300°C.

De telles conditions ne permettent pas l'utilisation d'un extensomètre placé sur la partie utile. Un pilotage déporté à partir des collerettes (distantes de 38 mm) est l'option qui a été choisie pour réaliser ces essais. Cette déformation est imposée à l'aide d'un capteur LVDT placé, de manière excentrée et parallèle à l'éprouvette, sur un montage lui-même fixé aux collerettes, Figure II-14.

Ce capteur se présente sous la forme d'un cylindre étanche contenant les bobinages du LVDT reliés par un passage de fil étanche, à l'aide d'une gaine en inox, au conditionneur. Le noyau est libre et mécaniquement rappelé par un ressort à spires coniques. Le capteur utilisé est de marque RDP, modèle LIN56, n°560, de course totale $\pm 5\text{mm}$. Le conditionneur de marque RDP Electronique utilisé est du type E309 n°40850.



Figure II-14: Autoclave + capteur LVDT pour essais REP au Creusot

Pour des raisons d'encombrement, mais également dans le but d'améliorer la comparabilité des essais menés sur deux sites distincts et dans trois environnements différents, il a été choisi au LMPM, sous **Air** comme sous **Vide**, de piloter la déformation en dehors de la partie utile, sur les épaulements ou sur les collerettes des éprouvettes :

- A 25°C, les couteaux de l'extensomètre sont placés sur les épaulements de l'éprouvette, grâce aux cales qui augmentent la base extensométrique, Figure II-12,a).
- A 300°C, en raison de l'exiguïté engendrée par la présence du four et à cause de la température, nous devons utiliser un montage à renvoi d'extensométrie. Ce montage présenté sur la Figure II-15, est fixé sur les collerettes usinées sur les épaulements de l'éprouvette. Le déplacement entre collerettes est transmis par des tiges, à deux capteurs LVDT. Dans ce cas, l'asservissement en déplacement se fait sur la moyenne des deux LVDT, ce qui permet de minimiser l'impact d'une éventuelle flexion de l'éprouvette ou du montage.

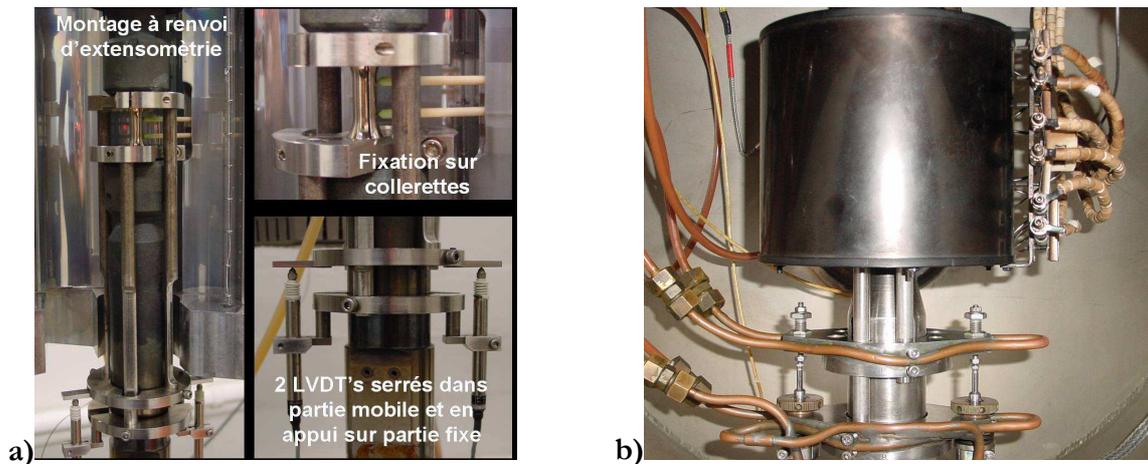


Figure II-15: Montage à renvoi d'extensométrie pour pilotage en déformation déportée à 300°C; a) Sous Air, b) Sous Vide

Quelle que soit la température, un pilotage déporté nécessite un étalonnage reliant l'amplitude de déplacement entre épaulements/collerettes à l'amplitude de déformation du fût. Les différents étalonnages ont été réalisés, uniquement sur les éprouvettes de diamètre utile 9mm, de manière expérimentale puis vérifiés numériquement à l'aide de calculs par éléments finis.

II.4.2.1 Etalonnages expérimentaux

Dans la mesure où le comportement mécanique macroscopique du matériau n'est pas influencé par l'environnement, les corrélations entre amplitude de déformation et amplitude de déplacement ont uniquement été effectués sous air.

Pour réaliser ces corrélations, nous avons imposé la déformation souhaitée ($\pm 0.3\%$ ou $\pm 0.6\%$) avec un extensomètre placé sur la partie utile pendant que nous faisons l'acquisition de l'amplitude de déplacement vue entre épaulements à 25°C ou entre collerettes à 300°C . Les essais inverses ont également été réalisés pour vérifier les valeurs obtenues.

Ainsi, sur éprouvettes $\Phi 9\text{mm}$ d'acier 304L CLI, les correspondances établies entre amplitude de déformation et amplitude de déplacement ne sont pas affectées par la température comme le montre le Tableau II-7.

Amplitude de déformation	Amplitude de déplacement
$\pm 0.3\%$	$\pm 60\mu\text{m}$
$\pm 0.6\%$	$\pm 140\mu\text{m}$

Tableau II-7: Corrélations entre amplitude de déformation et amplitude de déplacement sur éprouvettes $\Phi 9\text{mm}$, à 25 et 300°C

II.4.2.2 Vérifications numériques d'un étalonnage

Pour s'assurer de l'étalonnage établi expérimentalement à $\pm 0.6\%$ et 300°C , nous avons utilisé le calcul par éléments finis à l'aide du logiciel ABAQUS.

Dans un premier temps, les paramètres d'une loi matériau isotrope et cinématique non – linéaire du type modèle de Chaboche, Équation II-4, ont été identifiés à l'aide d'un essai de traction à 300°C ; $0.01\%/s$ et d'un essai de fatigue oligocyclique à 300°C ; $\pm 0.6\%$; $0.01\%/s$. Ce modèle permet une bonne description du phénomène de consolidation cyclique que présente l'acier 304L, mais ne permet pas la représentation de la déconsolidation, car c'est une loi exponentielle. C'est pourquoi nous utiliserons ce modèle pour représenter uniquement les 100 premiers cycles, jusqu'au pic de consolidation.

$$\sigma = \sigma_{/o} + Q.(1 - e^{-b.p}) + \frac{C}{D}.(1 - e^{-D.\Delta\varepsilon_p})$$

Équation II-4: Modèle de Chaboche

Les paramètres **Q** et **b** de la partie isotrope et les paramètres **C** et **D** de la partie cinématique, sont présentés dans le Tableau II-8.

300°C ; ± 0.6% ; 0.01%/s	Q (MPa)	b	C (MPa)	D
	96	3.65	40243.7	335.4

Tableau II-8: Paramètres de la loi de Chaboche identifiés pour le 304L CLI, à 300°C; 0.6% et 0.01%/s

Dans un second temps, cette loi matériau a été implémentée sous ABAQUS et les calculs ont été effectués sur une demi-éprouvette en axisymétrique 2D afin de vérifier l'étalonnage déterminé expérimentalement.

Tout d'abord, on constate que cette loi décrit bien la consolidation cyclique du matériau comme le montre la Figure II-16 où l'on compare des boucles d'hystérésis obtenues expérimentalement pour un pilotage sur la partie utile à ±0.6% (en orange), avec des boucles obtenues numériquement pour un même mode de pilotage (en noir).

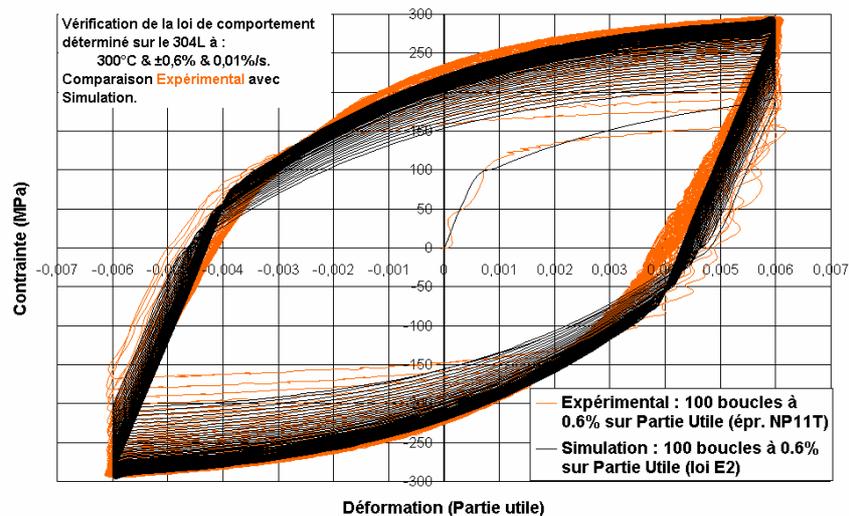


Figure II-16: Vérification numérique de la loi matériau

Enfin, on constate sur la Figure II-17 qu'une amplitude de déplacement de ±140µm imposée numériquement entre collerettes entraîne une amplitude de déformation sur la partie utile proche de ± 0.6%. En effet, les boucles obtenues expérimentalement pour un pilotage sur la partie utile à ±0.6% (en orange) sont semblables aux boucles obtenues numériquement pour un pilotage sur les collerettes à ±140µm (en gris). On observe cependant pour un pilotage déporté, une légère dérive des déformations vers plus de compression comme cela a été observé expérimentalement.

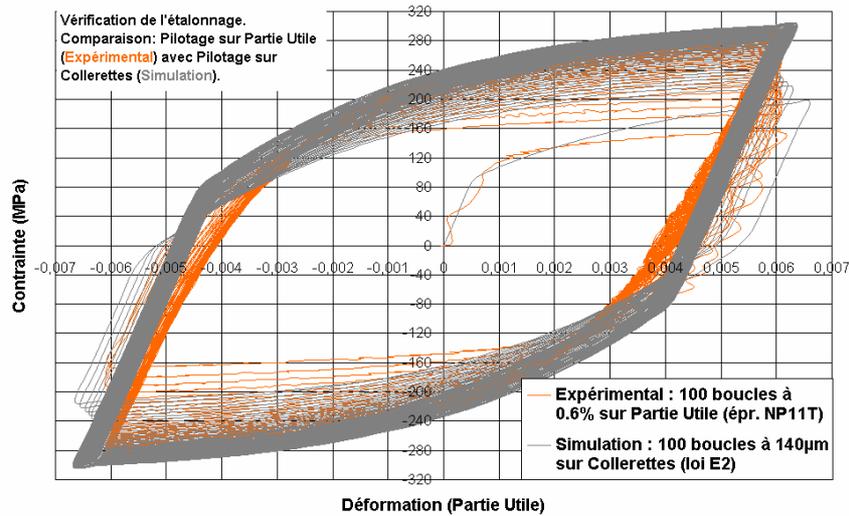


Figure II-17: Vérification numérique de l'étalonnage : $\pm 140\mu\text{m} \equiv \pm 0.6\%$

II.4.2.3 Conclusions sur le pilotage déporté

A 300°C comme à l'ambiante, nous avons établi expérimentalement et numériquement, les correspondances entre amplitude de déformation et amplitude de déplacement sur éprouvette de diamètre utile 9mm. Nous avons notamment montré qu'une déformation de $\pm 0.6\%$ correspond à un déplacement de $\pm 140\mu\text{m}$ entre collettertes. Ces résultats ont été validés numériquement à l'aide du code de calculs par éléments finis SYSTUS utilisé par Courtin et al. [205] d'AREVA NP.

Pour une amplitude de déformation totale de $\pm 0.6\%$, le pilotage déporté entraîne des évolutions plus importantes des déformations plastiques au cours du temps et ceci est plus prononcé à 300°C. Travaillant sur un matériau très ductile, à des niveaux conséquents de déformations plastiques ($\Delta\epsilon_p/2 \approx \pm 0,4\%$), nous pouvons expliquer ces évolutions par une plastification plus importante des congés de raccordement.

Compte tenu du comportement cyclique particulier de l'acier 304L qui présente de fortes consolidations et déconsolidations, il est donc important de noter qu'un pilotage déporté n'est pas strictement identique à un pilotage sur la partie utile. Seul un pilotage adaptatif pourrait être parfaitement équivalent.

Quoiqu'il en soit, l'amplitude de déformation reste valable et la réponse cyclique en contrainte ainsi que la durée de vie ne sont que faiblement affectées. De plus, **ce mode de pilotage est le même sur les deux sites, ENSMA et Centre technique d'AREVA, et nous verrons par la suite qu'il conduit à des résultats comparables.**

Chapitre III : Influence de paramètres clés en fatigue sous air et sous vide

III.1.	Dispersion expérimentale des essais de fatigue.....	117
III.2.	Comportement intrinsèque de l'acier 304L en fatigue	120
III.3.	Comparaison Air/Vide selon la température et l'amplitude de déformation	124
III.3.1	Comportement cyclique sous Air	124
III.3.2	Influence de la température	125
III.3.3	Influence de l'amplitude de déformation.....	127
III.3.4	Influence de l'environnement Air.....	128
III.3.5	Mécanismes de déformation et d'endommagement.....	130
III.3.5.1	Mécanismes de déformation.....	130
III.3.5.1.1.	Etude des structures de dislocations.....	130
III.3.5.1.2.	Analyse des glissements.....	131
III.3.5.2	Mécanismes d'endommagement	134
III.4.	Comparaison Air/Vide selon la vitesse de déformation.....	137
III.4.1	Influence de la vitesse de déformation selon la température	137
III.4.1.1	Effet de la vitesse de déformation sur deux nuances d'acier 304L.....	138
III.4.1.2	Effet de la vitesse en fonction du mode de pilotage	140
III.4.1.3	Effet de la vitesse en fonction de l'amplitude de déformation.....	141
III.4.1.4	Comparaison des résultats obtenus à ceux de la littérature.....	142
III.4.1.5	Endommagement sous air.....	143
III.4.2	Influence intrinsèque de la vitesse de déformation	149
III.4.2.1	Réponse cyclique sous vide.....	149
III.4.2.2	Endommagement sous vide.....	150
III.4.3	Etude du phénomène de vieillissement dynamique	153
III.4.3.1	Comportement cyclique.....	153
III.4.3.2	Mécanismes de déformation	157
III.4.4	Effet d'environnement en fonction de la vitesse de déformation.....	163
III.5.	Synthèse du chapitre.....	167

III. Influence de paramètres clefs en fatigue oligocyclique sous air et sous vide

Pour l'ANL et d'autres laboratoires, la durée de vie en fatigue sous air des aciers inox austénitiques est considérée comme indépendante de la température et de la vitesse de déformation. C'est pourquoi, la courbe moyenne sous air est définie à partir d'essais conduits à température ambiante et à vitesse de déformation constante (0,4%/s). Or, les résultats obtenus en milieu eau REP démontrent une influence de ces deux paramètres sur le comportement cyclique et sur la durée de vie de l'acier 304L. De ce fait, les rôles de ces deux facteurs sont interprétés comme étant uniquement associés aux effets du milieu eau REP.

Le but de cette partie est donc de vérifier l'influence de ces paramètres en fatigue, sous air et sous vide, pour permettre une analyse plus fine des résultats obtenus en milieu eau primaire REP.

III.1. Dispersion expérimentale des essais de fatigue

L'interprétation des résultats d'essais de fatigue oligocyclique nécessite de connaître la dispersion expérimentale existant sur les niveaux de contraintes et sur les durées de vie. Cependant, vu le grand nombre de paramètres étudiés, il nous est difficile de relier cette dispersion à chacun d'eux : Environnement (Air, Vide ou REP) ; Pilotage (Déporté ou sur la Partie utile) ; Diamètre d'éprouvette (6 ou 9 mm) ; Température (20 ou 300°C) ; Amplitude de déformation totale (± 0.3 ou $\pm 0.6\%$) ou Vitesse de déformation (0.4, 0.01 ou 0.001%/s).

Nous associerons uniquement la « dispersion expérimentale » aux écarts sur les niveaux de contraintes et sur les durées de vie, constatés pour des essais conduits sous Air à 300°C avec une amplitude de déformation totale de $\pm 0.6\%$; ces conditions de température et d'amplitude étant les plus couramment utilisées dans cette étude. Deux facteurs seront néanmoins considérés : le mode de pilotage (sur la partie utile ou déporté sur les collerettes) et la vitesse de déformation (0.4 ou 0.01%/s).

Les réponses cycliques en contrainte et les durées de vie sont présentées sur la Figure III-1 et dans le Tableau III-1 pour la vitesse de 0.4%/s, puis sur la Figure III-2 et dans le Tableau III-2 pour les essais à 0.01%/s. Dans ces tableaux : σ_{pic} est la contrainte maximum au pic de

consolidation ; σ_{stab} est la contrainte maximale stabilisée à mi durée de vie et N_5 correspond à la durée de vie définie pour une chute de 5% de σ_{stab} .

On constate une bonne reproductibilité des essais quels que soient le mode de pilotage ou la vitesse de déformation, cf. colonne « Ecart 1 », avec environ : 3% d'écart sur les niveaux de contrainte et 10% d'écart sur les durées de vie.

Comparés aux essais effectués avec un pilotage sur la partie utile, on note dans le cas des essais conduits avec un pilotage déporté les tendances suivantes : des valeurs de σ_{pic} inférieures, des valeurs de σ_{stab} très proches et des durées de vie légèrement différentes, cf. colonne « Ecart 2 ».

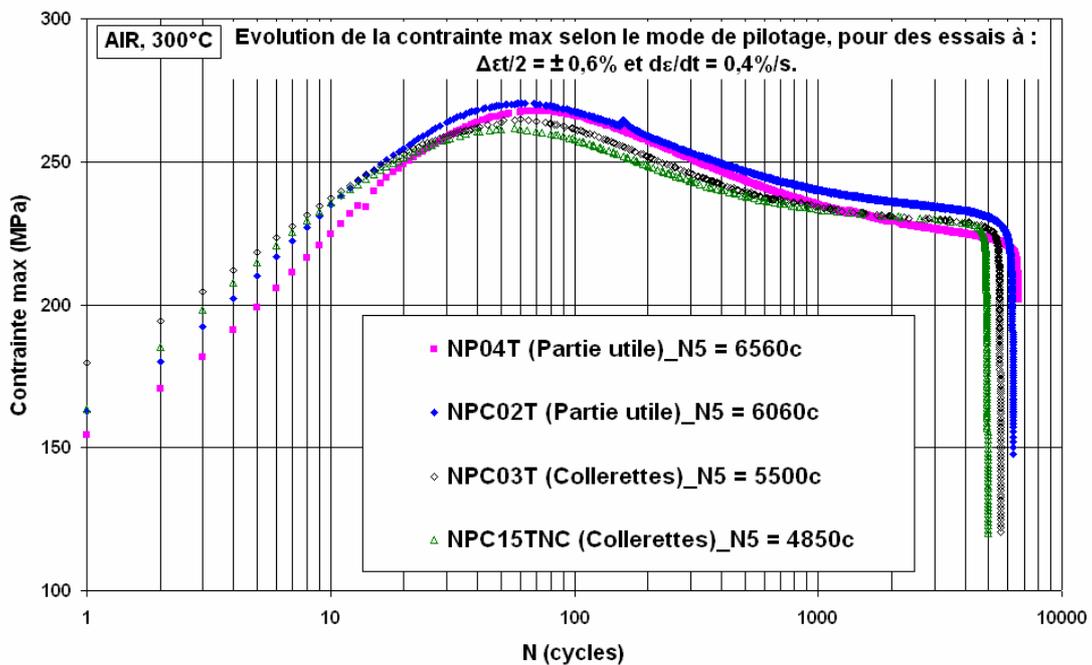


Figure III-1: Evolution de la contrainte maximum selon le mode de pilotage, pour des essais conduits sous Air à : $T = 300^{\circ}\text{C}$; $\Delta\epsilon/2 = \pm 0,6\%$ et $d\epsilon/dt = 0,4\%/s$

Repère	Pilotage	σ_{pic} (MPa)	σ_{stab} (MPa)	N_5 (Cycles)	Ecart 1	Ecart 2
NP04T	Partie utile	268	226	6560	3% sur σ_{stab}	2% sur σ_{pic} 0% sur σ_{stab} 18% sur N_5
NPC02T	Partie utile	270	234	6060	8% sur N_5	
NPC03T	Collerettes	265	230	5500	12% sur N_5	
NPC15TNC	Collerettes	262	230	4850		

Tableau III-1: Evolution des contraintes et des durées de vie selon le mode de pilotage, pour des essais conduits sous Air à : $T = 300^{\circ}\text{C}$; $\Delta\epsilon/2 = \pm 0,6\%$ et $d\epsilon/dt = 0,4\%/s$

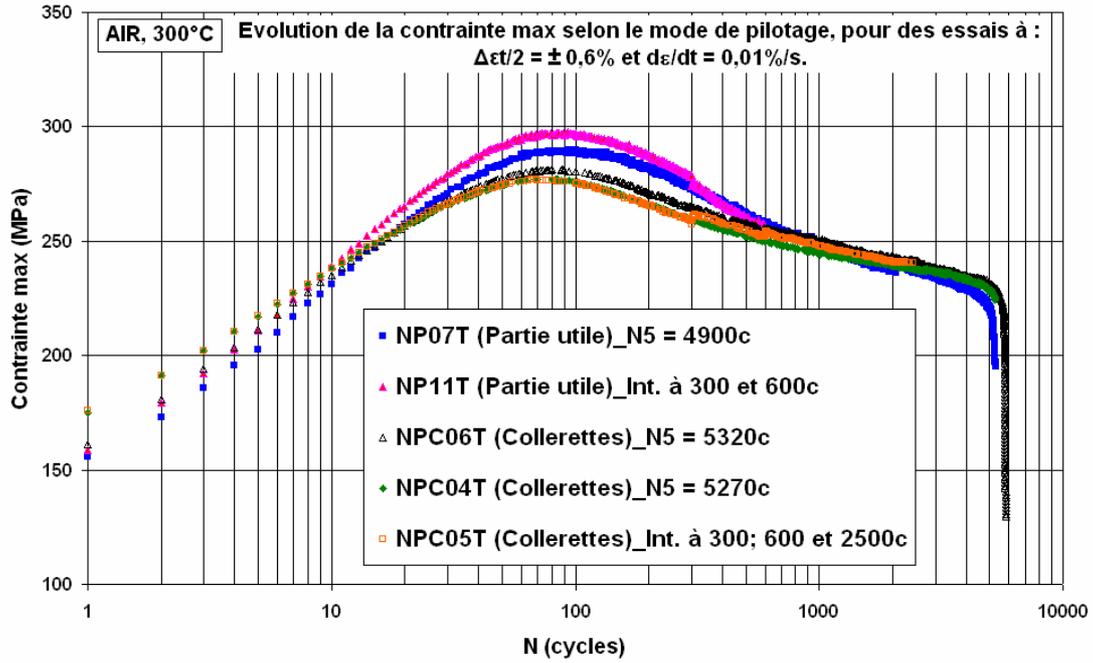


Figure III-2: Evolution de la contrainte maximum selon le mode de pilotage, pour des essais conduits sous Air à : $T = 300^\circ\text{C}$; $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0,6\%$ et $d\epsilon/dt = 0,01\%/s$

Repère	Pilotage	σ_{pic} (MPa)	σ_{stab} (MPa)	N_5 (Cycles)	Ecart	
					1	2
NP07T	Partie utile	290	237	4900	2% sur σ_{pic}	5% sur σ_{pic}
NP11T	Partie utile	297	/	Interrompu		0% sur σ_{stab}
NPC06T	Collerettes	281	241	5320	2% sur σ_{pic}	7% sur N_5
NPC04T	Collerettes	277	237	5270	2% sur σ_{stab}	
NPC05T	Collerettes	277	≈ 237	Interrompu	1% sur N_5	

Tableau III-2: Evolution des contraintes et des durées de vie selon le mode de pilotage, pour des essais conduits sous Air à : $T = 300^\circ\text{C}$; $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0,6\%$ et $d\epsilon/dt = 0,01\%/s$

En considérant les résultats d'essais de fatigue oligocyclique à déformation imposée, exposés ci-dessus ou non présentés ici, on peut évaluer les variations expérimentales à **3%** pour les **niveaux de contrainte** et à **10%** pour les **durées de vie**. Ces grandeurs sont à garder en mémoire pour la présentation des résultats expérimentaux qui suit.

III.2. Comportement intrinsèque de l'acier 304L en fatigue

Le comportement en fatigue oligocyclique des aciers inoxydables austénitiques, est généralement décrit en utilisant l'air comme environnement de référence. Or, même pour ce type d'acier, l'air est un milieu actif dont les effets sur l'endommagement et la durée de vie varient selon la température, l'amplitude et la vitesse de déformation.

Pour définir le comportement intrinsèque du matériau en s'affranchissant des couplages avec les effets d'environnement, il est nécessaire d'utiliser comme référence, un milieu inerte ou un vide secondaire poussé.

Ainsi, le comportement intrinsèque de l'acier 304L a été étudié en réalisant des essais sous vide secondaire (10^{-4} Pa) pour deux températures, 20 et 300°C et pour deux amplitudes de déformation totale, $\pm 0,3$ et $\pm 0,6\%$, avec une vitesse de déformation de 0,4%/s. Les réponses cycliques en contraintes et les durées de vie sont présentées sur la Figure III-3 et dans le Tableau III-3. Il faut noter que dans le cas de l'éprouvette cyclée sous vide à $\pm 0,3\%$ et 300°C, l'essai a été arrêté avant rupture.

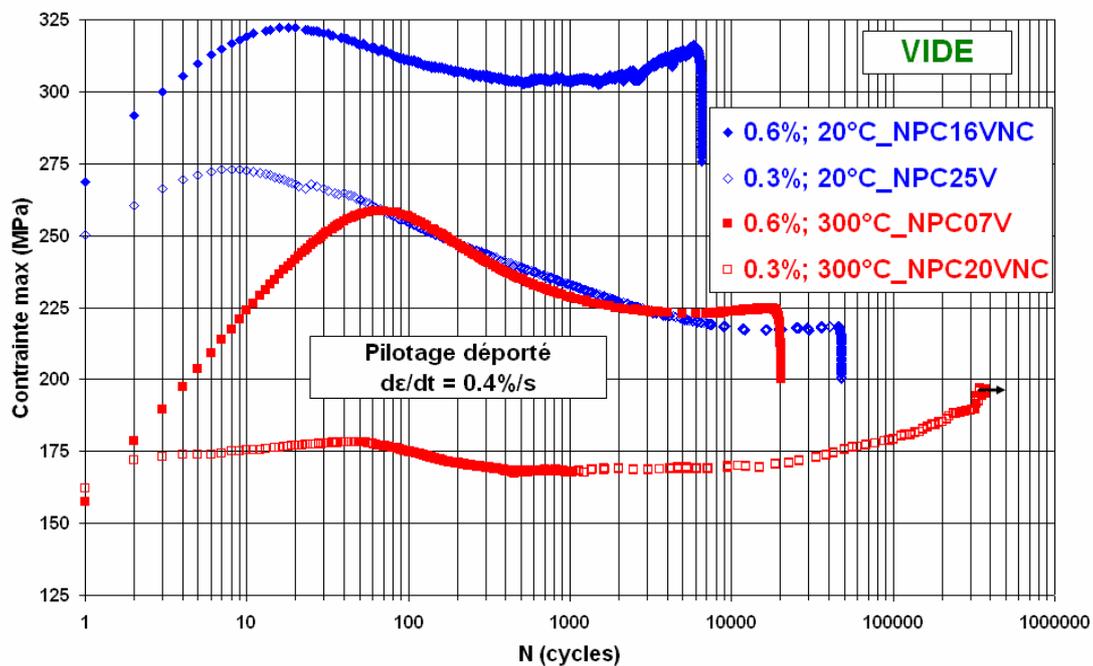


Figure III-3: Evolution de la contrainte maximum selon la température et l'amplitude de déformation, pour des essais conduits sous Vide à $d\epsilon/dt = 0,4\%/s$

Conditions	Repère	σ_{pic} (MPa)	σ_{stab} (MPa)	N_5 (Cycles)
0.6% ; 20°C	NPC11V	325	292	4550
	NPC16VNC	322	303	6550
0.3% ; 20°C	NPC25V	273	218	47930
0.6% ; 300°C	NPC07V	259	224	20090
	NPC08V	264	231	16000
	NPC27VNC	258	230	16000
0.3% ; 300°C	NPC20VNC	178	170	> 375000

Tableau III-3: Evolution des contraintes et des durées de vie selon la température et l'amplitude de déformation, pour des essais conduits sous Vide à $d\epsilon/dt = 0,4\%/s$

Les taux de durcissement et d'adoucissement ainsi que l'étendue, en nombre de cycles, des différents stades d'érouissage décrits au paragraphe I.1.2.2, sont précisés dans le Tableau III-4. On observe pour deux couples [Température – Amplitude de déformation totale] différents, un durcissement secondaire :

1. A [20°C – $\pm 0,6\%$] : Cette légère consolidation secondaire peut être attribuée à l'activation d'un mécanisme de déformation différent de celui du glissement des dislocations. En effet, les observations MET réalisées à cœur et présentées sur la Figure III-4, révèlent la présence de micromacles ou macles mécaniques. L'existence de ces fines micromacles n'est pas, à notre connaissance, rapportée dans la littérature. Elle doit pouvoir s'expliquer par l'augmentation de la durée de vie sous vide qui entraîne une mise en compétition des différents mécanismes de déformation. On distingue de plus à l'intersection de certaines micromacles, la présence de martensite α' , ce qui constitue également une observation originale vis à vis de la littérature. Précisons que ce durcissement secondaire à l'ambiante n'a pas été observé sur le 316L dans la thèse de Belamri [34], sans doute à cause de la meilleure stabilité de cet acier vis-à-vis de la transformation martensitique.
2. A [300°C – $\pm 0,3\%$] : L'importante consolidation secondaire observée peut être attribuée à l'arrangement des dislocations en une structure particulière appelée structure « côtes de velours » ou « corduroy » [16, 17]. Cet arrangement particulier des dislocations n'est observé que sous vide, à faible amplitude de déformation et pour des températures élevées car il résulte d'un glissement planaire des dislocations, cf. paragraphe III.3.5.1.1 et requiert une déformation plastique cumulée très élevée. En effet, dans l'air, même si le

glissement des dislocations à 300°C est également planaire, la durée de vie n'est pas suffisante pour permettre la formation de cette structure.

Temp.	$\Delta\epsilon_t/2$	Consolidation 1 ^{aire}	Déconsolidation	Stabilisation	Consolidation 2 ^{ndaire}	Phase de chute de σ
20°C	0.6%	269 à 322 MPa ≈ 20% 20 cycles	322 à 303 MPa ≈ 6% 20 à 400 cycles	400 à 2800 cycles	303 à 316 MPa ≈ 4% 2800 à 6000 cycles	6000 à 6550 cycles
	0.3%	250 à 273 MPa ≈ 9% 8 cycles	273 à 218 MPa ≈ 20% 8 à 7000 cycles	7000 à 46500 cycles	néant	46500 à 47930 cycles
300°C	0.6%	158 à 259 MPa ≈ 64% 70 cycles	259 à 224 MPa ≈ 14% 70 à 2500 cycles	2500 à 19000 cycles	néant	19000 à 20090 cycles
	0.3%	162 à 178 MPa ≈ 10% 60 cycles	178 à 170 MPa ≈ 4% 60 à 500 cycles	500 à 25000 cycles	170 à 196 MPa ≈ 15% 25000 à 375000 cycles	/

Tableau III-4: Taux de durcissement et d'adoucissement & étendue, en nombre de cycles, des différents stades pour des essais conduits sous Vide à : $d\epsilon/dt = 0,4\%/s$; $T = 20$ ou $300^\circ C$ et $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0,3$ ou $\pm 0,6\%$

De manière générale, on peut rappeler que :

- Lorsque l'amplitude de déformation totale augmente ; l'amplitude de déformation plastique et les niveaux de contrainte augmentent eux aussi, ce qui entraîne naturellement, une chute de la durée de vie quelle que soit la température.
- Lorsque la température augmente ; l'amplitude de déformation plastique diminue légèrement et les niveaux de contrainte sont bien plus faibles à cause d'un changement des propriétés mécaniques à 300°C (cf. Tableau II-3 et Figure II-4).

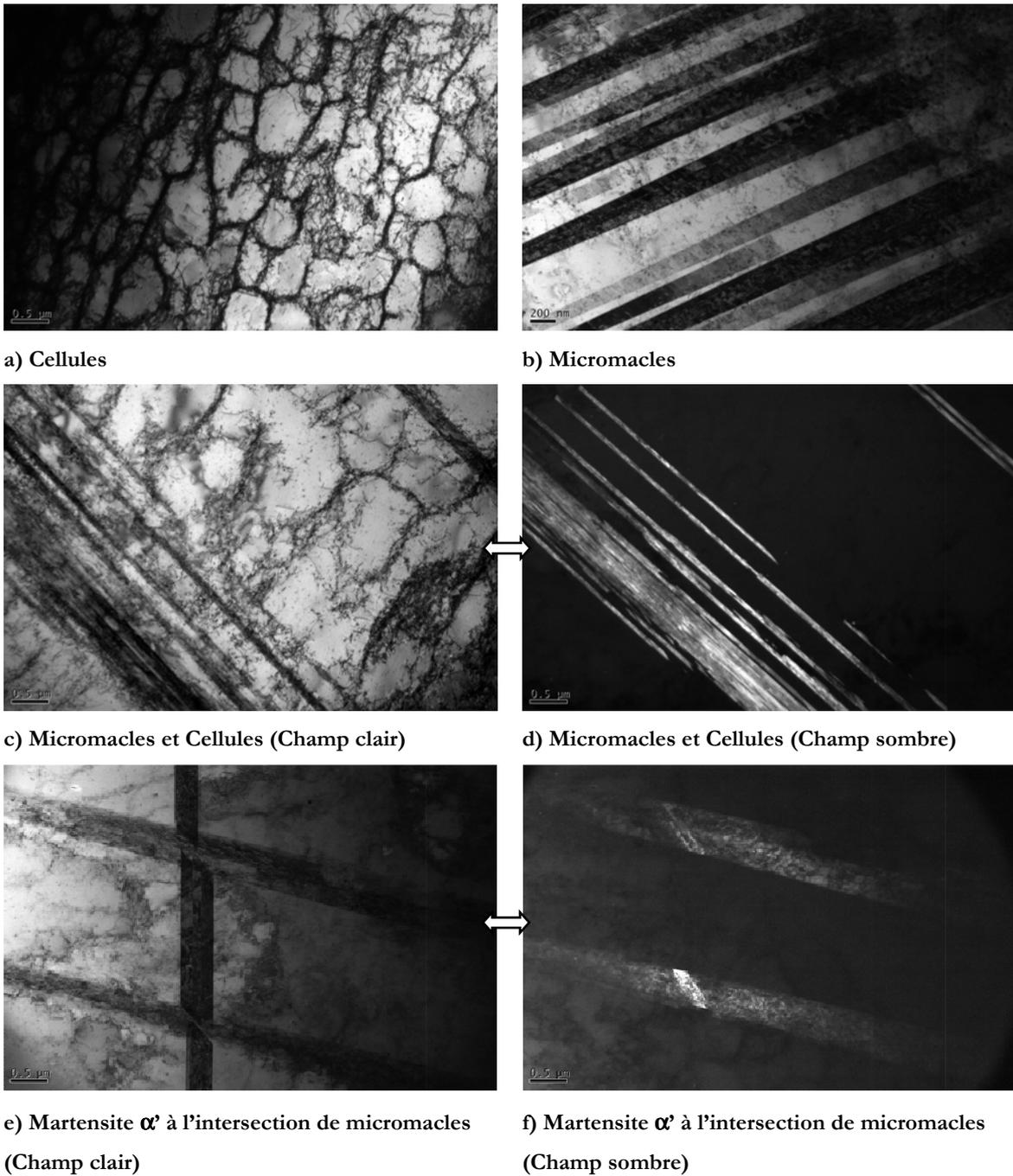


Figure III-4: Observations MET après 6500 cycles sous vide à $\Delta\epsilon/2 = \pm 0.6\%$; $d\epsilon/dt = 0.4\%/s$ et $T = 20^\circ\text{C}$

III.3. Comparaison Air/Vide selon la température et l'amplitude de déformation

III.3.1 Comportement cyclique sous Air

Le comportement de l'acier 304L sous Air a également été étudié pour deux températures, 20 et 300°C et pour deux amplitudes de déformation totale, $\pm 0,3$ et $\pm 0,6\%$. Les réponses cycliques en contraintes et les durées de vie sont présentées sur la Figure III-5 et dans le Tableau III-5, puis les taux de durcissement et d'adoucissement ainsi que l'étendue, en nombre de cycles, des différents stades sont précisés dans le Tableau III-6.

Quelles que soient l'amplitude de déformation ou la température, l'environnement air ne modifie pas le comportement cyclique macroscopique décrit précédemment sous vide. Ces observations traduisent le fait que les mécanismes de déformation volumique sont identiques dans les deux environnements et que la profondeur des couches concernées par les effets d'environnement (endommagement, oxydation, ...) reste négligeable par rapport à la section totale de l'éprouvette.

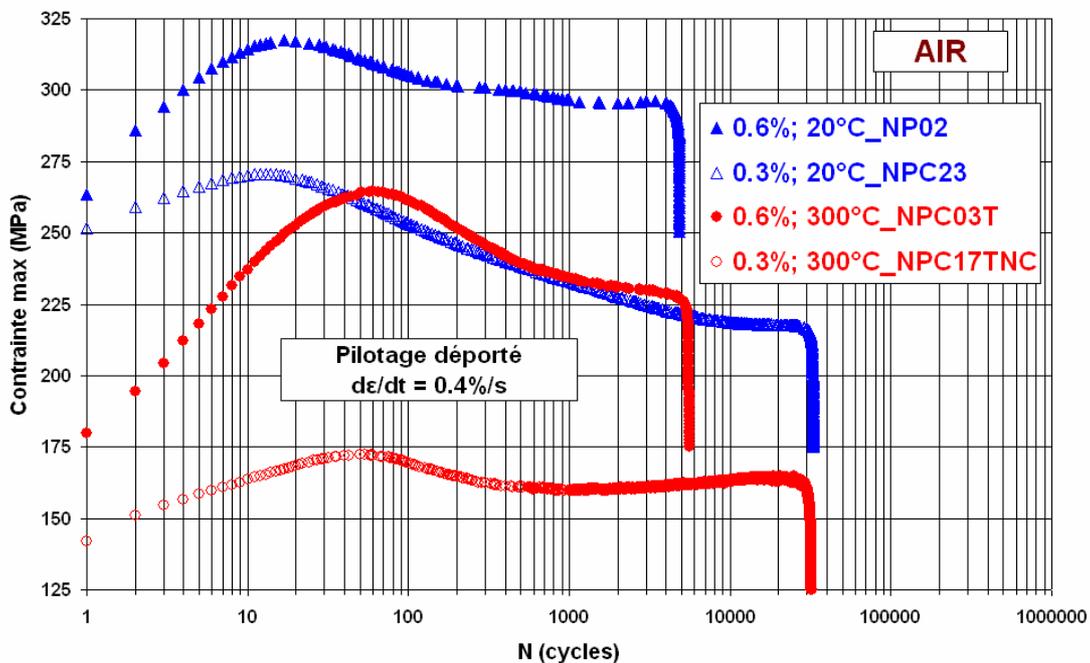


Figure III-5: Evolution de la contrainte maximum selon la température et l'amplitude de déformation, pour des essais conduits sous Air à $d\epsilon/dt = 0,4\%/s$

Conditions	Repère	σ_{pic} (MPa)	σ_{stab} (MPa)	N_5 (Cycles)
0.6% ; 20°C	NP02	317	296	4840
0.3% ; 20°C	NPC23	271	218	32460
0.6% ; 300°C	NPC03T	265	230	5500
	NPC15TNC	262	230	4850
0.3% ; 300°C	NPC17TNC	172	164	31090

Tableau III-5: Evolution des contraintes et des durées de vie selon la température et l'amplitude de déformation, pour des essais conduits sous Air à $d\epsilon/dt = 0,4\%/s$

Temp.	$\Delta\epsilon t/2$	Consolidation 1 ^{ère}	Déconsolidation	Stabilisation	Consolidation 2 ^{ème}	Phase de chute de σ
20°C	0.6%	264 à 317 MPa ≈ 20% 20 cycles	317 à 296 MPa ≈ 7% 20 à 500 cycles	500 à 4000 cycles	néant	4000 à 4840 cycles
	0.3%	251 à 271 MPa ≈ 8% 13 cycles	271 à 218 MPa ≈ 20% 13 à 6500 cycles	6500 à 30000 cycles	néant	30000 à 32460 cycles
300°C	0.6%	180 à 265 MPa ≈ 47% 65 cycles	265 à 230 MPa ≈ 13% 65 à 1500 cycles	1500 à 4900 cycles	néant	4900 à 5500 cycles
	0.3%	142 à 172 MPa ≈ 21% 55 cycles	172 à 164 MPa ≈ 5% 55 à 600 cycles	600 à 29000 cycles	légère, mais difficile à estimer	29000 à 31090 cycles

Tableau III-6: Taux de durcissement et d'adoucissement & étendue, en nombre de cycles, des différents stades pour des essais conduits sous Air à : $d\epsilon/dt = 0,4\%/s$; $T = 20$ ou 300°C et $\Delta\epsilon t/2 = \pm 0,3$ ou $\pm 0,6\%$

III.3.2 Influence de la température

Les durées de vie moyennes définies à 25% de chute de σ_{stab} , (N_{25}), pour des essais pilotés en déformation sur la partie utile ou sur les collerettes à $0,4\%/s$ sont présentées dans le Tableau III-7. Ces durées de vie sont présentées selon l'environnement (Air ou Vide), l'amplitude de déformation totale imposée ($\pm 0,3$ ou $\pm 0,6\%$) ou la température (20 ou 300°C).

Les résultats obtenus sous vide montrent des durées de vie à 300°C , supérieures à celles obtenues à 20°C . On observe donc un effet bénéfique de la température de 300°C sur la durée de vie, notamment à plus faible amplitude de déformation avec un rapport $N_{300^\circ\text{C}} / N_{20^\circ\text{C}}$ qui vaut 8 à $\pm 0,3\%$ contre un rapport 3 à $\pm 0,6\%$, cf. Tableau III-8.

Les résultats d'essais à déformation plastique imposée sous Air et sous Vide, obtenus dans le cadre des travaux de thèse de Belamri [34] et de Alain [35], cf. Figure III-6, montrent que l'effet bénéfique intrinsèque de la température sur la durée de vie de l'acier 316L, est le plus grand à 300°C.

Alain et al. [17, 35, 94] expliquent ces augmentations de durée de vie à 300°C par un mode de déformation plus planaire et réversible et par une homogénéisation de la déformation plastique. Ces points seront explicités dans le paragraphe III.3.5.

En revanche, dans l'air, le rapport $N_{300^{\circ}\text{C}} / N_{20^{\circ}\text{C}}$ est proche de 1 quelle que soit l'amplitude de déformation. On constate ainsi que l'effet bénéfique de la température de 300°C est partiellement, voire totalement compensé par les effets d'environnement sous air.

2 modes de pilotage à 0.4%/s	20°C		300°C	
	N ₂₅ (Air)	N ₂₅ (Vide)	N ₂₅ (Air)	N ₂₅ (Vide)
± 0.3%	≈ 33 100 c	≈ 48 500 c	(31000 + 32170)/2 ≈ 31 585 c	> 375 000 c
± 0.6%	(5100 + 4900)/2 ≈ 5 000 c	(4630 + 6610)/2 ≈ 5 620 c	(6900 + 6300 + 5580 + 4950)/4 ≈ 5 933 c	(20315 + 16115 + 16050)/3 ≈ 17 500 c

Tableau III-7: Durées de vie pour des essais conduits sous Air ou sous Vide à : $de/dt = 0,4\%/s$; $T = 20$ ou 300°C et $\Delta\epsilon/2 = \pm 0,3$ ou $\pm 0,6\%$

Influence de la Température : $N_{300^{\circ}\text{C}} / N_{20^{\circ}\text{C}}$		
Conditions	Air	Vide
± 0.3%	0.95	> 7.7
± 0.6%	1.2	3.1

Tableau III-8: Influence de la température de 300°C sur la durée de vie : Rapport ($N_{300^{\circ}\text{C}} / N_{20^{\circ}\text{C}}$), selon l'amplitude de déformation et l'environnement

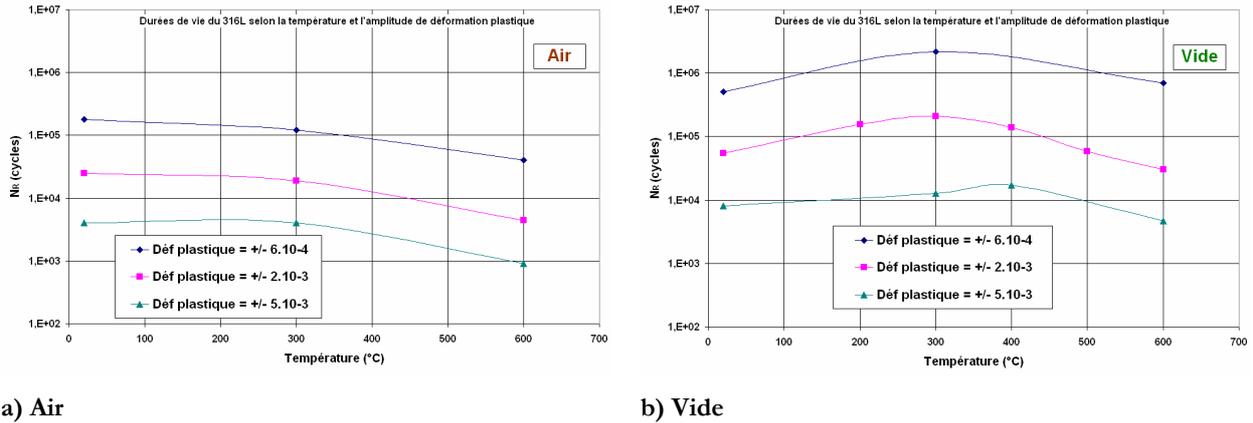


Figure III-6: Durées de vie (N_{25}) de l'acier 316L ([34], [35]) en fatigue oligocyclique à déformation plastique imposée, selon la température; a) Sous Air et b) Sous Vide

Nos résultats d'essais de fatigue oligocyclique sur l'acier 304L comme ceux précédemment obtenus au LMPM sur l'acier 316L, confirment qu'il existe dans l'air, un faible effet de la température sur la durée de vie jusqu'à 300°C. Cependant, cette tendance provient d'un effet particulièrement néfaste de l'environnement air à 300°C qui compense un effet bénéfique intrinsèque de la température.

III.3.3 Influence de l'amplitude de déformation

Comme pour l'influence de la température, la détermination des effets de l'amplitude de déformation nécessite la comparaison entre les données dans l'air et celles sous vide. Les rapports $N_{0,3\%} / N_{0,6\%}$ selon la température et selon l'environnement sont donnés dans le Tableau III-9.

On constate sous vide que l'augmentation de l'amplitude de déformation est plus néfaste à 300°C qu'à 20°C alors que sous air, la chute de durée de vie avec l'augmentation de $\Delta\epsilon_i/2$ peut être considérée comme indépendante de la température.

Influence de l'amplitude de déformation : $N_{0,3\%} / N_{0,6\%}$		
Conditions	Air	Vide
20°C	6.6	8.6
300°C	5.3	> 21.4

Tableau III-9: Influence de l'amplitude de déformation sur la durée de vie : Rapport ($N_{0,3\%} / N_{0,6\%}$), selon la température et l'environnement

III.3.4 Influence de l'environnement Air

Enfin, à l'aide des essais effectués sous vide, nous pouvons quantifier les effets de l'environnement air sur la durée de vie en fatigue de l'acier 304L, selon l'amplitude de déformation et la température.

Les réponses cycliques en contraintes et les durées de vie sont présentées sur la Figure III-7 pour les essais à 20°C et sur la Figure III-8 pour ceux à 300°C. Les rapports $N_{\text{Vide}} / N_{\text{Air}}$ selon la température et selon l'amplitude de déformation totale ou plastique sont donnés dans le Tableau III-10 pour l'acier 304L et dans le Tableau III-11 pour l'acier 316L. Ce dernier tableau a également été réalisé en utilisant les résultats obtenus par Belamri et Alain durant leur thèse.

On constate qu'à 20°C, les durées de vie en fatigue sous air et sous vide sont très proches quelle que soit l'amplitude de déformation ; les rapports $N_{\text{Vide}} / N_{\text{Air}}$ étant proches de 1 pour l'acier 304L et de 2 pour le 316L.

En revanche, à 300°C, les effets de l'environnement air sont importants et augmentent fortement lorsque l'amplitude de déformation plastique diminue, dans des proportions équivalentes pour les aciers 304L et 316L. L'action de cet environnement sur la durée de vie en fatigue des alliages métalliques est couramment attribuée aux effets de l'oxydation et surtout de la vapeur d'eau, mais nous reviendrons sur ce point dans le paragraphe IV.3.2.

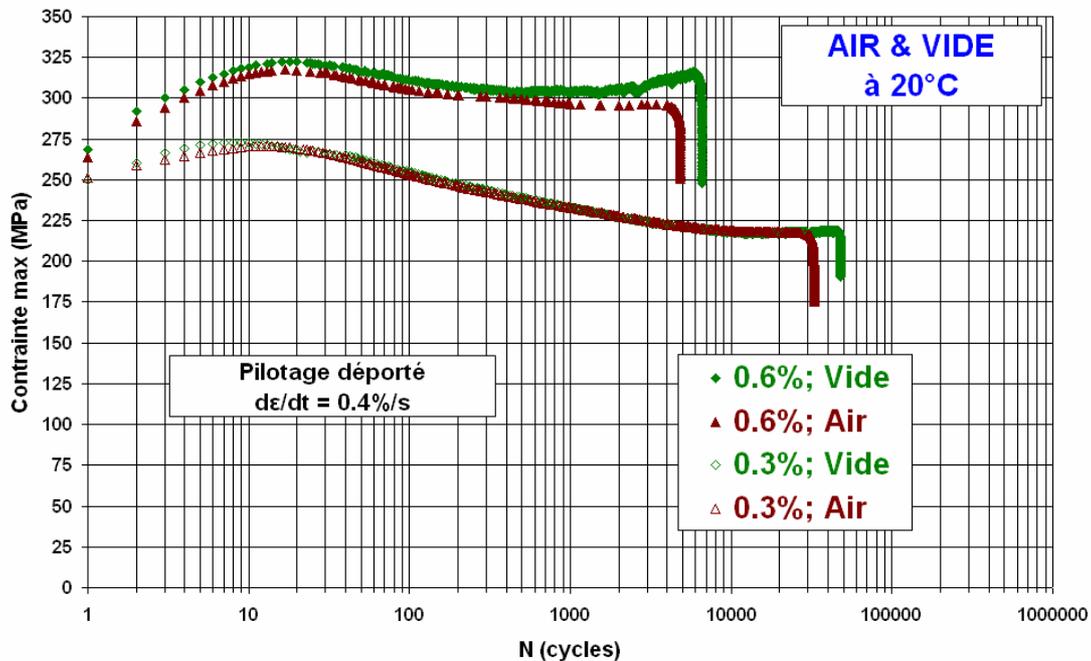


Figure III-7: Evolution de la contrainte maximum selon l'amplitude de déformation et l'environnement, pour des essais conduits à $d\varepsilon/dt = 0,4\%/s$ et $T = 20^\circ C$

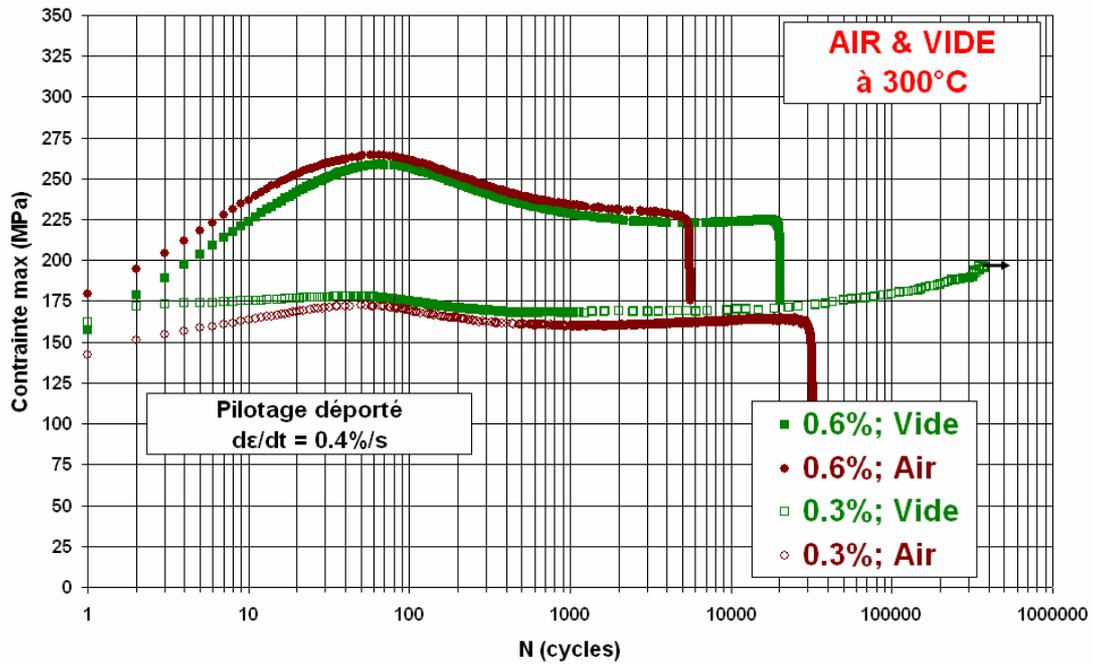


Figure III-8: Evolution de la contrainte maximum selon l'amplitude de déformation et l'environnement, pour des essais conduits à $d\varepsilon/dt = 0.4\%/s$ et $T = 300^\circ C$

Influence de l'environnement Air : N_{Vide}/N_{Air} (pour l'acier 304L)		
Conditions	20°C	300°C
$\Delta\varepsilon_t/2 = \pm 0.3\%$ ($\Delta\varepsilon_p/2 \approx \pm 0.2\%$)	1.5	> 11.8
$\Delta\varepsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ ($\Delta\varepsilon_p/2 \approx \pm 0.4\%$)	1.1	3

Tableau III-10: Influence de l'environnement air sur la durée de vie de l'acier 304L (CLI) : Rapport (N_{Vide} / N_{Air}), selon la température et l'amplitude de déformation totale

Influence de l'environnement Air : N_{Vide}/N_{Air} (pour l'acier 316L)			
Conditions	20°C	300°C	600°C
$\Delta\varepsilon_p/2 = \pm 0.06\%$	2.9	18.6	18.7
$\Delta\varepsilon_p/2 = \pm 0.2\%$	2	11.3	7.3
$\Delta\varepsilon_p/2 = \pm 0.5\%$	2	3.3	5.4

Tableau III-11: Influence de l'environnement air sur la durée de vie de l'acier 316L : Rapport (N_{Vide} / N_{Air}), selon la température et l'amplitude de déformation plastique

III.3.5 Mécanismes de déformation et d'endommagement

Belamri et al. ainsi que Alain et al., ont étudié les mécanismes de déformation et d'endommagement, dans l'acier AISI 316L testé en fatigue oligocyclique sous air ou sous vide, selon la température (20, 200, 300, 400, 500 ou 600°C) et selon l'amplitude de déformation plastique imposée (± 0.06 , ± 0.2 ou $\pm 0.5\%$). Cet acier 316L, élaboré par Creusot Loire sous forme d'une tôle laminée, possède des caractéristiques mécaniques et physico-chimiques proches de notre acier 304L, avec une valeur d'EDE qui vaut 31,4 contre 30 pour le 304L. Les conclusions de ces études sont présentées ci-dessous et sont comparées ponctuellement à nos propres observations réalisées sur l'acier 304L.

III.3.5.1 Mécanismes de déformation

III.3.5.1.1. Etude des structures de dislocations

Les observations MET réalisées à rupture ou à différentes fractions de la durée de vie des éprouvettes d'acier 316L testées sous vide, révèlent les points suivants :

- A 20°C et quelle que soit l'amplitude de déformation, le glissement observé à rupture est essentiellement dévié, avec une proportion de structure Cellulaire dominante par rapport aux structures Murs-Canaux et Enchevêtrements.
- A 300°C et quelle que soit l'amplitude de déformation, le glissement observé à rupture est essentiellement planaire, avec une proportion de structure Corduroy dominante par rapport aux structures Cellulaires, Murs-Canaux et Enchevêtrements.
- Entre 200 et 500°C, la planéité du glissement augmente quand la température augmente.
- Entre 200 et 500°C, la planéité du glissement augmente quand l'amplitude de déformation diminue, de $5 \cdot 10^{-3}$ à $6 \cdot 10^{-4}$.
- La proportion de structure en côtes de velours formée à chaud, augmente donc quand la température augmente (proportion maximale à 400°C) et/ou quand l'amplitude de déformation plastique diminue.
- La structure en côtes de velours est constituée d'alignements de défauts quasi ponctuels, tels que des boucles de dislocations, des débris de dislocations et des cavités. Ces défauts constituent des murs délimitant des canaux et le perfectionnement de ces murs au cours du cyclage, indique une activité continue de glissement dans les canaux. Cette structure apparaît donc comme une structure planaire et très homogène qui conduit à une accommodation réversible de la déformation plastique cyclique dans les nombreux canaux.

En conclusion, le glissement est principalement dévié à 20 et à 600°C avec la formation de structures du type Cellules et Murs-Canaux dès les premiers cycles et qui se perfectionnent au cours du cyclage. Quand l'amplitude de déformation diminue, le glissement devient moins dévié avec de rares bandes de localisation de la déformation plastique (Bandes de Glissement Persistantes) et la structure de dislocations dominante est du type Enchevêtrements.

En revanche, entre 200 et 500°C, le glissement est plus planaire ce qui se traduit par un degré de perfectionnement moindre des structures Cellulaires ou Murs-Canaux et par la présence en début de cyclage d'arrangements planaires du type Alignements de dislocations et Bandes de glissement. Le nombre de cycles à rupture étant plus élevé sous vide, une autre structure planaire du type Côtes de velours se forme et devient dominante.

Disposant d'observations très complètes réalisées sur l'acier 316L, il ne nous a pas paru prioritaire dans le cadre de la thèse, d'étudier les structures de dislocations présentes dans le 304L selon la température, l'environnement ou l'amplitude de déformation. En effet, les comportements macroscopiques de ces deux aciers selon les paramètres précités sont tout à fait semblables. Seul le résultat obtenu sous vide à 20°C et $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ a nécessité des observations au MET (cf. Figure III-4).

III.3.5.1.2. Analyse des glissements

Les observations MEB réalisées à rupture sur des éprouvettes d'acier 316L testées sous air ou sous vide, révèlent les points suivants :

- A 20°C et quel que soit l'environnement, les glissements sont répartis de manière hétérogène dans chaque grain et d'un grain à l'autre. Ils sont marqués et rectilignes et sont souvent perturbés par l'activation d'un second système à peine visible qui cisaille les bandes de glissements formées par le premier système. Aux faibles amplitudes de déformation, peu de grains présentent des bandes de glissement et dans ces grains, elles ne recouvrent pas la totalité de la surface. Inversement, quand l'amplitude de déformation augmente, le nombre de grains présentant des bandes de glissement et la densité de bandes dans ces grains augmentent. Quelques déchaussements aux joints de grains peuvent également apparaître.

Ces observations ont été vérifiées et validées qualitativement, selon l'amplitude de déformation et l'environnement, sur nos éprouvettes d'acier 304L testées à 20°C et 0.4%/s et conduites à rupture, cf. Figure III-9.

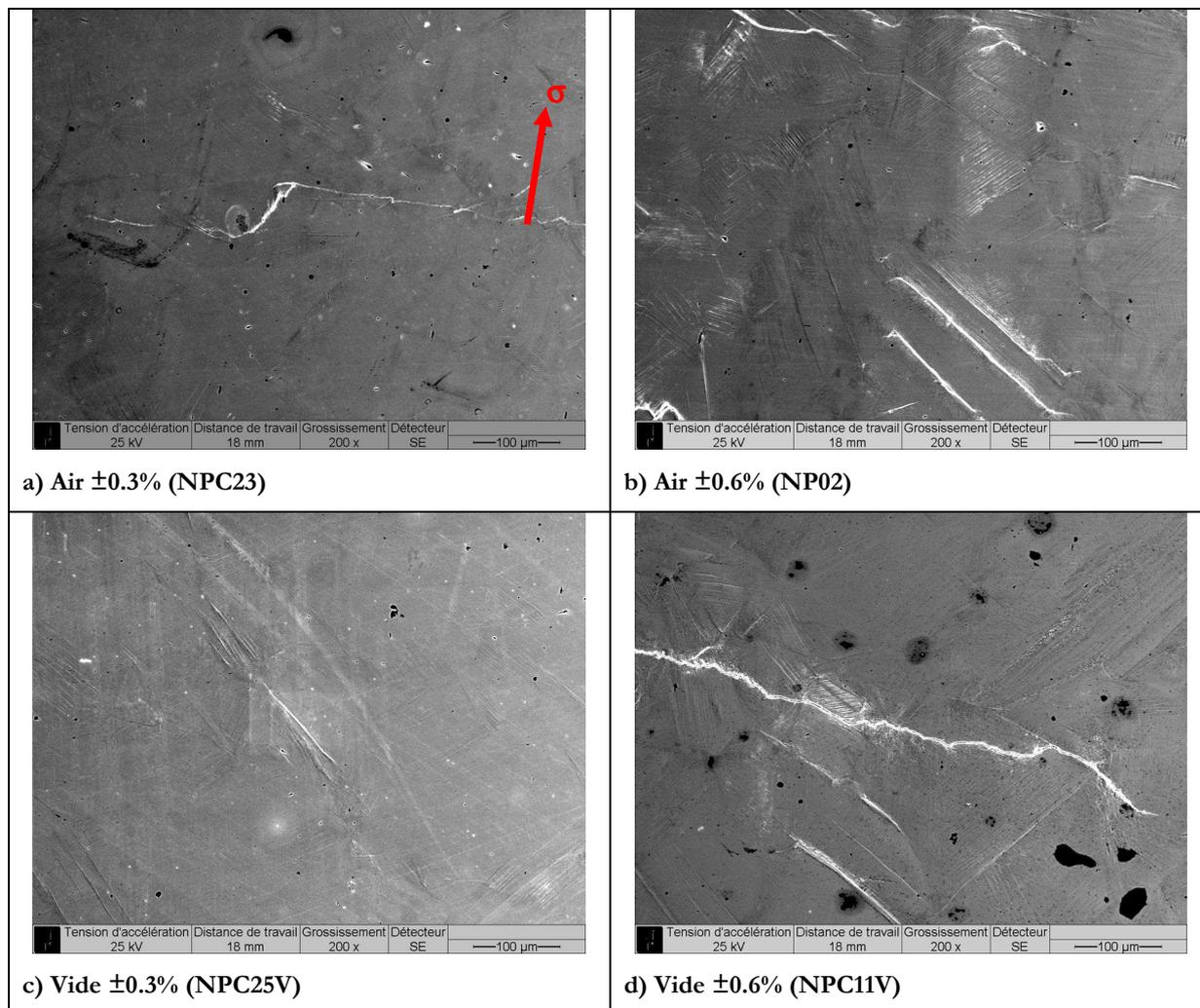


Figure III-9: Analyse des glissements dans le 304L testé à 20°C et 0.4%/s jusqu'à rupture, selon l'amplitude de déformation et l'environnement

- A 300°C et quels que soient l'environnement ou l'amplitude de déformation, la surface des échantillons est déformée de manière homogène car presque tous les grains présentent des bandes de glissement et celles-ci recouvrent en général la totalité de la surface du grain. Ces bandes de glissement sont rectilignes et très marquées avec des extrusions notables. Enfin, les joints de grains sont plus rarement déchaussés qu'à 20°C.

De la même manière, des observations identiques ont été effectuées sur nos éprouvettes en acier 304L testées à 300°C et 0.4%/s et conduites à rupture, cf. Figure III-10.

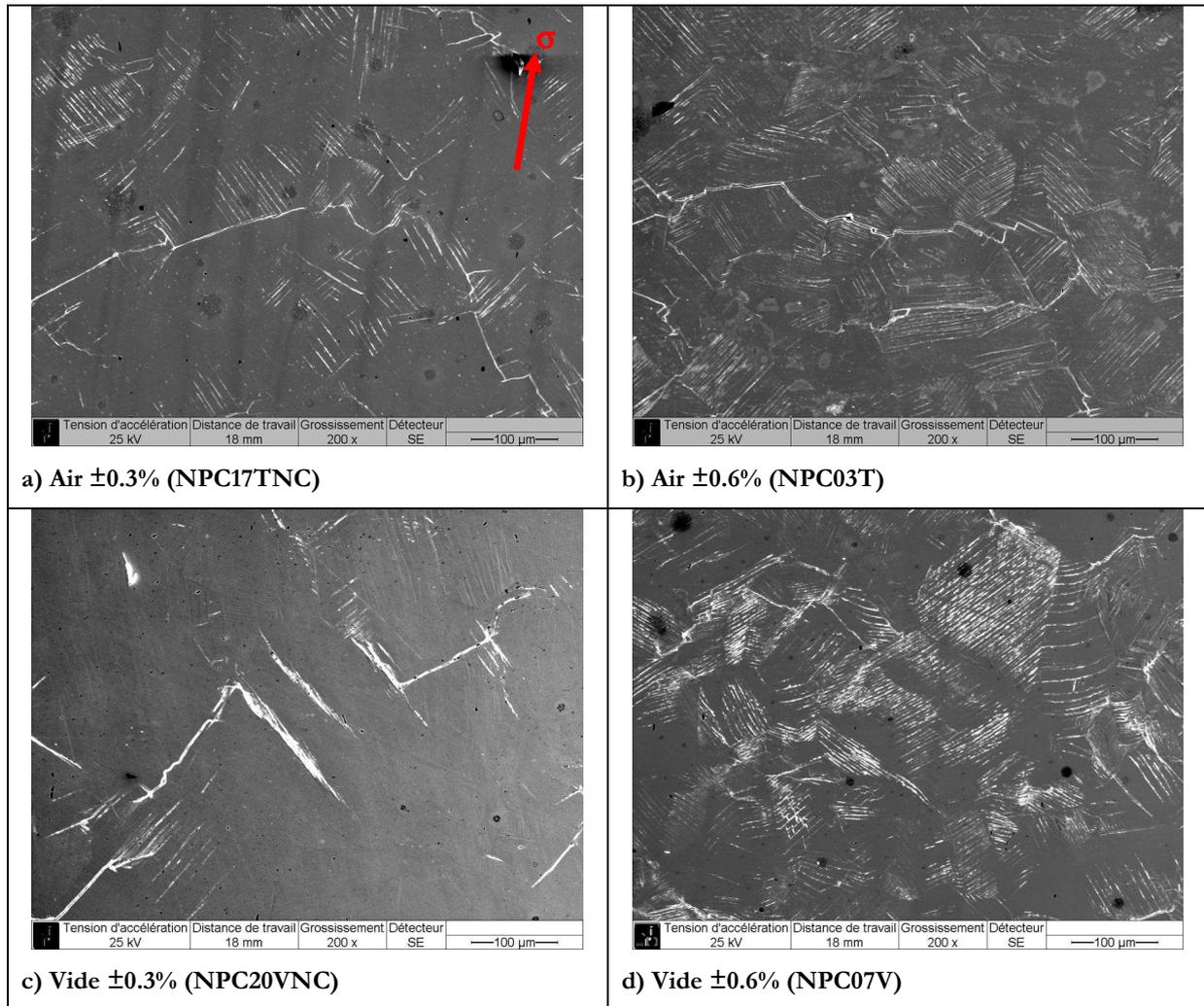


Figure III-10: Analyse des glissements dans le 304L testé à 300°C et 0.4%/s jusqu'à rupture, selon l'amplitude de déformation et l'environnement

En conclusion, l'influence bénéfique de la température de 300°C sous vide est plus ou moins prononcée selon l'amplitude de déformation, mais de manière générale, la meilleure tenue en fatigue à 300°C résulte d'une augmentation de la planéité et de la réversibilité du glissement, ainsi que d'une homogénéisation de la déformation plastique.

Mais sous air, l'influence bénéfique de la température de 300°C disparaît presque totalement en raison d'importants effets d'environnement sur l'endommagement à cette température.

III.3.5.2 Mécanismes d'endommagement

Les observations MEB réalisées à rupture ou à différentes fractions de la durée de vie des éprouvettes d'acier 316L testées sous air ou sous vide, révèlent les points suivants :

- A 20°C comme à 300°C et quel que soit l'environnement, les sites d'amorçage des fissures sont les bandes de glissement, les joints de grains et les joints de macles. A 20°C, en plus des fissures transgranulaires, quelques fissures intergranulaires peuvent apparaître au début du cyclage, mais le caractère transgranulaire est rapidement majoritaire au détriment du caractère intergranulaire. A 300°C, le caractère transgranulaire est dominant dès le début et devient plus marqué avec l'augmentation du cyclage.
- A 20°C comme à 300°C et quels que soient l'environnement ou l'amplitude de déformation, la propagation des fissures se fait donc essentiellement en stade II transgranulaire. Les fissures se propagent en « escalier » en empruntant un second système de glissement dont les traces en surface sont presque invisibles. Pour ces deux températures, les fissures ont donc un caractère transgranulaire, intergranulaire ou mixte. En revanche, de 400°C à 600°C, la densité de fissures intergranulaires augmente et les fissures passent d'un caractère mixte à un fort déchaussement des grains.
- Quelle que soit la température (20 ou 300°C), plus l'amplitude de déformation augmente, plus la densité de fissures augmente et plus le nombre de fissures intergranulaires s'accroît.
- La fissure la plus longue en tout début de cyclage n'est pas forcément la fissure principale conduisant à rupture car la micropropagation des fissures est irrégulière. C'est la fissure qui atteint en premier une taille critique qui deviendra la fissure principale car elle conservera une vitesse de propagation supérieure à celle des autres fissures.

Ces observations ont été vérifiées et validées qualitativement, selon l'amplitude de déformation et l'environnement, sur nos éprouvettes d'acier 304L testées à 0.4%/s et conduites à rupture. Des exemples de fissures sont donnés sur la Figure III-11 et sur la Figure III-12 pour des essais effectués à 20°C ou à 300°C, respectivement.

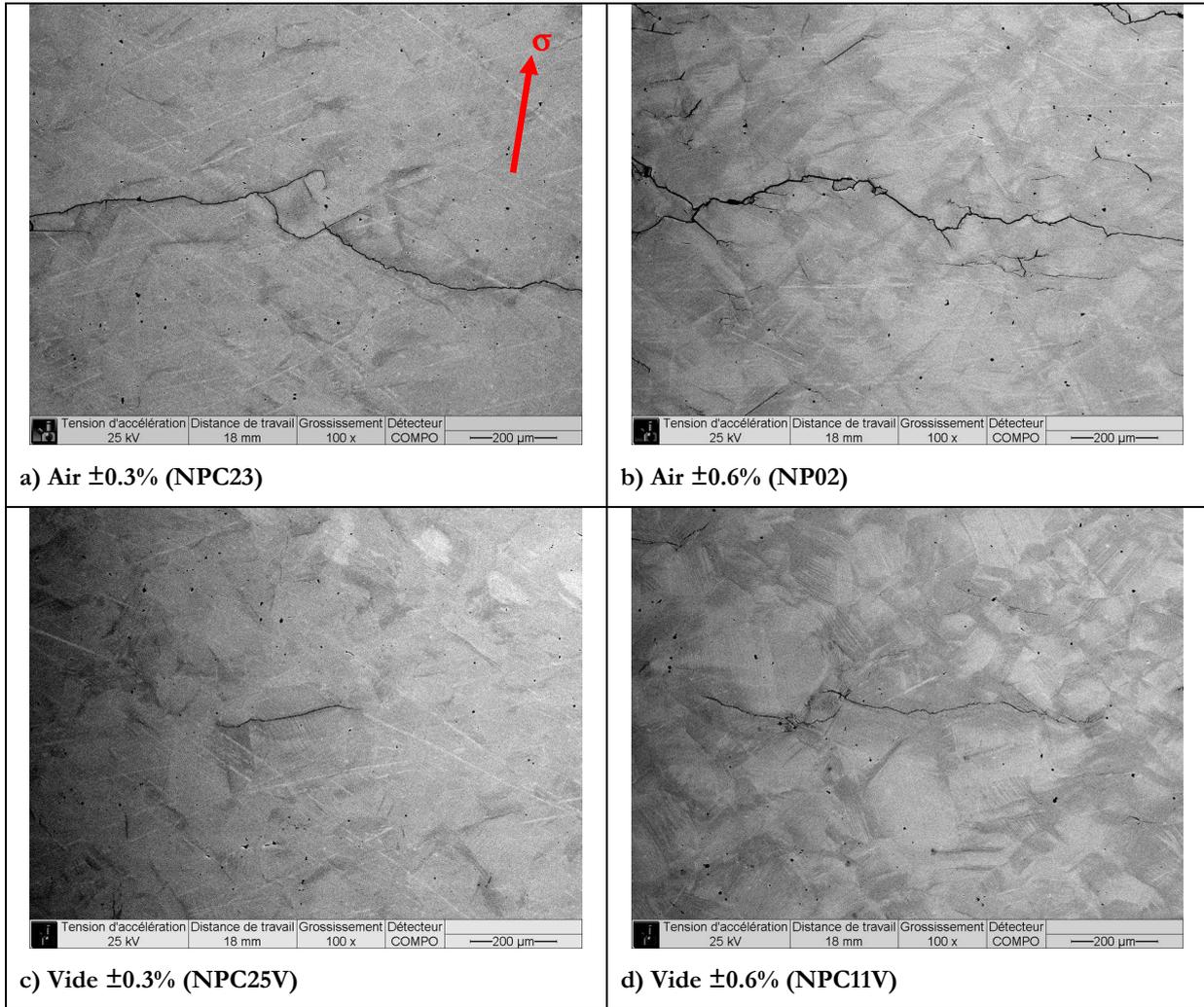


Figure III-11: Analyse des fissures dans le 304L testé à 20°C et 0.4%/s jusqu'à rupture, selon l'amplitude de déformation et l'environnement

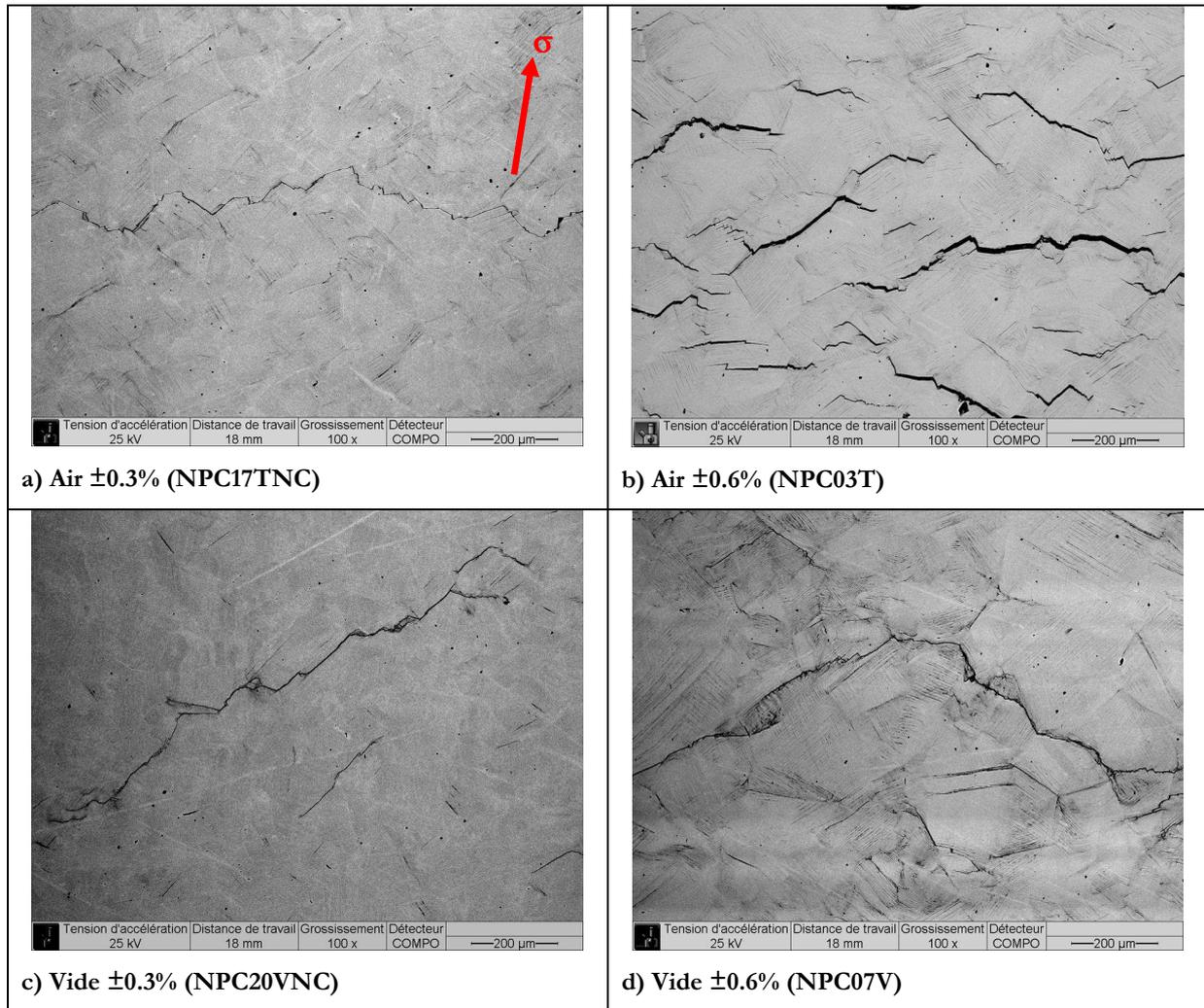


Figure III-12: Analyse des fissures dans le 304L testé à 300°C et 0.4%/s jusqu'à rupture, selon l'amplitude de déformation et l'environnement

En conclusion, l'effet bénéfique de la température de 300°C sur la durée de vie peut s'expliquer par une vitesse de propagation plus lente en raison d'une augmentation de la planéité du glissement et d'une homogénéisation de la déformation.

Enfin, l'environnement air ne semble pas avoir d'influence sur les mécanismes de déformation, sur les structures de dislocations ou sur la nature des glissements. Son action semble porter essentiellement sur les mécanismes d'endommagement et particulièrement sur les vitesses de propagation des fissures plus que sur la nature des sites d'amorçage ou sur les stades de propagation.

III.4. Comparaison Air/Vide selon la vitesse de déformation

Comme nous l'avons déjà évoqué, nos travaux avaient également pour objet d'analyser l'influence de la vitesse de déformation sur le comportement cyclique et sur la durée de vie de l'acier 304L en fatigue oligocyclique. Trois vitesses de déformation (0.4 ; 0.01 et 0.001%/s) ont donc été testées pour deux niveaux de température et d'amplitude de déformation et dans deux environnements (Air ou Vide).

III.4.1 Influence de la vitesse de déformation selon la température

L'influence de la vitesse de déformation en fatigue oligocyclique selon la température (20 ou 300°C) a d'abord été étudiée dans l'air, à l'aide d'essais effectués avec un pilotage sur la partie utile et une amplitude de déformation de $\pm 0.6\%$. Les réponses cycliques en contraintes et les durées de vie sont présentées sur la Figure III-13 et dans le Tableau III-12.

On constate qu'à 20°C, la diminution de la vitesse de déformation entraîne une légère baisse des contraintes. Ceci correspond à une réponse mécanique classique.

En revanche, à 300°C, la diminution de la vitesse de déformation entraîne une augmentation des niveaux de contraintes au pic de consolidation ainsi qu'à l'état stabilisé. On parle alors à 300°C d'une sensibilité négative des contraintes à la vitesse de déformation. Ce comportement cyclique est dû au phénomène de vieillissement dynamique expliqué précédemment dans le paragraphe I.3 et analysé plus en détail dans le paragraphe III.4.3 qui suit.

Il semble de plus à 300°C, que la diminution de la vitesse de déformation entraîne une diminution de la durée de vie. Cependant, l'écart de 25% entre la durée de vie à 0,4%/s et celle à 0,01%/s est faible au regard de la dispersion expérimentale. Cette tendance doit donc être confirmée.

Précisons que dans la suite de l'étude, nous ne nous intéresserons à l'influence de la vitesse de déformation qu'à la température de 300°C.

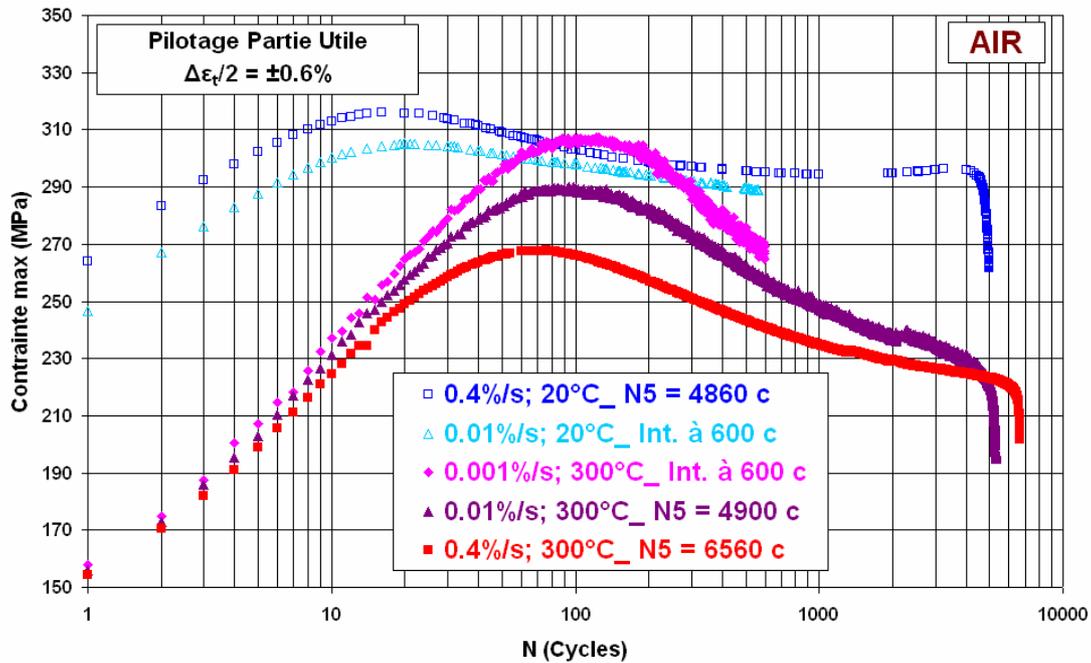


Figure III-13: Evolution de la contrainte maximum selon la vitesse de déformation et la température, pour des essais conduits sous air à $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$

Conditions	Repère	σ_{pic} (MPa)	σ_{stab} (MPa)	N_5 (Cycles)
0.4%/s ; 20°C	NP01	316	295	4860
0.01%/s ; 20°C	NPC09	305	/	Interrompu
0.001%/s ; 300°C	NP09T	307	/	Interrompu
0.01%/s ; 300°C	NP07T	290	237	4900
0.4%/s ; 300°C	NP04T	268	226	6560

Tableau III-12: Evolution des contraintes et des durées de vie selon la vitesse de déformation et la température, pour des essais conduits sous air à $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$

III.4.1.1 Effet de la vitesse de déformation sur deux nuances d'acier 304L

L'influence sous air à 300°C de la vitesse de déformation sur le comportement et sur la durée de vie en fatigue oligocyclique de l'acier 304L a été vérifiée en réalisant des essais sur des éprouvettes usinées dans la tôle en acier 304L produite par Industeel et utilisée au centre technique d'AREVA au Creusot.

L'amplitude de déformation utilisée est toujours de $\pm 0.6\%$ et pour des raisons de durée d'essai, seules les vitesses de 0.4 et de 0.01%/s ont été testées. Les réponses cycliques en contraintes et les durées de vie sont présentées sur la Figure III-14 et dans le Tableau III-13.

Pour les deux tôles d'acier 304L (Industeel et CLI), une diminution de la vitesse de déformation entraîne une augmentation des niveaux de contraintes ainsi qu'une diminution de la durée de vie et ceci dans les mêmes proportions.

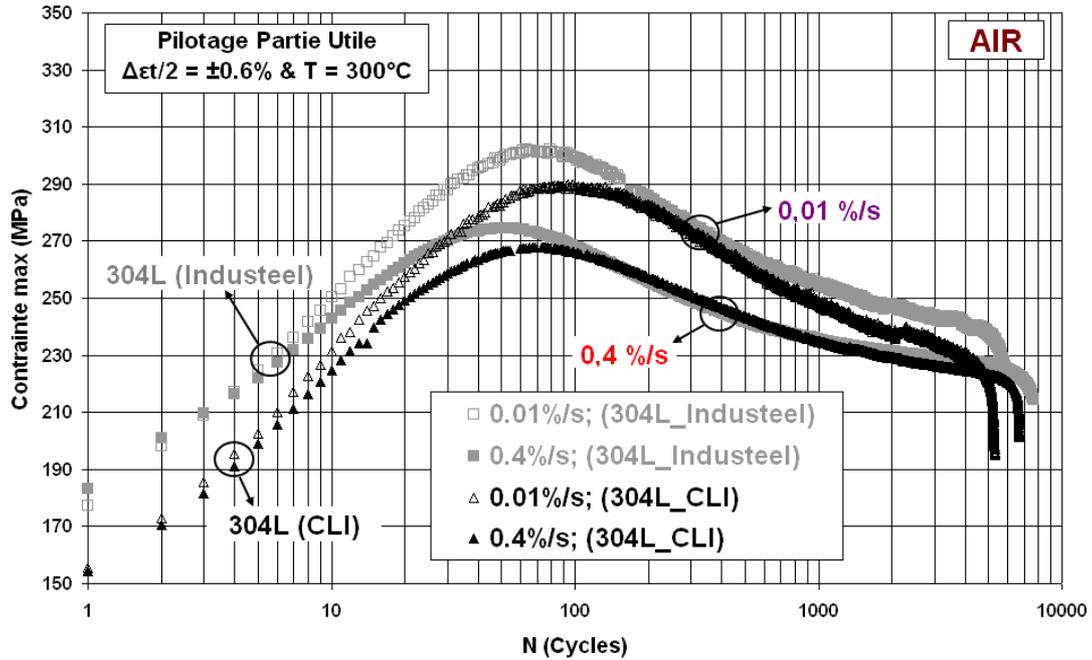


Figure III-14: Evolution de la contrainte maximum selon la vitesse de déformation et la tôle de 304L, pour des essais conduits sous air à $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ et $T = 300^\circ\text{C}$

Conditions	Repère	σ_{pic} (MPa)	σ_{stab} (MPa)	N_5 (Cycles)	$N_{0.4} / N_{0.01}$
0.01%/s ; 300°C	NPTI02 (Industeel)	301	243	5670	x 1,31
0.4%/s ; 300°C	NPTI01 (Industeel)	275	229	7430	
0.01%/s ; 300°C	NP07T (CLI)	290	237	4900	x 1,34
0.4%/s ; 300°C	NP04T (CLI)	268	226	6560	

Tableau III-13: Evolution des contraintes et des durées de vie selon la vitesse de déformation et la tôle de 304L, pour des essais conduits sous air à $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ et $T = 300^\circ\text{C}$

III.4.1.2 Effet de la vitesse en fonction du mode de pilotage

L'influence sous air à 300°C, de la vitesse de déformation sur le comportement et sur la durée de vie en fatigue oligocyclique de l'acier 304L a été vérifiée en réalisant les essais avec un pilotage déporté sur les collerettes. L'amplitude de déformation utilisée est également de $\pm 0.6\%$ et seuls les essais effectués aux vitesses de 0.4 et de 0.01%/s ont été menés à rupture. L'essai effectué à la vitesse de 0.001%/s à quant à lui été interrompu à plusieurs reprises. Les réponses cycliques en contrainte et les durées de vie sont présentées sur la Figure III-15 et dans le Tableau III-14 .

Ainsi, quel que soit le mode de pilotage, une diminution de la vitesse de déformation entraîne une augmentation des niveaux de contraintes. Cependant, nous avons montré dans le paragraphe III.1 traitant de la dispersion expérimentale, qu'un pilotage déporté entraîne de légères variations sur les contraintes au pic de consolidation ainsi que sur les durées de vie. Ces variations peuvent être expliquées par le fait qu'un tel pilotage n'est pas strictement équivalent à un pilotage sur la partie utile. Le faible écart entre la durée de vie à 0,4%/s et celle à 0,01%/s doit être interprété en tenant compte de la dispersion expérimentale.

Quoiqu'il en soit, la diminution de la vitesse de déformation entraîne ici aussi une augmentation des niveaux de contraintes ainsi qu'une légère diminution de la durée de vie.

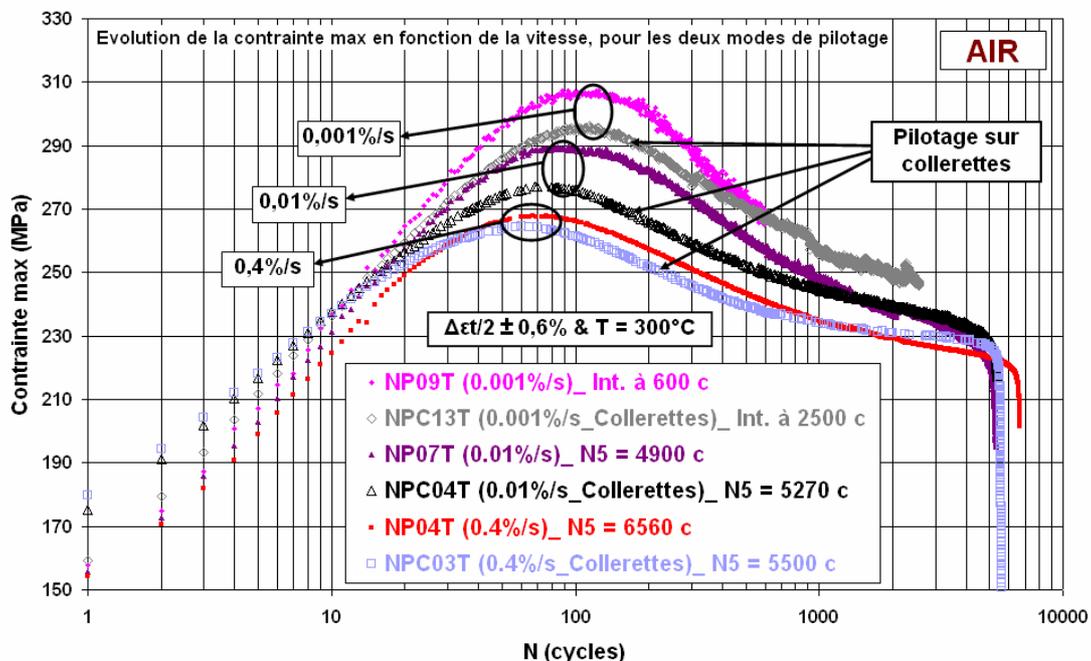


Figure III-15: Evolution de la contrainte maximum selon la vitesse de déformation et le mode de pilotage, pour des essais conduits sous air à $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ et $T = 300^\circ\text{C}$

Conditions	Repère	σ_{pic} (MPa)	σ_{stab} (MPa)	N_5 (Cycles)
0.001%/s ; 300°C <i>Pilotage déporté</i>	NCP13T	296	≈ 249	Interrompu à 300, 600, 900, 2500 c
0.01%/s ; 300°C <i>Pilotage déporté</i>	NPC04T	277	237	5270
0.4%/s ; 300°C <i>Pilotage déporté</i>	NPC03T	265	230	5500
0.001%/s ; 300°C	NP09T	307	/	Interrompu
0.01%/s ; 300°C	NP07T	290	237	4900
0.4%/s ; 300°C	NP04T	268	226	6560

Tableau III-14: Evolution des contraintes et des durées de vie selon la vitesse de déformation et le mode de pilotage, pour des essais conduits sous air à $\Delta\epsilon/2 = \pm 0.6\%$ et $T = 300^\circ\text{C}$

III.4.1.3 Effet de la vitesse en fonction de l'amplitude de déformation

L'influence sous air à 300°C, de la vitesse de déformation sur le comportement et sur la durée de vie en fatigue oligocyclique de l'acier 304L a été vérifiée en réalisant les essais avec une amplitude de déformation de $\pm 0.3\%$. Seules les vitesses de 0.4 et de 0.01%/s ont été testées. Les réponses cycliques en contrainte et les durées de vie sont présentées sur la Figure III-16 et dans le Tableau III-15.

Quelle que soit l'amplitude de déformation, une diminution de la vitesse de déformation entraîne une augmentation des niveaux de contraintes et une diminution de la durée de vie. A $\pm 0.3\%$, l'effet de la vitesse semble un peu moins marqué qu'à $\pm 0.6\%$ mais ici aussi, un pilotage déporté entraîne une légère baisse des niveaux de contraintes au pic de consolidation.

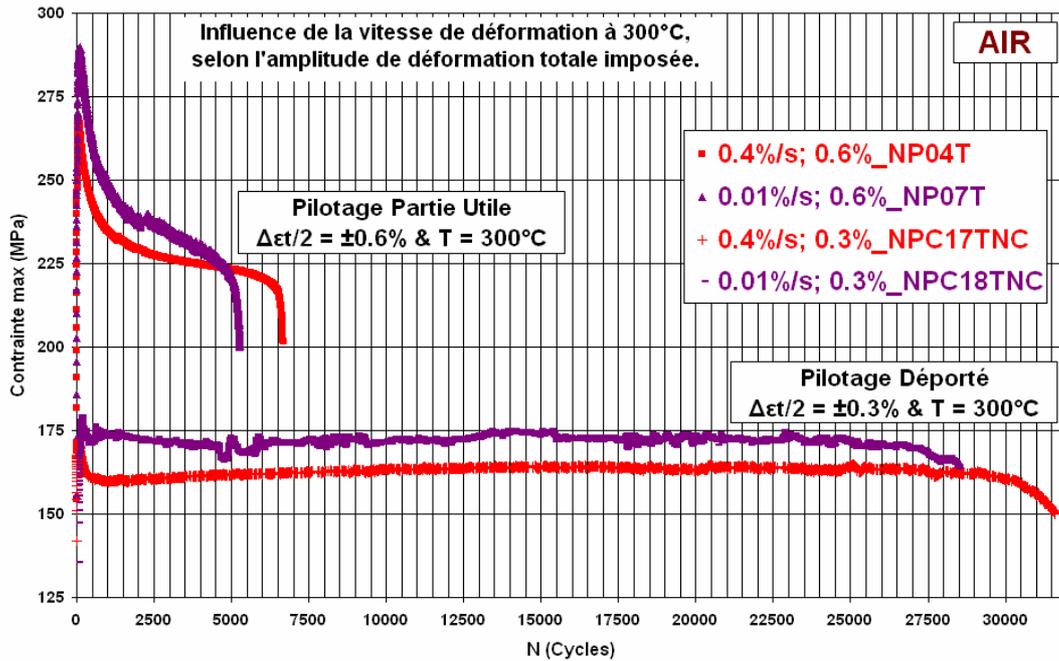


Figure III-16: Evolution de la contrainte maximum selon la vitesse et l'amplitude de déformation, pour des essais conduits sous air à $T = 300^\circ\text{C}$

Conditions	Pilotage	Repère	σ_{pic} (MPa)	σ_{stab} (MPa)	N_5 (Cycles)
0.01%/s ; $\pm 0.3\%$	Partie utile	NP13T	199	180	Int. à 5000 c
	Déporté	NPC18TNC	180	173	28430
0.4%/s ; $\pm 0.3\%$	Partie utile	NP12T	181	164	29800
	Déporté	NPC17TNC	172	164	31090
0.01%/s ; $\pm 0.6\%$	Partie utile	NP07T	290	237	4900
0.4%/s ; $\pm 0.6\%$	Partie utile	NP04T	268	226	6560

Tableau III-15: Evolution des contraintes et des durées de vie selon la vitesse et l'amplitude de déformation, pour des essais conduits sous air à $T = 300^\circ\text{C}$

III.4.1.4 Comparaison des résultats obtenus à ceux de la littérature

Quelles que soient l'amplitude ou la vitesse de déformation, on constate sur la Figure III-17 pour l'acier 304L issu de la tôle CLI, un bon accord entre les durées de vie en fatigue obtenues sous air à 300°C et les courbes moyennes $\epsilon - N$, définies par ANL ou par Langer dans l'air à 20°C . De plus, cet acier 304L présente un comportement cyclique proche de celui décrit par LEAX, comme le montre la Figure III-18.

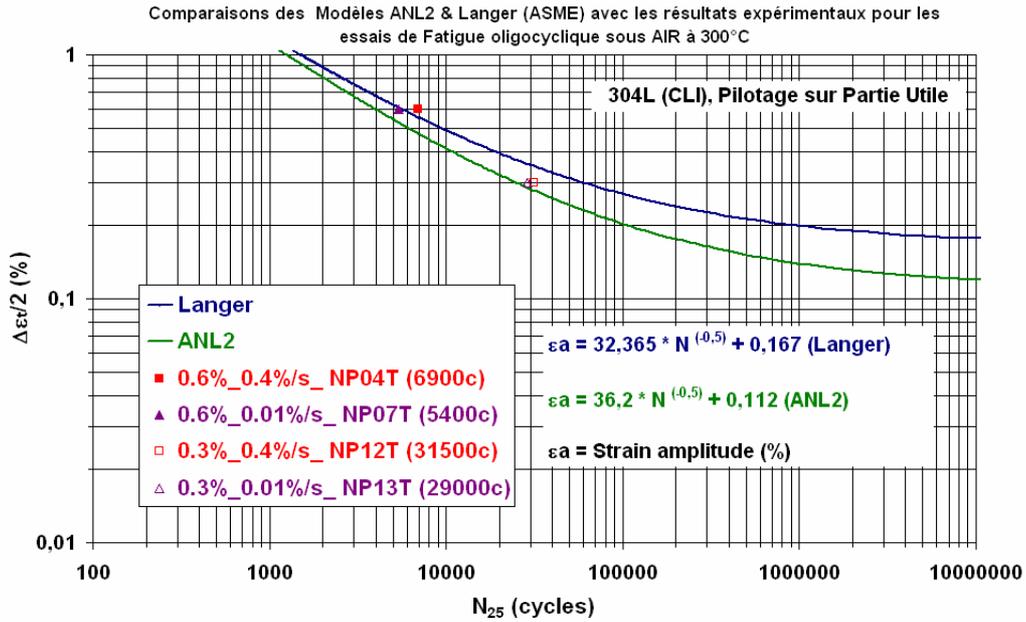


Figure III-17: Courbes moyennes (ϵ -N) de la littérature comparées aux points expérimentaux obtenus pour le 304L (CLI) sous Air à 300°C, selon l'amplitude et la vitesse de déformation

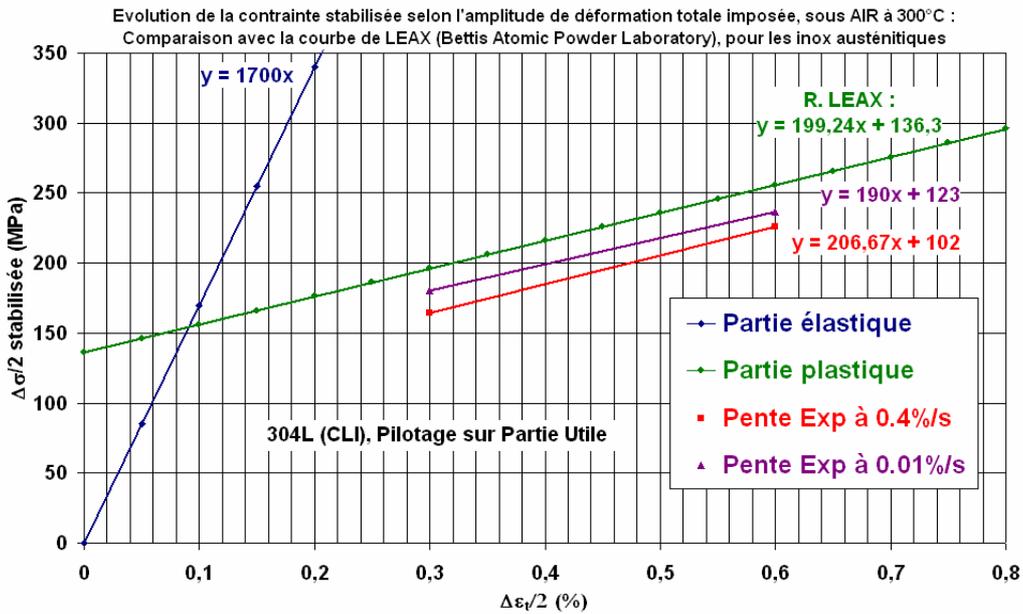


Figure III-18: Courbe d'érouissage cyclique de la littérature comparée aux points expérimentaux obtenus pour le 304L (CLI) sous Air à 300°C, selon l'amplitude et la vitesse de déformation

III.4.1.5 Endommagement sous air

Sous air, à 300°C et quelle que soit l'amplitude de déformation, les observations MEB de la surface des éprouvettes conduites à rupture montrent que la nature des sites d'amorçage ainsi que les stades de propagation des fissures ne sont pas affectés par la vitesse de déformation. En

revanche, on observe une augmentation de l'endommagement en termes de nombre et de longueur des fissures créées, avec la diminution de la vitesse.

Ainsi, l'influence sous air à $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ et $T = 300^\circ\text{C}$, de la vitesse de déformation sur la cinétique d'endommagement, a été étudiée en réalisant des essais interrompus à 300 puis 600 cycles pour permettre des observations quantitatives de l'état de fissuration en surface.

Le comportement cyclique des essais interrompus est comparé à celui des essais conduits à rupture sur la Figure III-19 et dans le Tableau III-16.

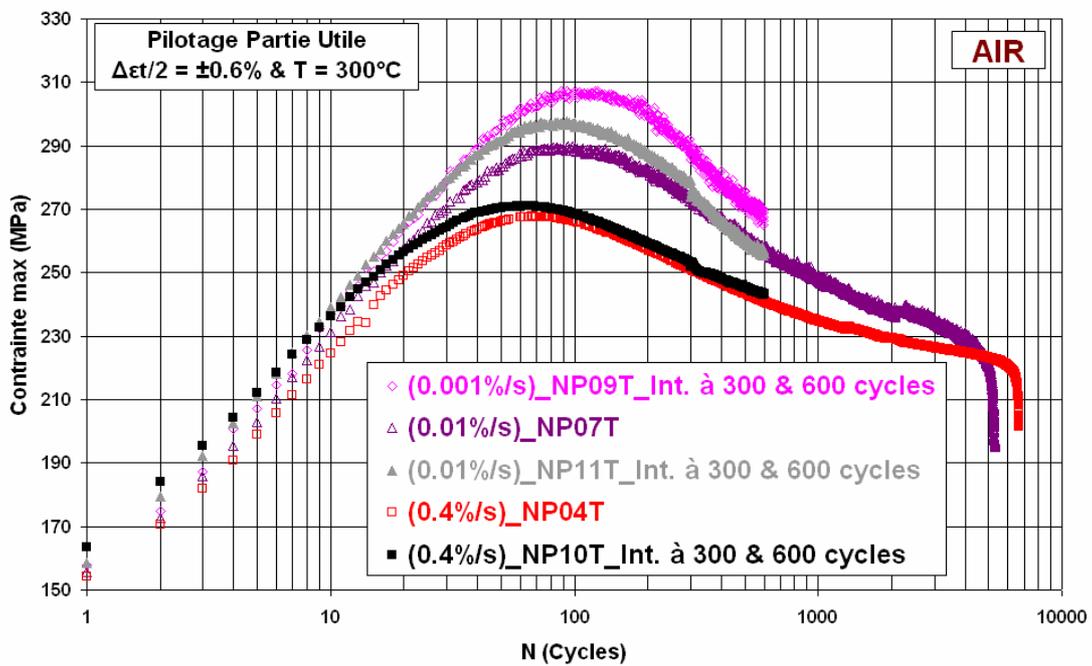


Figure III-19: Evolution de la contrainte maximum selon la vitesse, pour des essais conduits sous air à $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ et $T = 300^\circ\text{C}$

Conditions	Repère	σ_{pic} (MPa)	σ_{stab} (MPa)	N_5 (Cycles)
0.001%/s ; 300°C	NP09T	307	/	Interrompu
0.01%/s ; 300°C	NP07T	290	237	4900
0.01%/s ; 300°C	NP11T	297	/	Interrompu
0.4%/s ; 300°C	NP04T	268	226	6560
0.4%/s ; 300°C	NP10T	271	/	Interrompu

Tableau III-16: Evolution des contraintes et des durées de vie selon la vitesse, pour des essais conduits sous air à $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ et $T = 300^\circ\text{C}$

Après 300 cycles, les zones 1 ; 3 et 4 (cf. Figure II-9) ont été observées au MEB avec un grandissement ($\times 500$) en mode électrons secondaires. Pour chacune des trois bandes circonférentielles, les images n'étaient enregistrées que lorsqu'au moins une fissure était détectée. Les images ont ensuite été analysées pour déterminer les densités et les longueurs des fissures.

Les résultats de la quantification de l'endommagement sont donnés dans le Tableau III-17. Ces résultats doivent être interprétés en utilisant d'une part, la Figure III-20 qui présente pour chaque vitesse de déformation, la densité de fissures par zone observée et d'autre part, la Figure III-21 qui présente pour chaque vitesse, les histogrammes « Densités de fissures vs. Classes de longueurs ».

Ainsi, après 300 cycles sous air à $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ et $T = 300^\circ\text{C}$, on observe que,

- La densité de fissures est la plus élevée pour la plus basse vitesse,
- La dispersion selon la zone observée est plus importante à plus basse vitesse,
- Il y a peu de différences sur les classes de longueur selon la vitesse,
- Les fissures les plus longues sont observées pour les deux plus basses vitesses,
- La longueur moyenne est la plus importante à la vitesse intermédiaire,
- La longueur cumulée est la plus importante à la plus basse vitesse.

300 cycles AIR	0,4%/s	0,01%/s	0,001%/s
Surface observée (mm ²)	15.18	15.20	15.14
(% de la surface totale)	(4.15%)	(4.15%)	(4.15%)
Images utilisées	170	174	192
Surface utilisée (mm ²)	6.85	7.02	7.74
(% de la surface totale)	(1.88%)	(1.92%)	(2.12%)
Fissures comptées	486	466	816
Densité de fissures (mm⁻²)	32	31	54
Intervalle de longueurs (µm)	[4 - 190]	[8 - 300]	[6 -252]
Longueur moyenne (µm)	44.8	54.2	41.6
Ecart type (µm)	29.7	36.5	24
Longueur cumulée (µm)	21767	25248	33930

Tableau III-17: Résultats de la quantification de l'endommagement selon la vitesse de déformation, après 300 cycles sous Air à $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ et $T = 300^\circ\text{C}$

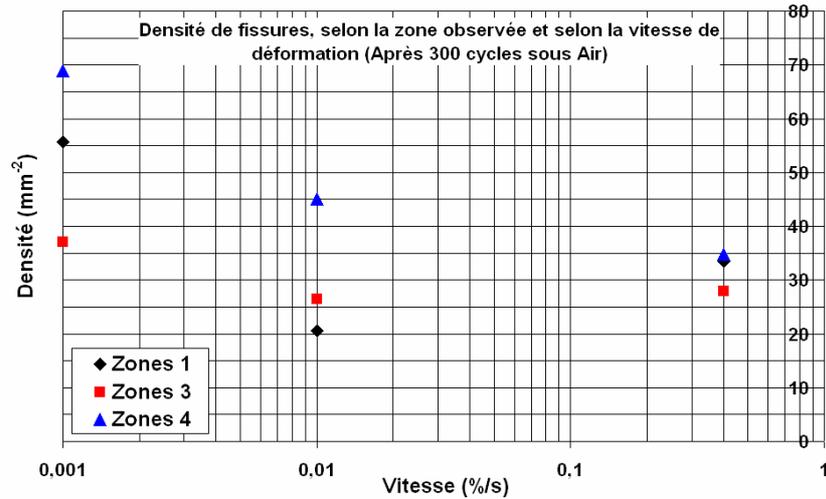


Figure III-20: Densité de fissures, selon la zone observée et selon la vitesse de déformation, après 300 cycles sous Air à $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ et $T = 300^\circ\text{C}$

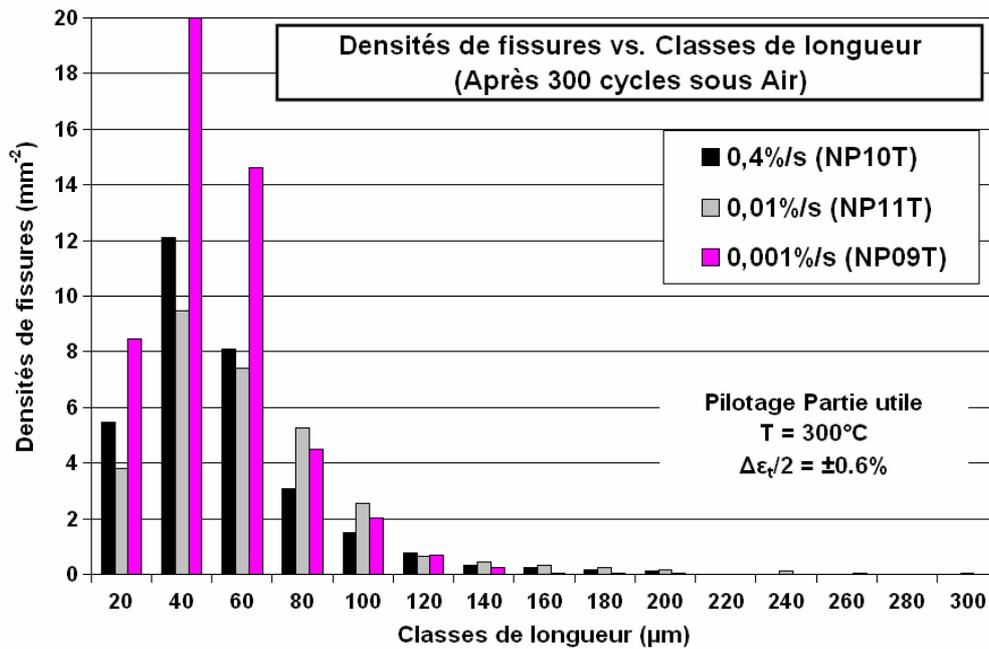


Figure III-21: Densité de fissures vs. Classes de longueur, selon la vitesse de déformation, après 300 cycles sous Air à $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ et $T = 300^\circ\text{C}$

Après 600 cycles, seules les zones 1 et 3 (cf. Figure II-9) ont été observées au MEB avec un grandissement ($\times 200$) en mode électrons secondaires. Ici aussi, les images n'étaient enregistrées pour être ensuite analysées, que lorsqu'au moins une fissure était détectée.

Les résultats de la quantification de l'endommagement sont donnés dans le Tableau III-18, mais il faut également utiliser la Figure III-22 qui regroupe les densités de fissures par zone observée et la Figure III-23 qui présente les histogrammes « Densités de fissures vs. Classes de longueurs ».

Ainsi, après 600 cycles sous air à $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ et $T = 300^\circ\text{C}$, on observe que,

- Les densités de fissures sont proches quelle que soit la vitesse,
- La dispersion selon la zone observée est faible pour les trois vitesses,
- Les fissures les plus longues sont observées pour les deux plus basses vitesses,
- La longueur moyenne est la plus importante à la vitesse intermédiaire,
- La longueur cumulée est la plus importante à la vitesse intermédiaire.

600 cycles AIR	0,4%/s	0,01%/s	0,001%/s
Surface observée (mm ²) (% de la surface totale)	26.36 (7.21%)	26.40 (7.21%)	26.29 (7.21%)
Images utilisées	72	75	72
Surface utilisée (mm ²) (% de la surface totale)	19.7 (5.39%)	20.5 (5.60%)	19.7 (5.40%)
Fissures comptées	322	358	377
Densité de fissures (mm⁻²)	12.22	13.6	14.4
Intervalle de longueurs (µm)	[16 - 311]	[17 - 484]	[10 - 639]
Longueur moyenne (µm)	73.5	89.5	69
Ecart type (µm)	46	59	50
Longueur cumulée (µm)	23658	32038	26045

Tableau III-18: Résultats de la quantification de l'endommagement selon la vitesse de déformation, après 600 cycles sous Air à $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ et $T = 300^\circ\text{C}$

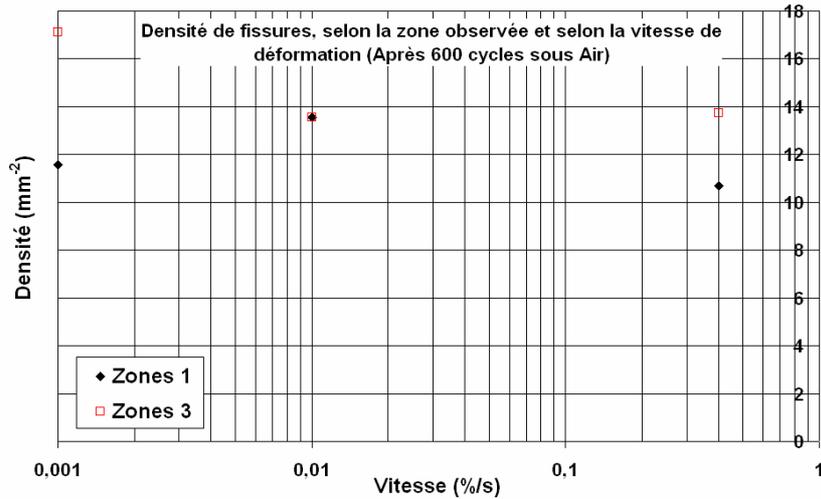


Figure III-22: Densité de fissures, selon la zone observée et selon la vitesse de déformation, après 600 cycles sous Air à $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ et $T = 300^\circ\text{C}$

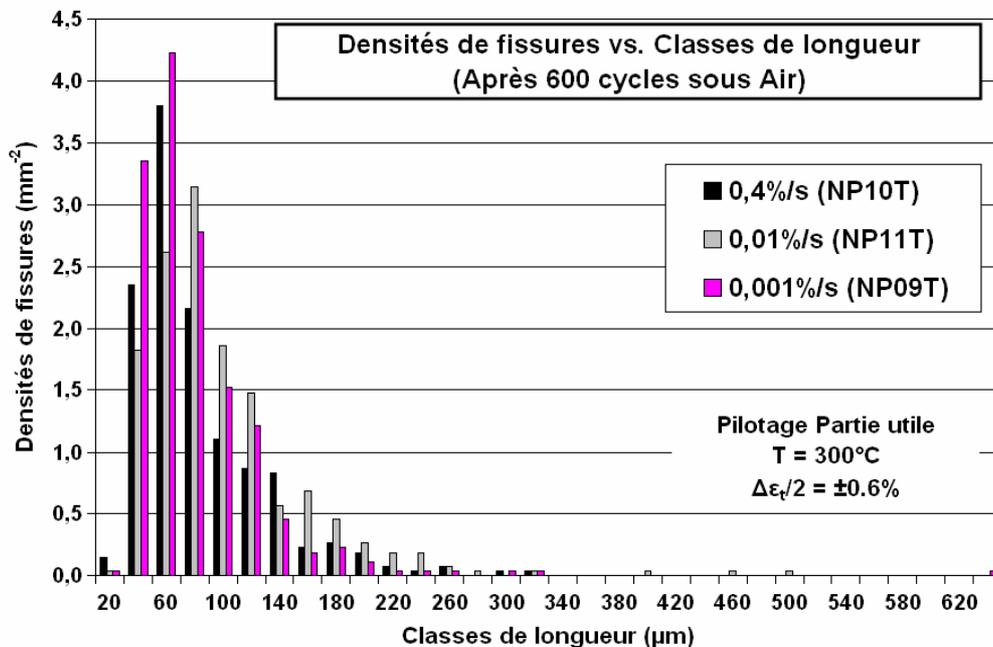


Figure III-23: Densité de fissures vs. Classes de longueur, selon la vitesse de déformation, après 600 cycles sous Air à $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ et $T = 300^\circ\text{C}$

Il est important de préciser que les conditions d'observation choisies pour ces analyses quantitatives **ne permettent pas une comparaison directe entre l'état de fissuration obtenu après 300 cycles et celui atteint après 600 cycles.**

En effet, les résultats indiquent des densités de fissures plus importantes après 300 cycles qu'après 600 cycles. La coalescence des fissures peut en partie expliquer ces résultats, mais c'est surtout le grossissement plus faible utilisé pour la quantification après 600 cycles, qui empêche la

distinction et la comptabilisation de fissures globalement inférieures à 20 μ m, modifiant ainsi les résultats sur les densités.

Les résultats exposés ci-dessus, tendent à expliquer l'influence néfaste d'une diminution de la vitesse de déformation sur la durée de vie sous air à 300°C, par une accélération des phases d'amorçage (densité) et de micropropagation (longueur) des fissures.

III.4.2 Influence intrinsèque de la vitesse de déformation

III.4.2.1 Réponse cyclique sous vide

Nous avons montré qu'il existe sous air de nombreux couplages susceptibles de perturber et même de masquer l'influence de certains paramètres. Ainsi, l'effet intrinsèque de la vitesse de déformation sur le comportement cyclique et sur la durée de vie a été vérifié en réalisant sous vide à 300°C, des essais à $\pm 0.6\%$ de déformation totale imposée. Les réponses cycliques en contraintes et les durées de vie sont présentées sur la Figure III-24 et dans le Tableau III-19.

Les essais effectués aux vitesses de 0.4 et 0.01%/s ont été interrompus après 6000 cycles pour permettre une quantification de l'endommagement puis ils ont été conduits à rupture. On observe pour ces deux essais, l'apparition d'un pic de contraintes à la reprise du cyclage. Ces pics ne sont pas observés sous air et leur origine peut être attribué à l'application d'une légère surcharge lors du démontage de l'éprouvette. L'essai mené à 0.001%/s a quant à lui été interrompu à 900 cycles pour des raisons de durée d'essai et pour permettre une quantification de l'état de fissuration en surface dont les résultats seront discutés dans le paragraphe III.4.4.

Ainsi, sous vide comme sous air, une diminution de la vitesse de déformation entraîne une augmentation des niveaux de contraintes ainsi qu'une diminution de la durée de vie de l'ordre de 30%. L'effet intrinsèque de la vitesse de déformation sur le comportement cyclique et sur la durée de vie en fatigue est donc confirmé et il s'agit maintenant de vérifier l'influence de la vitesse de déformation sur la cinétique d'endommagement.

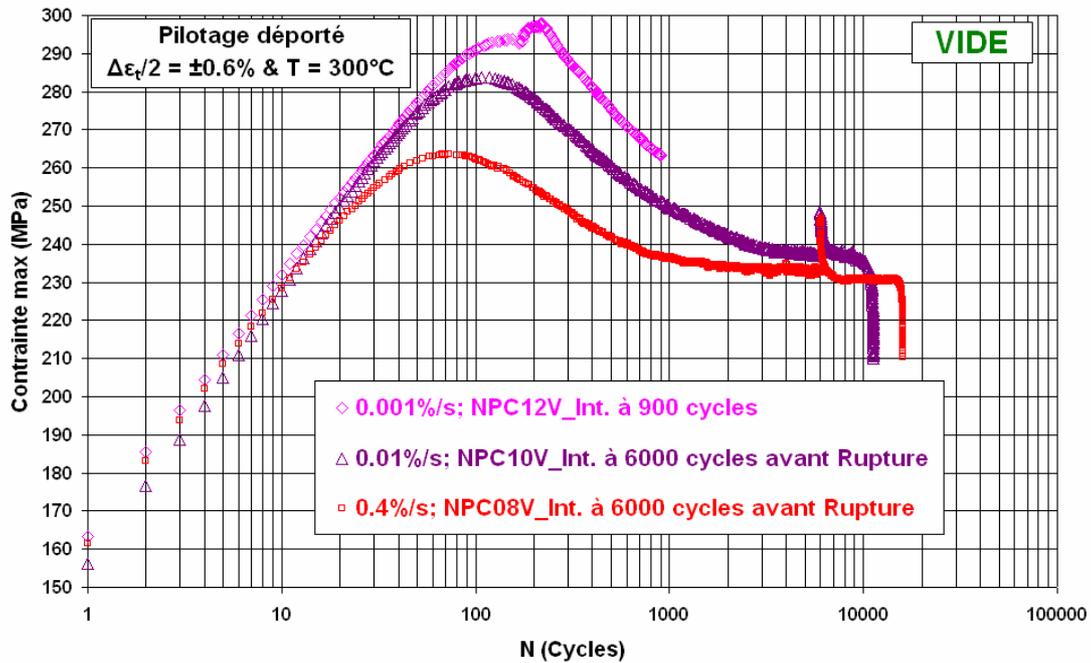


Figure III-24: Evolution de la contrainte maximum selon la vitesse de déformation, pour des essais conduits sous vide à $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ et $T = 300^\circ\text{C}$

Conditions	Repère	σ_{pic} (MPa)	σ_{stab} (MPa)	N_5 (Cycles)
0.001%/s ; 0.6%	NPC12V	298	/	Interrompu
0.01%/s ; 0.6%	NPC10V	284	238	(Int. à 6000 c) 11130
	NPC26VNC	275	231	12930
0.4%/s ; 0.6%	NPC07V	259	224	20090
	NPC08V	264	231	(Int. à 6000 c) 16000
	NPC27VNC	258	230	16000

Tableau III-19: Evolution des contraintes et des durées de vie selon la vitesse de déformation, pour des essais conduits sous air à $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ et $T = 300^\circ\text{C}$

III.4.2.2 Endommagement sous vide

Après 6000 cycles, les zones 1 ; 3 et 4 (cf. Figure II-9) ont été observées au MEB avec un grandissement ($\times 120$) en mode électrons secondaires. A ce grandissement, une bande circonférentielle par zone a été entièrement photographiée pour pouvoir ensuite déterminer les densités et les longueurs des fissures.

Les résultats de la quantification de l'endommagement sont donnés dans le Tableau III-20, mais il faut également utiliser la Figure III-25 qui regroupe les densités de fissures par zone observée et la Figure III-26 qui présente les histogrammes « Densités de fissures vs. Classes de longueurs ».

Ainsi, après 6000 cycles sous vide à $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ et $T = 300^\circ\text{C}$, on observe que,

- La densité de fissures est légèrement supérieure à basse vitesse,
- La dispersion selon la zone observée est faible pour les deux vitesses,
- Les fissures les plus longues sont observées à basse vitesse, cf. Figure III-27,
- La longueur moyenne est plus importante à basse vitesse,
- La longueur cumulée est la plus importante à basse vitesse.

6000 cycles VIDE	0,4%/s	0,01%/s
Surface observée (mm ²)	67.4	67.3
(% de la surface totale)	(18.4%)	(18.4%)
Images utilisées	78	78
Surface utilisée (mm ²)	66	66
(% de la surface totale)	(18%)	(18%)
Fissures comptées	857	990
Densité de fissures (mm⁻²)	12.70	14.70
Intervalle de longueurs (µm)	[35 - 460]	[35 - 974]
Longueur moyenne (µm)	114	156
Ecart type (µm)	61	109
Longueur cumulée (µm)	97 435	154 834

Tableau III-20: Résultats de la quantification de l'endommagement selon la vitesse de déformation, après 6000 cycles sous Vide à $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ et $T = 300^\circ\text{C}$

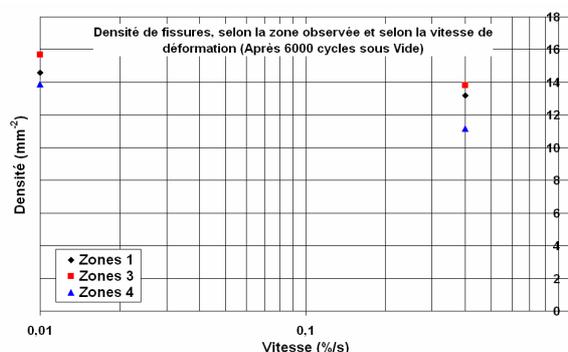


Figure III-25: Densité de fissures, selon la zone observée et selon la vitesse de déformation, après 6000 cycles sous Vide à $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ et $T = 300^\circ\text{C}$

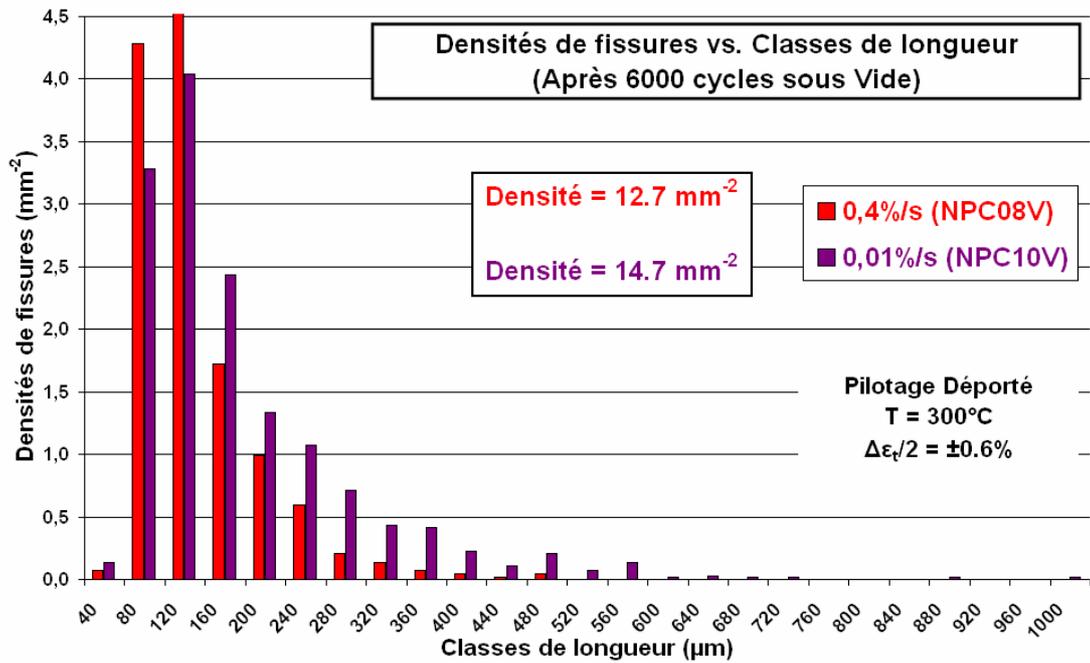
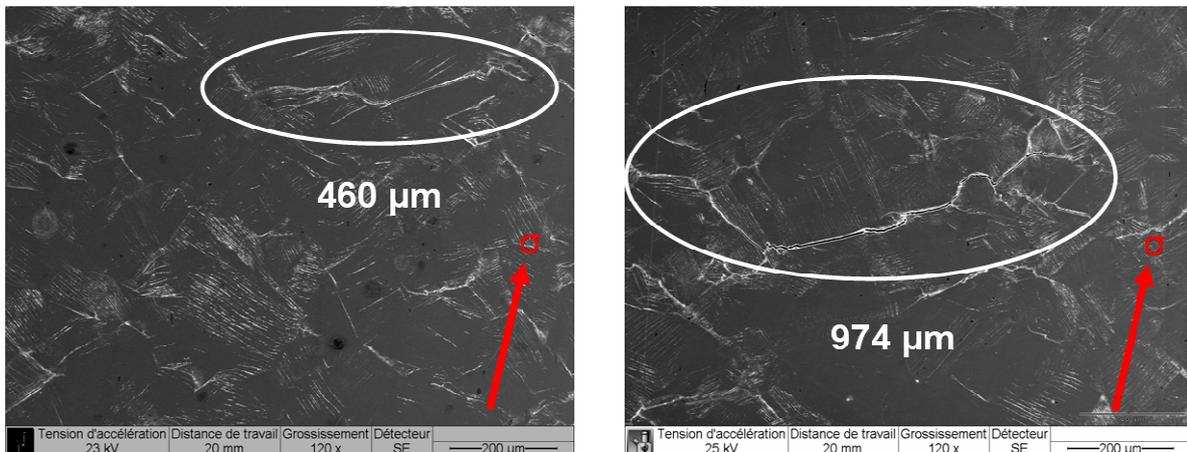


Figure III-26: Densité de fissures vs. Classes de longueur, selon la vitesse de déformation, après 6000 cycles sous Vide à $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ et $T = 300^\circ\text{C}$



a) Vide ; 0.4%/s ; 6000 cycles (NPC08V)

b) Vide ; 0.01%/s ; 6000 cycles (NPC10V)

Figure III-27: Fissures les plus longues, observées après 6000 cycles sous vide à $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ et $T = 300^\circ\text{C}$; a) Essai à 0.4%/s et b) Essai à 0.01%/s

Les observations quantitatives de l'endommagement en surface d'éprouvettes testées sous vide, permettent de conclure qu'en l'absence d'effets d'environnement, la chute de durée de vie obtenue à plus faible vitesse de déformation, est imputable à une accélération de l'amorçage et de la micropropagation des fissures.

III.4.3 Etude du phénomène de vieillissement dynamique

Les aciers inoxydables testés en fatigue oligocyclique à haute température, [200 – 800°C] et faible vitesse de déformation, ($\leq 0.4\%/s$) sont sensibles au vieillissement dynamique. Dans le cas de nos essais effectués à 300°C, ce phénomène est responsable d'une augmentation des niveaux de contrainte et d'une chute de la durée de vie lorsque la vitesse de déformation est réduite. Que l'on soit sous air ou sous vide, cette chute de durée de vie semble due à une accélération de l'endommagement. A basse vitesse de déformation, des contraintes en pointe de fissures plus élevées peuvent accroître les vitesses de micropropagation, mais les raisons d'une cinétique d'amorçage plus rapide restent peu connues.

Dans un premier temps, nous allons quantifier l'importance de ce phénomène par l'étude du comportement cyclique. Dans un second temps, nous étudierons l'influence de ce phénomène sur les mécanismes de déformation.

III.4.3.1 Comportement cyclique

En observant la réponse cyclique du matériau, il apparaît qu'à 300°C, l'acier 304L présente une sensibilité négative des contraintes à la vitesse de déformation. Cette sensibilité négative est quantifiée dans le Tableau III-21 par le calcul de la contrainte normalisée, σ_{norm}^t (cf. Équation I-22 du paragraphe I.3.5), qui augmente lorsque la vitesse diminue.

Repère	σ_{max}^t (MPa) (1) (Cycle1)	σ_{max}^t (MPa) (2) (Pic)	$\sigma_{normalisée}^t$ (MPa) (2) / (1)	$\Delta\epsilon_p/2$ (%) (Pic)	$\sigma_{friction}^t$ (MPa) (Cycle1)	σ_{back}^t (MPa) (Cycle1)	$\sigma_{friction}^t$ (MPa) (Pic)	σ_{back}^t (MPa) (Pic)
NP04T 0.4%/s	154	268 (76 ^{ème} c)	1,74	± 0.42	83	71	159	109
NP07T 0.01%/s	156	290 (94 ^{ème} c)	1,86	± 0.42	89	67	176	114
NP09T 0.001%/s	158	307 (124 ^{ème} c)	1,94	± 0.40	91	67	191	116

Tableau III-21: Quantification du DSA selon la vitesse, pour des essais conduits sous air à $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ et $T = 300^\circ\text{C}$

L'utilisation des boucles d'hystérésis permet de déterminer par la méthode de Cottrell, décrite sur la Figure I-57, les contraintes de friction et de retour. Nous observons sur la Figure III-28, des valeurs plus élevées de la contrainte de friction aux basses vitesses de déformation. Il en est de même pour les contraintes de retour, avec des écarts moins prononcés entre les deux plus basses vitesses, comme le montre la Figure III-29.

Dans le domaine où le DSA est actif, l'augmentation des niveaux de contrainte de friction avec l'augmentation de la température et/ou la diminution de la vitesse de déformation, confirme un plus grand blocage des dislocations mobiles.

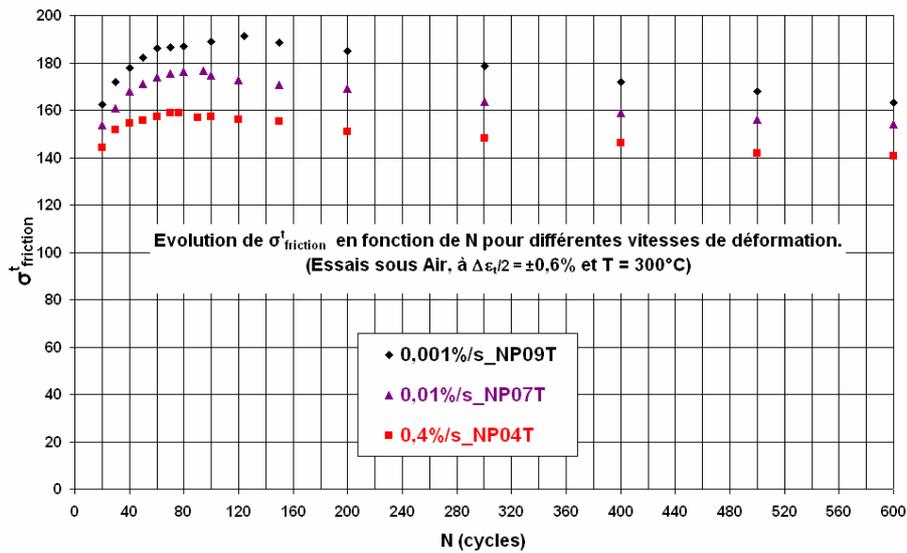


Figure III-28: Evolution de $\sigma^t_{\text{friction}}$ selon la vitesse, pour des essais sous air à $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0,6\%$ et $T = 300^\circ\text{C}$

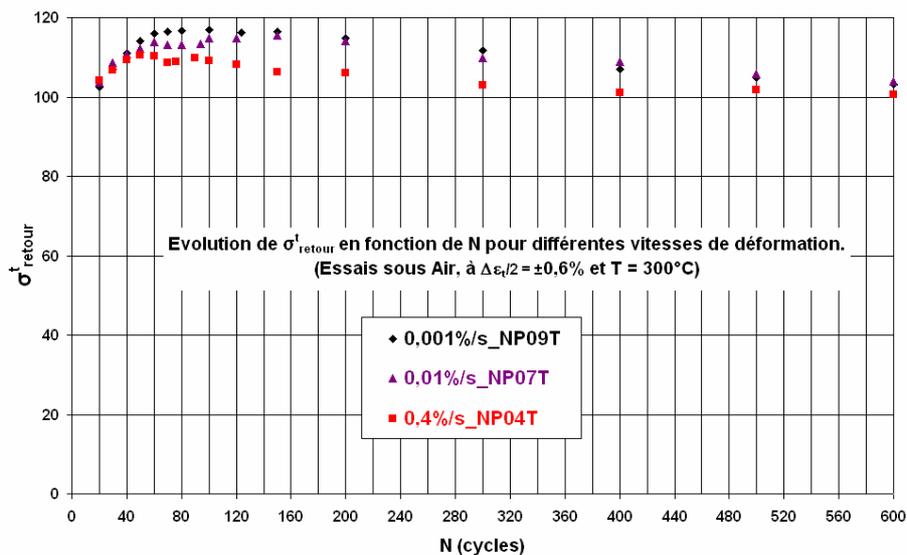


Figure III-29: Evolution de σ^t_{retour} selon la vitesse, pour des essais sous air à $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0,6\%$ et $T = 300^\circ\text{C}$

Il est admis dans la littérature (cf. paragraphe I.3) que le vieillissement dynamique favorise le glissement planaire mais qu'il augmente le partitionnement de la déformation cyclique dans différentes régions caractérisées par de hautes et basses amplitudes de mouvement de dislocations. De plus, le DSA est responsable d'une accélération de l'endommagement. Tout ceci entraîne une chute de la durée de vie des matériaux sensibles à ce phénomène et testés en fatigue à haute température et faible vitesse de déformation.

Fondamentalement, l'endommagement en fatigue des matériaux métalliques est associé au caractère irréversible du glissement des dislocations sous l'effet de la contrainte cyclique. Dans de nombreux travaux qui cherchent à évaluer un nombre de cycles à l'amorçage pour des fissures de fatigue, cette notion d'irréversibilité est caractérisée par un facteur scalaire f^* . En effet, si un matériau présente un nombre de dislocations mobiles n_m dont Δn_c s'accumulent au cours du cyclage, on peut alors définir f^* à l'aide de l'Équation III-1 :

$$f^* = \frac{\Delta n_c}{n_m}$$

Équation III-1: Sens physique du facteur d'irréversibilité du glissement, f^*

Le facteur f^* quantifie donc la fraction de dislocations qui sortent de l'empilement à chaque cycle et qui sont à renouveler au cycle suivant pour accommoder la déformation imposée. Ainsi, lorsque f^* vaut 1, l'irréversibilité du glissement est totale mais quand f^* vaut 0, c'est la réversibilité du glissement qui est totale.

Deux modèles tentent de relier l'irréversibilité de glissement des dislocations à l'amorçage des microfissures : le modèle de Mura [206, 207] basé sur l'évolution de l'énergie libre de Gibbs et celui de Lin et Coll [208] basé sur le mouvement et la concentration des dislocations aux interfaces bandes de glissement/matrice. Quel que soit le modèle, la conclusion est que le nombre de cycles à l'amorçage augmente quand la valeur de f^* diminue.

Deux méthodes expérimentales existent pour calculer ce facteur f^* : la première est celle que nous utiliserons, elle est basée sur l'évolution de la contrainte de retour, alors que la seconde est basée sur le calcul de l'énergie stockée dans le matériau lors du cyclage.

Elles reposent toutes deux, sur la mesure de la densité totale de dislocations, ρ . Elles supposent que la somme des f^* entre le cycle $n^{\circ}1$ et le cycle $n^{\circ} i$, est proportionnelle à ρ_i/ρ_1 ; ρ_1 étant la densité totale initiale et ρ_i , la densité totale au cycle i . Pour notre méthode de calcul, il faut considérer que la densité de dislocations accumulée dans le matériau entraîne une augmentation de la contrainte de retour.

Ainsi, le facteur f^* est défini dans l'Équation III-2 comme la moyenne des $f^*(N)$ entre le 1^{er} et le $i^{\text{ème}}$ cycle (N_i), ce qui implique que ρ_i est proportionnel à n_c et ρ_1 à n_m . De la même manière, σ_{b_i} et σ_{b_1} , correspondent respectivement aux contraintes de retour au cycle i et au cycle 1.

$$f^* = \frac{1}{N_i} \times \frac{\rho_i}{\rho_1} = \frac{1}{N_i} \times \frac{\sigma_{b_i}^2}{\sigma_{b_1}^2}$$

Équation III-2: Calcul du facteur d'irréversibilité du glissement, f^*

Pour faire le lien entre comportement cyclique, mécanismes de déformation et mécanismes d'endommagement, nous avons représenté sur la Figure III-30 pour les trois vitesses de déformation, l'évolution du facteur f^* sur 600 cycles. Nous constatons sur les 300 premiers cycles, que les valeurs de f^* sont légèrement plus importantes aux basses vitesses de déformation. On peut alors supposer que le DSA est responsable d'une augmentation de l'irréversibilité du glissement, qui entraîne une réduction du nombre de cycles à l'amorçage, pouvant ainsi causer une chute de durée de vie.

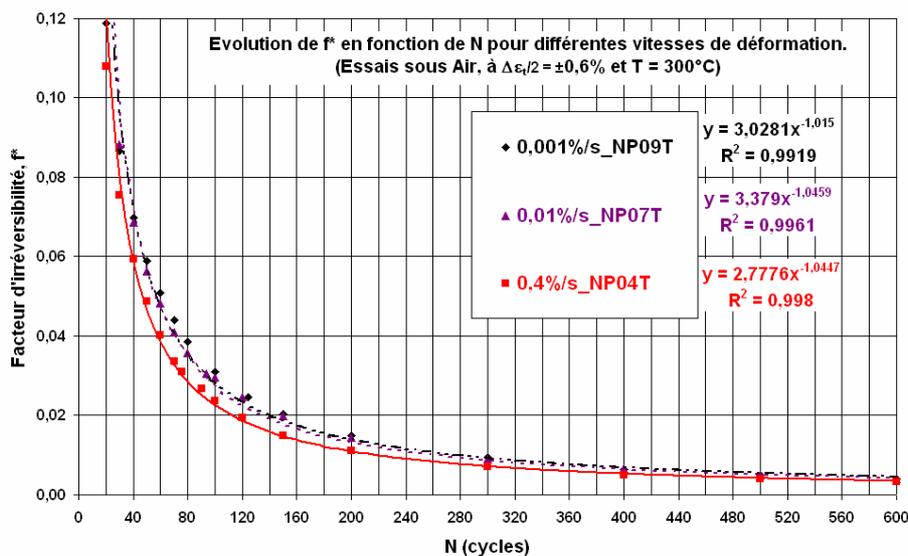


Figure III-30: Evolution de f^* selon la vitesse, pour des essais sous air à $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0,6\%$ et $T = 300^\circ\text{C}$

III.4.3.2 Mécanismes de déformation

Dans le but de vérifier l'influence du vieillissement dynamique sur les mécanismes de déformation dans le cas de nos essais où la température est constante alors que la vitesse de déformation est variable, des observations au MET ont été réalisées. Pour ce faire, des lames minces ont été prélevées à cœur, dans les éprouvettes NP10T ; NP11T et NP09T ayant vu 600 cycles sous air à respectivement, 0.4 ; 0.01 et 0.001%/s.

Les observations ont porté sur la distinction des interactions entre dislocations et atomes en solution solide et sur la comparaison des densités et des structures de dislocations.

1. Après 600 cycles sous air à $d\epsilon/dt = 0.4\%/s$; $\Delta\epsilon_c/2 = \pm 0.6\%$ et $T = 300^\circ\text{C}$, on observe :
 - une densité de dislocations la plus faible des trois éprouvettes. Ceci est en accord avec les niveaux de contraintes plus bas à cette vitesse ;
 - des dislocations très crantées avec la présence d'épinglements, cf. Figure III-31, a). Ceci résulte d'interactions avec des « défauts ponctuels » comme des atomes en solution solide ;
 - des petits précipités du type $M_{23}C_6$, cf. Figure III-31, b) ;
 - des alignements de petites boucles de dislocations. Ces boucles se forment par interactions des dislocations avec d'autres dislocations ou avec des petits précipités, cf. Figure III-31, a) ;
 - des structures Murs-Canaux irréguliers et des Cellules plus ou moins bien formées, cf. Figure III-31, c), d). Ces structures sont caractéristiques d'un glissement dévié ;
 - des alignements de dislocations, cf. Figure III-31, e). Cette structure est différente des BGP car elle ne correspond pas à du pur glissement planaire ;
 - des empilements de dislocations dans des BGP, cf. Figure III-31, f). Ceci est une marque de glissement planaire.

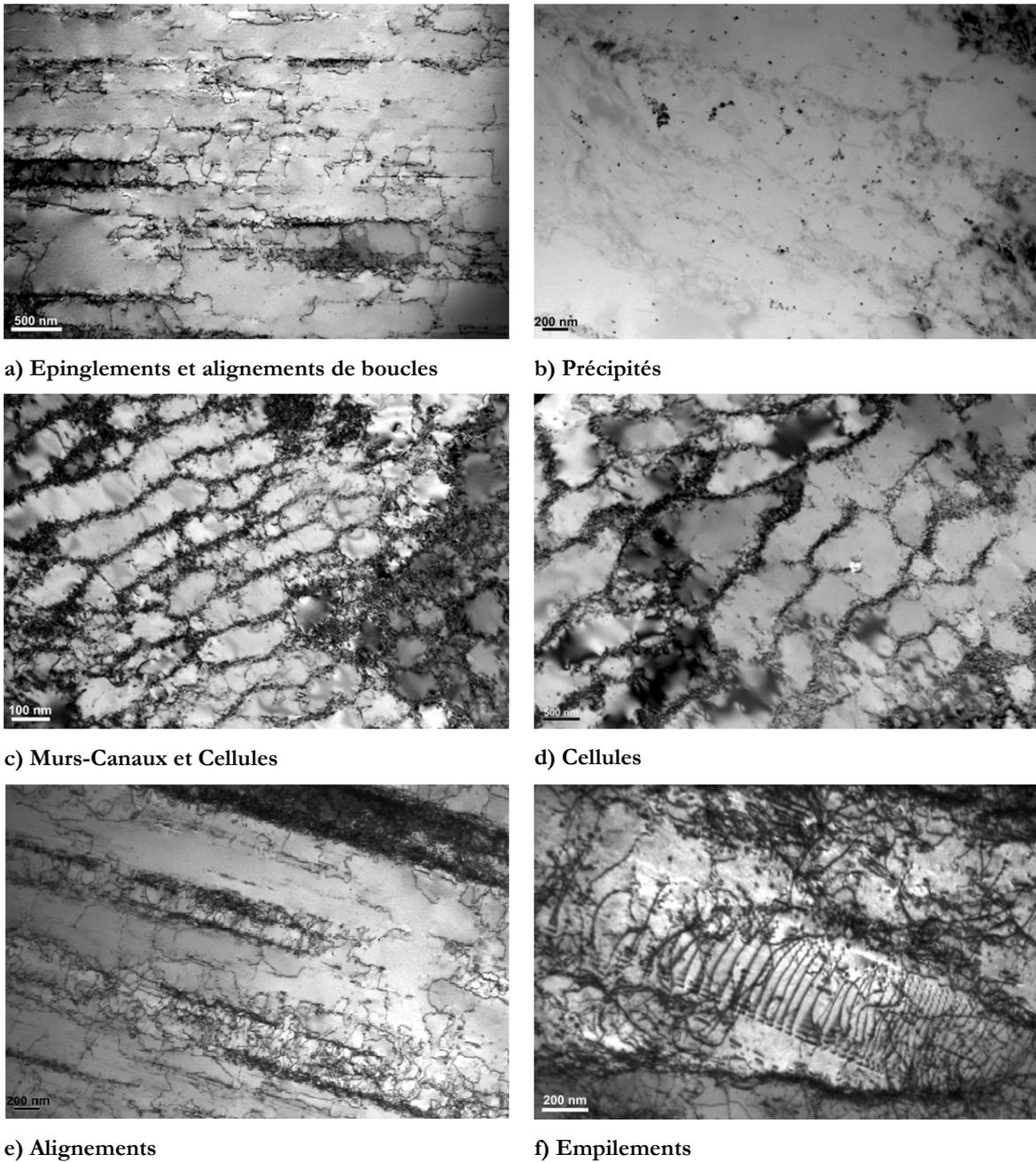
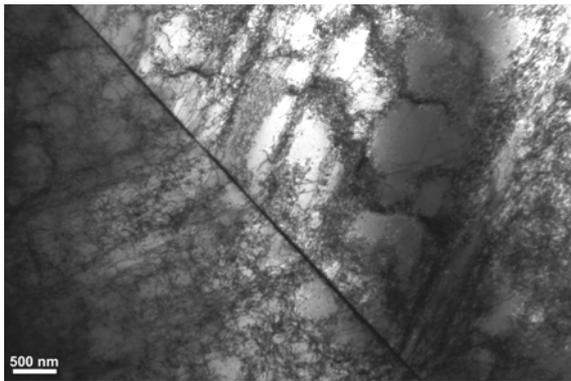


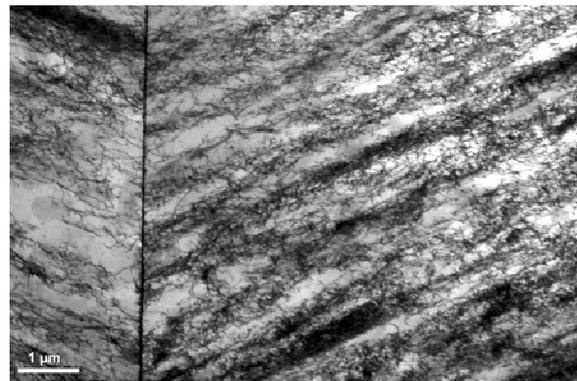
Figure III-31: Observations MET après 600 cycles sous air à $d\varepsilon/dt = 0.4\%/s$; $\Delta\varepsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ et $T = 300^\circ C$

2. Après 600 cycles sous air à $d\varepsilon/dt = 0.01\%/s$; $\Delta\varepsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ et $T = 300^\circ C$, on observe :
- une densité de dislocations importante. Ceci est en accord avec les niveaux de contraintes plus élevé à cette vitesse ;
 - des interactions entre dislocations et atomes en solution solide difficiles à observer en raison de l'importante densité de dislocations ;
 - des structures Murs-Canaux mal formés à tendances Cellulaires, cf. Figure III-32, a) ;

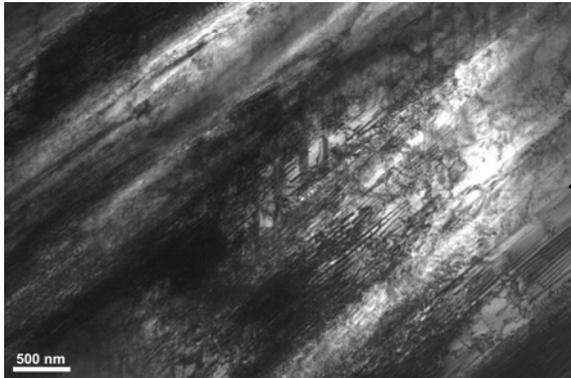
- des alignements de dislocations, cf. Figure III-32, b) ;
- des fautes d'empilements, cf. Figure III-32, c), cohérentes avec l'EDE de 30mJ.m^{-2} ;
- des micromacles de déformation (macles mécaniques), cf. Figure III-32, d).
L'observation de micromacles à des températures élevées et des vitesses lentes est surprenante pour les raisons données dans le paragraphe I.1.3.2 ;
- de la martensite ϵ , cf. Figure III-32, e) et f) qui ne peut en théorie se former à 300°C .



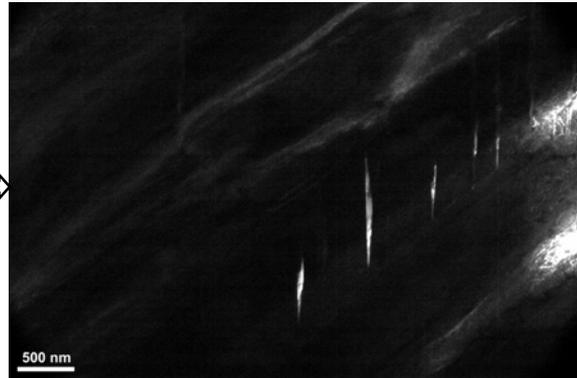
a) Murs-Canaux à tendances Cellulaires



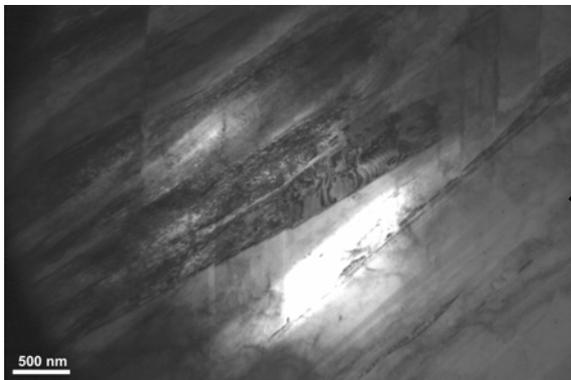
b) Alignements



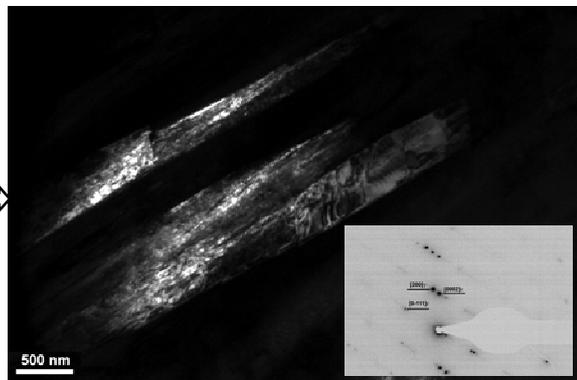
c) Fautes d'empilements (champ clair)



d) Micromacles (Champ sombre)



e) Martensite ϵ (champ clair)



f) Martensite ϵ (champ sombre)

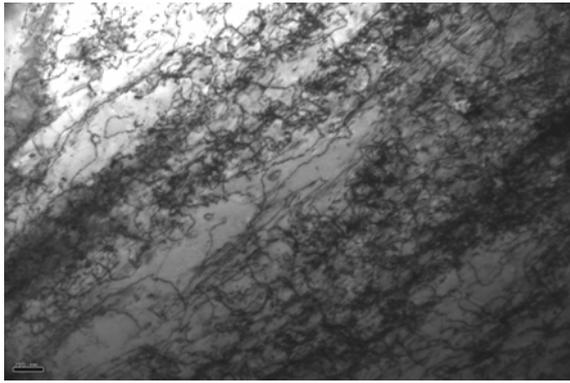
Figure III-32: Observations MET après 600 cycles sous air à $d\epsilon/dt = 0.01\%/s$; $\Delta\epsilon/2 = \pm 0.6\%$ et $T = 300^\circ\text{C}$

3. Après 600 cycles sous air à $d\epsilon/dt = 0.001\%/s$; $\Delta\epsilon_i/2 = \pm 0.6\%$ et $T = 300^\circ\text{C}$, on observe :
- une densité de dislocations sans doute la plus forte car les parois des structures sont épaisses ;
 - des interactions entre dislocations et atomes en solution solide difficiles à observer en raison de l'importante densité de dislocations, cf. Figure III-33, a) ;
 - des structures Murs-Canaux plus ou moins bien condensés, cf. Figure III-33, b) ;
 - des alignements de dislocations, cf. Figure III-33, c) ;
 - des fautes d'empilements, cf. Figure III-33, d) et e) ;
 - des micromacles de déformation, cf. Figure III-33, e) et f).

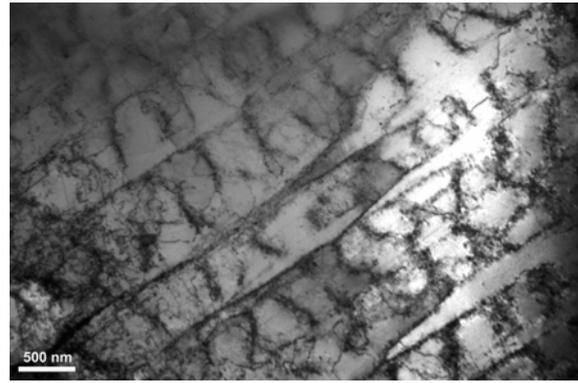
Après 600 cycles effectués sous air à 300°C et $\pm 0.6\%$, on observe avec la diminution de la vitesse de déformation, une augmentation de la densité de dislocations et des interactions des dislocations entre elles ou avec des atomes en solution solide. Ainsi, quelle que soit la vitesse, ces interactions sont présentes et il y a coexistence en début de cyclage, des modes de glissement dévié et planaire.

Cependant, on observe lorsque la vitesse diminue, que la planéité augmente, non pas au sens d'une augmentation des structures planaires et d'une disparition des structures déviés, mais plutôt par un moins bon perfectionnement des structures du type Cellules et Murs-Canaux, caractéristiques du glissement dévié.

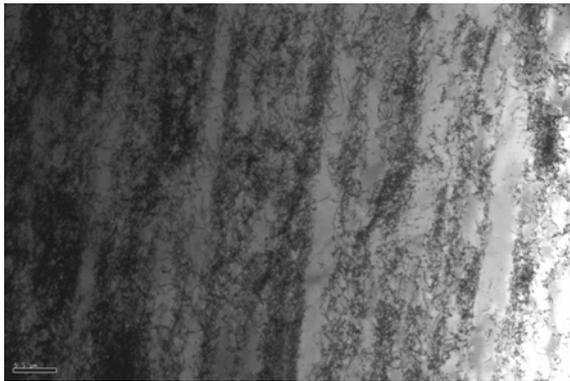
De plus, on observe aux deux plus basses vitesses, de nombreuses fautes d'empilement près desquelles peuvent se former des micromacles. La formation de telles micromacles est théoriquement impossible en raison de la température élevée, de la vitesse de déformation faible et des caractéristiques physico-chimiques de l'acier 304L. Cependant, Renault et al. [48] attribuent ce mécanisme au phénomène de vieillissement dynamique qui augmente les contraintes d'écoulement qui atteignent la valeur critique d'activation du maclage. Enfin, à la vitesse intermédiaire de $0.01\%/s$, la présence de martensite ϵ a été constatée près des macles mécaniques qui constituent des sites idéaux pour cette transformation de phase. En dépit du fait que la transformation martensitique ne puisse logiquement se produire à cette température, il semblerait que les interactions entre dislocations et atomes en solution solide entraînent l'apparition de ce mécanisme de déformation.



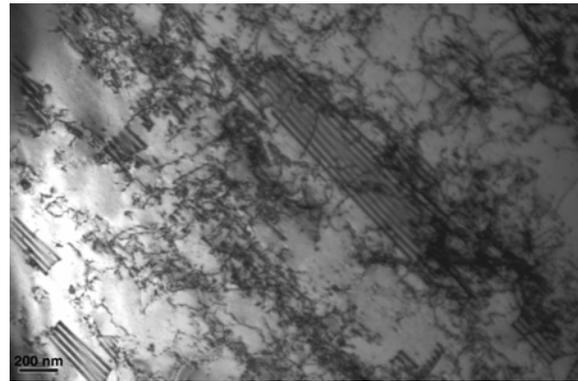
a) Epinglements et alignements de boucles



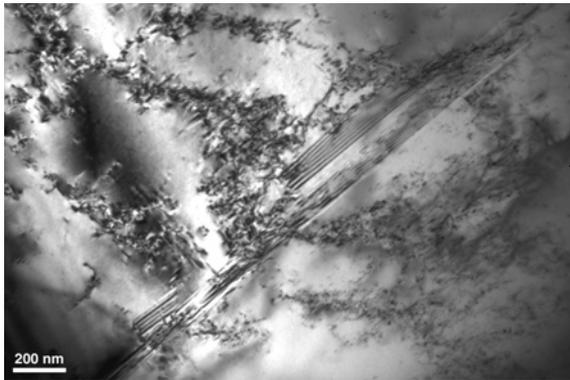
b) Murs-Canaux à tendances Cellulaires



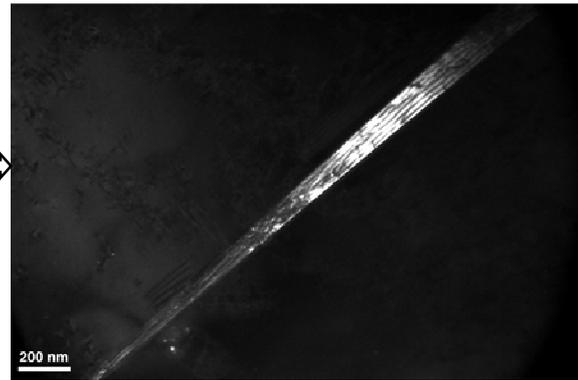
c) Alignements



d) Fautes d'empilements



e) Fautes d'empilements (champ clair)



f) Micromacles (Champ sombre)

Figure III-33: Observations MET après 600 cycles sous air à $d\epsilon/dt = 0.001\%/s$; $\Delta\epsilon/2 = \pm 0.6\%$ et $T = 300^\circ\text{C}$

Enfin, quelle que soit la vitesse, on observe des alignements de boucles et de débris qui sont des signes précurseurs de la formation de la structure corduroy, or cet arrangement des dislocations est caractéristique d'un glissement planaire. On peut retenir quatre origines d'un glissement plan :

- une diminution de l'EDE ;
- une diminution de la déformation plastique ;
- l'existence d'un ordre à courte distance
- l'apparition du phénomène de vieillissement dynamique.

L'EDE varie peu à 300°C et l'amplitude de déformation plastique, pour une amplitude de déformation totale de $\pm 0.6\%$, évolue peu en fonction de la vitesse de déformation. Enfin, pour le 316L, l'existence d'un ordre à courte distance n'a a priori pas d'effets [35].

Il semble donc que le vieillissement dynamique augmente la planéité du glissement et favorise la formation de cette structure Corduroy. Cependant, même sous Vide à 300°C et $\pm 0.6\%$, il n'y a qu'un faible durcissement secondaire pour la vitesse intermédiaire et la durée de vie n'est pas fortement augmentée, sans doute à cause d'une amplitude de déformation trop élevée. Il serait intéressant d'étudier des niveaux de sollicitations plus faibles en réalisant par exemple, un essai sous vide à 300°C ; $\pm 0.3\%$ et 0.01%/s pour voir si le DSA augmente et/ou accélère ce durcissement secondaire avec la formation de la structure Corduroy. Mais un tel essai durerait sur une base de 300 000 cycles, environ 417 jours soit plus d'un an.

Pour conclure, l'augmentation de la planéité du glissement à faible vitesse de déformation n'est pas très prononcée. Cependant, au mécanisme de déformation par glissement des dislocations, s'ajoutent d'autres mécanismes tels que le micromaclage et la transformation de phase. Ces différences sur les mécanismes de déformation peuvent expliquer les chutes de durées de vie à basse vitesse de déformation. En effet, les hétérogénéités de déformation plastique en terme de localisation et de mécanismes peuvent accélérer et/ou augmenter l'endommagement.

III.4.4 Effet d'environnement en fonction de la vitesse de déformation

Nous avons montré qu'un abaissement de la vitesse de déformation à 300°C, entraîne sous air comme sous vide, une augmentation du dommage et une réduction de la durée de vie. Ceci traduit donc un effet intrinsèque de la vitesse de déformation sur la réponse cyclique de l'acier 304L.

De plus, nous avons observé à 300°C, des durées de vie bien plus importantes sous vide que sous air. Ceci traduit un fort effet de l'environnement air à 300°C, qui vient gommer l'effet positif des mécanismes de déformation observés à cette température.

Cependant, on remarque sur la Figure III-34 et dans le Tableau III-22, que les effets de l'environnement air dépendent peu de la vitesse de déformation. En effet, on aurait pu s'attendre à des effets d'environnement plus marqués à basse vitesse, mais il existe une compétition entre les effets intrinsèques de la vitesse et les effets d'environnement.

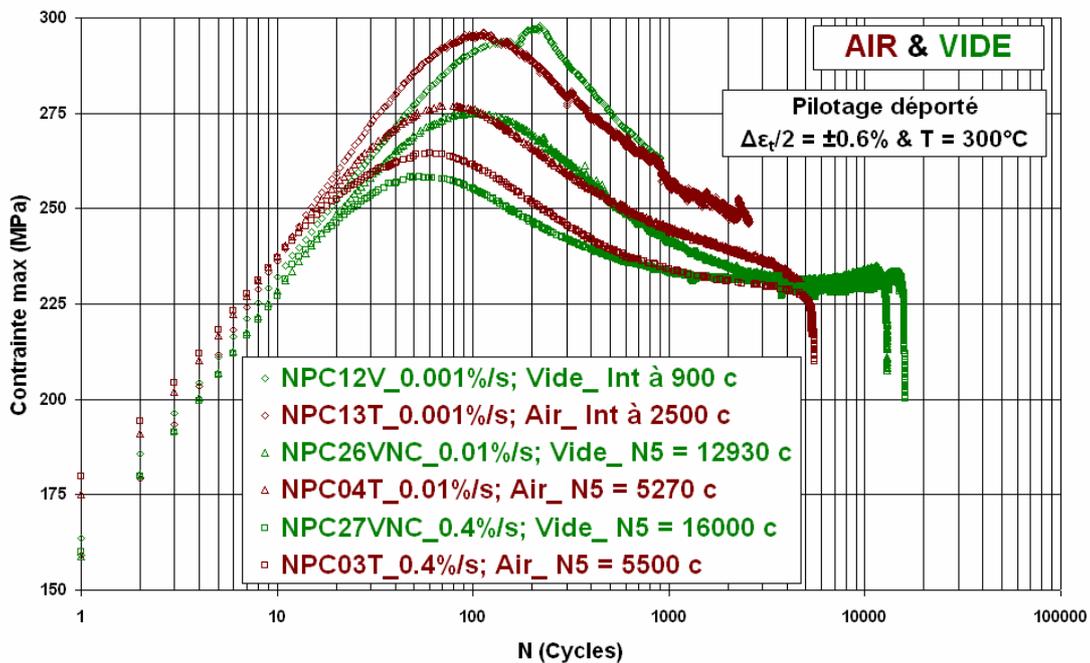


Figure III-34: Evolution de la contrainte maximum selon la vitesse de déformation, pour des essais conduits sous air ou sous vide, à $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ et $T = 300^\circ\text{C}$

Vitesse de déformation	N_{Vide} / N_{Air}
0.4%/s	2.8
0.01%/s	2.3

Tableau III-22: Effet de l'environnement air selon la vitesse de déformation, pour des essais conduits à $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ et $T = 300^\circ\text{C}$

Après 900 cycles à 0.001%/s, les zones 1 et 3 des éprouvettes testées sous air ou sous vide, ont été observées au MEB avec un grandissement (x 200) en mode électrons rétrodiffusés. A ce grandissement, une bande circonférentielle par zone a été entièrement photographiée pour pouvoir ensuite déterminer les densités et longueurs de fissures. Nous avons également relevé la nature des sites d'amorçage (Bande de glissement ; Joint de Grain ; Joint de Macle ou Bande de glissement + Joint) de ces microfissures.

Comme nous l'avons évoqué, la nature et la proportion des sites d'amorçage en fatigue oligocyclique sont peu influencées par l'environnement. On remarque en effet sur la Figure III-35, que les fissures s'amorcent essentiellement sur les bandes de glissement, sous air et sous vide.

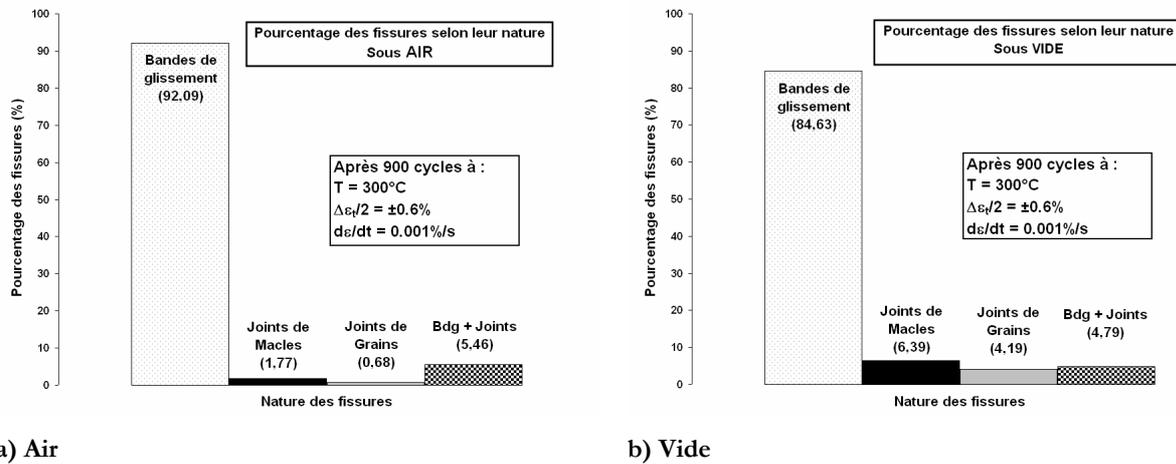


Figure III-35: Nature des fissures selon le milieu, après 900 cycles à $d_g/d_t = 0.001\%/s$; $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ et $T = 300^\circ\text{C}$; a) Sous AIR, b) Sous VIDE

Les résultats de la quantification de l'endommagement sont donnés dans le Tableau III-23, mais il faut également utiliser la Figure III-36 qui regroupe les densités de fissures par zone observée et la Figure III-37 qui présente les histogrammes « Densités de fissures vs. Classes de longueurs ».

Ainsi, après 900 cycles sous air ou sous vide à $d\epsilon/dt = 0.001\%/s$; $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ et $T = 300^\circ C$, on observe que :

- La densité de fissures est supérieure sous air,
- La dispersion selon la zone observée est faible pour les deux environnements,
- Les fissures les plus longues sont observées sous air,
- La longueur moyenne est plus importante sous air,
- La longueur cumulée est plus importante sous air.

900 cycles à 0.001%/s	AIR	VIDE
Surface observée (mm ²)	27.02	27.05
(% de la surface totale)	(7.4%)	(7.4%)
Images utilisées	88	88
Surface utilisée (mm ²)	26.9	26.9
(% de la surface totale)	(7.3%)	(7.3%)
Fissures comptées	733	501
Densité de fissures (mm⁻²)	27.1	18.5
Intervalle de longueurs (µm)	[26 - 484]	[31 - 346]
Longueur moyenne (µm)	103	90
Ecart type (µm)	63	47
Longueur cumulée (µm)	75 395	45 303

Tableau III-23: Résultats de la quantification de l'endommagement selon le milieu, après 900 cycles à $d\epsilon/dt = 0.001\%/s$; $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ et $T = 300^\circ C$

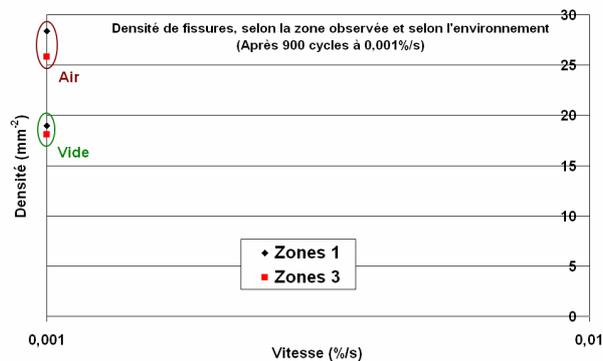


Figure III-36: Densité de fissures, selon la zone observée et selon le milieu, après 900 cycles à $d\epsilon/dt = 0.001\%/s$; $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ et $T = 300^\circ C$

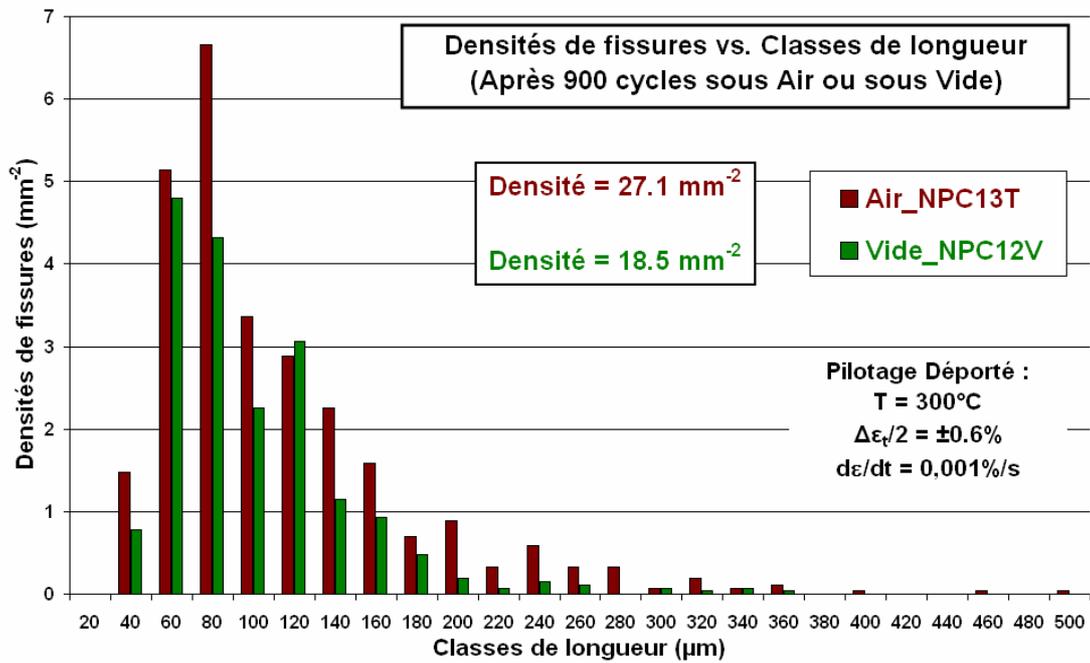


Figure III-37: Densité de fissures vs. Classes de longueur, selon le milieu, après 900 cycles à $d\epsilon/dt = 0.001\%/s$; $\Delta\epsilon_e/2 = \pm 0.6\%$ et $T = 300^\circ C$

Les résultats de la quantification de l'endommagement effectuée après 900 cycles dans les milieux air ou vide à $d\epsilon/dt = 0.001\%/s$; $\Delta\epsilon_e/2 = \pm 0.6\%$ et $T = 300^\circ C$, montrent un endommagement déjà conséquent sous vide bien que celui sous air soit le plus important. Pour faire le lien avec les résultats du Tableau III-22, ceci indique que l'effet d'environnement air sur la durée de vie en fatigue, pourrait être encore plus faible à la vitesse de déformation de $0.001\%/s$, si la durée sous vide à cette vitesse est plus faible qu'à $0.01\%/s$.

III.5. Synthèse du chapitre

La comparaison des résultats d'essais effectués sous air avec ceux obtenus sous vide a permis d'identifier les effets respectifs de certains paramètres clés sur le comportement cyclique et sur la durée de vie en fatigue oligocyclique de l'acier 304L.

Premièrement, il existe sous vide, un effet bénéfique sur la durée de vie en fatigue, de la température de 300°C. Cet effet est expliqué par un mode de déformation plus planaire et réversible qui ralentit l'évolution du dommage. L'influence bénéfique de cette température est masquée sous air en raison d'une augmentation importante des effets de l'environnement air (oxydation, vapeur d'eau), qui devient très actif à 300°C.

Deuxièmement, l'augmentation sous vide, de l'amplitude de déformation totale imposée (passage de $\pm 0,3$ à $\pm 0,6\%$), est plus néfaste à 300°C qu'à 20°C, car à haute température et faible amplitude de déformation, la durée de vie est très importante avec l'apparition de la structure de dislocations du type Corduroy. Sous Air en revanche, la baisse de la durée de vie obtenue lors d'une augmentation de l'amplitude de déformation est indépendante de la température.

Troisièmement, différentes vitesses de déformation (0.4 ; 0.01 ; 0.001%/s) ont été utilisées à 300°C dans les environnements air ou vide. Sous air et quels que soient le mode de pilotage, la nuance d'acier 304L ou l'amplitude de déformation ; nous avons observé une sensibilité négative des contraintes à la vitesse de déformation, attribuée au phénomène de vieillissement dynamique. De plus, nous avons constaté une légère chute de la durée de vie avec la baisse de la vitesse, due à l'accélération de l'amorçage et de la propagation des fissures. Nous avons expliqué cette accélération de l'endommagement par l'augmentation de l'irréversibilité du glissement et par l'intervention d'autres mécanismes de déformation. Enfin, nous avons confirmé ces effets de la vitesse de déformation sur le comportement cyclique et sur la durée de vie en réalisant des essais sous vide. Ainsi, il existe une influence intrinsèque de la vitesse de déformation qui doit être dissociée des effets d'environnement.

L'air est donc un environnement actif vis-à-vis de la tenue en fatigue des aciers inoxydables austénitiques et son action dépend notamment des paramètres d'essais précités. Ainsi, l'action de cet environnement sur la durée de vie, est importante à 300°C et faible amplitude de déformation. Par ailleurs, en raison d'une forte influence de la vitesse de déformation sur la durée de vie à 300°C, les effets de l'environnement air semblent de manière paradoxale, plus marqués à haute

vitesse de déformation. Enfin, les mécanismes de déformation et la nature de l'endommagement ne sont pas affectés par le milieu air, mais la cinétique d'endommagement dans la phase d'amorçage comme dans la phase de propagation, est assez fortement augmentée par rapport au vide.

Au final, en milieu air et pour des niveaux de sollicitation relativement élevés ($\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.3$ ou $\pm 0.6\%$), les changements de température ou de vitesse de déformation, n'ont que de faibles influences sur les durées de vie en fatigue oligocyclique de l'acier 304L.

Toutefois, il est faux de considérer que ces paramètres n'ont pas d'influence sur le comportement cyclique et sur l'endommagement du matériau.

Au sein du chapitre suivant, dans le but d'analyser les résultats d'essais de fatigue obtenus en milieu eau primaire REP, il est donc souhaitable d'utiliser des données acquises sous vide, afin de faire la distinction entre l'influence respective des paramètres d'essai et les effets de l'environnement eau REP. Par exemple, pour appréhender l'évolution des durées de vie en milieu eau REP, en fonction de la vitesse de déformation, il faut retenir qu'un effet intrinsèque de la vitesse existe et comprendre que la durée de vie est dépendante des effets d'environnement couplés aux effets de vitesse.

Chapitre IV : Comportement en fatigue oligocyclique en milieu eau primaire REP

IV.1. Comportement cyclique et durée de vie	171
IV.1.1 Effets d'environnement REP selon l'amplitude et la vitesse de déformation	171
IV.1.1.1 Effets d'environnement à $\pm 0.3\%$ d'amplitude de déformation.....	171
IV.1.1.2 Effets d'environnement à $\pm 0.6\%$ d'amplitude de déformation.....	173
IV.1.2 Comparaison des résultats obtenus à ceux de la littérature	175
IV.1.3 Evaluation de l'influence dans l'air d'une couche d'oxyde créée en milieu REP.....	180
IV.2. Endommagement.....	183
IV.2.1 Analyse de l'endommagement dans les premiers instants du cyclage	183
IV.2.1.1 Quantification de l'endommagement en surface, selon la vitesse et l'environnement	183
IV.2.1.1.1 Influence de la vitesse de déformation et de l'environnement sur l'état d'endommagement après 300 cycles.....	184
IV.2.1.1.2 Influence de la vitesse de déformation et de l'environnement sur l'état d'endommagement après 600 cycles.....	188
IV.2.1.1.3 Conclusions sur l'endommagement en surface selon la vitesse et l'environnement	195
IV.2.1.2 Analyses EBSD en surface de la phase d'amorçage : comparaison entre Air et REP.....	196
IV.2.2 Analyse de la phase de propagation des fissures	203
IV.2.2.1 Principe des mesures d'interstries	203
IV.2.2.2 Etude des interstries sous Air à 300°C.....	207
IV.2.2.3 Etude des interstries sous REP à 300°C.....	217
IV.2.2.4 Comparaison Air / REP.....	233
IV.2.2.5 Changements d'environnement.....	235
IV.2.2.5.1 Passage milieu eau REP vers milieu Air	235
IV.2.2.5.2 Passage milieu Air vers milieu eau REP	238
IV.2.2.6 Discussion sur le paramètre mécanique qui gouverne la croissance des fissures dans le domaine élasto-plastique.....	242
IV.2.2.6.1 Utilisation du paramètre mécanique ΔK	242
IV.2.2.6.2 Utilisation du paramètre mécanique ΔJ	247
IV.2.2.7 Conclusions sur la propagation des fissures.....	251
IV.3. Discussion concernant les mécanismes de fatigue - corrosion.....	253
IV.3.1 Présentation de quelques modèles de CSC	254

IV.3.2	Confrontation entre modèles de corrosion et endommagement observé	256
IV.3.3	Discussion	263
IV.4.	Synthèse du chapitre	266

IV. Comportement en fatigue oligocyclique en milieu eau primaire REP

Disposant d'une base de données qui permet de décrire les effets de la température, de l'amplitude et de la vitesse de déformation sur le comportement en fatigue oligocyclique de l'acier 304L sous air et sous vide, il est possible à présent d'étudier l'influence du milieu eau primaire REP sur la tenue en fatigue de l'acier inox austénitique 304L.

IV.1. Comportement cyclique et durée de vie

Dans cette première partie, nous avons caractérisé les effets du milieu eau REP sur le comportement cyclique et sur la durée de vie en fatigue du 304L, selon l'amplitude et la vitesse de déformation appliquées. Pour cela, nous avons utilisé autant que possible la référence Vide afin de s'affranchir des nombreux couplages existants sous Air.

IV.1.1 Effets d'environnement REP selon l'amplitude et la vitesse de déformation

Comme pour le chapitre précédent, des amplitudes de déformation totale de ± 0.3 ou $\pm 0.6\%$ ainsi que des vitesses de déformation de 0.4 ; 0.01 ou 0.001%/s ont été utilisées pour réaliser les essais de fatigue en milieu eau primaire REP. Nous présentons ici les résultats obtenus en fonction de chacun de ces paramètres.

IV.1.1.1 Effets d'environnement à $\pm 0.3\%$ d'amplitude de déformation

Les réponses cycliques en contraintes et les durées de vie des éprouvettes testées avec une amplitude de déformation totale de $\pm 0,3\%$, sont présentées sur la Figure IV-1 et sur la Figure IV-2 pour des vitesses de déformation de 0.4 et 0.01%/s respectivement.

Quelle que soit la vitesse, on observe un comportement cyclique macroscopique sous REP tout à fait semblable à ceux obtenus sous air ou sous vide dans la plage de durée de vie commune. En revanche, par rapport à l'air, la durée de vie sous REP est fortement réduite lorsque la vitesse de déformation diminue, avec un rapport $N_{\text{Air}}/N_{\text{REP}}$ qui vaut 3 à 0.4%/s alors qu'il est proche de 5 à 0.01%/s, cf. Tableau IV-1.

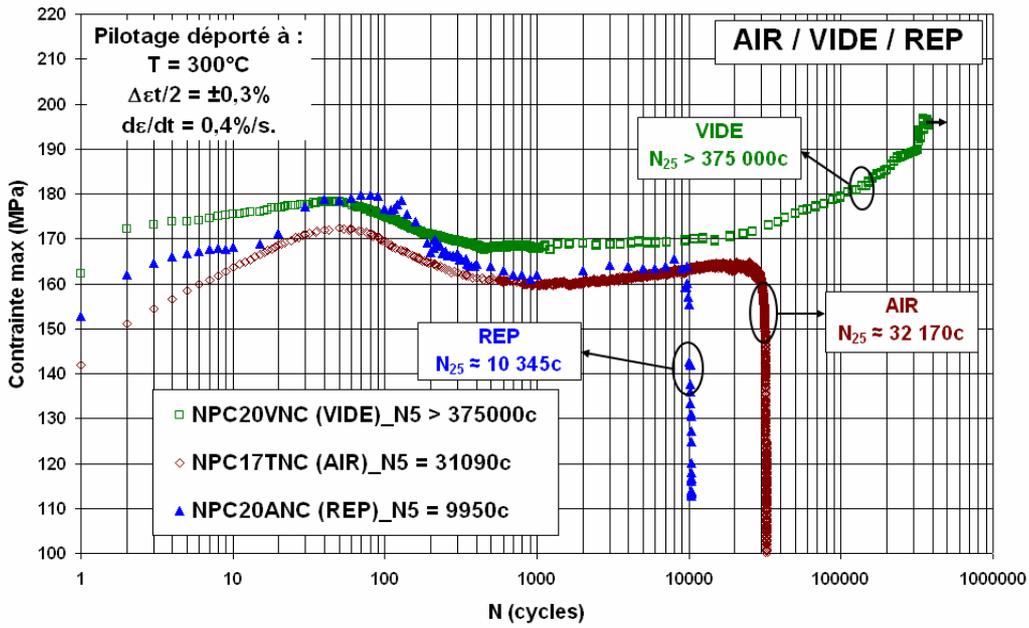


Figure IV-1: Evolution de la contrainte maximum selon l'environnement, pour des essais conduits à T = 300°C ; $d\varepsilon/dt = 0.4\%/s$ et $\Delta\varepsilon t/2 = \pm 0.3\%$

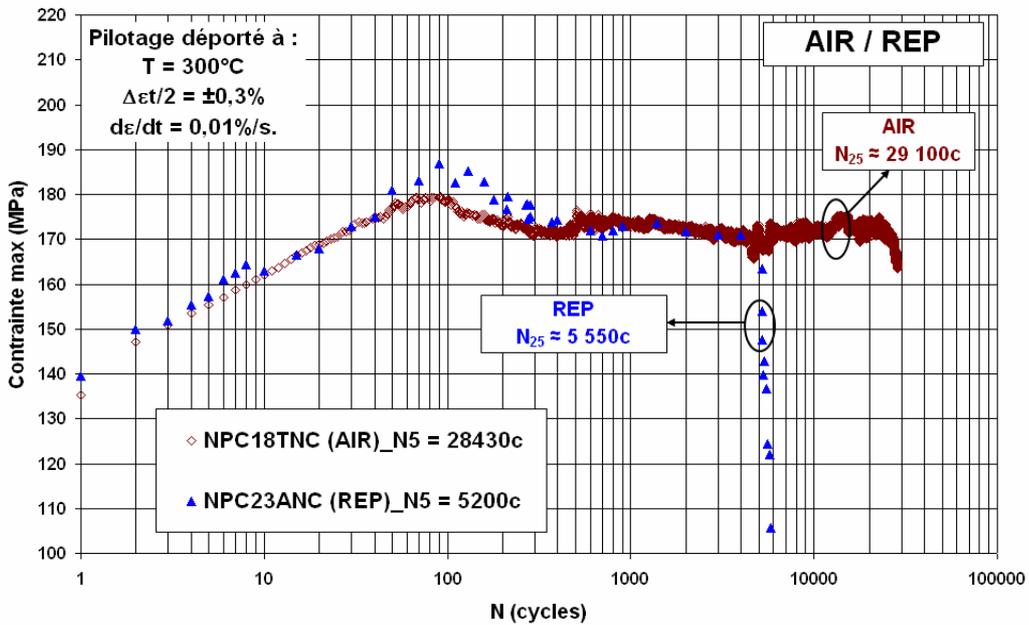


Figure IV-2: Evolution de la contrainte maximum selon l'environnement, pour des essais conduits à T = 300°C ; $d\varepsilon/dt = 0.01\%/s$ et $\Delta\varepsilon t/2 = \pm 0.3\%$

$\pm 0.3\%$	$N_{25} \text{VIDE} / N_{25} \text{AIR}$	$N_{25} \text{AIR} / N_{25} \text{REP}$	$N_{25} \text{VIDE} / N_{25} \text{REP}$
0.4%/s	> 11.7	3.1	> 36
0.01%/s	/	5.3	/

Tableau IV-1: Effets d'environnement selon la vitesse à $\Delta\varepsilon t/2 = \pm 0.3\%$ et T = 300°C

IV.1.1.2 Effets d'environnement à $\pm 0.6\%$ d'amplitude de déformation

Les réponses cycliques en contraintes et les durées de vie des éprouvettes testées avec une amplitude de déformation totale de $\pm 0,6\%$, sont présentées sur la Figure IV-3 pour la vitesse de déformation de $0.4\%/s$, sur la Figure IV-4 pour $0.01\%/s$ et sur la Figure IV-5 pour $0.001\%/s$.

Quelle que soit la vitesse, on observe en début de cyclage un comportement cyclique macroscopique identique dans les trois environnements. Cependant, en milieu eau primaire REP, on distingue une chute rapide et continue des contraintes dans la phase de déconsolidation et donc une absence de régime stabilisé. Nous verrons par la suite que cette décroissance rapide des contraintes, peut être expliquée par une accélération de l'endommagement d'autant plus marquée à $0.01\%/s$, vitesse à laquelle la durée de vie est la plus faible, cf. Figure IV-4.

Pour une vitesse de déformation donnée, on note qu'à cette amplitude de sollicitation, le rapport des durées de vie N_{AIR}/N_{REP} est le même qu'à l'amplitude de $\pm 0.3\%$, cf. Tableau IV-2. En revanche, l'effet d'environnement sur la durée de vie apparaît plus marqué à faible amplitude de déformation, si l'on compare les durées de vie obtenues en milieu eau REP, avec celles obtenues sous vide. Ainsi, pour une vitesse de $0.4\%/s$ par exemple, le rapport N_{Vide}/N_{REP} vaut 9.3 avec une amplitude de déformation de $\pm 0.6\%$ alors qu'il est supérieur à 36 avec $\Delta\epsilon_r/2 = \pm 0.3\%$.

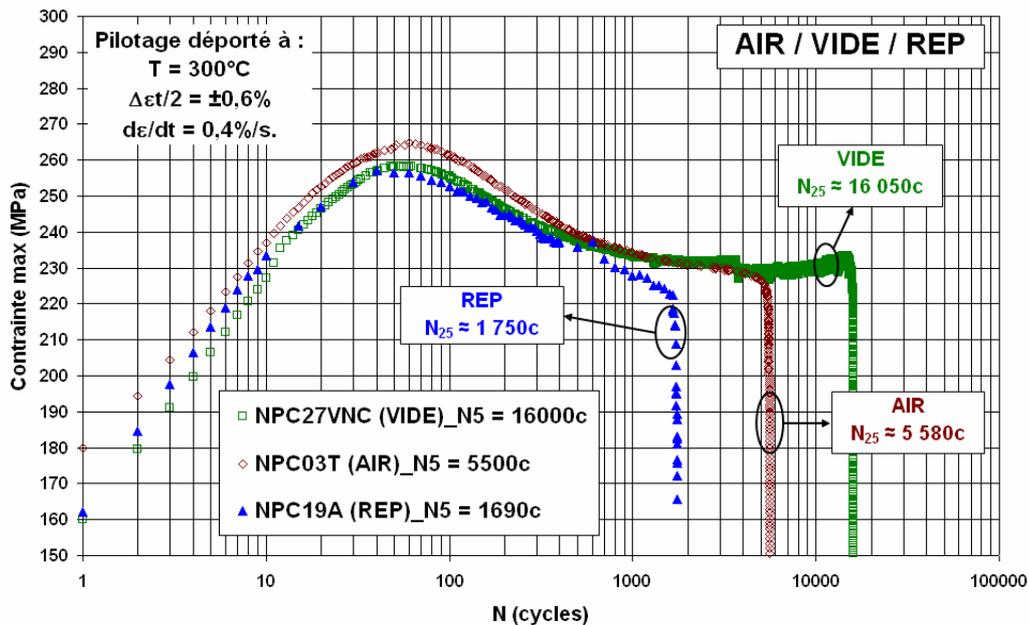


Figure IV-3: Evolution de la contrainte maximum selon l'environnement, pour des essais conduits à $T = 300^{\circ}\text{C}$; $d\epsilon/dt = 0.4\%/s$ et $\Delta\epsilon t/2 = \pm 0.6\%$

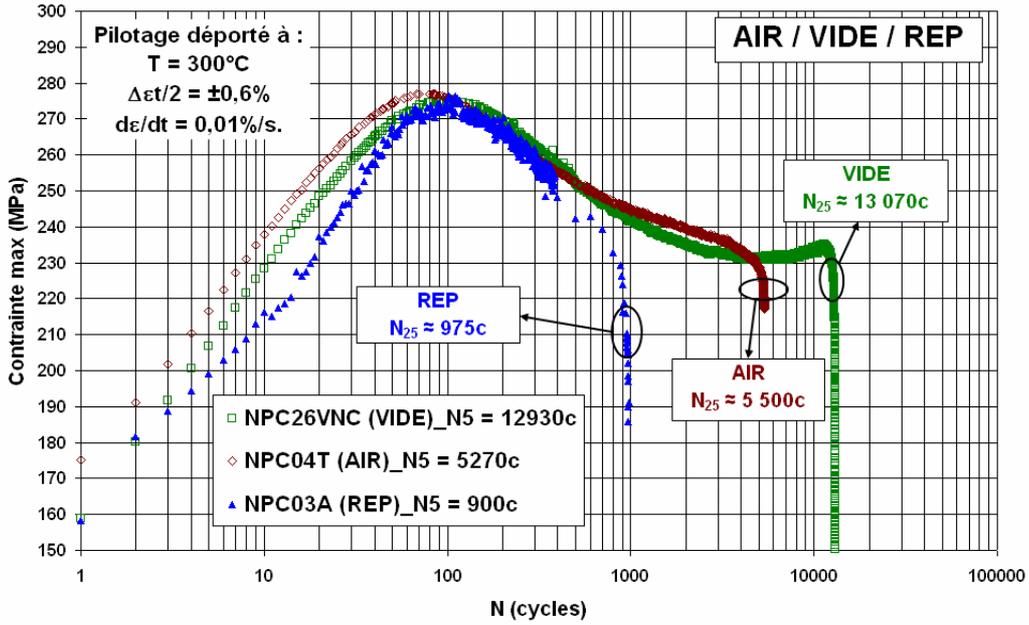


Figure IV-4: Evolution de la contrainte maximum selon l'environnement, pour des essais conduits à T = 300°C ; $d\varepsilon/dt = 0.01\%/s$ et $\Delta\varepsilon t/2 = \pm 0.6\%$

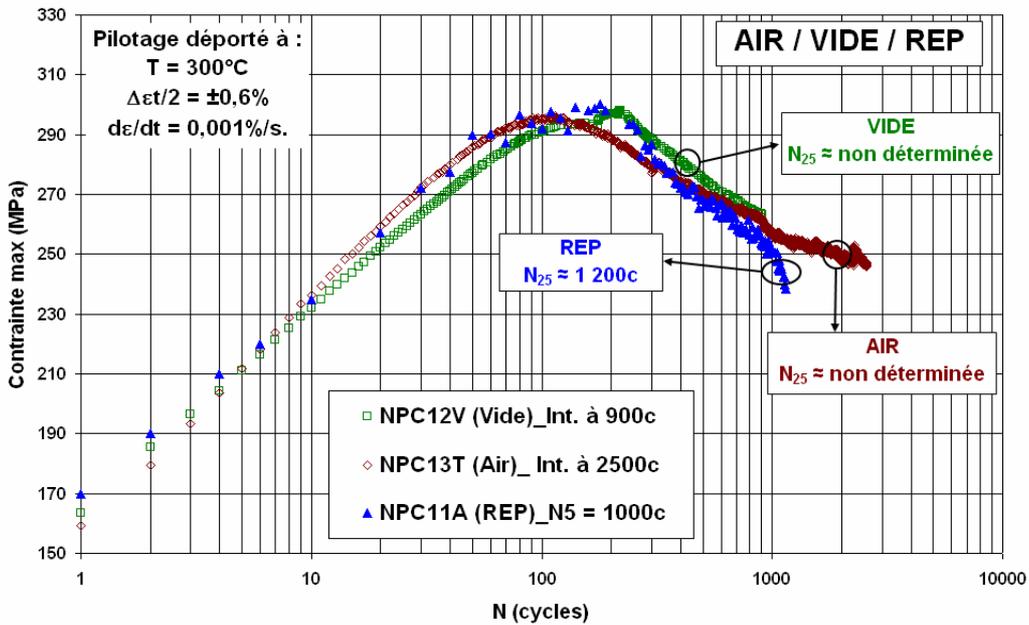


Figure IV-5: Evolution de la contrainte maximum selon l'environnement, pour des essais conduits à T = 300°C ; $d\varepsilon/dt = 0.001\%/s$ et $\Delta\varepsilon t/2 = \pm 0.6\%$

$\pm 0.6\%$	$N_{25}VIDE/N_{25}AIR$	$N_{25}AIR/N_{25}REP$	$N_{25}VIDE/N_{25}REP$
0.4%/s	2.9	3.2	9.3
0.01%/s	2.4	5.6	13.4

Tableau IV-2: Effets d'environnement selon la vitesse à $\Delta\varepsilon t/2 = \pm 0.6\%$ et T = 300°C

L'égalité des rapports N_{Air}/N_{REP} aux deux amplitudes de sollicitation testées ($\pm 0.3\%$ et $\pm 0.6\%$) montre donc que le facteur de réduction de la durée de vie entre l'air et le milieu REP semble constant quelle que soit la déformation appliquée pour notre acier 304L (CLI), mais nous avons vu qu'il dépend de la vitesse.

IV.1.2 Comparaison des résultats obtenus à ceux de la littérature

Nous reprenons dans cette partie, l'ensemble des résultats obtenus en milieu REP, aux deux amplitudes et aux trois vitesses de déformation utilisées dans cette étude. En complément des essais menés à rupture, cf. Figure IV-6, nous avons réalisé des essais interrompus à différentes fractions de durée de vie dans le but d'effectuer un suivi de l'endommagement pour les diverses conditions de test. Ces essais supplémentaires en milieu eau REP, cf. Tableau IV-3, permettent déjà de constater la faible dispersion expérimentale qui apparaît sur le comportement cyclique et confirment la sensibilité négative des niveaux de contrainte à la vitesse de déformation.

L'influence de la vitesse de déformation sur la durée de vie en fatigue est accrue en milieu REP et les résultats obtenus sont ici discutés et comparés à ceux publiés dans la littérature.

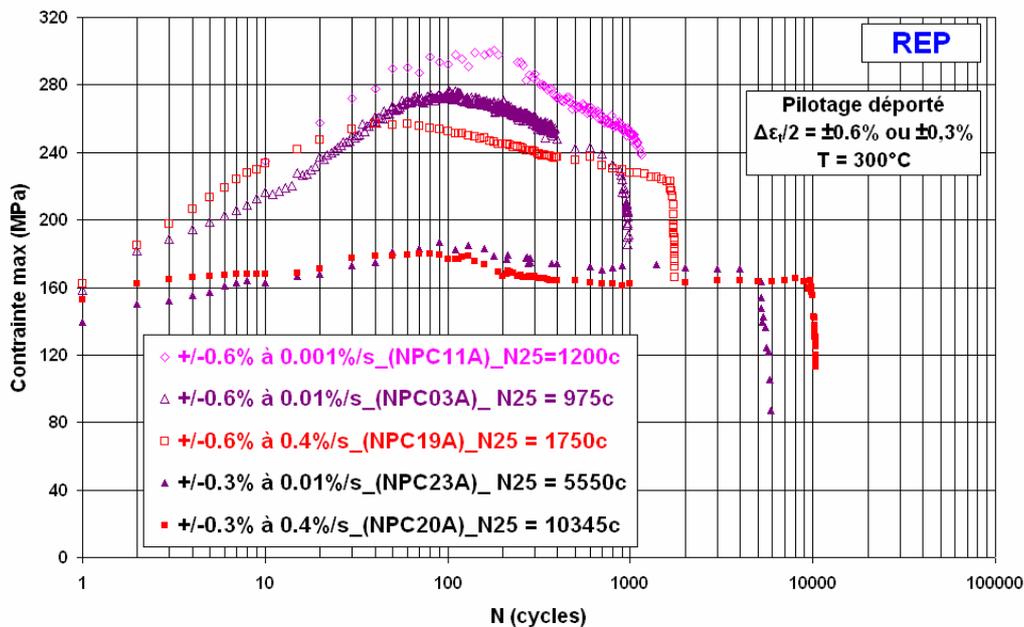


Figure IV-6: Evolution de la contrainte maximum selon la vitesse de déformation, pour des essais conduits en milieu eau REP à T = 300°C et $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.3$ ou $\pm 0.6\%$

REP, 300°C à :	Repère	σ_{pic} (MPa)	σ_{stab} (MPa)	N_5 (Cycles)
0.001%/s ; $\pm 0.6\%$	NPC07A	307	/	Int. à 300 c
	NPC08A	292	/	Int. à 600 c
	NPC11A	300	269	1000
0.01%/s ; $\pm 0.6\%$	NPC02A	278	/	Int. à 300 c
	NPC09A	270	/	Int. à 600 c
	NPC13A	271	/	Int. à 600 c
	NPC03A	277	244	900
0.4%/s ; $\pm 0.6\%$	NPC12A	255	(225)	Int. à 600 c
	NPC19A	257	230	1690
0.01%/s ; $\pm 0.3\%$	NPC23A	187	172	5200
0.4%/s ; $\pm 0.3\%$	NPC20A	180	164	9950

Tableau IV-3: Evolution des contraintes et des durées de vie selon la vitesse et l'amplitude de déformation, pour des essais conduits sous REP à T = 300°C

L'Équation I-19 du NUREG CR/6909, propose une estimation de la durée de vie en fatigue des aciers austénitiques en milieu eau primaire REP selon le taux d'oxygène dissous, la température, la vitesse et l'amplitude de déformation. On constate dans le Tableau IV-4 et dans le Tableau IV-5, que nos durées de vie expérimentales sont en accord avec les prévisions du NUREG à l'exception de celle obtenue à $\pm 0.6\%$ et 0.001%/s. En effet, comme le montre la Figure IV-7, la durée de vie de l'acier 304L(CLI) testé à $\pm 0.6\%$ resterait constante en dessous de 0.01%/s alors que la littérature prévoit une vitesse de déformation seuil de 0.0004%/s, cf. paragraphe I.2.3.1.3.

<u>$\pm 0.3\%$</u>	$N_{AIRe\text{xp}}(20^\circ\text{C})$	$N_{AIRe\text{xp}}(300^\circ\text{C})$	$N_{REPe\text{xp}}(300^\circ\text{C})$	$N_{REPp\text{rév}}(300^\circ\text{C})$
0.4%/s	≈ 33000 c et considérée comme cste.	32000 c	10000 c	11700 c
0.01%/s		29000 c	5350 c	4800 c
0.001%/s		/	/	2760 c

Tableau IV-4: Durées de vie expérimentales et prévues par le NUREG pour les aciers inox austénitiques, testés en fatigue sous REP à T = 300°C et $\Delta\epsilon/2 = \pm 0.3\%$, selon la vitesse de déformation

<u>$\pm 0.6\%$</u>	$N_{AIRe\text{xp}}(20^\circ\text{C})$	$N_{AIRe\text{xp}}(300^\circ\text{C})$	$N_{REPe\text{xp}}(300^\circ\text{C})$	$N_{REPp\text{rév}}(300^\circ\text{C})$
0.4%/s	≈ 5000 c et considérée comme cste.	6000 c	1700 c	1870 c
0.01%/s		5000 c	960 c	770 c
0.001%/s		supposée = à 4000 c	1200 c	440 c

Tableau IV-5: Durées de vie expérimentales et prévues par le NUREG pour les aciers inox austénitiques, testés en fatigue sous REP à T = 300°C et $\Delta\epsilon/2 = \pm 0.6\%$, selon la vitesse de déformation

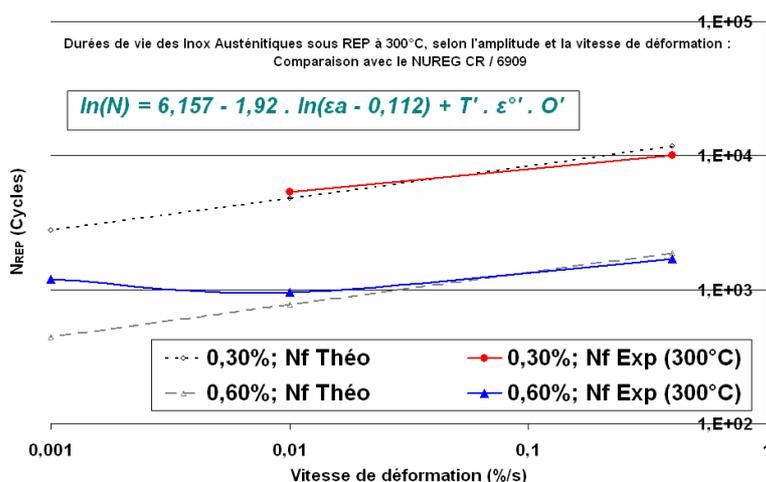


Figure IV-7: Durées de vie expérimentales et prévues par le NUREG pour les aciers inox austénitiques, testés en fatigue sous REP à T = 300°C, selon l'amplitude et la vitesse de déformation

Par ailleurs, on peut calculer les valeurs des facteurs F_{en} expérimentaux à l'aide des durées de vie obtenues à 20°C ou à 300°C puis les comparer aux valeurs des facteurs F_{en} prévus par l'équation du NUREG CR/6909 donnée dans la colonne de droite du Tableau I-5.

Ces différents facteurs sont présentés dans le Tableau IV-6 et dans le Tableau IV-7 pour des amplitudes de déformation de $\pm 0.3\%$ et de $\pm 0.6\%$ respectivement. Ainsi, comme le montre la Figure IV-8, nos facteurs F_{en} expérimentaux sont en accord avec les facteurs F_{en} prévus par le NUREG, à l'exception naturellement de celui calculé à $\pm 0.6\%$ et 0.001%/s. Nous verrons par la suite, que les essais interrompus tendent à confirmer une saturation de l'effet de l'environnement REP sur la durée de vie à la vitesse de 0.01%/s, pour notre acier 304L (CLI).

$\pm 0.3\%$	$F_{en,exp}$ (Réf. Air 20°C)	$F_{en,exp}$ (Réf. Air 300°C)	$F_{en,prév}$
0.4%/s	3.3	3.2	2.1
0.01%/s	6.2	5.4	5.1
0.001%/s	/	/	8.8

Tableau IV-6: Valeurs expérimentales et prévues par le NUREG du facteur F_{en} , pour les aciers inox austénitiques testés en fatigue à T = 300°C et $\Delta\epsilon t/2 = \pm 0.3\%$, selon la vitesse de déformation

$\pm 0.6\%$	$F_{en,exp}$ (Réf. Air 20°C)	$F_{en,exp}$ (Réf. Air 300°C)	$F_{en,prév}$
0.4%/s	2.9	3.5	2.1
0.01%/s	5.2	5.2	5.1
0.001%/s	4.2	(3.3)	8.8

Tableau IV-7: Valeurs expérimentales et prévues par le NUREG du facteur F_{en} , pour les aciers inox austénitiques testés en fatigue à T = 300°C et $\Delta\epsilon t/2 = \pm 0.6\%$, selon la vitesse de déformation

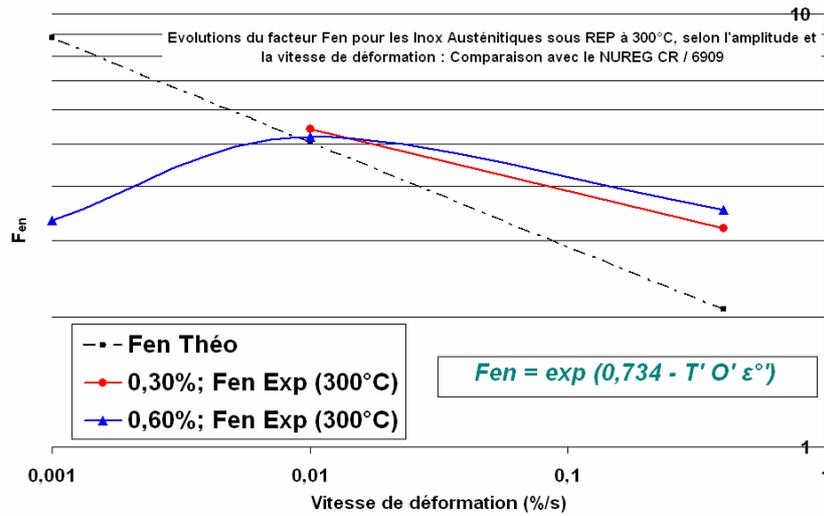


Figure IV-8: Evolution du facteur Fen expérimental ou prévu par le NUREG, pour les aciers inox austénitiques testés en fatigue à T = 300°C, selon l'amplitude et la vitesse de déformation

Nous pouvons sur une courbe de type Manson-Coffin, comparer nos durées de vie expérimentales ou supposées, cf. Tableau IV-8, aux durées de vie prédites dans l'air par ANL (Équation I-14) ou en milieu REP par le NUREG CR6909 (Équation I-19).

La Figure IV-9 ainsi obtenue, illustre bien le fait que pour les différentes conditions d'essais, la durée de vie de l'acier 304L en fatigue oligocyclique est nettement réduite en milieu eau primaire REP. De plus, pour une vitesse de déformation donnée, le rapport N_{AIR}/N_{REP} est du même ordre de grandeur quelle que soit l'amplitude de déformation, suggérant ainsi l'indépendance des effets de l'environnement REP à l'amplitude de sollicitation. Le Calcul du facteur Fen ne tient d'ailleurs pas compte de la valeur de l'amplitude. Ce résultat est cependant à nuancer car il est obtenu sur une seule tôle avec peu d'essais et pour des amplitudes relativement élevées ($\pm 0,3$ et $\pm 0,6\%$).

$\Delta\epsilon_t/2$ (%)	$d\epsilon/dt$ (%/s)	Nr AIR (Cycles)	AIR : $N_{0.4}/N_{0.001}$	Nr REP (Cycles)	REP : $N_{0.4}/N_{0.01}$	N_{AIR}/N_{REP}	Nr VIDE (Cycles)
± 0.3	0,4	32000	1.2	10000	1.8	3,2	400000
	0,01	29000		5500		5,3	/
	0,001	26000		6000		4,3	/
± 0.6	0,4	6000	1.5	1700	1.7	3,5	18000
	0,01	5000		1000		5,0	12000
	0,001	4000		1200		3,3	/

Tableau IV-8: Durées de vie (obtenues ou supposées) en fatigue du 304L (CLI) selon le milieu, la vitesse et l'amplitude de déformation à 300°C

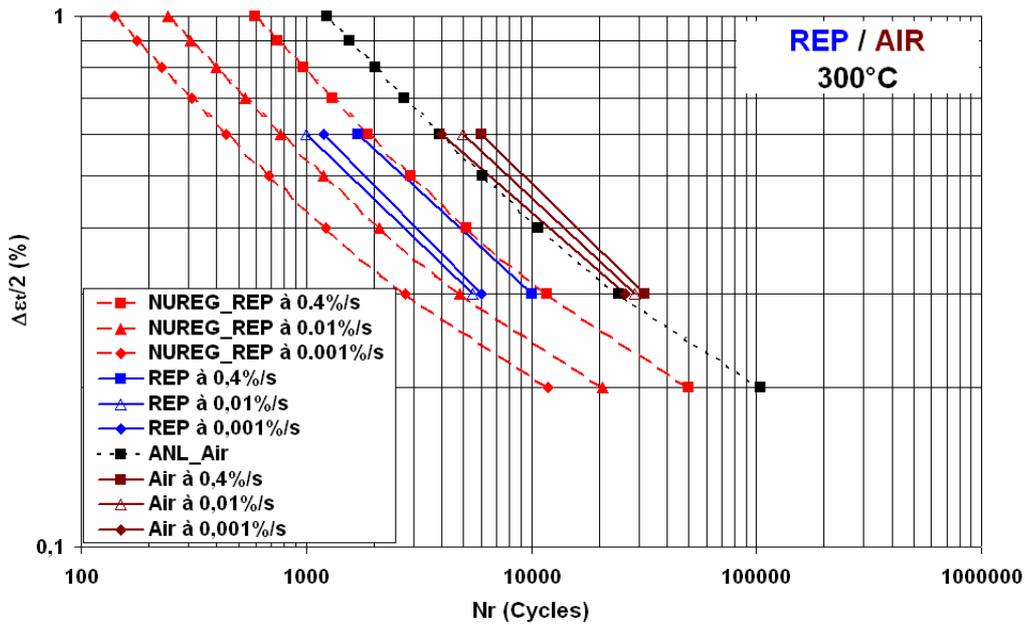


Figure IV-9: Durées de vie en fatigue des inox austénitiques dans les milieux Air ou REP à 300°C, selon l'amplitude et la vitesse de déformation; Comparaison entre données expérimentales & courbes théoriques

Toutefois, il faut insister sur le fait que si l'on considère le rapport N_{VIDE}/N_{REP} au lieu du rapport N_{AIR}/N_{REP} , on constate alors une augmentation des effets d'environnement avec la diminution de l'amplitude de déformation. Ceci apparaît clairement si l'on reporte les durées de vies obtenues sous vide sur la courbe de Manson - Coffin précédente, cf. Figure IV-10.

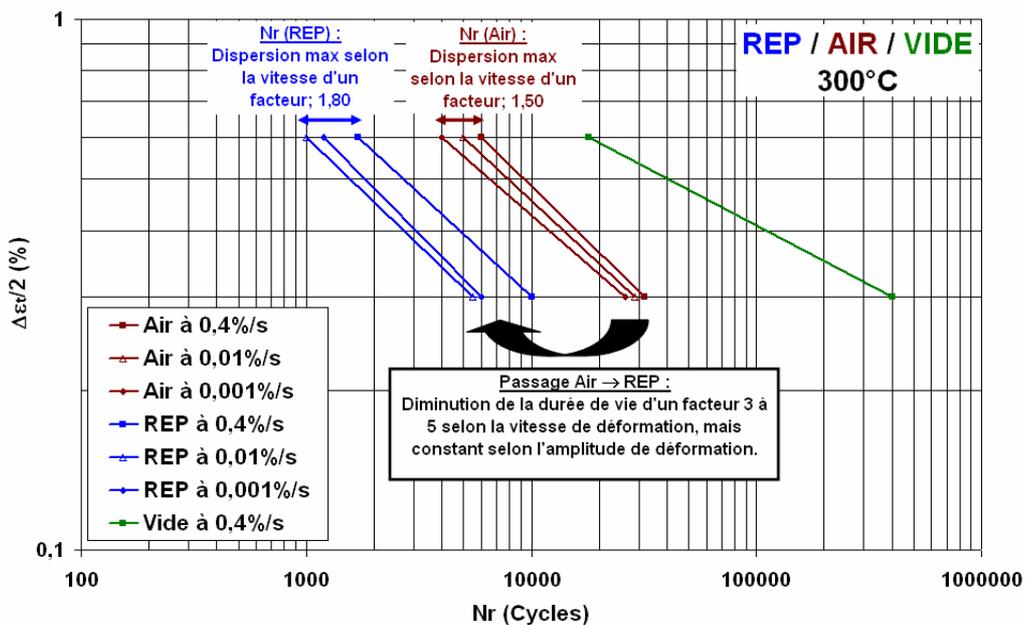


Figure IV-10: Durées de vie en fatigue du 304L (CLI) dans les milieux Air, Vide ou REP à 300°C, selon l'amplitude et la vitesse de déformation

IV.1.3 Evaluation de l'influence dans l'air d'une couche d'oxyde crée en milieu REP

En milieu eau primaire REP, une épaisse couche d'oxyde, dont la nature a été présentée dans le paragraphe I.2.3.3, se forme à la surface des composants en acier inoxydable austénitique.

Dans le but de vérifier si la formation ou la présence de film d'oxyde, peut avoir un impact sur la tenue en fatigue de notre acier 304L (CLI), une éprouvette polie miroir a tout d'abord été exposée a cet environnement durant trois semaines (soit environ 500 heures) sans aucun chargement mécanique. La couche d'oxyde ainsi formée est visible à différentes échelles, sur la Figure IV-11. Puis, après 20 jours passés en autoclave (300°C ; 140 bars) en milieu eau REP, cette éprouvette a été testée en fatigue oligocyclique sous air, à $T = 300^{\circ}\text{C}$; $d\epsilon/dt = 0.01\%/s$ et $\Delta\epsilon t/2 = \pm 0.6\%$. Le comportement cyclique et la durée de vie de cette éprouvette sont comparés, sur la Figure IV-12 aux résultats d'essais effectués dans les mêmes conditions sur des éprouvettes non « pré-oxydées ».

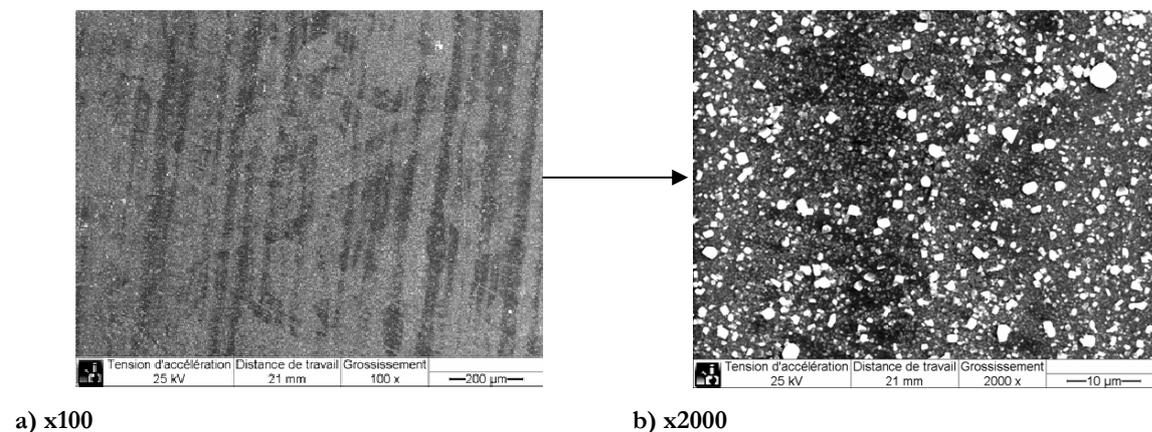


Figure IV-11: Couche d'oxyde formée à la surface de l'éprouvette NPCox, après 20 jours en milieu eau primaire REP à 300°C sans cyclage

Il apparaît que le comportement cyclique et surtout que la durée de vie ne sont pas affectés par la présence de cette couche d'oxyde à la surface du matériau. De plus, l'observation qualitative de l'état d'endommagement à la surface de cette éprouvette indique que les sites d'amorçage ainsi que les modes de propagation sont semblables à ceux observés sur des éprouvettes non « pré-oxydées », testées sous air ou sous REP dans les mêmes conditions, cf. Figure IV-13. En effet, comme mentionné dans l'étude bibliographique, l'amorçage des fissures s'effectue en pseudo-stade I et leur propagation en stade II transgranulaire quel que soit le milieu, Air ou REP.

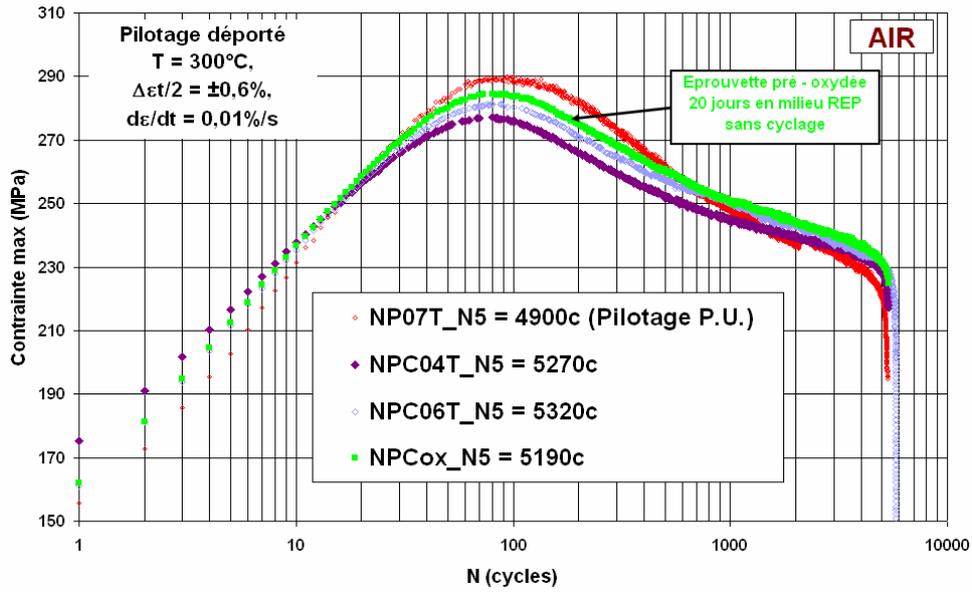
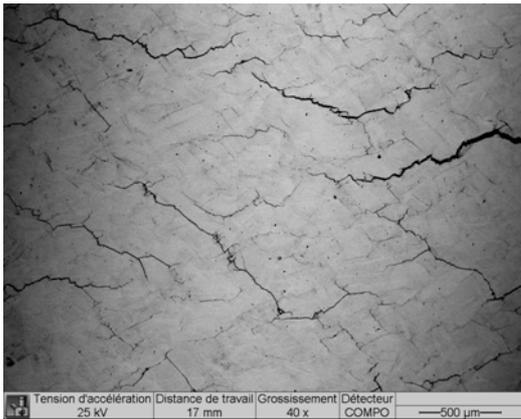
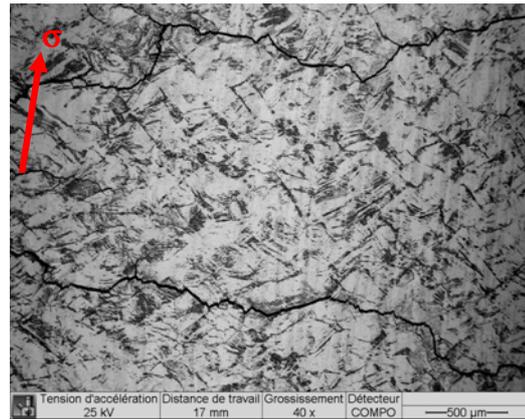


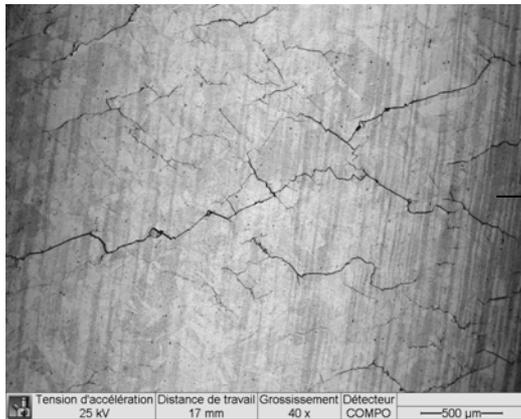
Figure IV-12: Evolution de la contrainte maximum pour une éprouvette pré-oxydée sous REP puis testée sous Air à $T = 300^{\circ}\text{C}$; $d\varepsilon/dt = 0.01\%/s$ et $\Delta\varepsilon t/2 = \pm 0.6\%$



a) NPC06T (Rupture sous Air)



b) NPC03A (Rupture en milieu REP)



c) NPCox (Rupture sous Air avec une pré-oxydation en milieu eau primaire REP)

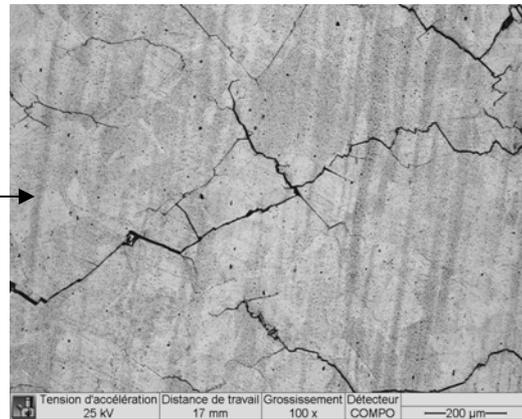


Figure IV-13: Observation des fissures secondaires, à la surface d'éprouvettes testées jusqu'à rupture à $T = 300^{\circ}\text{C}$; $d\varepsilon/dt = 0.01\%/s$ et $\Delta\varepsilon t/2 = \pm 0.6\%$: a) Test sous Air sans pré-oxydation ; b) Test en milieu REP ; c) Test sous Air avec pré-oxydation sous REP

On note également que les densités de fissures semblent très comparables pour les deux éprouvettes testées sous Air à 300°C durant un nombre de cycles très proche.

Ces observations en accord avec la littérature [119], indiquent que la couche d'oxyde formée en l'absence de sollicitations mécaniques n'a pas d'influence (bénéfique ou néfaste) sur la tenue en fatigue sous Air de l'acier 304L. Ainsi, la chute de durée de vie en milieu eau primaire REP résulte d'une synergie entre effets d'environnement et déformation plastique. Il est donc important de caractériser les processus d'endommagement suivant le milieu et les paramètres d'essai.

IV.2. Endommagement

Dans cette seconde partie, nous proposons d'analyser les mécanismes et les cinétiques d'endommagement afin de mettre en évidence les processus affectés par le milieu REP et qui entraînent une diminution de la durée de vie en fatigue de l'acier 304L.

IV.2.1 Analyse de l'endommagement dans les premiers instants du cyclage

De nombreux essais de fatigue oligocyclique pilotés à partir des collerettes ont été conduits à rupture ou interrompus à différentes fractions de durées de vie pour permettre des observations qualitatives et/ou quantitatives de l'endommagement dans les différents environnements. La majorité des observations a été effectuée sur la surface d'éprouvettes testées dans l'air ou en milieu eau REP à $T = 300^{\circ}\text{C}$ et $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$, pour différentes vitesses de déformation.

IV.2.1.1 Quantification de l'endommagement en surface, selon la vitesse et l'environnement

L'influence de l'environnement eau primaire REP sur la cinétique d'endommagement, aux différentes vitesses de déformation, a été caractérisé en réalisant des essais interrompus à 300 ou 600 cycles, sous Air comme sous REP, pour permettre des observations quantitatives de l'état de fissuration en surface.

Il est important de préciser que pour éviter toute interrogation sur l'influence éventuelle du mode de pilotage sur l'état d'endommagement, nous n'utiliserons pas les données présentées dans le paragraphe III.4.1.5 qui ont été établies à partir d'essais utilisant un pilotage sur la partie utile. Toutes les données qui seront considérées dans ce chapitre proviennent d'éprouvettes testées avec un pilotage déporté sur les collerettes. De plus, les paramètres de quantification utilisés sont différents entre les deux chapitres. Les résultats ne sont donc pas directement comparables.

Ainsi, pour toutes les conditions d'essais, les **zones 1 ; 3 et 4** (cf. Figure II-9) ont été observées au MEB avec un grandissement (**x 200**), en mode Compo (électrons rétrodiffusés) afin de ne pas être gêné par la couche d'oxyde formée sous REP. A ce grandissement, une bande circonférentielle par zone a été entièrement photographiée pour permettre l'évaluation des densités et longueurs des fissures. Ainsi pour chaque éprouvette, la surface observée est de l'ordre de 40mm^2 , soit environ 11% de la surface utile.

IV.2.1.1.1. Influence de la vitesse de déformation et de l'environnement sur l'état d'endommagement après 300 cycles

Le comportement cyclique mis en évidence lors d'essais interrompus sous Air ou sous REP à 300 cycles, est comparé à celui correspondant aux essais conduits à rupture dans le Tableau IV-3 et sur la Figure IV-14. Les essais présentés ici ont donc été effectués à $T = 300^{\circ}\text{C}$; $\Delta\varepsilon/2 = \pm 0.6\%$ et $d\varepsilon/dt = 0.01$ ou $0.001\%/s$.

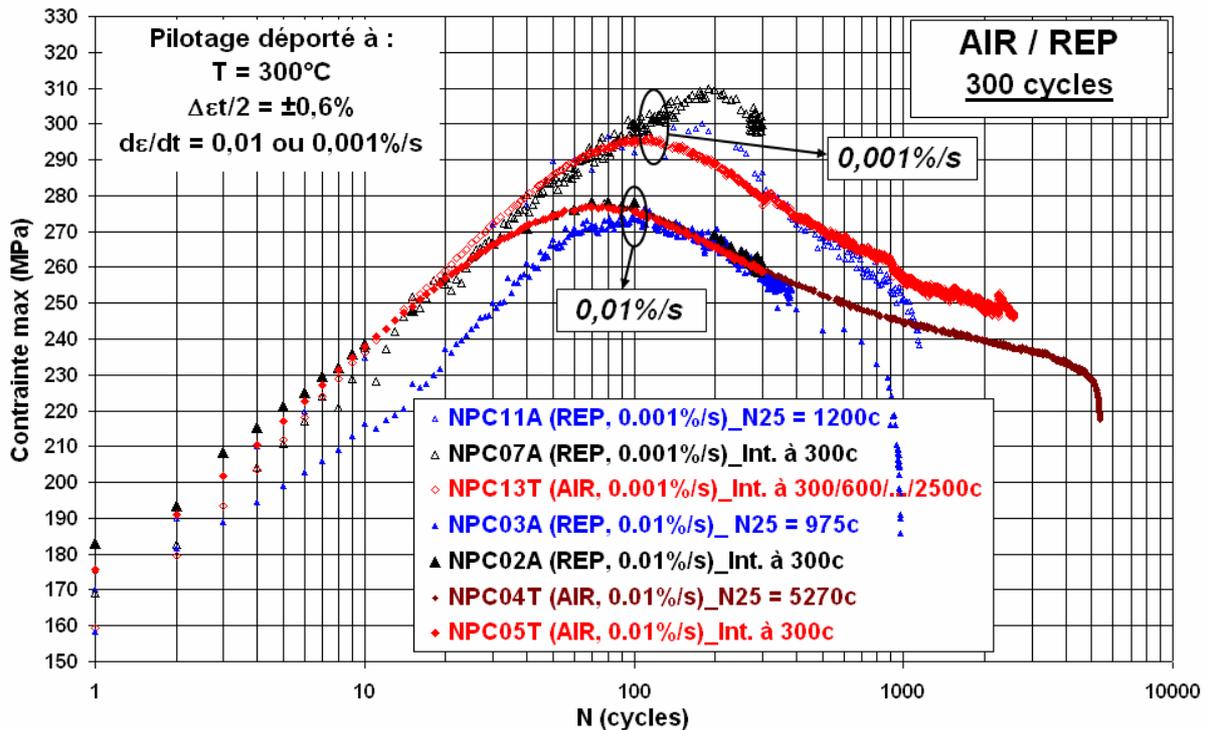


Figure IV-14: Evolution de la contrainte maximum selon la vitesse de déformation (0.01 ou 0.001%/s) et selon l'environnement (AIR ou REP), pour des essais ($T = 300^{\circ}\text{C}$ et $\Delta\varepsilon/2 = \pm 0.6\%$) conduits à rupture ou interrompus à 300 cycles

Les résultats de la quantification de l'endommagement en surface sont donnés dans le Tableau IV-9. Ces résultats doivent être analysés en utilisant d'une part, la Figure IV-15 qui présente pour chaque vitesse de déformation et environnement, la densité de fissures par zone observée et d'autre part, la Figure IV-16 qui présente pour chaque vitesse et environnement, les histogrammes « Densités de fissures vs. Classes de longueur des fissures en surface ».

Après 300 cycles à $d\epsilon/dt = 0.01\%/s$:

- La densité de fissures en milieu eau REP est environ deux fois supérieure à celle sous Air, avec environ 7 fissures par mm^2 contre 3 fissures par mm^2 .
- Les intervalles de longueurs en surface sont proches dans les deux environnements, avec : $[15\mu m - 200\mu m]_{REP}$ et $[10\mu m - 230\mu m]_{AIR}$.
- La longueur moyenne est peu différente selon l'environnement, ($64\mu m$ en milieu REP contre $59\mu m$ dans l'Air). Mais en milieu REP, la densité de fissures supérieures à $100\mu m$ est plus importante que sous Air.

Après 300 cycles à $d\epsilon/dt = 0.001\%/s$:

- La densité de fissures observée en eau REP est également environ deux fois supérieure à celle dans l'Air, avec 27 fissures par mm^2 contre 15 fissures par mm^2 .
- La longueur maximale des fissures est plus importante en milieu REP que sous Air, les valeurs extrêmes étant : $[18\mu m - 800\mu m]_{REP}$ et $[15\mu m - 310\mu m]_{AIR}$.
- La longueur moyenne est cependant peu différente selon l'environnement, ($87\mu m$ sous REP contre $70\mu m$ sous Air). Mais en milieu REP, la densité de fissures supérieures à $100\mu m$ est plus importante que sous Air.

300 cycles	Air (0,01)	Air (0,001)	REP (0,01)	REP (0,001)
Nb. de Fissures	122	600	265	1109
Densité (mm^{-2})	3	15	7	27
Lmin (μm)	10	15	15	18
Lmax (μm)	234	306	200	800
Lmoy (μm)	59	70	64	87
Ecart type (μm)	34	39	34	60
Lcum (μm)	7 193	41 954	16 976	96 465

Tableau IV-9: Résultats de la quantification de l'endommagement selon la vitesse de déformation (0.01 ou 0.001%/s) et selon l'environnement (AIR ou REP), après 300 cycles à $\Delta\epsilon/2 = \pm 0.6\%$ et $T = 300^\circ C$

Ainsi, après 300 cycles :

- En milieu REP, les densités et longueurs de fissures obtenues à $0.001\%/s$ sont supérieures à celles obtenues à $0.01\%/s$.
- Sous Air, on observe la même influence de la vitesse avec cependant moins d'écarts sur les longueurs.

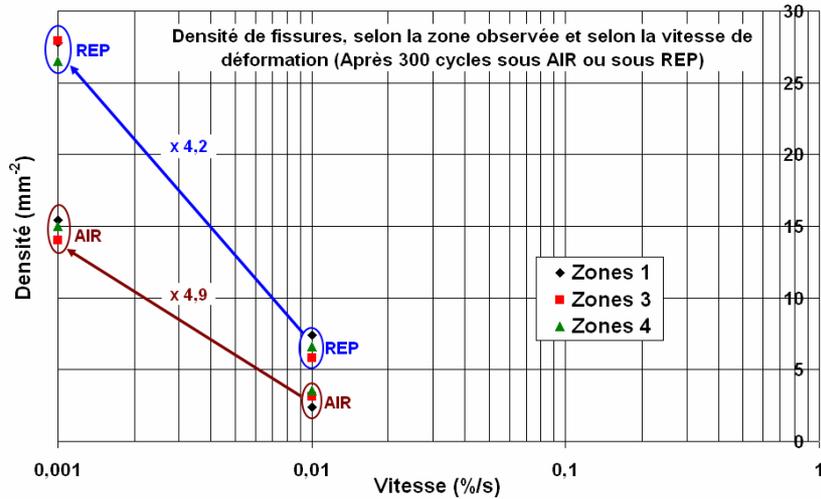


Figure IV-15: Densité de fissures, selon la zone observée, selon la vitesse de déformation (0.01 ou 0.001%/s) et selon l'environnement (AIR ou REP), après 300 cycles à $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ et $T = 300^\circ\text{C}$

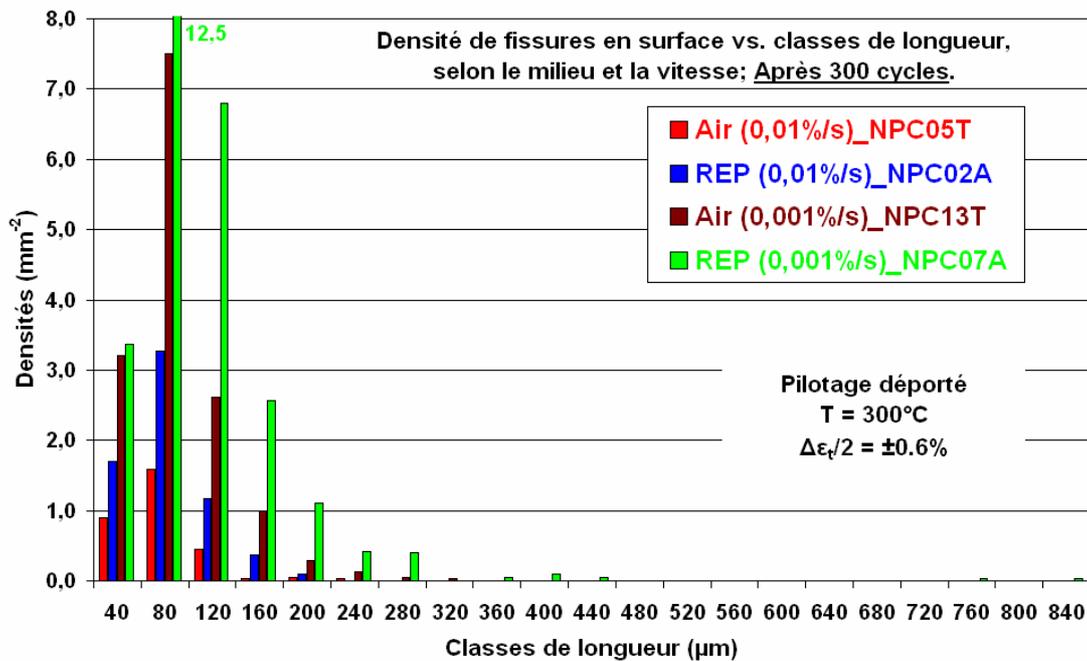
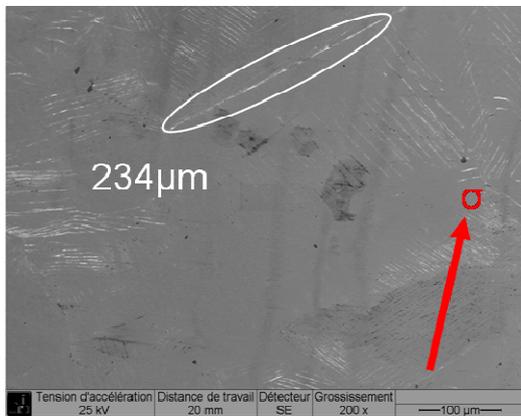


Figure IV-16: Densité de fissures vs. Classes de longueur, selon la vitesse de déformation (0.01 ou 0.001%/s) et selon l'environnement (AIR ou REP), après 300 cycles à $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ et $T = 300^\circ\text{C}$

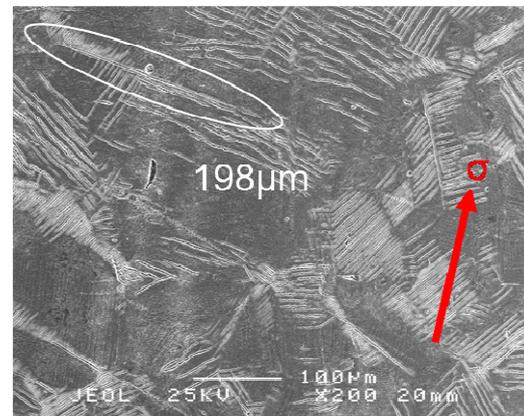
En conclusion, après 300 cycles, on constate peu d'écarts sur les longueurs de fissures selon l'environnement Air ou REP. L'effet principal du milieu REP à ce faible nombre de cycles se manifeste essentiellement sur la densité de fissures. Cependant, on peut noter que la densité de fissures formées sous Air à 0.001%/s est supérieure à celle observée sous REP à 0.01%/s, alors que la durée de vie est bien moindre en milieu REP. Ainsi, la densité de fissures n'est pas le paramètre le plus pertinent pour expliquer les différences de durée de vie.

La Figure IV-17, présente les images des plus longues fissures observées à la surface d'éprouvettes testées 300 cycles sous Air ou sous REP, avec des vitesses de déformation de 0.01 ou 0.001%/s. Précisons qu'afin d'ôter la couche d'oxyde formée à la surface de l'éprouvette testée sous REP à 0.01%/s, nous avons réalisé une attaque électrochimique sans conséquences pour l'état d'endommagement mais qui révèle les très nombreuses bandes de glissement présentes à ces niveaux de déformation et de température. Ceci explique le contraste particulier de l'image b).

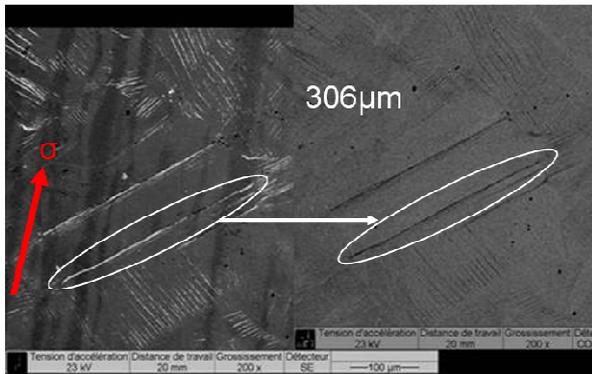
On constate dans les différentes conditions d'essais, que les sites d'amorçage des fissures les plus longues dans les premiers instants du cyclage, semblent correspondre à des joints de macles.



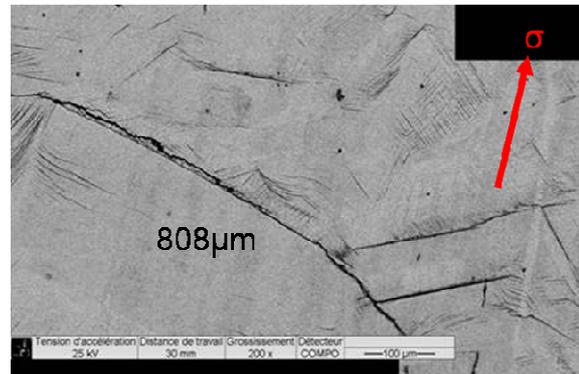
a) 300 cycles ; Air à 0.01%/s



b) 300 cycles ; REP à 0.01%/s



c) 300 cycles ; Air à 0.001%/s



d) 300 cycles ; REP à 0.001%/s

Figure IV-17: Observation des fissures principales, détectées à la surface d'éprouvettes testées 300 cycles sous Air ou sous REP, à $T = 300^{\circ}\text{C}$; $\Delta\epsilon/2 = \pm 0.6\%$ et $d\epsilon/dt = 0.01$ ou $0.001\%/s$

IV.2.1.1.2. Influence de la vitesse de déformation et de l'environnement sur l'état d'endommagement après 600 cycles

Le comportement cyclique des essais interrompus sous Air ou sous REP à 600 cycles, est comparé à celui des essais conduits à rupture dans le Tableau IV-3 et sur la Figure IV-18. Les essais présentés ici ont donc été effectués à $T = 300^{\circ}\text{C}$; $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ et $d\epsilon/dt = 0.01$ ou $0.001\%/s$. Précisons que pour les essais sous REP, de nouvelles éprouvettes ont été utilisées.

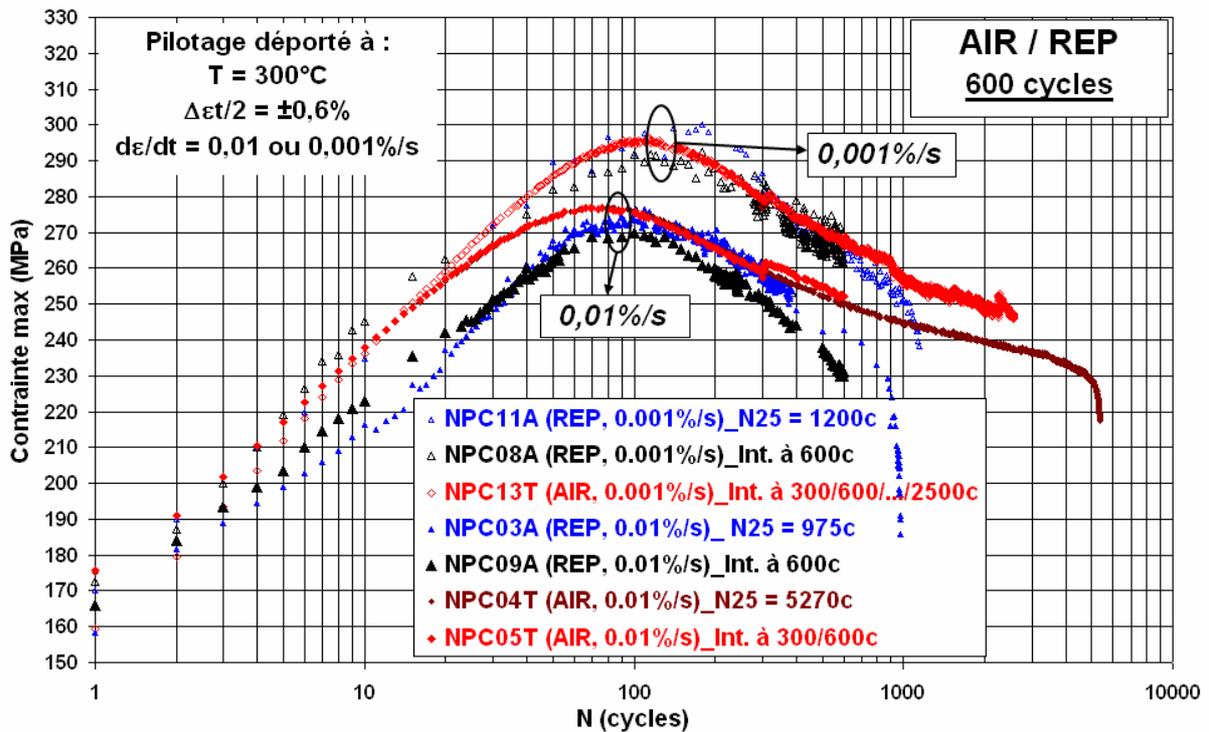


Figure IV-18: Evolution de la contrainte maximum selon la vitesse de déformation (0.01 ou 0.001%/s) et selon l'environnement (AIR ou REP), pour des essais ($T = 300^{\circ}\text{C}$ et $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$) conduits à rupture ou interrompus à 600 cycles

Les résultats de la quantification de l'endommagement en surface sont donnés dans le Tableau IV-10. Ces résultats doivent être interprétés en utilisant d'une part, la Figure IV-19 qui présente pour chaque vitesse de déformation et environnement, la densité de fissures par zone observée. D'autre part, il faut utiliser la Figure IV-20 et la Figure IV-21 qui présentent pour chaque environnement, les histogrammes « Densités de fissures vs. Classes de longueurs » à 0.01 et 0.001%/s respectivement.

Enfin la Figure IV-22 présente pour chaque environnement et vitesse de déformation, les densités de fissures en fonction de classes de longueurs de $100\mu\text{m}$.

Après 600 cycles à $d\epsilon/dt = 0.01\%/s$:

- Les densités de fissures sont proches dans les deux environnements, avec 21 fissures par mm^2 en milieu REP contre 26 fissures par mm^2 sous Air.
- La longueur maximale des fissures est bien plus importante en eau REP que dans l'air, avec : $[26\mu m - 2700\mu m]_{REP}$ et $[16\mu m - 460\mu m]_{AIR}$.
- La longueur moyenne des fissures est deux fois plus importante sous eau REP que sous Air, avec $167\mu m$ contre $70\mu m$. En milieu REP, la densité de fissures supérieures à $200\mu m$ est bien plus importante que sous Air.

Après 600 cycles à $d\epsilon/dt = 0.001\%/s$:

- Les densités de fissures sont proches dans les deux environnements, avec 26 fissures par mm^2 sous REP contre 25 fissures par mm^2 sous Air.
- La longueur maximale des fissures est bien plus importante en milieu REP que dans l'air avec : $[31\mu m - 2030\mu m]_{REP}$ et $[16\mu m - 360\mu m]_{AIR}$.
- La longueur moyenne des fissures est une fois et demi plus importante sous REP que sous Air, avec $123\mu m$ contre $78\mu m$. En milieu REP, la densité de fissures supérieures à $200\mu m$ est bien plus importante que sous Air.

600 cycles	Air (0,01)	Air (0,001)	REP (0,01)	REP (0,001)
Nb. de Fissures	1038	997	844	1046
Densité (mm^{-2})	26	25	21	26
Lmin (μm)	16	16	26	31
Lmax (μm)	463	360	2709	2031
Lmoy (μm)	70	78	167	123
Ecart type (μm)	39	50	227	113
Lcum (μm)	72 722	78 147	181 589	128 408

Tableau IV-10: Résultats de la quantification de l'endommagement selon la vitesse de déformation (0.01 ou 0.001%/s) et selon l'environnement (AIR ou REP), après 600 cycles à $\Delta\epsilon/2 = \pm 0.6\%$ et $T = 300^\circ C$

Ainsi, après 600 cycles :

- Sous REP, la densité de fissures obtenue à $0.001\%/s$ est supérieure à celle calculée à $0.01\%/s$ mais au-delà d'une classe de longueur de $300\mu m$, on observe l'inverse. De plus, les longueurs maximales de fissures sont plus importantes à $0.01\%/s$, ce qui est

cohérent avec l'obtention d'une durée de vie plus faible pour cette vitesse de déformation.

- Sous Air, on observe des densités et des longueurs de fissures qui sont proches quelle que soit la vitesse de déformation.

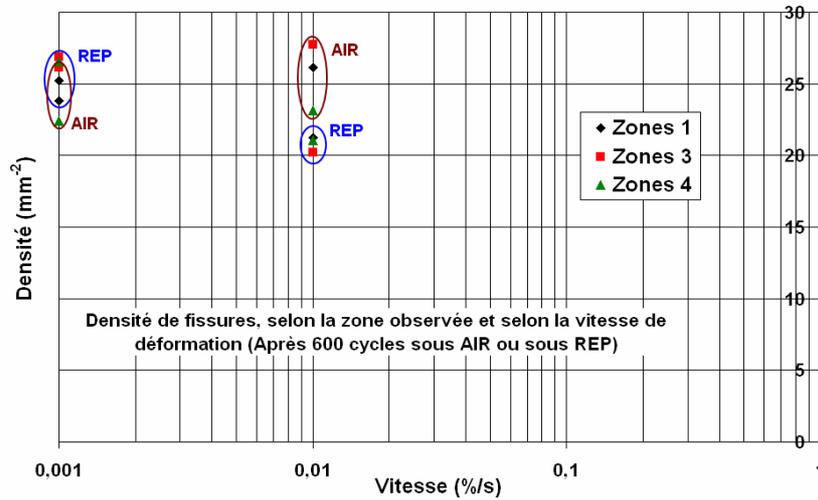


Figure IV-19: Densité de fissures, selon la zone observée, selon la vitesse de déformation (0.01 ou 0.001%/s) et selon l'environnement (AIR ou REP), après 600 cycles à $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ et $T = 300^\circ\text{C}$

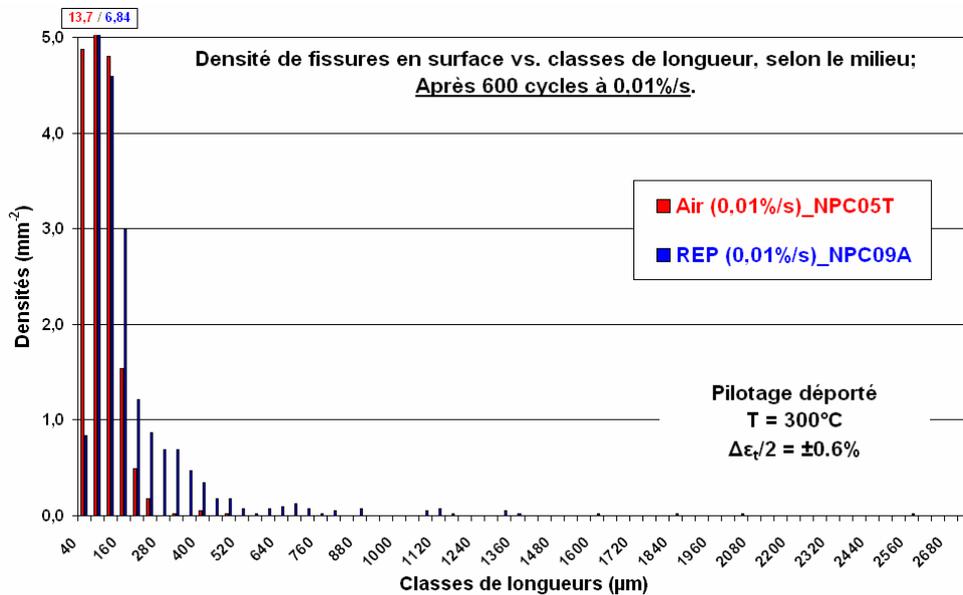


Figure IV-20: Densité de fissures vs. Classes de longueur, selon l'environnement (AIR ou REP), après 600 cycles à $T = 300^\circ\text{C}$; $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ et $d\epsilon/dt = 0.01\%/s$

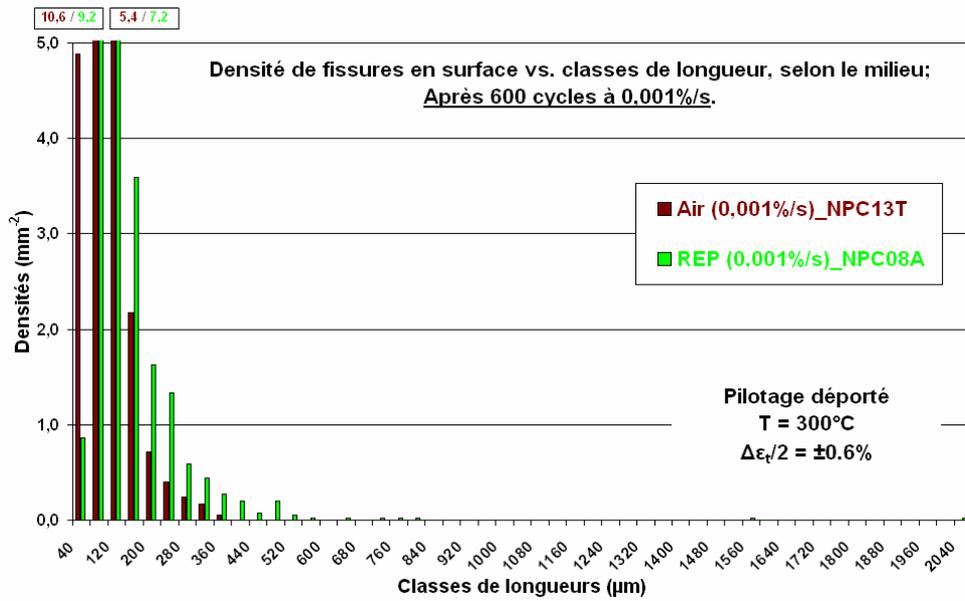


Figure IV-21: Densité de fissures vs. Classes de longueur, selon l'environnement (AIR ou REP), après 600 cycles à T = 300°C ; $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ et $d\epsilon/dt = 0.001\%/s$

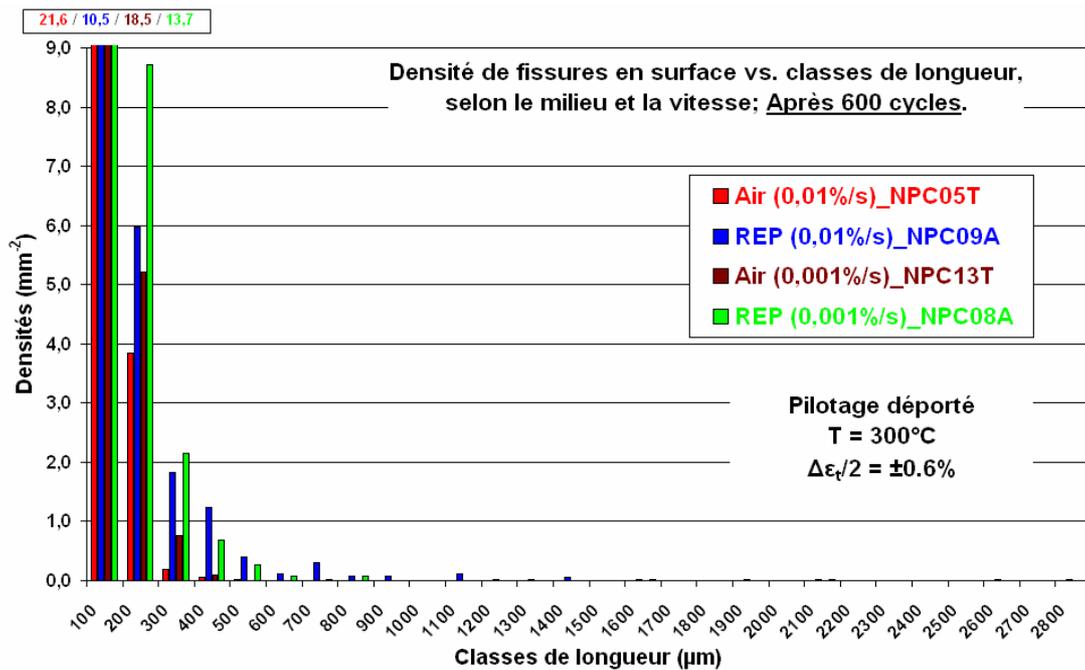
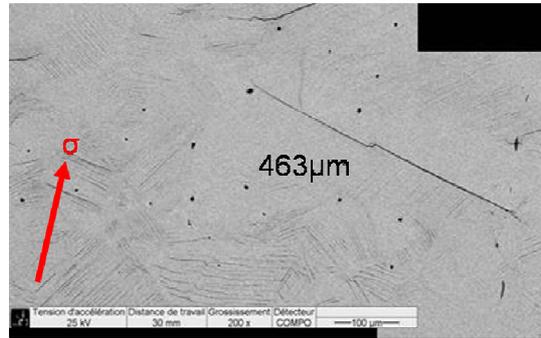


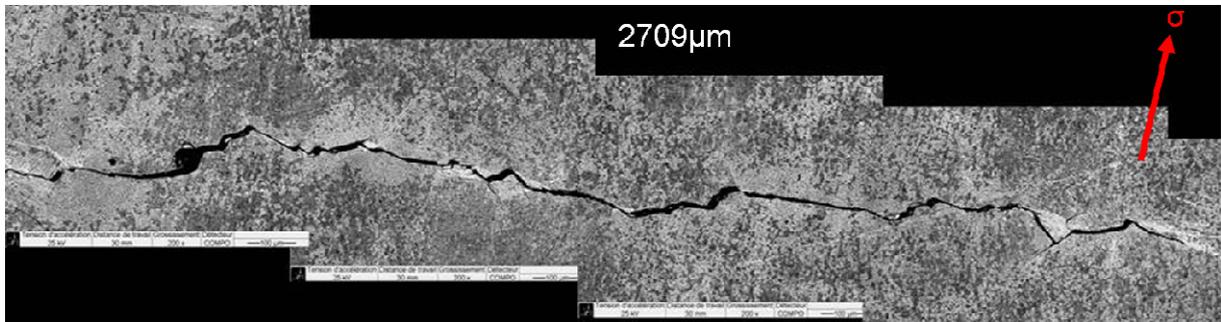
Figure IV-22: Densité de fissures vs. Classes de longueur, selon la vitesse de déformation (0.01 ou 0.001%/s) et selon l'environnement (AIR ou REP), après 600 cycles à $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ et T = 300°C

En conclusions, après 600 cycles, on constate peu d'écarts sur les densités de fissures selon l'environnement et l'effet principal du milieu REP s'observe sur les longueurs de fissures, cf. Figure IV-23. En effet, en milieu eau REP, les fissures se propagent perpendiculairement à l'axe de sollicitation (stade II transgranulaire) et ont déjà franchi plusieurs grains alors que sous Air, les

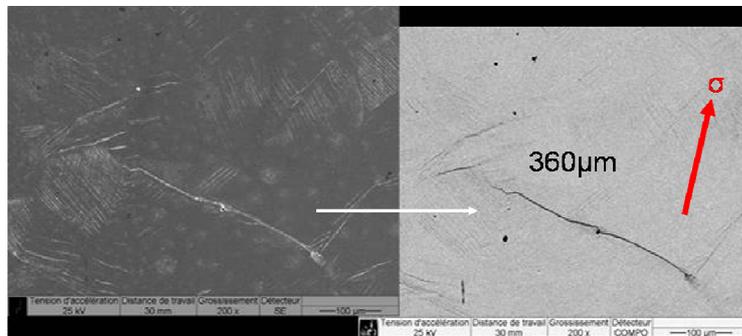
fissures amorcées elles aussi en pseudo-stade I, n'impliquent que un ou deux éléments microstructuraux.



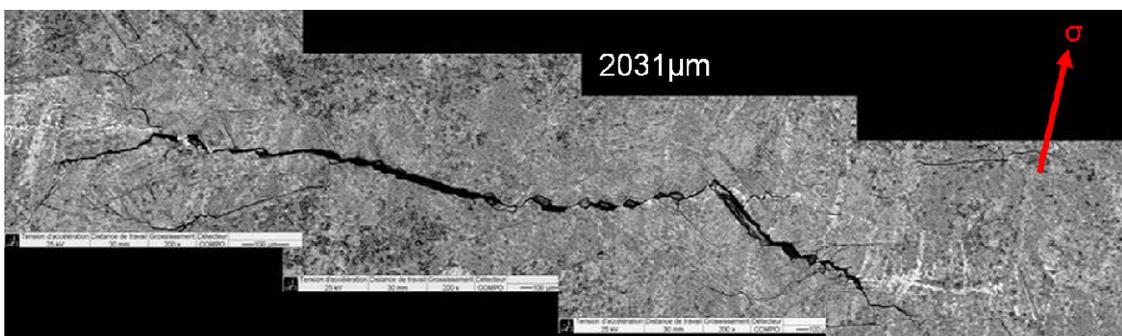
a) 600 cycles ; Air à 0.01%/s



b) 600 cycles ; REP à 0.01%/s



c) 600 cycles ; Air à 0.001%/s



d) 600 cycles ; REP à 0.001%/s

Figure IV-23: Observation des fissures principales, détectées à la surface d'éprouvettes testées 600 cycles sous Air ou sous REP, à $T = 300^{\circ}\text{C}$; $\Delta\epsilon/2 = \pm 0.6\%$ et $d\epsilon/dt = 0.01$ ou $0.001\%/s$

Un essai conduit en milieu eau REP à $T = 300^{\circ}\text{C}$; $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ et $d\epsilon/dt = 0.4\%/s$ a été interrompu à 600 cycles pour compléter l'étude de l'influence de la vitesse de déformation en milieu eau primaire REP. Son comportement cyclique est comparé à celui de l'essai conduit à rupture dans le Tableau IV-3 et sur la Figure IV-24.

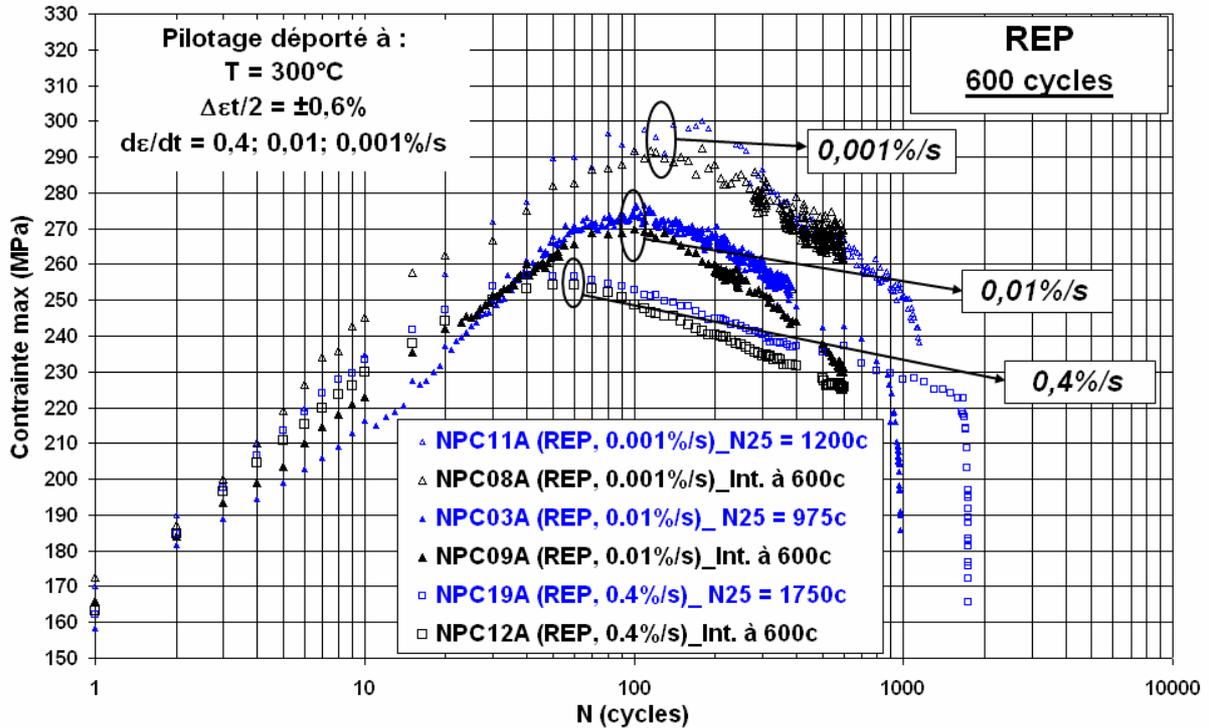


Figure IV-24: Evolution de la contrainte maximum selon la vitesse de déformation (0.4 ; 0.01 ; 0.001%/s), pour des essais ($T = 300^{\circ}\text{C}$ et $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$) conduits à rupture ou interrompus à 600 cycles, sous REP

Les résultats de la quantification de l'endommagement en surface sont donnés dans le Tableau IV-11. Ces résultats doivent être interprétés en utilisant d'une part, la Figure IV-25 qui présente pour chaque vitesse de déformation, la densité de fissures par zone observée et d'autre part, la Figure IV-26 qui présente pour chaque vitesse, les histogrammes « Densités de fissures vs. Classes de longueurs ».

Il apparaît qu'après 600 cycles sous REP, la densité de fissures est semblable quelle que soit la vitesse de déformation. De plus les longueurs moyennes et cumulées calculées à 0.4 et 0.001%/s sont proches. A 0.4%/s, les différences d'endommagement avec les autres vitesses portent sur la longueur maximale de fissure (500 μm contre plus de 2mm) et sur la densité de fissures supérieures à 400 μm qui est bien moindre.

600 cycles	REP (0,4)	REP (0,01)	REP (0,001)
Nb. de Fissures	939	844	1046
Densité (mm ⁻²)	23	21	26
Lmin (µm)	21	26	31
Lmax (µm)	511	2709	2031
Lmoy (µm)	119	167	123
Ecart type (µm)	75	227	113
Lcum (µm)	112 000	181 589	128 408

Tableau IV-11: Résultats de la quantification de l'endommagement selon la vitesse de déformation (0.4 ; 0.01 ou 0.001%/s), après 600 cycles sous REP à $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ et $T = 300^\circ\text{C}$

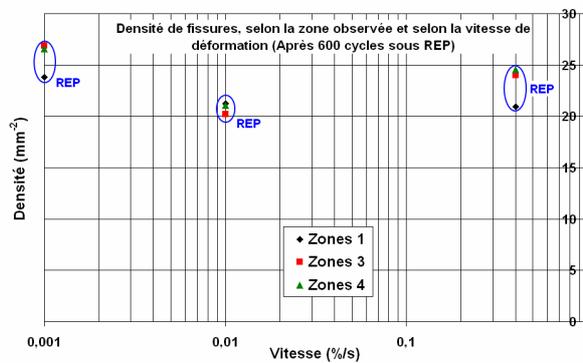


Figure IV-25: Densité de fissures, selon la zone observée et selon la vitesse de déformation (0.4 ; 0.01 ou 0.001%/s), après 600 cycles sous REP à $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ et $T = 300^\circ\text{C}$

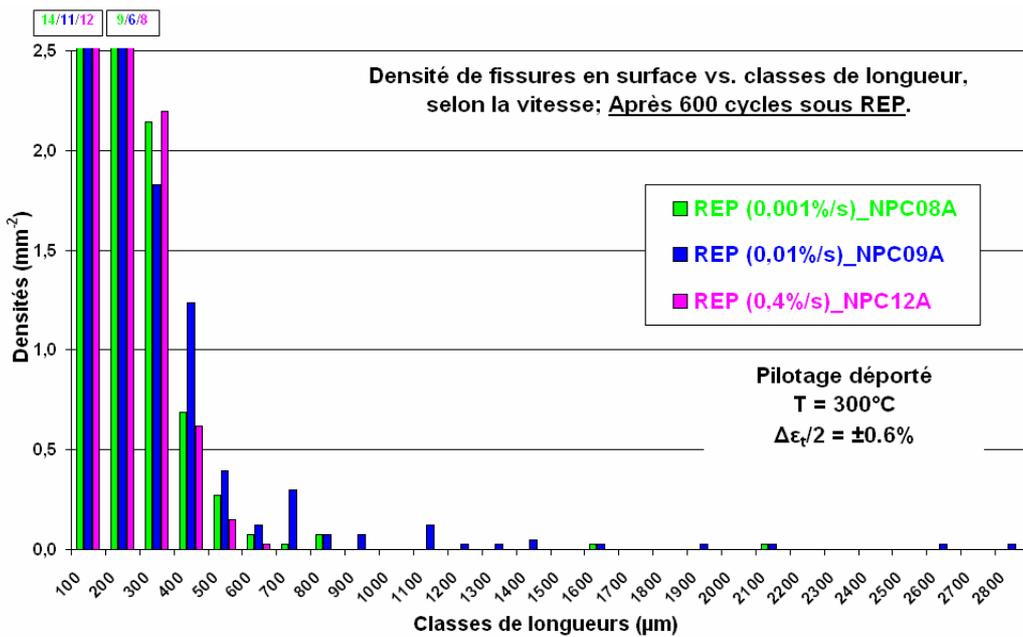


Figure IV-26: Densité de fissures vs. Classes de longueur, selon la vitesse de déformation (0.4 ; 0.01 ou 0.001%/s), après 600 cycles sous REP à $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ et $T = 300^\circ\text{C}$

IV.2.1.1.3. Conclusions sur l'endommagement en surface selon la vitesse et l'environnement

Le suivi de l'endommagement en surface permet de mieux appréhender les effets de la vitesse de déformation et de l'environnement REP sur le comportement cyclique et sur la durée de vie en fatigue de l'acier 304L :

Dans les premiers instants du cyclage (300 cycles), la diminution de la vitesse de déformation entraîne sous Air comme sous REP, une accélération des phases d'amorçage et de micropropagation des fissures. En effet, dans ces deux environnements, la densité de fissures ainsi que les longueurs moyennes et maximales sont plus importantes à basse vitesse. L'action du milieu eau primaire REP se traduit essentiellement sur la phase d'amorçage avec des densités de fissures deux fois plus grandes que celles observées sous Air. La transition amorçage / propagation semble uniquement atteinte sous REP à 0.001%/s.

Au-delà de 300 cycles, les effets de vitesses s'estompent sous Air et ils s'inversent même en milieu REP. En effet, les densités et longueurs de fissures sont proches sous Air quelle que soit la vitesse alors qu'en milieu REP, l'état d'endommagement est plus important à la vitesse intermédiaire de 0.01%/s. L'action de l'environnement n'est alors plus visible sur les densités de fissures mais concerne essentiellement les longueurs (et vraisemblablement les profondeurs) des fissures qui sont nettement plus importantes qu'après un cyclage dans l'air.

Ainsi, le milieu eau primaire REP semble dans un premier temps accélérer la phase d'amorçage de nouvelles fissures et dans un second temps, accélérer la phase de micropropagation de ces fissures. Cependant, on ne peut exclure en milieu REP, le phénomène de coalescence qui semble être favorisé par l'accroissement du nombre de fissures.

Il est donc nécessaire d'identifier les étapes et les paramètres qui gouvernent la formation et la croissance de la fissure principale conduisant à rupture.

IV.2.1.2 Analyses EBSD en surface de la phase d'amorçage : comparaison entre Air et REP

Nous avons voulu vérifier si l'augmentation en milieu REP de la densité de fissures dans les premiers instants du cyclage peut s'expliquer par une modification de la nature des sites d'amorçage et/ou par une moindre sensibilité de la phase d'amorçage à l'orientation cristallographique.

Dans ce but, des essais de fatigue interrompus au tiers de la durée de vie, ont été conduits dans l'air ou en milieu eau REP, à $T = 300^{\circ}\text{C}$; $d\epsilon/dt = 0.01\%/s$ et $\Delta\epsilon t/2 = \pm 0.6\%$. Ces essais ont été réalisés sur des éprouvettes à méplats, cf. Figure IV-27, facilitant l'observation de l'endommagement en surface et permettant l'utilisation de la technique EBSD.

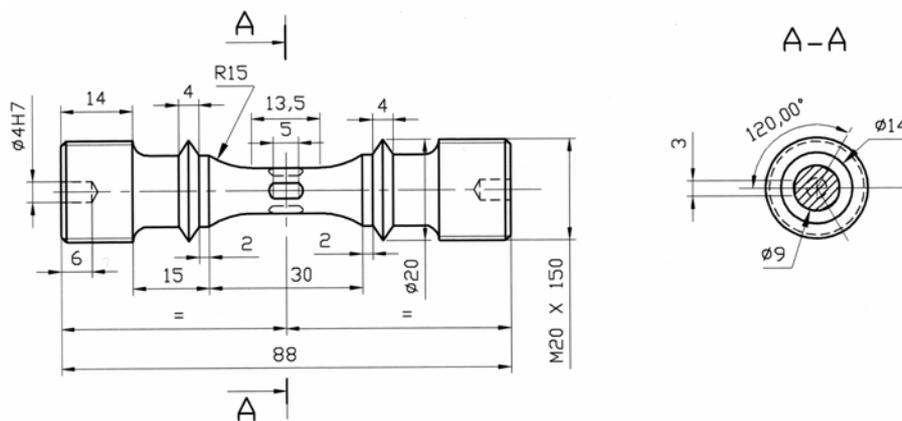


Figure IV-27: Eprouvette de fatigue à collerettes, de diamètre 9mm avec 3 méplats disposés à 120° les uns des autres sur la partie utile

1. Dans un premier temps, chaque éprouvette a été entièrement polie mécaniquement puis électrolytiquement sur un des trois méplats. Après cette étape de préparation, une cartographie EBSD, d'environ 3.8mm de long et 0.6mm de large, a été réalisée au centre du méplat choisi.
2. Dans un second temps, nous avons conduit un essai interrompu à 1700 cycles sous Air sur l'éprouvette NPCMEP3, ainsi qu'un essai interrompu à 300 cycles sous REP sur l'éprouvette NPCMEP2. Le comportement cyclique et la durée de vie de ces éprouvettes sont comparés, sur la Figure IV-28, aux résultats d'essais effectués dans les mêmes conditions sur des éprouvettes cylindriques ayant été conduites à rupture.

- Enfin, le méplat de chaque éprouvette a été presque entièrement photographié au MEB (mode « Composition » - électrons rétrodiffusés) à un grandissement x200. Cela a permis l'analyse des sites d'amorçage en prenant en compte les données EBSD obtenues avant essai comme le montrent la Figure IV-29 et la Figure IV-30.

L'intérêt de réaliser la cartographie EBSD avant d'effectuer l'essai à 300°C, réside dans le fait que sous Air et particulièrement en milieu REP, une importante couche d'oxyde se forme à la surface de l'éprouvette rendant impossible l'utilisation de cette technique. La réalisation d'une cartographie après essai nécessiterait d'ôter cet oxyde par polissage, ce qui est délicat et pourrait entraîner une perte d'informations.

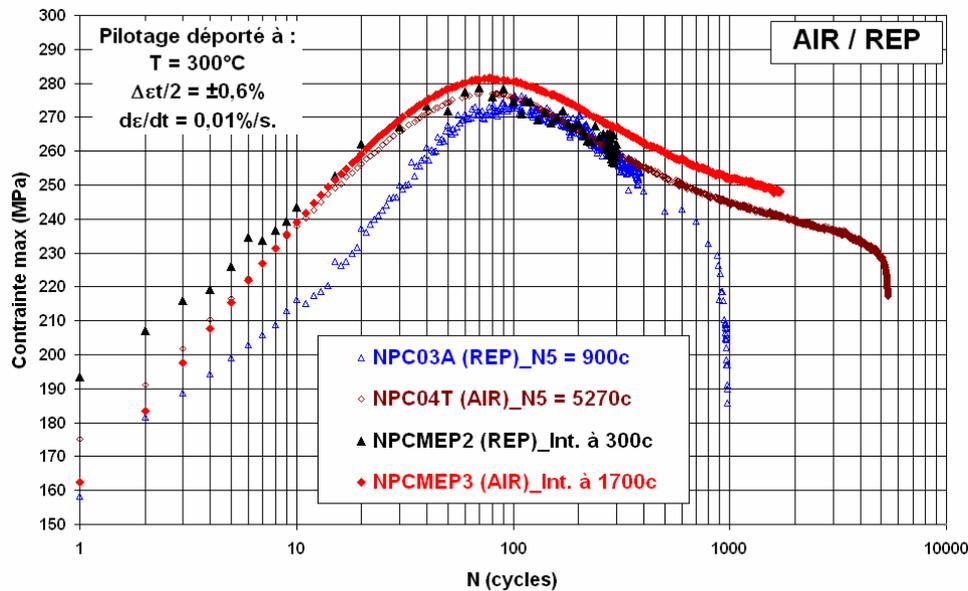


Figure IV-28: Evolution de la contrainte maximum pour des éprouvettes à méplats, testées sous AIR ou sous REP, à T = 300°C ; $d\varepsilon/dt = 0.01\%/s$ et $\Delta\varepsilon t/2 = \pm 0.6\%$

Les fissures présentes sur chacune des zones cartographiées, sont mises en évidence sur la Figure IV-31. Il apparaît à l'échelle d'une zone, mais aussi à celle du méplat, que les fissures formées sont plus longues sous Air que sous REP. Ceci va dans le sens d'une propagation des fissures qui s'accélère fortement entre 300 et 600 cycles sous REP, pour conduire à une durée de vie inférieure au nombre de cycles atteint par l'éprouvette NPCMEP3. L'action de l'environnement REP semble donc essentiellement se faire sur les phases de micropropagation et/ou de propagation des fissures mais nous reviendrons sur ce point ultérieurement.

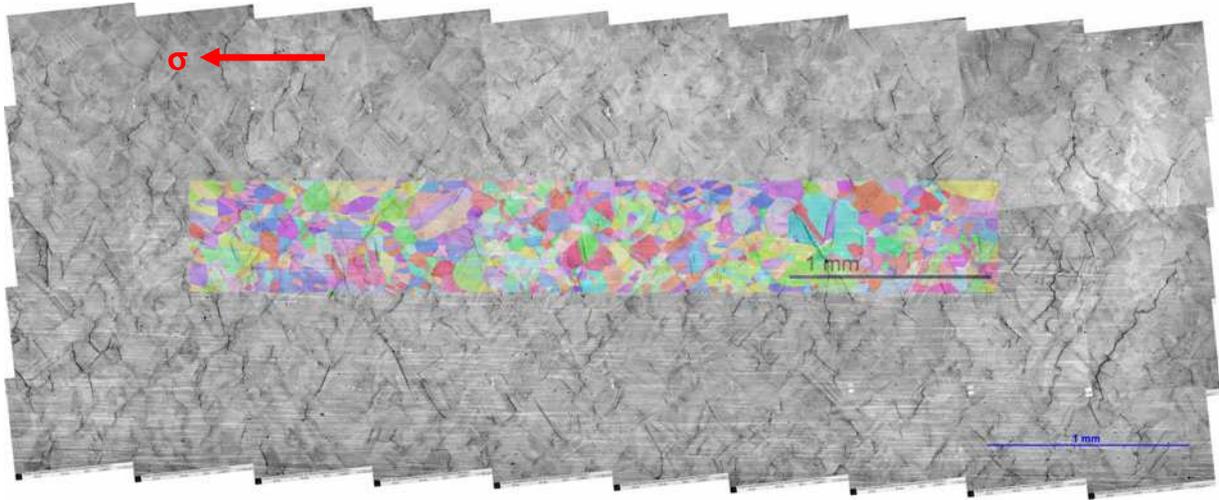


Figure IV-29: Superposition de la cartographie EBSD effectuée avant essai, sur le méplat observé au MEB après essai ; éprouvette NPCMEP3 testée sous AIR (1700c) à $T = 300^{\circ}\text{C}$; $d\varepsilon/dt = 0.01\%/s$ et $\Delta\varepsilon/2 = \pm 0.6\%$

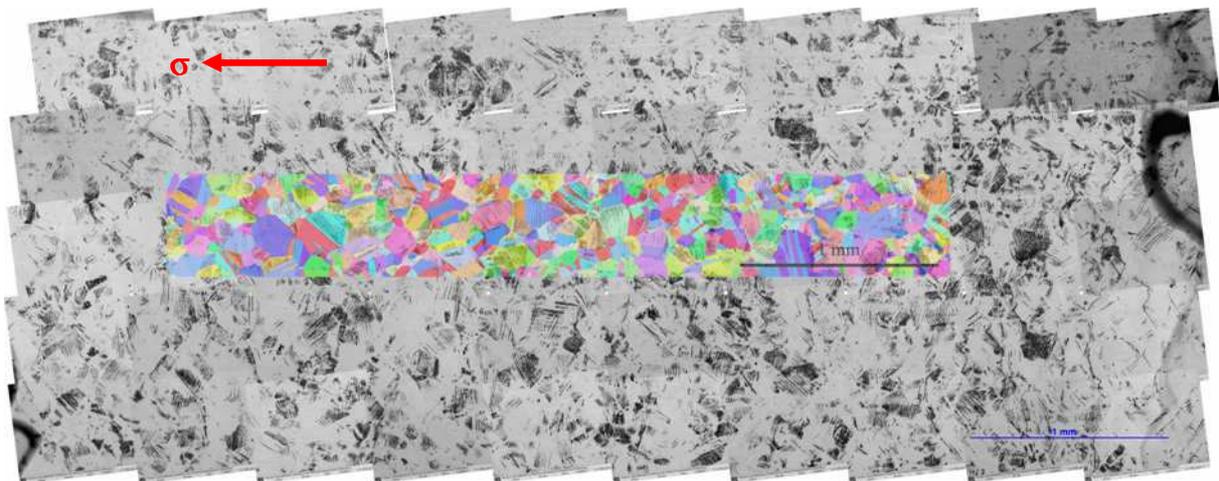


Figure IV-30: Superposition de la cartographie EBSD effectuée avant essai, sur le méplat observé au MEB après essai ; éprouvette NPCMEP2 testée sous REP (300c) à $T = 300^{\circ}\text{C}$; $d\varepsilon/dt = 0.01\%/s$ et $\Delta\varepsilon/2 = \pm 0.6\%$

Même si l'endommagement ne se trouve pas dans un stade équivalent pour les deux environnements, les sites d'amorçage des fissures sont cependant visibles et identifiables. En se plaçant à l'échelle microstructurale (échelle du grain), nous avons identifié les sites d'amorçage susceptibles de donner lieu à des fissures plus importantes.

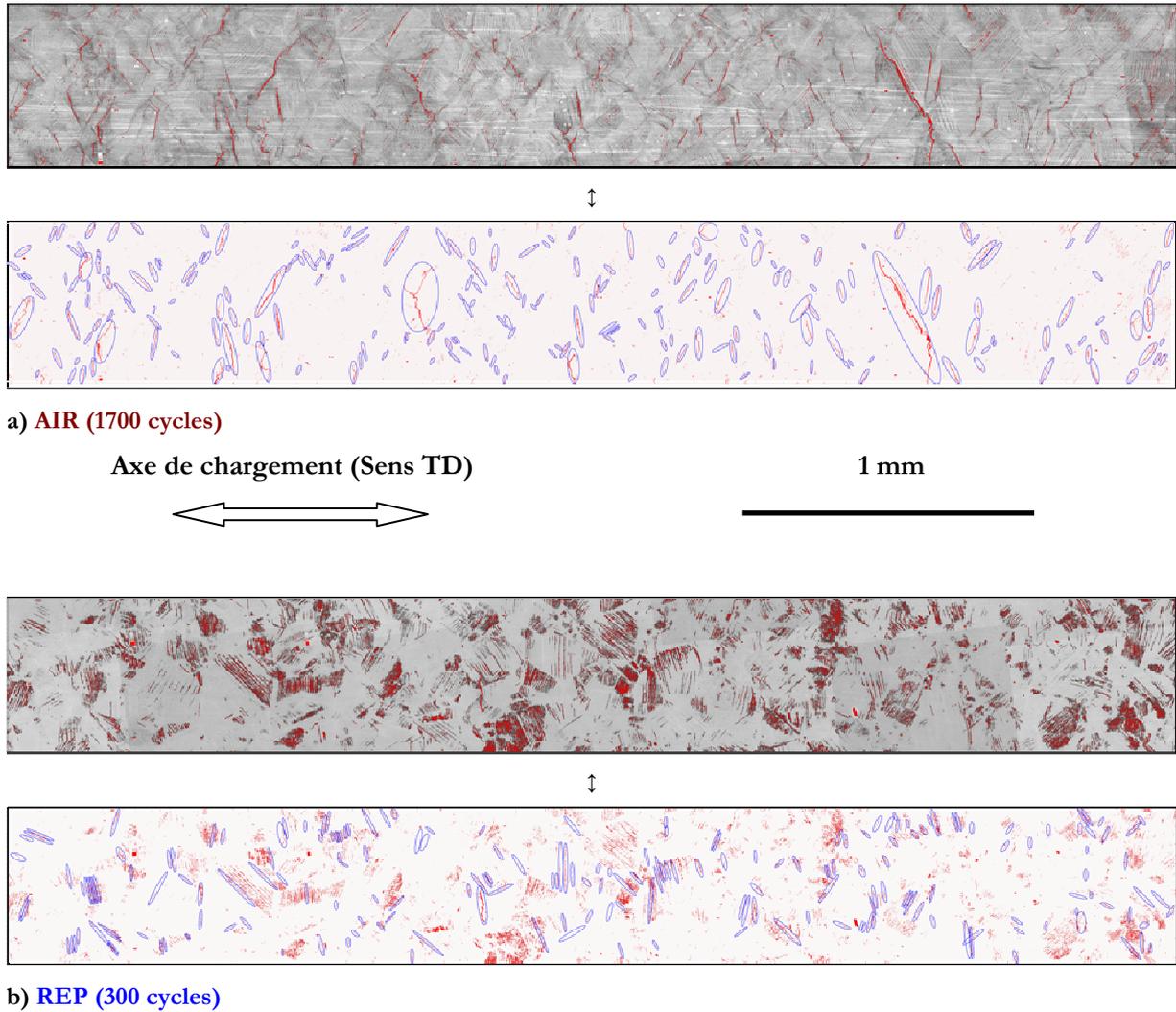
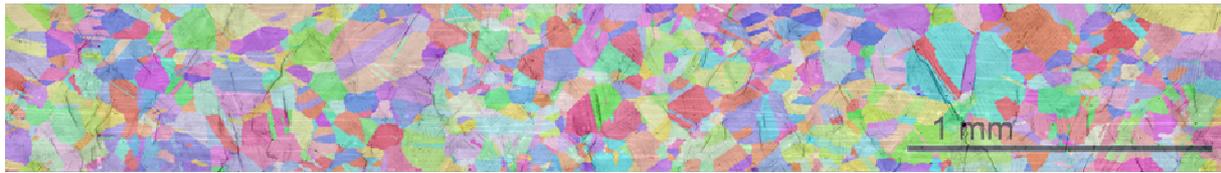


Figure IV-31: Mise en évidence des fissures présentes dans la zone cartographiée sur l'éprouvette testée à $T = 300^{\circ}\text{C}$; $d\varepsilon/dt = 0.01\%/s$ et $\Delta\varepsilon/2 = \pm 0.6\%$; a) Sous Air, b) Sous REP

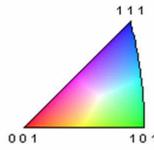
L'utilisation de l'EBSID a permis d'une part, de s'assurer que les zones observées sont tout à fait semblables en terme de texture et de nombre de grains comme le montrent le Tableau IV-12 et la Figure IV-32 et d'autre part, de calculer le facteur de Schmid associé à chaque système de glissement activé, comme le montre la Figure IV-33.

	AIR (1700 cycles)	REP (300 cycles)
Nombre de grains	1264	1090
Taille moyenne des grains	75 μm	80 μm
Taille moyenne des grains après reconstruction	123 μm	138 μm
Indice de texture	< 2	< 2

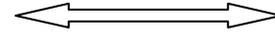
Tableau IV-12: Caractéristiques des zones cartographiées par EBSD, selon l'axe TD avec une orientation par grain



AIR (1700 cycles)



Axe de chargement (Sens TD)

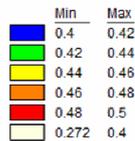


REP (300 cycles)

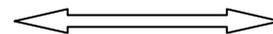
Figure IV-32: Superposition des orientations cristallographiques définies par EBSD avant essai, sur le méplat observé au MEB après essai à $T = 300^{\circ}\text{C}$; $d\varepsilon/dt = 0.01\%/s$ et $\Delta\varepsilon/2 = \pm 0.6\%$; a) Air, b) REP



AIR (1700 cycles)



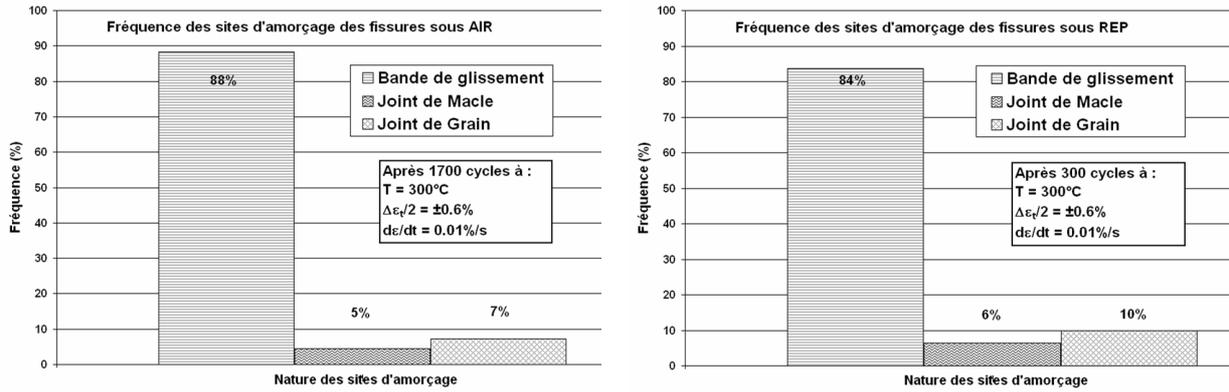
Axe de chargement (Sens TD)



REP (300 cycles)

Figure IV-33: Superposition des facteurs de Schmid calculés par EBSD avant essai, sur le méplat observé au MEB après essai à $T = 300^{\circ}\text{C}$; $d\varepsilon/dt = 0.01\%/s$ et $\Delta\varepsilon/2 = \pm 0.6\%$; a) Air, b) REP

On constate sur la Figure IV-34, que la nature et la proportion des sites d'amorçage ne sont pas affectées par l'environnement. En effet, dans l'air comme en milieu REP, entre 80 et 90% des fissures s'amorcent à partir de bandes de glissement. A partir de ces données, on ne peut en revanche affirmer quel site d'amorçage spécifique, parmi les trois proposés (Bande de glissement, Joint de Macle ou Joint de Grain), conduira à la formation de la fissure principale.



AIR (1700 cycles)

REP (300 cycles)

Figure IV-34: Fréquence des sites d'amorçage de fissures selon l'environnement; a) AIR, b) REP

Quel que soit l'environnement Air ou REP, on observe sur la Figure IV-35, que l'amorçage des fissures transgranulaires est largement favorisé dans les grains présentant des facteurs de Schmid élevés, supérieurs à 0.41, c'est-à-dire pour des configurations de glissement simple où un système de glissement est privilégié par rapport aux autres. On remarque d'ailleurs que la distribution des 1ers facteurs de Schmid suit dans les deux cas, celle définie par Mackenzie pour un matériau parfaitement non texturé montrant ainsi le caractère peu prononcé de la texture cristallographique de notre tôle.

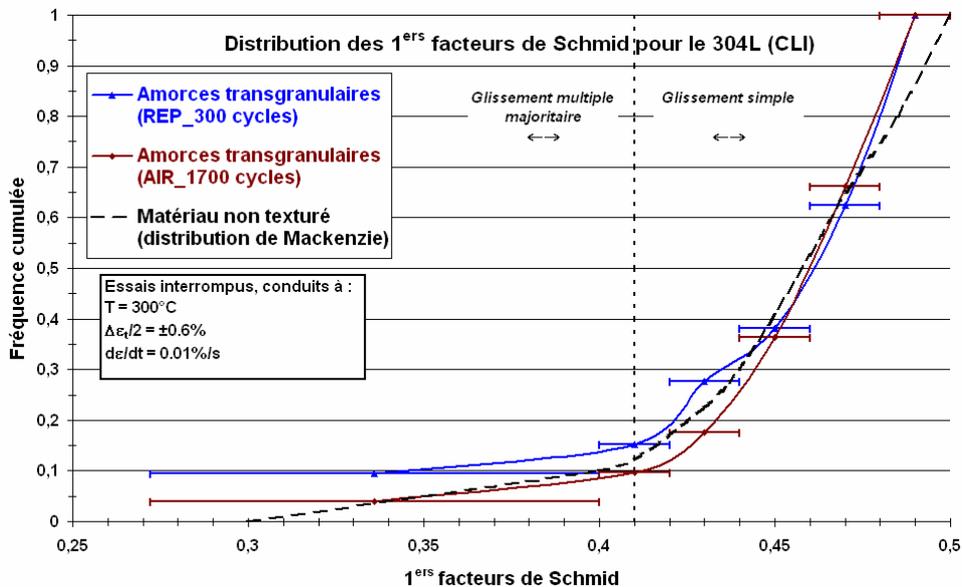


Figure IV-35: Fréquence cumulée des fissures transgranulaires en fonction des 1^{ers} facteurs de Schmid

En conclusion, l'amorçage des fissures se produit dans les grains présentant la plus forte activité plastique, c'est-à-dire au sein des systèmes de glissement de plus haut facteur de Schmid où le cisaillement est maximal. Ainsi, la transition plasticité - endommagement n'est pas affecté par l'environnement et l'essentiel de la différence de durée de vie se fait sur la phase de micropropagation et/ou de propagation. L'intérêt du paragraphe IV.2.2 sera d'essayer de différencier ces deux phases.

IV.2.2 Analyse de la phase de propagation des fissures

Nous avons montré que la phase d'amorçage des fissures n'est différente selon le milieu Air ou REP, qu'en terme de densité et non de longueur des fissures en surface. Nous avons également constaté qu'il n'y a pas de disparité sur la nature ou sur la proportion des sites d'amorçage selon l'environnement. Ainsi, la chute de durée de vie sous REP ne semble due qu'à une accélération de la phase de micropropagation et/ou de propagation des fissures. Nous tacherons dans cette partie de différencier ces deux phases et de conclure sur leur importance respective.

IV.2.2.1 Principe des mesures d'interstries

Afin de tenter de déterminer le temps à l'amorçage de la fissure principale et surtout d'évaluer les vitesses de propagation, nous avons réalisé des mesures d'interstries sur les faciès de rupture d'éprouvettes testées à 300°C, sous Air ou sous REP, à différentes vitesses et amplitudes de déformation :

1. Après un nombre de cycles défini ou à 5% de chute de charge, les éprouvettes ont été rompues en traction répétée sous Air à $T = 20^{\circ}\text{C}$; $f = 1.5\text{Hz}$ et $R = 0.3$ afin de réaliser un marquage de l'état de fissuration selon la température ou l'environnement et pour éviter le matage des surfaces de contact, cf. Figure IV-36.
2. Les fissures conduisant à la rupture ont été identifiées puis observées au MEB (mode « SEI » - électrons secondaires) avec des grossissements $\times 500$ et $\times 1000$. Les images enregistrées ont été assemblées pour permettre a posteriori, la mesure des interstries en fonction de la profondeur. Nous n'avons pris en compte, que les stries orientées au plus près du sens de propagation puis moyenné les valeurs d'interstries.
3. Enfin, les mesures obtenues ont été analysées afin d'évaluer au mieux, les effets de l'environnement REP et de la vitesse de déformation sur la tenue en fatigue du 304L.

Le rapport NUREG CR/6878 [145] considère une phase d'amorçage correspondant au temps nécessaire à la création d'une fissure profonde de $200\mu\text{m}$, puis une phase de propagation se déroulant entre $200\mu\text{m}$ et 3mm . Nous redéfinirons ultérieurement ces étapes en introduisant la notion de micropropagation. Ce rapport précise également, que les stries ne sont clairement visibles qu'au-delà de $200\mu\text{m}$ et qu'il se crée en milieu eau primaire REP, une strie par cycle. Nous adopterons le même postulat avant de vérifier sa validité dans les deux milieux étudiés, Air et eau primaire REP.

Pour une amplitude de déformation totale de $\pm 0.6\%$, quels que soient l'environnement ou la vitesse de déformation, nous avons été en mesure d'observer des stries à partir d'une profondeur de $100\mu\text{m}$ et dans le cas des éprouvettes testées sous REP à 0.01 et $0.001\%/s$, nous avons pu distinguer des stries à partir de $20\mu\text{m}$ de profondeur. A $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.3\%$, les stries ne sont visibles dans les deux milieux, qu'à partir de $500\mu\text{m}$.

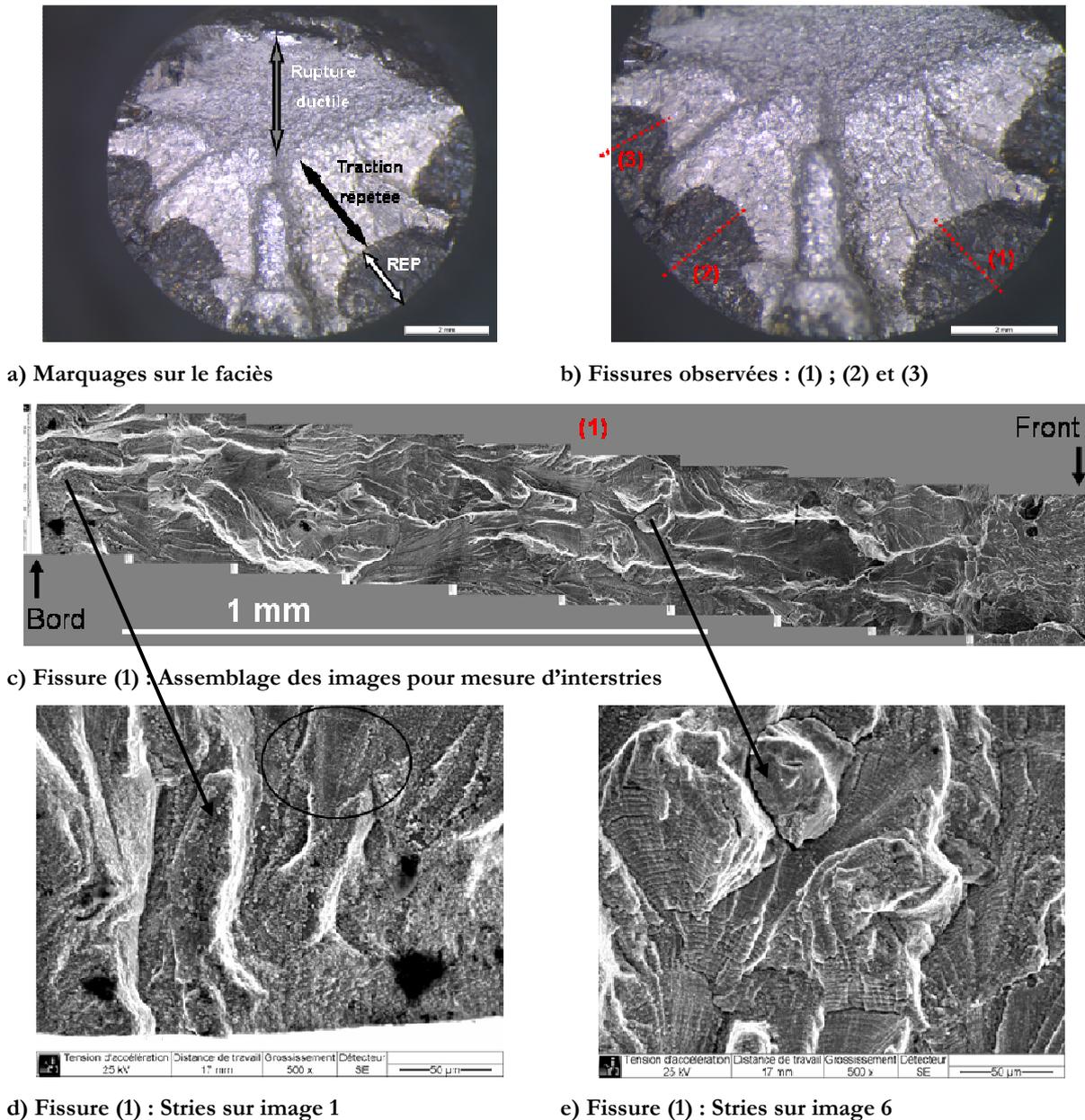


Figure IV-36: Observation au Microscope optique (a, b) ou au MEB (c, d, e), du faciès de rupture de l'éprouvette NPC11A testée sous REP à $T = 300^{\circ}\text{C}$; $d\epsilon/dt = 0.001\%/s$ et $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$

La Figure IV-37 représentant l'évolution de l'espace entre stries de fatigue selon la profondeur sur un diagramme bilogarithmique, montre que la distance interstries est plus importante en

milieu REP que dans l'air et qu'elle augmente lorsque la vitesse de déformation diminue, quels que soient l'environnement ou l'amplitude de déformation. Par ailleurs, à même amplitude et vitesse de déformation, si l'on assimile les distances interstries aux vitesses microscopiques de propagation, on note qu'en milieu REP, elles sont au maximum 1.5 à 3 fois plus importantes que celles sous Air. Ces différences de vitesse sont insuffisantes pour expliquer entièrement les écarts de durées de vie. Il est donc nécessaire de valider le fait que ces valeurs d'interstries représentent bien la vitesse de propagation de la fissure et de déterminer quel pourrait être le nombre de cycles à l'amorçage, afin d'analyser les étapes de propagation dans chaque milieu.

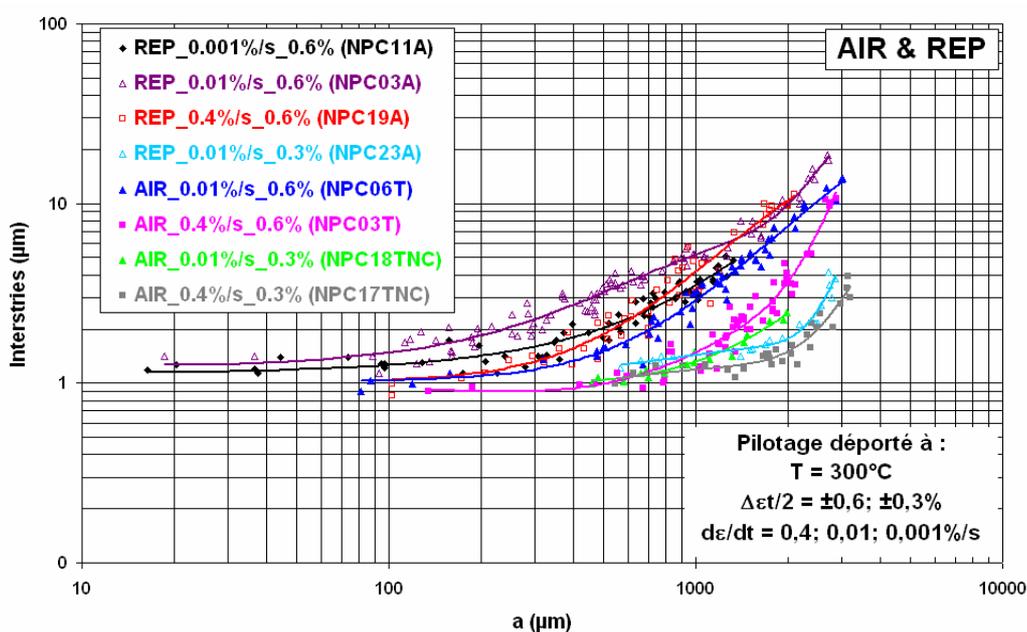


Figure IV-37: Interstries vs. Profondeur, selon le milieu et la vitesse de déformation ; Mesures réalisées sur des faciès d'éprouvettes testées à $T = 300^{\circ}\text{C}$ et $\Delta\epsilon t/2 = \pm 0.3$ ou $\pm 0.6\%$

De plus, la Figure IV-38 montre qu'il est possible de définir deux domaines pour l'évolution des valeurs d'interstries en fonction de la profondeur de fissure. Dans un premier temps, l'espace entre stries est quasi constant ou croît lentement jusqu'à ce que la fissure atteigne une profondeur de transition « a_t », puis dans un second temps, cet espace augmente rapidement jusqu'à la rupture de l'éprouvette.

L'allure de ces courbes s'apparente à celle observée lors d'une transition fissure courte / fissure longue, ainsi que Obrtlík et al. [99] ou Blochwitz et al. [209-212] l'ont illustré. En effet, la vitesse des fissures courtes (longueur $< 0.5\text{mm}$) peut varier (oscillation, accélération, ralentissement ou arrêt), mais elle est en général supérieure à celle des fissures longues grâce à l'assistance de

l'environnement, à une absence de fermeture ou au rôle de la microstructure locale. Nous reviendrons ultérieurement sur cette problématique des fissures courtes.

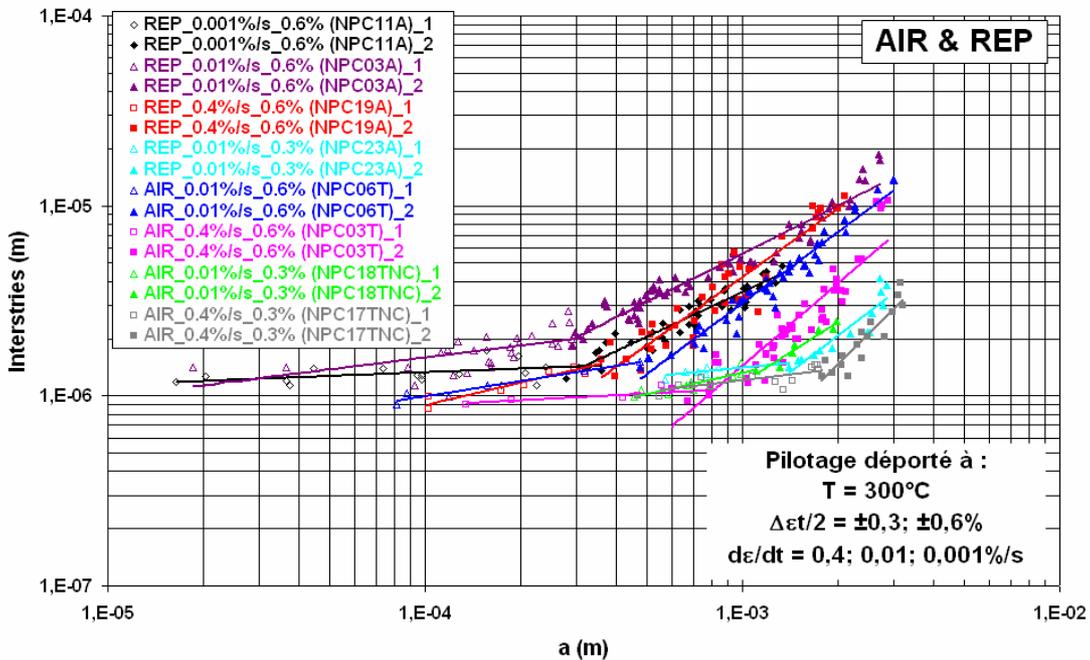


Figure IV-38: Interstries vs. Profondeur, selon le milieu et la vitesse de déformation ; Mesures réalisées sur des faciès d'éprouvettes testées à T = 300°C et $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$

Cette profondeur de transition « a_t » semble dépendre de l'environnement et de la vitesse de déformation comme le montre le Tableau IV-13. A $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ notamment, la valeur de « a_t » sous Air est deux fois plus grande que celle constatée en milieu eau REP. En effet, l'augmentation rapide des interstries débute entre 300 et 400 μm sous REP, ce qui correspond à 2 ou 3 grains franchis en profondeur alors que la transition s'opère sous Air entre 600 et 800 μm , soit 4 à 6 grains.

Changement de pente pour une profondeur a_t qui dépend du milieu et de $d\epsilon/dt$:			
$\Delta\epsilon_t/2$	$d\epsilon/dt$	AIR	REP
$\pm 0.6\%$	0.4%/s	$a_t \approx 800\mu\text{m}$	$a_t \approx 400\mu\text{m}$
	0.01%/s	$a_t \approx 600\mu\text{m}$	$a_t \approx 280\mu\text{m}$
	0.001%/s	/	$a_t \approx 320\mu\text{m}$
$\pm 0.3\%$	0.4%/s	$a_t \approx 1700\mu\text{m}$	/
	0.001%/s	$a_t \approx 1100\mu\text{m}$	$a_t \approx 1400\mu\text{m}$

Tableau IV-13: Profondeurs de transition (a_t), constatées selon le milieu et selon la vitesse de déformation sur des faciès d'éprouvettes testées à T = 300°C et $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$

IV.2.2.2 Etude des interstries sous Air à 300°C

Dans un premier temps, nous nous proposons d'étudier l'influence de la vitesse et de l'amplitude de déformation sur la propagation de fissures sous Air. Les faciès de rupture utilisés pour les mesures d'interstries dans ce milieu sont présentés sur la Figure IV-39.

Pour le cuivre [213] ou les aciers inoxydables austénitiques (316L [35] ou 304L [203]), testés dans le domaine de la fatigue plastique et notamment sous vide secondaire, il a été montré que la croissance de la fissure principale de profondeur initiale « a_i », est dépendante de l'amplitude de déformation plastique ($\Delta\varepsilon_p/2$), selon la relation donnée par l'Équation IV-1. Dans cette équation, les paramètres C et β sont des constantes qui dépendent du matériau et des conditions d'essai (température, environnement) et N correspond au nombre de cycles appliqués.

$$a = a_i \times \exp\left(C \times \left(\frac{\Delta\varepsilon_p}{2}\right)^\beta \times N\right)$$

Équation IV-1: Croissance d'une fissure en fonction de l'amplitude de déformation plastique et du nombre de cycles

Une telle relation conduit à une vitesse de propagation qui est proportionnelle à la profondeur de la fissure, comme le montre l'Équation IV-2.

$$\frac{da}{dN} = C \times \left(\frac{\Delta\varepsilon_p}{2}\right)^\beta \times a = p \times a$$

Équation IV-2: Evolution de la vitesse de fissuration en fonction de l'amplitude de déformation plastique et de la longueur de fissure

Nous considérons en première approximation, que les distances entre stries de fatigue correspondent aux vitesses macroscopiques puis nous cherchons la meilleure fonction d'interpolation de ces vitesses expérimentales en accord avec l'Équation IV-2, cf. Figure IV-40. Le coefficient de corrélation correspondant n'est pas optimal du fait de valeurs d'interstries élevées pour les faibles ou grandes profondeurs de fissure, en particulier pour les basses vitesses de déformation.

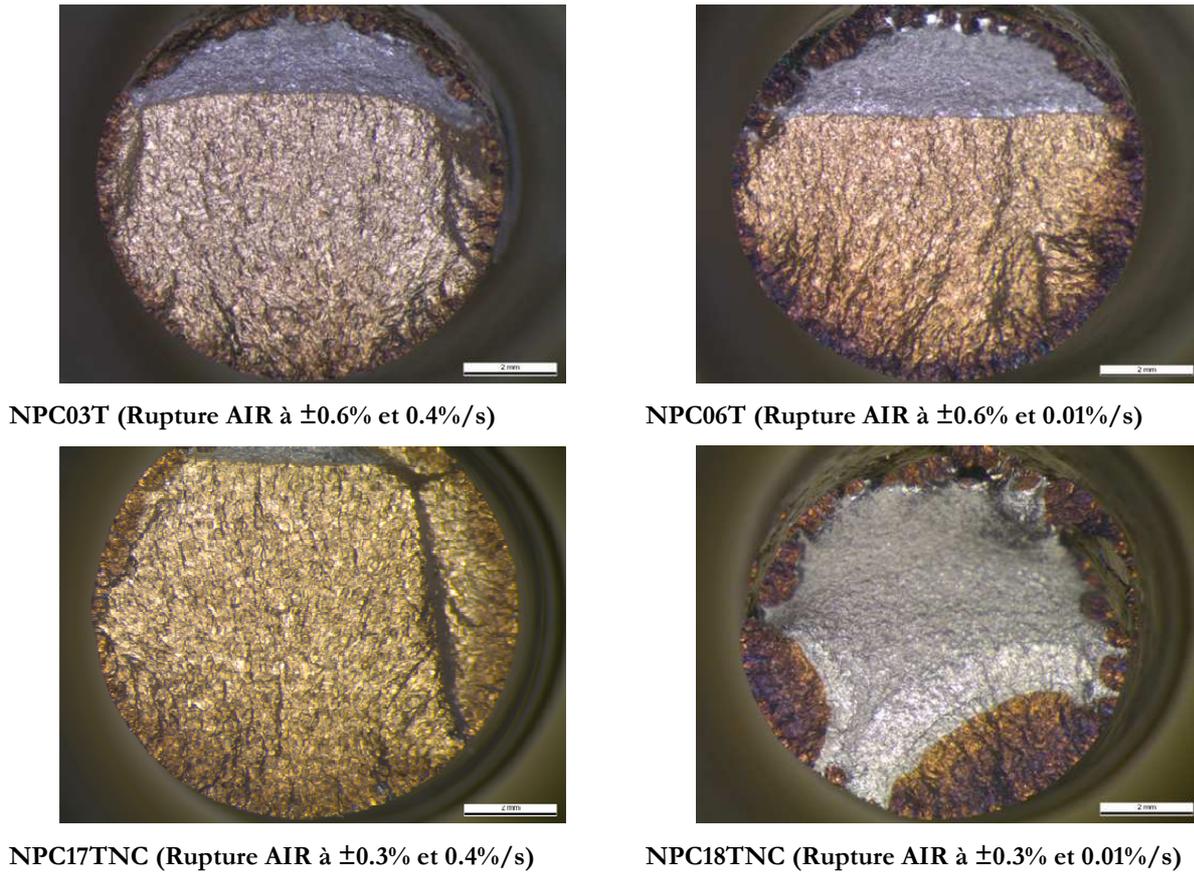


Figure IV-39: Faciès de rupture d'éprouvettes testées sous Air à 300°C ; $\Delta\epsilon/2 = \pm 0.3$ ou $\pm 0.6\%$ et $d\epsilon/dt = 0.4$ ou $0.01\%/s$, utilisés pour les mesures d'interstries

Le nombre de cycles de propagation « N_p » déterminé par intégration des droites de pente « p » entre une profondeur initiale « a_i » de 15 à 20 μm et une profondeur finale « a_f » fixée à 3mm, est comparée dans le Tableau IV-14, aux durées de vie expérimentales « $N_f \text{ exp}$ ».

Il apparaît que les nombres de cycles de propagation calculés ici, sont bien inférieurs aux durées de vie. Ainsi, le nombre de cycles à l'amorçage « N_a », nécessaire à la création d'une fissure profonde de 15 - 20 μm , serait donc très important ce qui n'est cohérent ni avec les résultats de la littérature ni avec nos propres observations.

En effet, plusieurs auteurs [35] [203] [213], ont montré que dans le domaine de sollicitation équivalent au notre, la phase d'amorçage d'une fissure de 10 à 20 μm est négligeable devant la durée de vie totale. De plus, nous avons montré précédemment à l'aide d'essais interrompus, qu'après seulement 300 cycles, des fissures d'une longueur supérieure ou égale à 200 μm s'étaient déjà formées en surface.

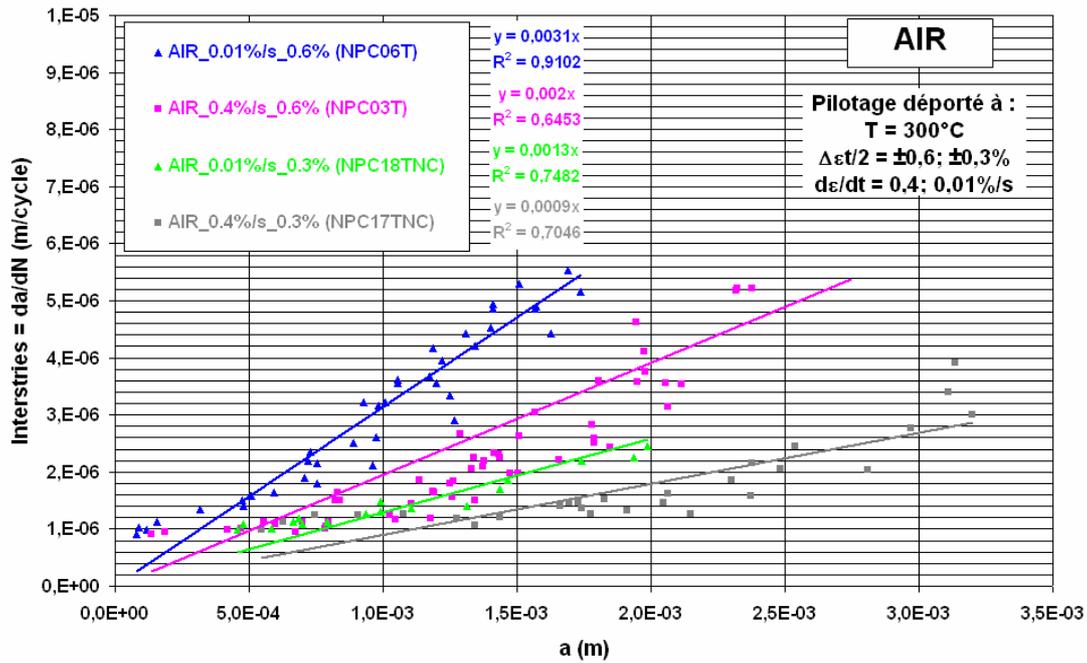


Figure IV-40: Interstries vs. Profondeur, selon la vitesse et l'amplitude de déformation ; Mesures réalisées sur des faciès d'éprouvettes testées sous Air à T = 300°C

dε/dt	0.4%/s		0.01%/s	
	±0.6%	±0.3%	±0.6%	±0.3%
Δε _t /2	±0.6%	±0.3%	±0.6%	±0.3%
Δε _p /2	±0.43%	±0.23%	±0.42%	±0.22%
N _f exp	≈ 6000 cyc	≈ 32000 cyc	≈ 5000 cyc	≈ 29000 cyc
a _i	15μm	15μm	20μm	20μm
a _f	3mm	3mm	3mm	3mm
Pente p	2.10 ⁻³	9.10 ⁻⁴	3,1.10 ⁻³	1,3.10 ⁻³
N _p calculé	≈ 2600 cyc	≈ 5900 cyc	≈ 1600 cyc	≈ 3900 cyc
N _a déduit	≈ 3400 cyc	≈ 26100 cyc	≈ 3400 cyc	≈ 25100 cyc

Tableau IV-14: Nombres de cycles de propagation déduits des mesures d'interstries et comparés selon la vitesse et l'amplitude de déformation, aux durées de vie expérimentales, sous Air à 300°C

Grâce à quelques observations et aux données de la littérature [203], nous disposons d'une estimation de l'évolution du rapport a/b (profondeur/demi longueur en surface) en fonction de la profondeur de la fissure, cf. Tableau IV-15. Ainsi, l'utilisation de ce rapport, que nous avons considéré comme indépendant de l'amplitude ou de la vitesse de déformation, permet de définir la profondeur « a », des fissures de longueur « L = 2*b » observées après 300 et 600 cycles, à la surface d'éprouvettes testées sous Air à 300°C et Δε_t/2 = ±0.6%, cf. Tableau IV-16.

Rapport a/b	Intervalles de profondeurs (µm)
0.2	[20-300]
0.4	[300-500]
0.6	[500-700]
0.8	[700-1000]
1	> 1000

Tableau IV-15: Evolution du rapport a/b en fonction de la profondeur de la fissure sous Air à 300°C

dε/dt	0.4%/s		0.01%/s	
	L (µm)	a (µm)	L (µm)	a (µm)
300 cycles	190	20	240	24
600 cycles	310	31	460	46

Tableau IV-16: Longueur en surface « L » et profondeur déduite « a » des fissures créées, après 300 cycles et 600cycles, sous Air à 300°C ; $\Delta\epsilon/2 = \pm 0.6\%$ et $d\epsilon/dt = 0.4$ ou $0.01\%/s$

Il ressort ainsi qu'à $\Delta\epsilon/2 = \pm 0.6\%$, pour différentes vitesses de déformation, seulement 300 cycles suffisent à la création d'une fissure profonde d'au moins 20µm. Ceci prouve donc que la phase d'amorçage peut être considérée comme étant très rapide dans l'air. Par conséquent, les distances entre stries de fatigue mesurées sur les éprouvettes cyclées dans l'air sont nettement supérieures aux vitesses macroscopiques. Autrement dit, les stries obtenues sous Air ne correspondent pas à un marquage cycle à cycle mais résultent vraisemblablement d'un marquage pas à pas, un pas comprenant plusieurs cycles.

Ce résultat confirme des données présentes dans la littérature. Des essais de fissuration sous Air à 300°C et $R = 0.1$ ont été menés au centre technique d'AREVA du Creusot, sur des éprouvettes CT (20mm) d'acier 316L. Les vitesses macroscopiques mesurées lors de cet essai sont en bon accord avec celles données par le code RSE-M (Règles de Surveillance en Exploitation des Matériels Mécaniques des Ilots Nucléaires REP), comme le montre la Figure IV-41. On constate en revanche, que les vitesses microscopiques (interstries) relevées sur ces éprouvettes CT ou sur d'autres éprouvettes CCT testées dans les mêmes conditions, sont supérieures aux vitesses macroscopiques pour des valeurs de ΔK inférieures à $35 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{-1/2}$. Dans un diagramme bilogarithmique, l'évolution de ces intervalles entre stries de fatigue suit une pente 2 contre une pente 4 pour les vitesses macroscopiques. Ces écarts sont attribués à la désorientation locale des stries par rapport à la direction de propagation de la fissure de fatigue [214], ou encore au fait que

l'écartement entre stries est fonction de l'ouverture en fond de fissure [215], tel que : $\delta_{CTOD} = \Delta K^2 / (4E\sigma_y)$, en conditions de déformations planes, d'où $da/dN = \Delta K^2 / (8E\sigma_y)$.

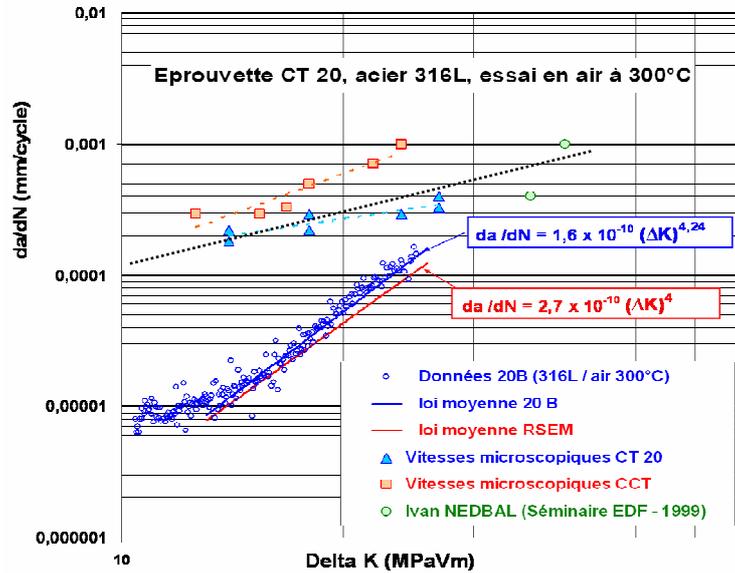


Figure IV-41: Vitesses macroscopiques obtenues sur acier inox austénitique 316L ; Essais de fissuration effectués sur éprouvettes CT-20mm, sous Air à 300°C

On ne peut donc pas utiliser les mesures d'interstries pour déterminer une loi d'évolution de la fissure principale en fatigue oligocyclique sous Air. En effet, comme l'a notamment montré Ghammouri [213] durant sa thèse portant sur l'étude du dommage en fatigue plastique du Cuivre sous Air à 20°C, les interstries conduisent à une surestimation de la vitesse de fissuration et donc à une surestimation de la durée de la phase d'amorçage.

Puisque nous pouvons considérer la phase d'amorçage des fissures comme négligeable par rapport à la durée de vie, alors une loi d'évolution de la fissure principale peut être déterminée en suivant l'approche de Tomkins et Wareing qui repose sur les équations précédentes (Équation IV-1 et Équation IV-2) et sur la relation de Manson – Coffin. Dans cette approche, la durée de vie est donc essentiellement associée au nombre de cycles de propagation ($N_R = N_p$), cf. Tableau IV-17 et du fait de cette hypothèse, les constantes C et β peuvent être reliées aux paramètres C_p et m de la relation de Manson - Coffin [203], cf. Tableau IV-18.

Nous nous proposons donc d'utiliser une telle démarche, que nous présenterons dorénavant sous le nom d'approche de type Tomkins - Wareing, afin d'établir une estimation de l'évolution de la longueur ou profondeur des fissures dans l'air à 300°C.

$\frac{da}{dN} = C \times \left(\frac{\Delta\epsilon_p}{2}\right)^\beta \times a$
$a = a_i \times \exp\left(C \times \left(\frac{\Delta\epsilon_p}{2}\right)^\beta \times N\right)$
$N_R = N_P = \frac{1}{C \times \left(\frac{\Delta\epsilon_p}{2}\right)^\beta} \times (\ln(a_f) - \ln(a_i))$

Tableau IV-17: Approche de type Tomkins et Wareing

$\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = Cp \times Nr^{-m}$
$Cp = \left(\frac{1}{C} \times \ln\left(\frac{af}{ai}\right)\right)^{\frac{1}{\beta}}$
$m = \frac{1}{\beta}$

Tableau IV-18: Relation de Manson-Coffin et relations entre les couples de paramètres C, β et Cp, m

Sous Air à 300°C, les paramètres Cp et m ont été identifiés selon la vitesse de déformation, à l'aide des durées de vie expérimentales obtenues aux amplitudes de déformation totale de ±0.3% ($\Delta\epsilon_p/2 \approx \pm 0.2\%$) et de ±0.6% ($\Delta\epsilon_p/2 \approx \pm 0.4\%$).

Ne disposant pas des durées de vie à la vitesse la plus faible de 0.001%/s, nous les avons supposées telles que : Nf = 26000 cycles à $\Delta\epsilon_p/2 = \pm 0.21\%$ et Nf = 4000 cycles à $\Delta\epsilon_p/2 = \pm 0.41\%$. Le nombre de cycles à rupture, ainsi proposé pour la plus forte amplitude, a été établi en se basant sur le suivi des fissures créées à la surface de l'éprouvette NPC13T après 300, 600, 900 et 2250 cycles. Un exemple de suivi de fissure à la surface de cette éprouvette est présenté sur la Figure IV-42. En ce qui concerne le nombre de cycles à rupture pour la plus faible amplitude, il est obtenu en supposant que l'on garde presque constante, la pente m de la relation de Manson - Coffin, cf. Figure IV-9.

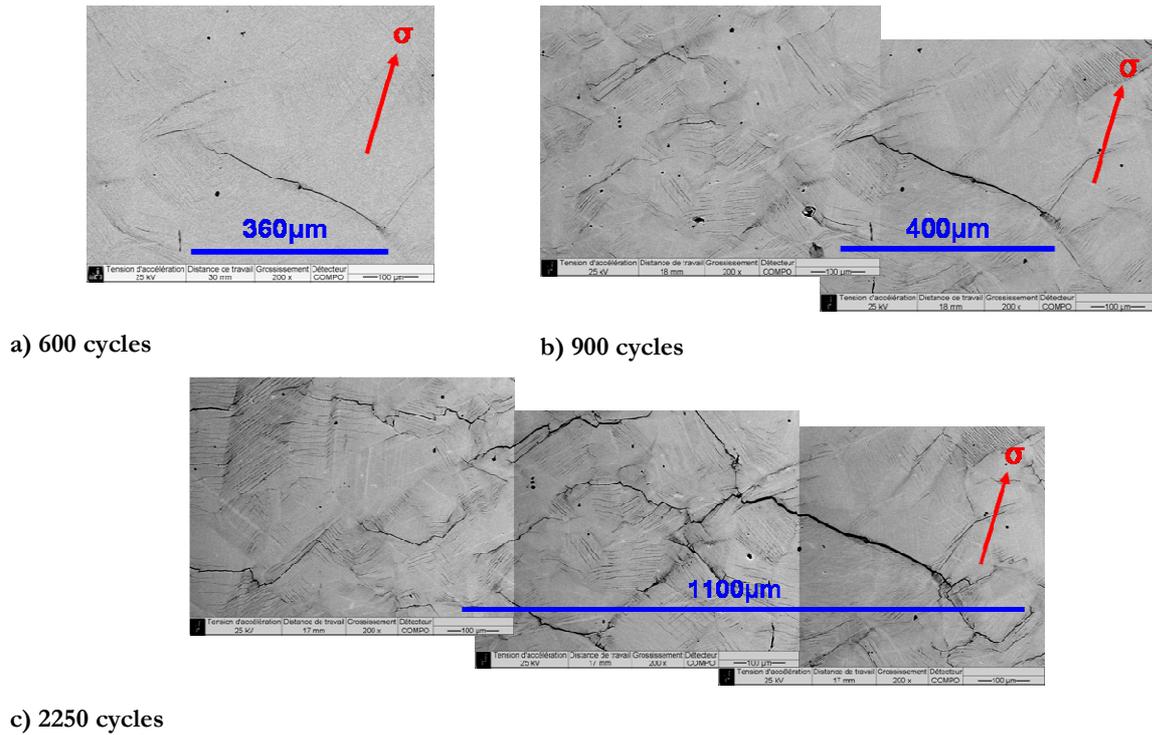


Figure IV-42: Suivi de la plus longue fissure observée après 600 cycles, à la surface de l'éprouvette NPC13T testée sous Air à 300°C ; $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ et $d\epsilon/dt = 0.001\%/s$

Puis, les constantes C et β ont été calculées en ajustant la profondeur initiale a_i . Les valeurs de ces différents facteurs sont présentées dans le Tableau IV-19 et l'évolution sous Air à 300°C de la profondeur de la fissure principale selon le nombre de cycles, est donnée sur la Figure IV-43, pour une amplitude de $\pm 0.6\%$ et différentes vitesses de déformation.

On observe sur cette figure, un accord satisfaisant entre les profondeurs déduites des mesures de longueurs en surface et celles prévues par l'utilisation de l'approche de type Tomkins - Wareing.

Afin de conforter cette loi d'évolution, nous avons rompue en traction répétée, l'éprouvette NPC05T préalablement testée 2440 cycles sous air à 300°C, $\Delta\epsilon_t/2 \approx \pm 0.6\%$ et $d\epsilon/dt = 0.01\%/s$. L'observation du faciès de rupture, cf. Figure IV-44, a révélé la présence à cette vitesse de déformation, de plusieurs fissures sur le pourtour de l'éprouvette et la coalescence de certaines d'entre elles. Leur front est plus ou moins semi - elliptique et les plages de propagation sont assez planes avec la présence de rivières. Ces fissures ont une profondeur moyenne de 150μm et une fissure profonde de 220μm se détache des autres. Cette profondeur maximale est cohérente avec notre loi d'évolution de la fissure principale.

$d\varepsilon/dt$	C_p	m	a_i	a_f	C	β
0.4%/s	0,1111	0,3738	15 μ m	3mm	8.45E ⁻³	2,675
0.01%/s	0,0964	0,3678	20 μ m	3mm	1.06E ⁻²	2,719
0.001%/s	0,0795	0,3574	25 μ m	3mm	1.45E ⁻²	2,798

Tableau IV-19: Identification des couples de paramètres C_p , m et C , β selon la vitesse de déformation, sous Air à 300°C

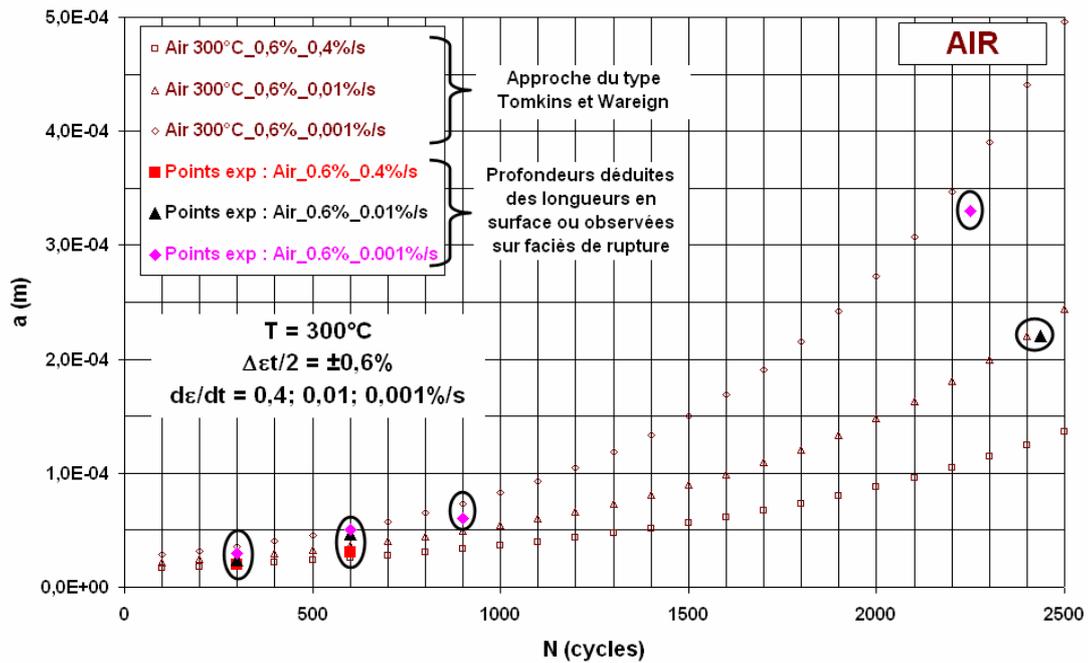


Figure IV-43: Evolution de la profondeur de la fissure principale selon le nombre de cycles, sous Air à 300°C et $\Delta\varepsilon t/2 = \pm 0,6\%$, pour différentes vitesses de déformation ; Comparaison entre les profondeurs prévues par l'approche Tomkins - Wareing et celles mesurées

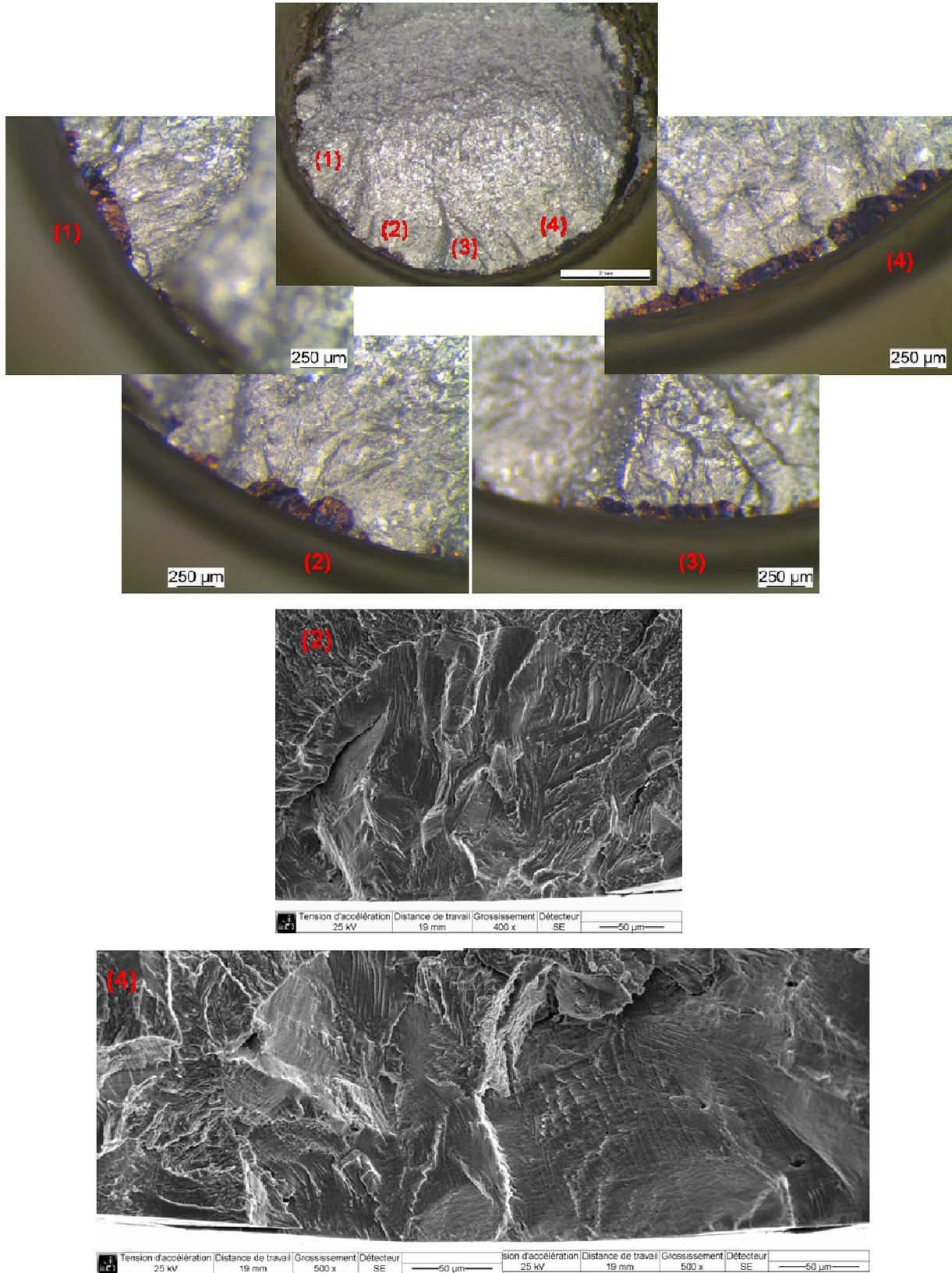


Figure IV-44: Faciès de rupture de l'éprouvette NPC05T testée 2440 cycles sous AIR à 300°C ; $\Delta\epsilon/2 = \pm 0.6\%$ et $d\epsilon/dt = 0.01\%/s$

Enfin, la Figure IV-45 sur laquelle sont comparées les profondeurs prévues par l'utilisation de l'approche de type Tomkins - Wareing avec celles calculées à l'aide des mesures d'interstries, illustre bien le fait que les mesures d'interstries sous Air surestiment fortement la vitesse de propagation et particulièrement à faible amplitude de déformation comme le confirme la Figure IV-46.

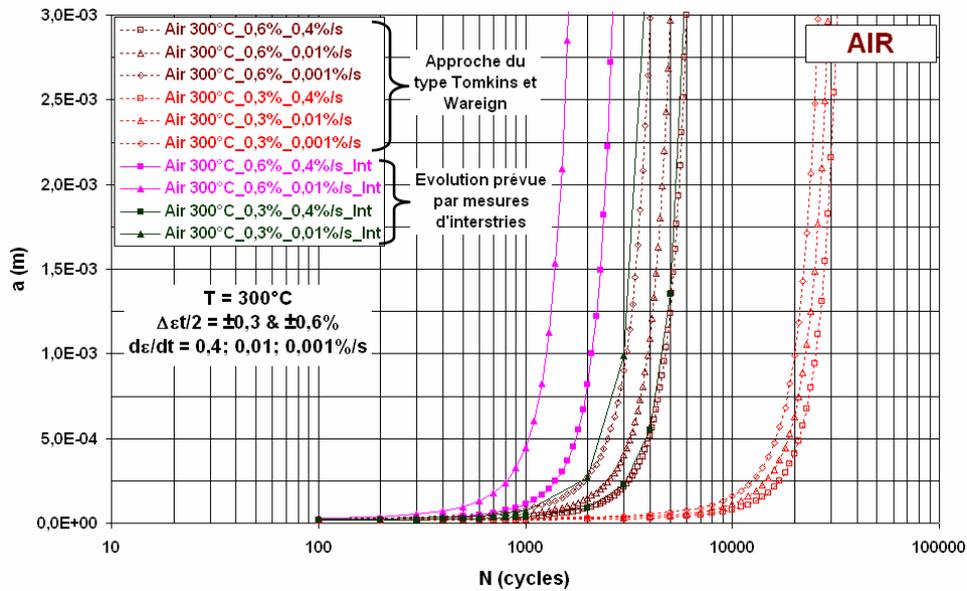


Figure IV-45: Evolution de la profondeur de la fissure principale selon le nombre de cycles, sous Air à 300°C, pour différentes vitesses et amplitudes de déformation ; Comparaison entre les profondeurs prévues par l'approche Tomkins - Wareing et celles calculées avec les mesures d'interstries

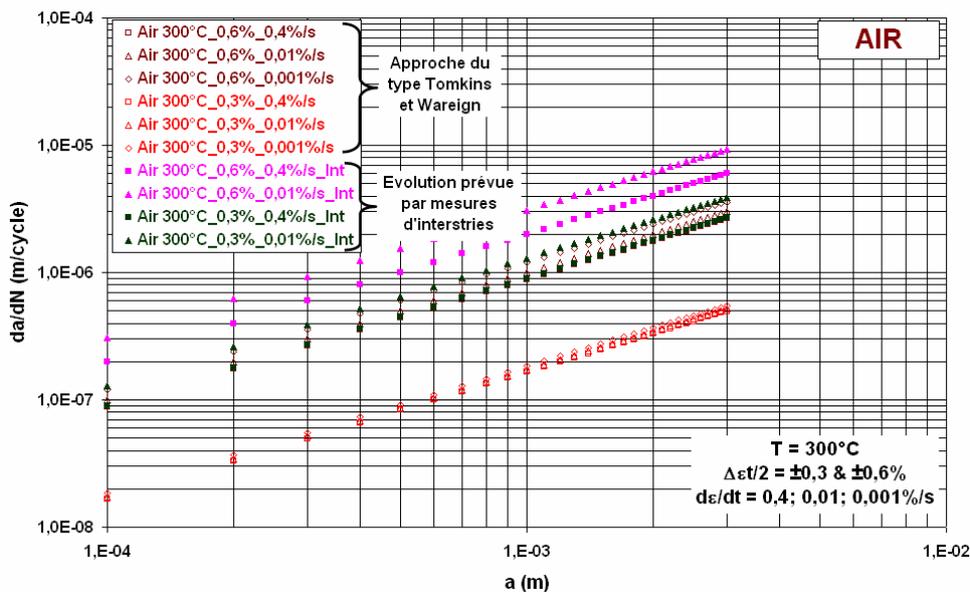


Figure IV-46: Evolution de la vitesse de propagation de la fissure principale selon le nombre de cycles, sous Air à 300°C, pour différentes vitesses et amplitudes de déformation ; Comparaison entre les vitesses prévues par l'approche Tomkins - Wareing et celles calculées avec les mesures d'interstries

IV.2.2.3 Etude des interstries sous REP à 300°C

Nous pouvons appliquer la même démarche à l'étude des stries de fatigue observées sur les faciès de rupture, cf. Figure IV-47, d'éprouvettes testées en milieu eau primaire REP à différentes vitesses et amplitudes de déformation. Les fonctions d'interpolation des mesures d'interstries sont présentées sur la Figure IV-48.

Comme pour la section précédente, on peut évaluer une phase de propagation en fixant une profondeur initiale de fissure « ai » et une profondeur finale à rupture « af ». En milieu eau REP, nous avons fait varier « ai » entre 5 et 30µm selon la vitesse de déformation afin de prendre en compte l'effet plus néfaste des faibles vitesses de sollicitation dans ce milieu.

A $\Delta\epsilon_i/2 = \pm 0.6\%$ et $d\epsilon/dt = 0.01$ ou $0.001\%/s$, les nombres de cycles de propagation, obtenus par intégration des courbes « da/dN vs. a » déduites des mesures d'interstries, sont en bon accord avec les durées de vie expérimentales. Ces résultats indiquent que les distances entre stries de fatigue peuvent être considérées comme des vitesses microscopiques elles mêmes en assez bon accord avec les vitesses macroscopiques. On peut considérer dans ce cas qu'il se crée une strie par cycle en milieu eau primaire REP.

En revanche, pour une vitesse de déformation de $0.4\%/s$ ou pour une amplitude de déformation de $\pm 0.3\%$, la durée de la phase de propagation est légèrement inférieure à la durée de vie. Une courte phase d'amorçage d'environ 300 cycles semble devoir être introduite. Cependant, à $\Delta\epsilon_i/2 = \pm 0.6\%$ et pour une profondeur donnée, nous constatons que la distance interstries est plus grande à la vitesse de déformation de $0.4\%/s$ qu'à la vitesse la plus faible de $0.001\%/s$. Ceci n'est pas en accord avec le classement des durées de vie. Nous reviendrons plus loin sur ce paradoxe après avoir analysé les caractéristiques de l'endommagement sur les faciès et coupes longitudinales d'essais interrompus.

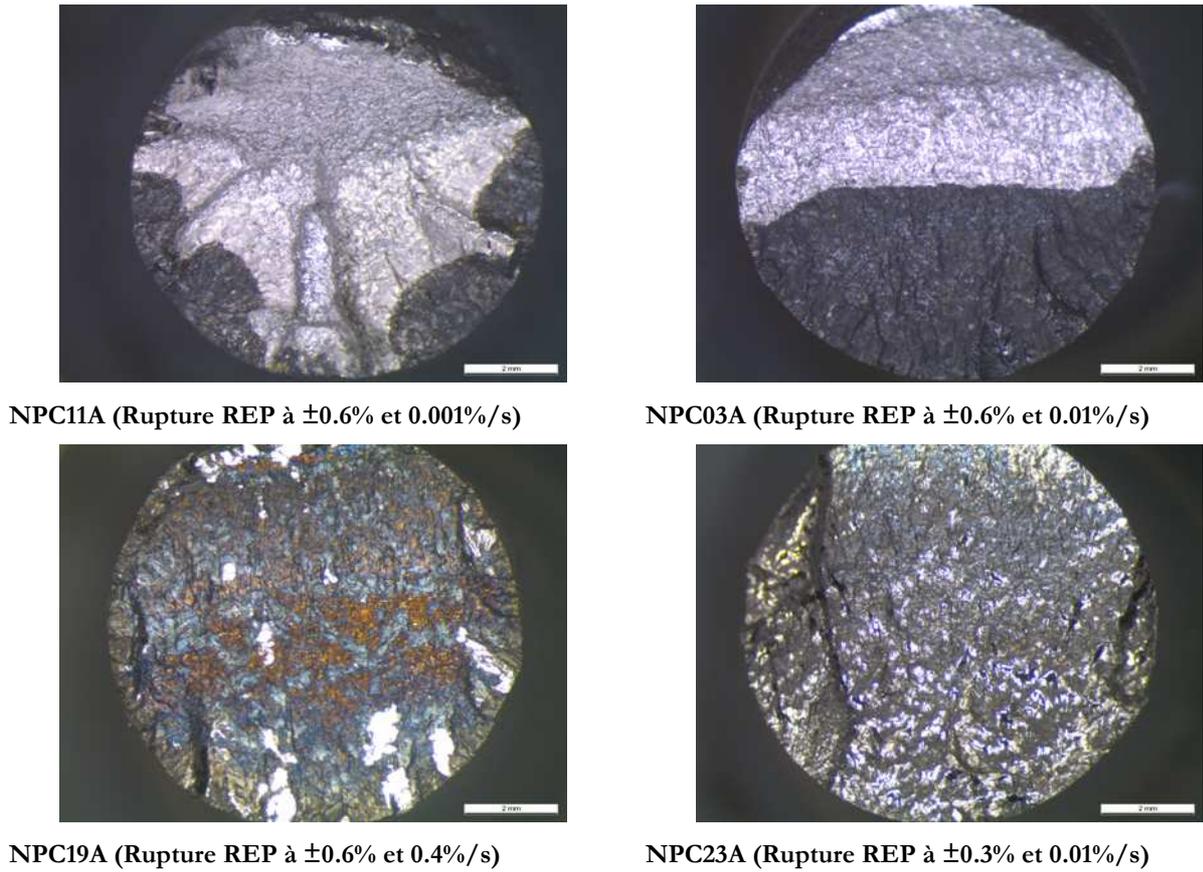


Figure IV-47: Faciès de rupture d'éprouvettes testées sous REP à 300°C ; $\Delta\epsilon/2 = \pm 0.3$ ou $\pm 0.6\%$ et $d\epsilon/dt = 0.4, 0.01$ ou $0.001\%/s$, utilisés pour les mesures d'interstries

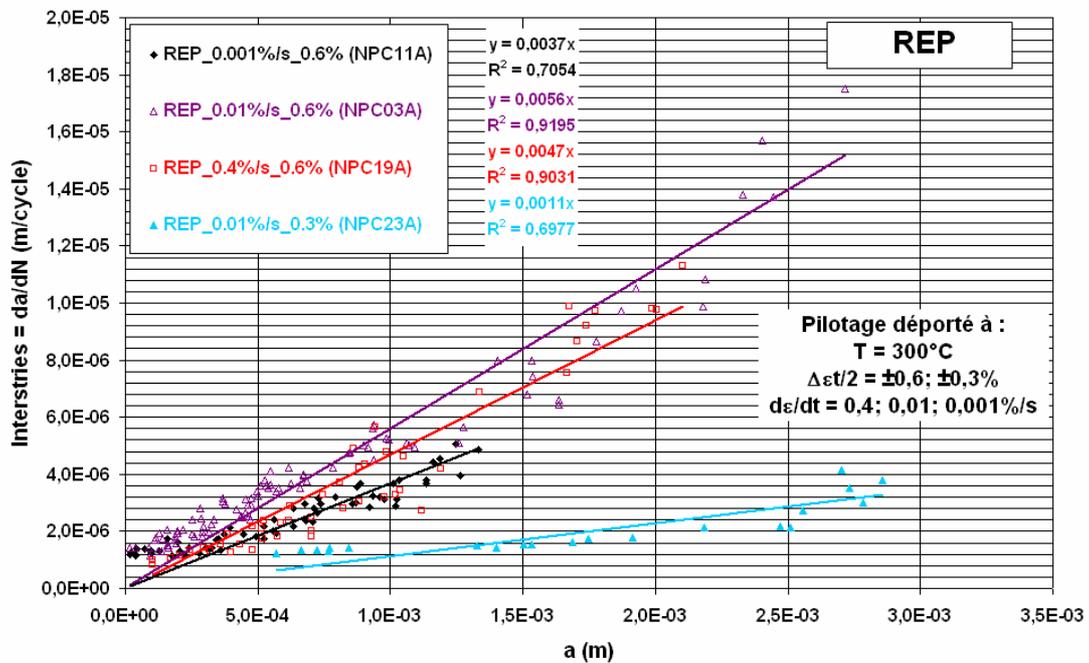


Figure IV-48: Interstries vs. Profondeur, selon la vitesse et l'amplitude de déformation ; Mesures réalisées sur des faciès d'éprouvettes testées sous REP à T = 300°C

$d\epsilon/dt$	0.4%/s	0.01%/s		0.001%/s
$\Delta\epsilon_t/2$	$\pm 0.6\%$	$\pm 0.6\%$	$\pm 0.3\%$	$\pm 0.6\%$
$\Delta\epsilon_p/2$	$\pm 0.43\%$	$\pm 0.42\%$	$\pm 0.22\%$	$\pm 0.41\%$
$N_f \text{ exp}$	$\approx 1700 \text{ cyc}$	$\approx 1000 \text{ cyc}$	$\approx 5500 \text{ cyc}$	$\approx 1200 \text{ cyc}$
a_i	5 μm	10 μm	10 μm	30 μm
a_f	3mm	3mm	3mm	3mm
Pente p	4.7E ⁻³	5.6E ⁻³	1.1E ⁻³	3,7E ⁻³
$N_p \text{ calculé}$	$\approx 1400 \text{ cyc}$	$\approx 1000 \text{ cyc}$	$\approx 5200 \text{ cyc}$	$\approx 1200 \text{ cyc}$
$N_a \text{ déduit}$	$\approx 300 \text{ cyc}$	$\approx 0 \text{ cyc}$	$\approx 300 \text{ cyc}$	$\approx 0 \text{ cyc}$

Tableau IV-20: Nombres de cycles de propagation déduits des mesures d'interstries et comparés selon la vitesse et l'amplitude de déformation, aux durées de vie expérimentales, sous REP à 300°C

Dans le but de vérifier la pertinence des lois d'évolution obtenues, les éprouvettes, listées dans le Tableau IV-21, qui ont été testées sous REP à $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ et jusqu'à différentes fractions de durées de vie, ont été utilisées afin d'établir quelques relations profondeur - nombre de cycles, en observant les faciès de rupture ou des coupes longitudinales (cf. Figure IV-49 à Figure IV-55). Le Tableau IV-21 donne également les étapes de préparation de chaque éprouvette.

Repère	$d\epsilon/dt$	Nombre de cycles	Conditions d'observations
NPC12A	0.4%/s	600	Cyclée sous Air dans les mêmes conditions puis rompue en traction répétée à 20°C : Observation du faciès de rupture
NPC02A	0.01%/s	300	Idem
NPC09A	0.01%/s	600	Idem
NPC13A	0.01%/s	600	Rompue en traction répétée à 20°C : Observation du faciès
NPC07A	0.001%/s	300	Coupe longitudinale
NPC10A	0.001%/s	400	Essai arrêté sous REP à 400 cycles après une surcharge due à une coupure de courant. Eprouvette cyclée (200 fois) sous Air dans les mêmes conditions puis rompue en traction répétée à 20°C : Observation du faciès de rupture
NPC08A	0.001%/s	600	Rompue en traction répétée à 20°C : Observation du faciès

Tableau IV-21: Eprouvettes testées de manière interrompue sous REP (T = 300°C et $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$) ; Observation de faciès ou de coupes longitudinales pour déterminer les profondeurs atteintes

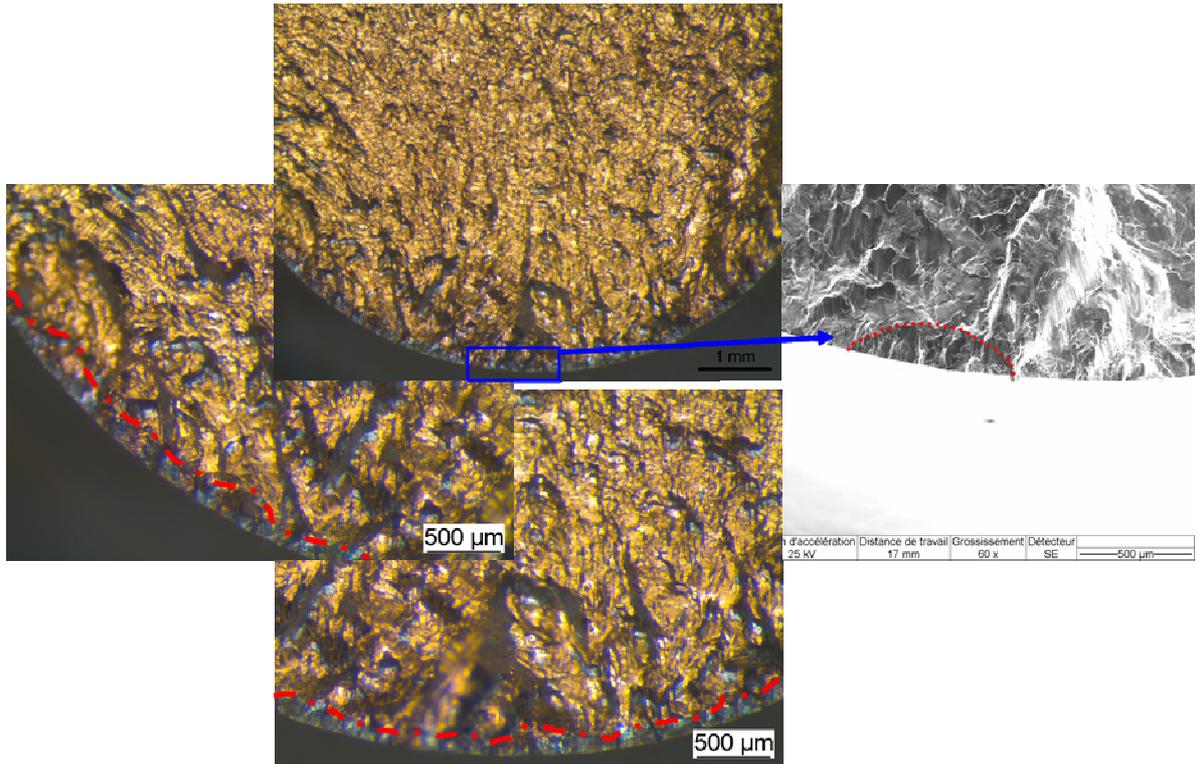


Figure IV-49: Faciès de rupture de l'éprouvette NPC12A testée 600 cycles sous REP à 300°C ; $\Delta\epsilon/2 = \pm 0.6\%$ et $d\epsilon/dt = 0.4\%/s$

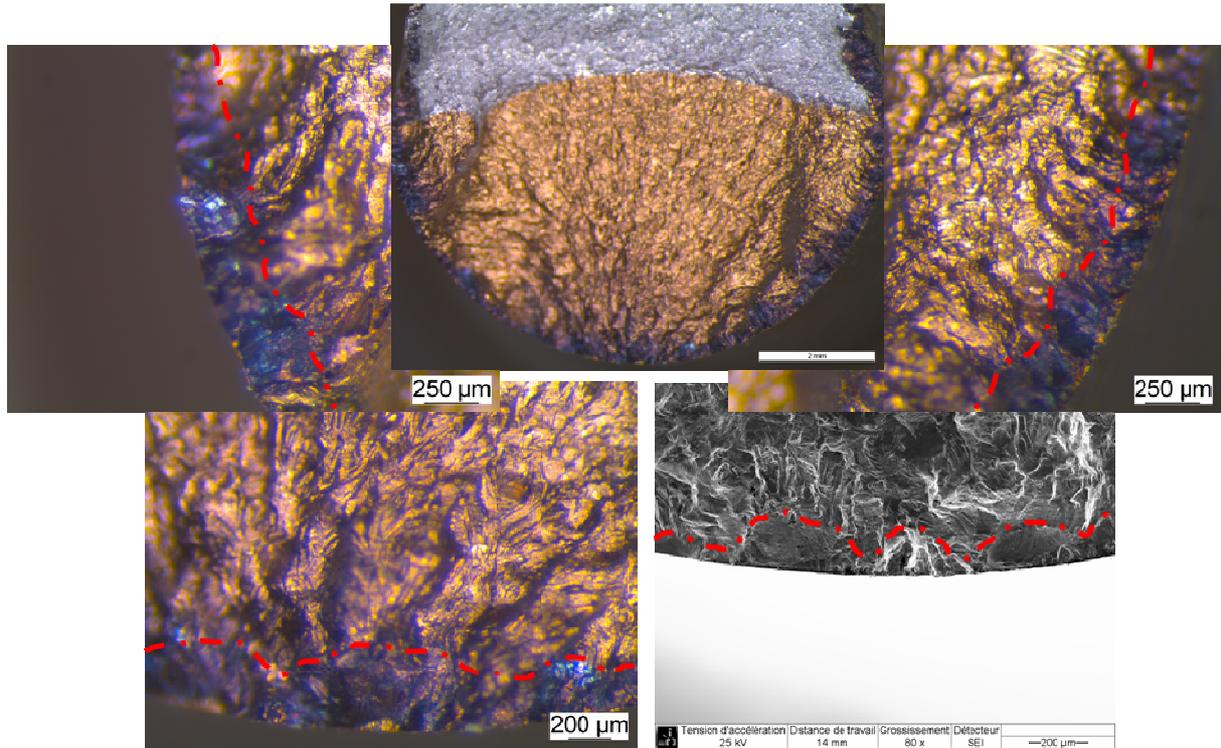


Figure IV-50: Faciès de rupture de l'éprouvette NPC02A testée 300 cycles sous REP à 300°C ; $\Delta\epsilon/2 = \pm 0.6\%$ et $d\epsilon/dt = 0.01\%/s$

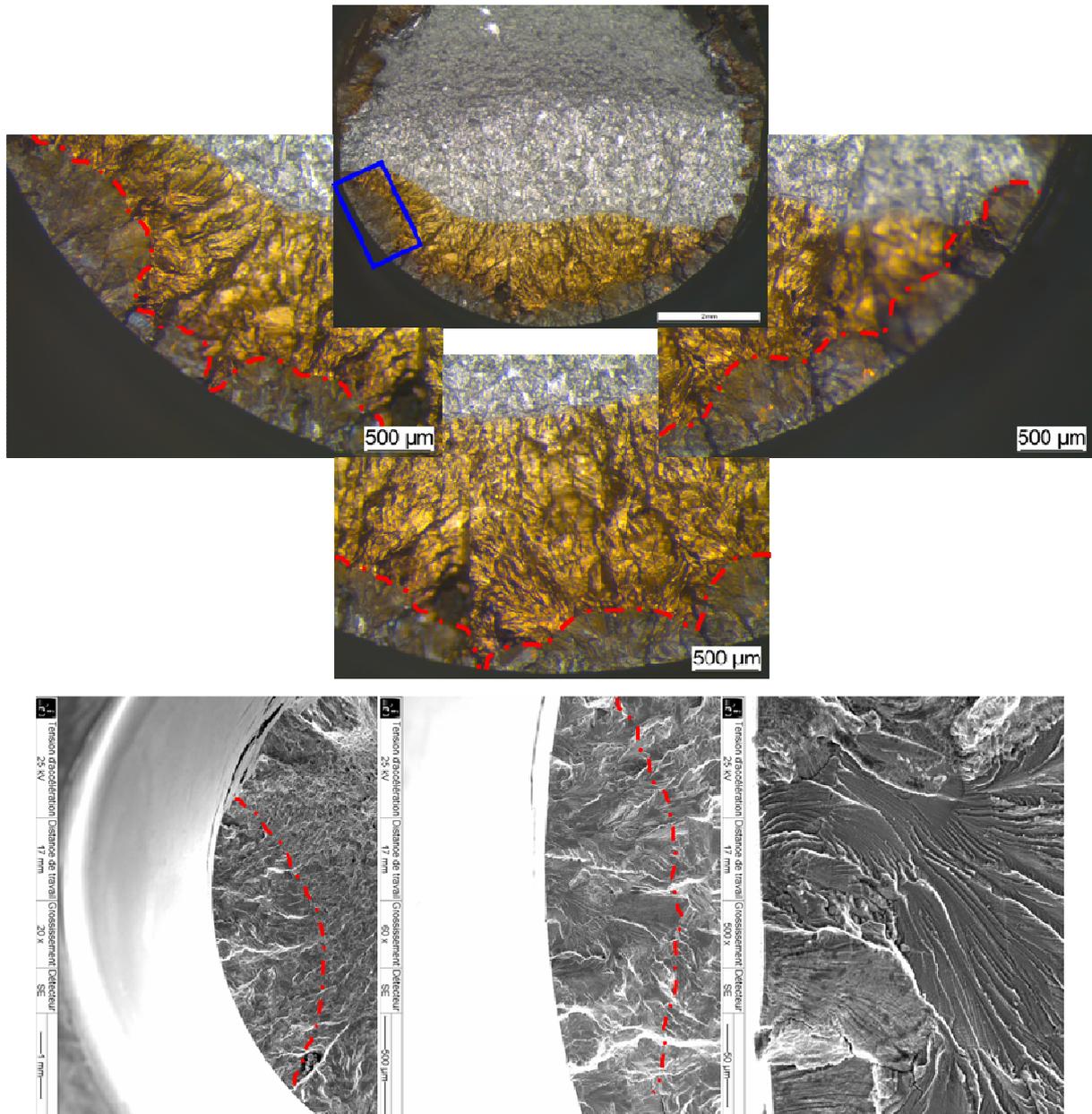


Figure IV-51: Faciès de rupture de l'éprouvette NPC09A testée 600 cycles sous REP à 300°C ; $\Delta\epsilon/2 = \pm 0.6\%$ et $d\epsilon/dt = 0.01\%/s$

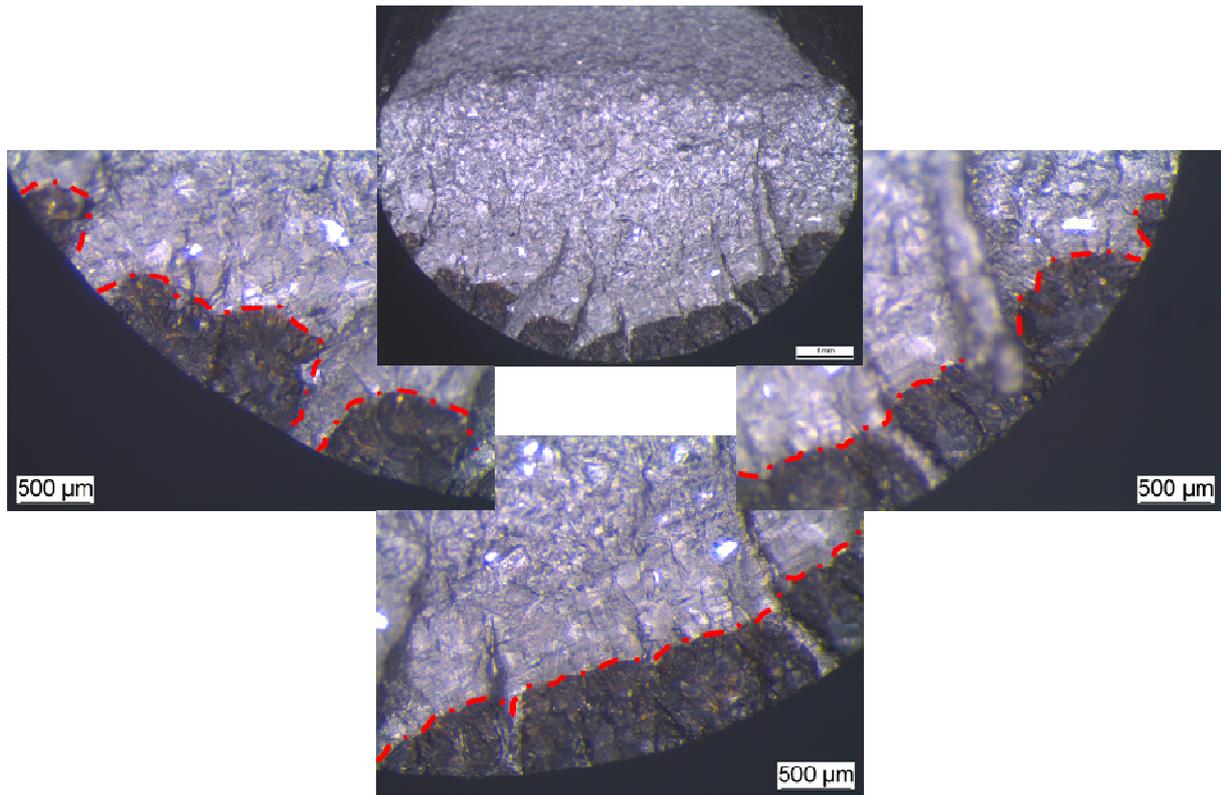


Figure IV-52: Faciès de rupture de l'éprouvette NPC13A testée 600 cycles sous REP à 300°C ; $\Delta\epsilon/2 = \pm 0.6\%$ et $d\epsilon/dt = 0.01\%/s$



Figure IV-53: Exemple d'une fissure de plus de 100μm de profondeur interceptée sur une coupe longitudinale de l'éprouvette NPC07A testée 300 cycles sous REP à 300°C ; $\Delta\epsilon/2 = \pm 0.6\%$ et $d\epsilon/dt = 0.001\%/s$

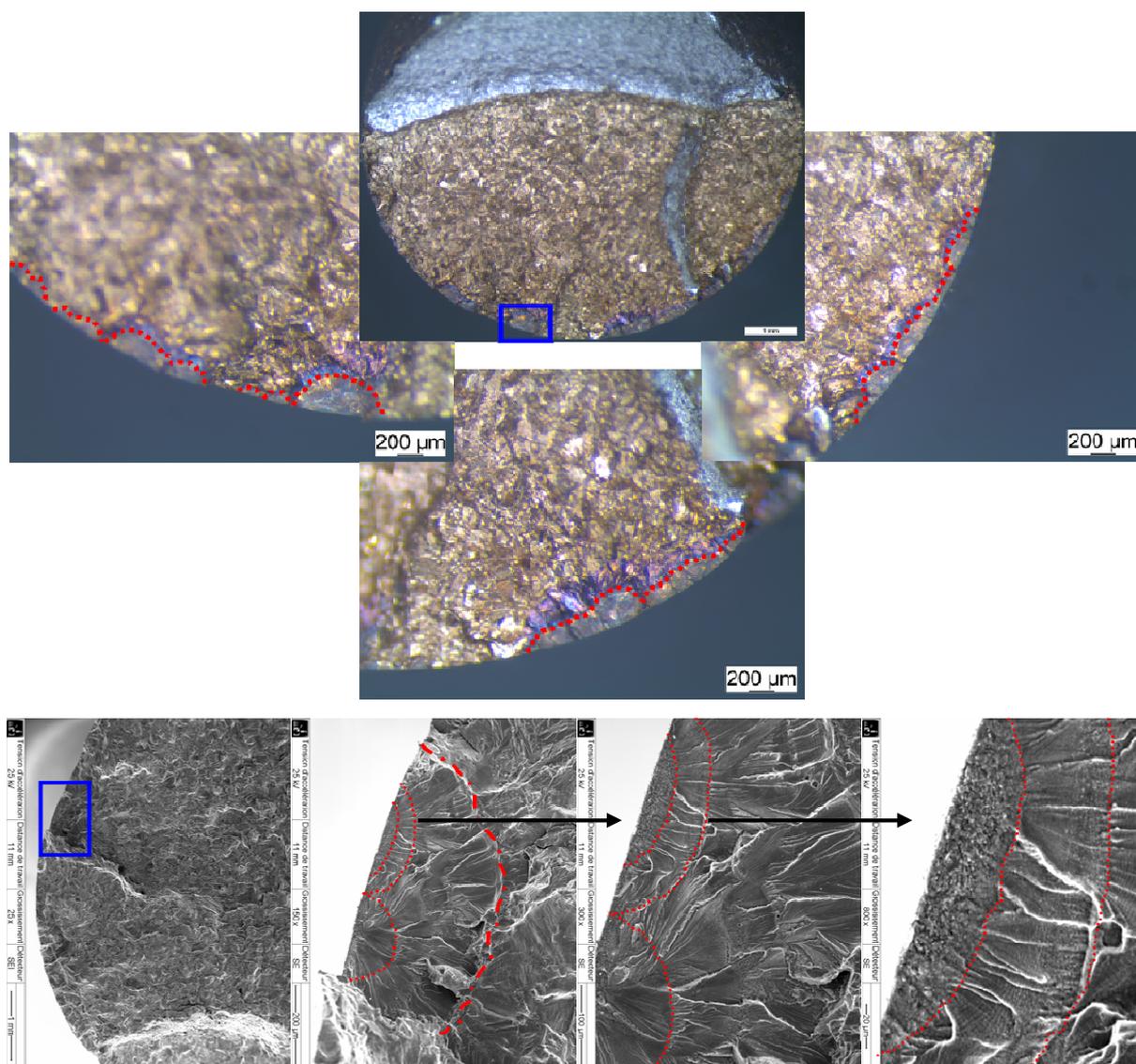


Figure IV-54: Faciès de rupture de l'éprouvette NPC10A testée 400 cycles sous REP à 300°C ; $\Delta\epsilon/2 = \pm 0.6\%$ et $d\epsilon/dt = 0.001\%/s$

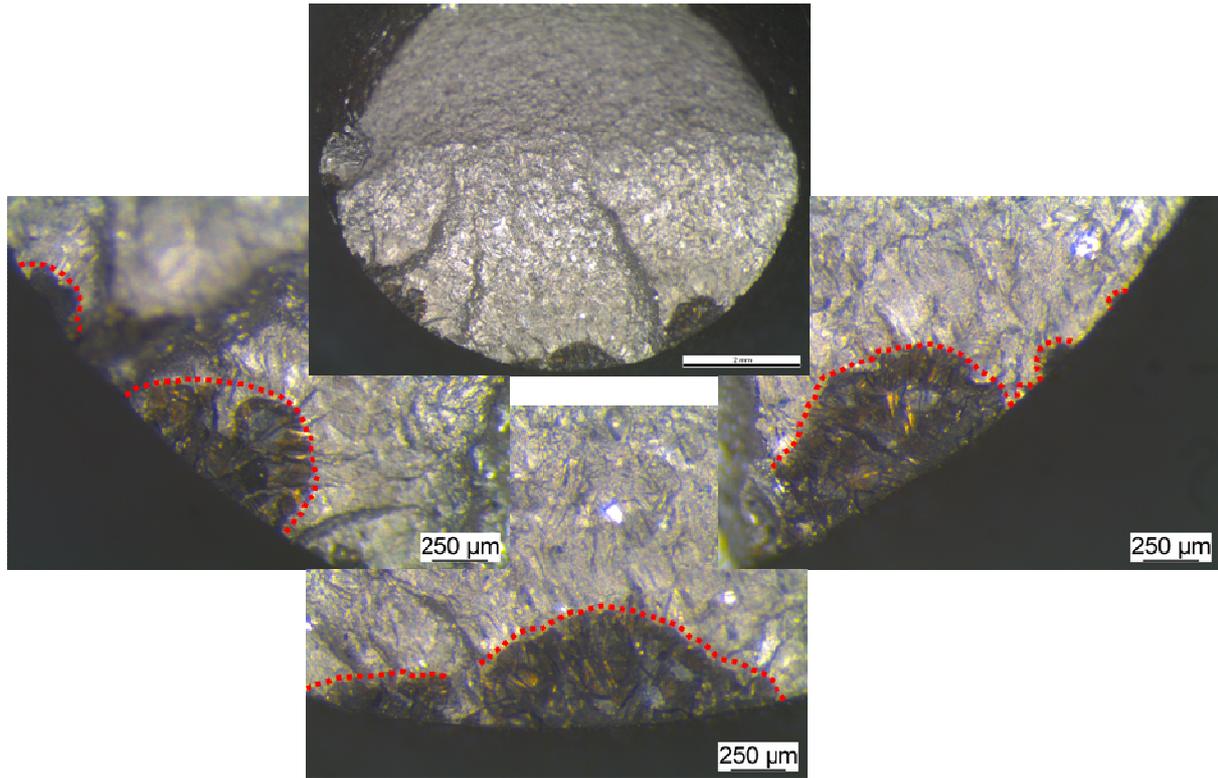


Figure IV-55: Faciès de rupture de l'éprouvette NPC08A testée 600 cycles sous REP à 300°C ; $\Delta\epsilon/2 = \pm 0.6\%$ et $d\epsilon/dt = 0.001\%/s$

Ces différents faciès confirment l'importante multifissuration en milieu eau primaire REP, déjà observée sur les fûts d'éprouvettes et illustrent l'importance de la coalescence. Ainsi, la fissure observée et mesurée en surface ne possède pas un front de fissure homogène, mais comprend plusieurs fronts semi-circulaires de profondeur variable. L'avance de ces différents fronts est d'ailleurs plus rapide à la vitesse intermédiaire de 0.01%/s ce qui tend à confirmer la durée de vie plus faible obtenue à cette vitesse en comparaison de celle observée à 0.001%/s. Pour ces deux vitesses de déformation, on observe dès 20 - 30µm de profondeur, la présence de stries de fatigue sur des plages planes comme le montrent la Figure IV-51 et la Figure IV-54.

Les profondeurs déduites de ces observations sont donc listées dans le Tableau IV-22, sous la forme d'intervalles qui ne tiennent pas compte des fissures de faible dimension. On constate sur la Figure IV-56, que les profondeurs maximales atteintes sont supérieures à celles prévues par les lois d'évolution (déterminées à partir des mesures d'interstries) qui supposent la propagation d'une fissure unique. Ainsi, l'utilisation des vitesses microscopiques permet d'obtenir pour le milieu eau REP, une loi d'évolution des fissures en bon accord avec les durées de vie, mais qui sous-estime (à la dispersion expérimentale près), les profondeurs maximales observées à l'aide d'essais interrompus avant rupture.

$d\epsilon/dt$	0.4%/s	0.01%/s	0.001%/s
300 cycles	/	$130 \leq a \leq 370 \mu\text{m}$	$100 \leq a \leq 260 \mu\text{m}$
400 cycles	/	/	$130 \leq a \leq 310 \mu\text{m}$
600 cycles	$120 \leq a \leq 180 \mu\text{m}$	$400 \leq a \leq 670 \mu\text{m}$ $450 \leq a \leq 730 \mu\text{m}$	$300 \leq a \leq 600 \mu\text{m}$

Tableau IV-22: Profondeurs des fissures atteintes selon le nombre de cycles et selon la vitesse de déformation ; Eprouvettes testées sous REP à 300°C et à $\Delta\epsilon_i/2 = \pm 0.6\%$

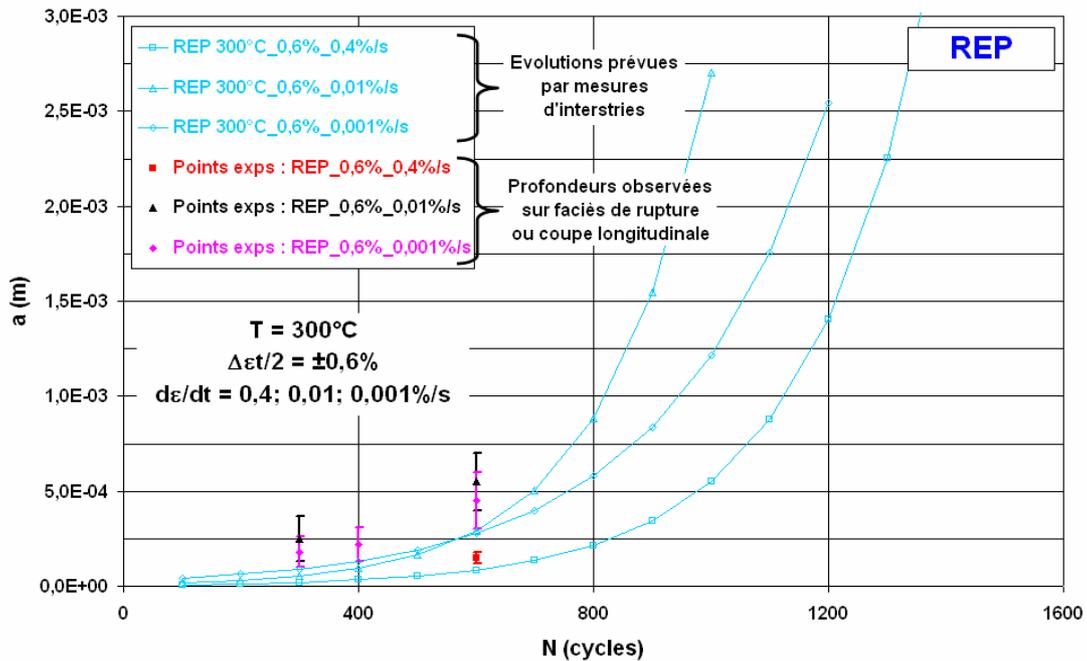


Figure IV-56: Evolution de la profondeur de la fissure principale selon le nombre de cycles, sous REP à 300°C et $\Delta\epsilon_i/2 = \pm 0.6\%$, pour différentes vitesses de déformation ; Comparaison entre les lois définies par les mesures d'interstries et les mesures expérimentales faites sur coupe ou faciès

Par ailleurs, nous avons voulu vérifier que la relation donnant l'évolution de la fissure principale, établie à partir des durées de vie en milieu REP (approche de Tomkins – Wareing), ne soit pas mieux à même de prévoir les profondeurs maximales que celle déterminée à partir de l'évolution des interstries.

Nous avons supposé une durée de vie de 6000 cycles pour un essai conduit à $\Delta\epsilon_i/2 = \pm 0.3\%$ et $d\epsilon/dt = 0.001\%/s$, dans cet environnement. Les coefficients C_p , m , C et β correspondants sont donnés dans le Tableau IV-23, pour des essais conduits sous REP à différentes vitesses de déformation.

Les profondeurs prévues par cette approche sont en accord avec celles prédites par les mesures d'interstries à l'exception d'un léger décalage à la vitesse de déformation la plus rapide, cf. Figure

IV-57, mais les profondeurs maximales atteintes sont toujours inférieures à celles constatées expérimentalement.

$d\epsilon/dt$	C_p	m	a_i	a_f	C	β
0.4%/s	0,0595	0,3531	5 μ m	3mm	4.10E-2	2,832
0.01%/s	0,0577	0,3793	10 μ m	3mm	5.62E-2	2,636
0.001%/s	0,0781	0,4157	30 μ m	3mm	3.28E-2	2,406

Tableau IV-23: Identification des couples de paramètres C_p , m et C , β selon la vitesse de déformation, sous REP à 300°C

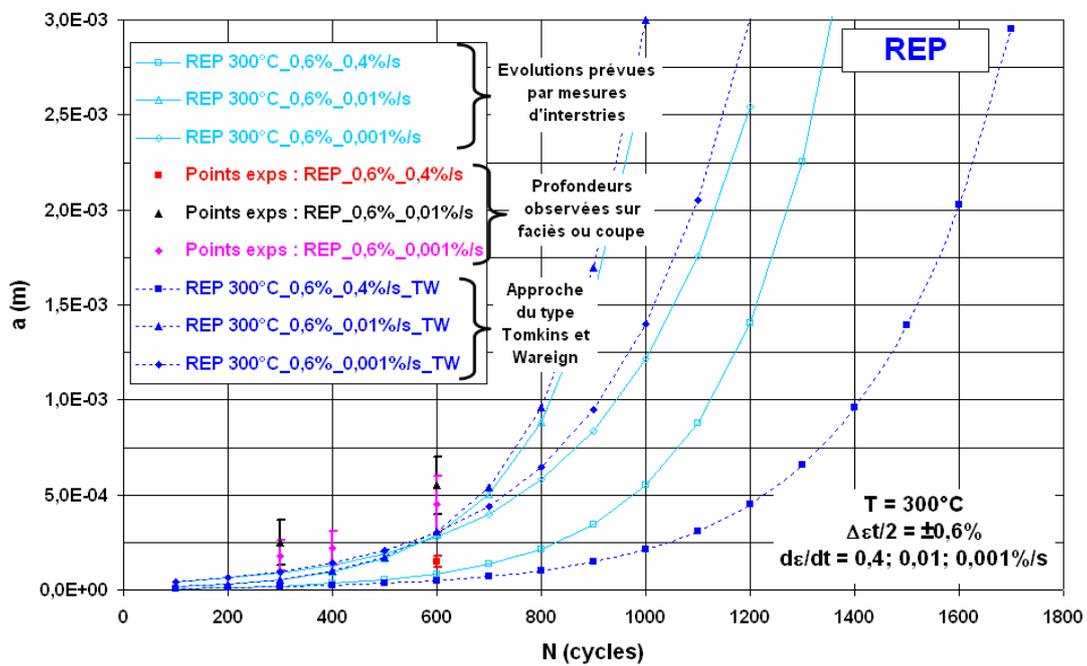


Figure IV-57: Evolution de la profondeur de la fissure principale selon le nombre de cycles, sous REP à 300°C et $\Delta\epsilon t/2 = \pm 0,6\%$, pour différentes vitesses de déformation ; Comparaison entre les lois définies par les mesures d'interstries, les mesures expérimentales faites sur coupe ou faciès et les lois calculées par l'approche de type Tomkins et Wareing

La sous-estimation des profondeurs maximales atteintes, par l'approche de type Tomkins - Wareing ou par les mesures d'interstries, peut s'expliquer par la multifissuration importante en milieu REP. En effet, la durée de vie des éprouvettes testées dans cet environnement ne résulte pas de la propagation d'une fissure unique, mais de la croissance de nombreuses fissures qui interagissent les unes avec les autres, en particulier pour les faibles vitesses de déformation. Les fissures peuvent ainsi coalescer et accélérer la formation puis la propagation de la fissure principale. Mais elles peuvent à l'inverse provoquer par effet de « décharge », une diminution de la contrainte locale en pointe de fissure entraînant alors une diminution de la vitesse de

propagation de chacune d'entre elles. C'est d'ailleurs cet effet de décharge qui nous semble en partie pouvoir expliquer la durée de vie aussi élevée, de l'éprouvette testée sous REP à $\Delta\epsilon t/2 = \pm 0.6\%$ et $d\epsilon/dt = 0.001\%/s$. Pour les faibles vitesses de déformation, la rupture ne résulte pas de la propagation d'une fissure unique atteignant une profondeur critique mais de la propagation de multiples fissures sur la circonférence de l'éprouvette.

Une évolution réaliste de l'endommagement à différents stades de la durée de vie doit prendre en compte toutes ces interactions entre fissures. Ainsi, l'identification d'une loi de fissuration, à partir de la durée de vie ou grâce à l'ensemble de la courbe « interstries – profondeur de fissure », tend à moyenniser les effets d'interactions mais sous-estime la cinétique d'endommagement dans les premières étapes du cyclage.

On peut tenter d'estimer la cinétique de croissance d'une fissure unique, en restreignant l'intervalle de profondeurs considéré pour limiter les effets des interactions entre fissures. Ainsi, si l'on ne considère que les mesures d'interstries effectuées sur une profondeur de $500\mu m$, cf. Figure IV-58, nous obtenons de nouvelles valeurs des pentes « p » qui se classent alors dans le bon ordre des durées de vie selon les vitesses de déformation de 0.4 et de $0.001\%/s$ et la valeur de la pente « p » obtenue pour une vitesse de déformation de $0.01\%/s$ reste toujours la plus importante. Les pentes obtenues décrivent bien le comportement entre une profondeur d'environ $150\mu m$ et une profondeur de $500\mu m$. En dessous $150\mu m$, les valeurs d'interstries sont supérieures à la valeur estimée, car nous sommes dans le domaine des fissures courtes.

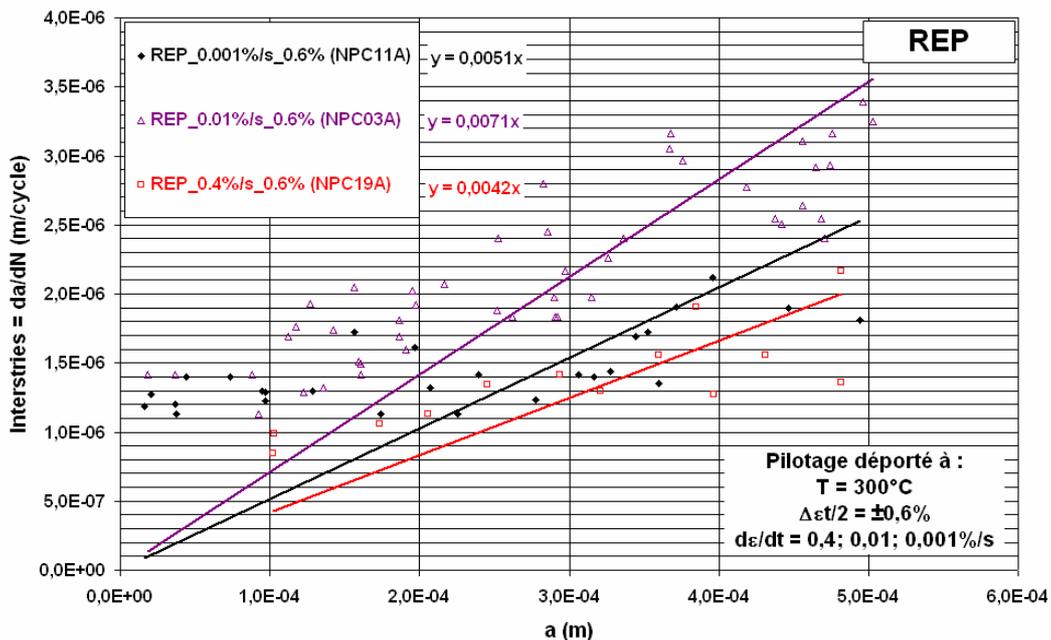


Figure IV-58: Interstries vs. Profondeur, selon la vitesse de déformation ; Mesures réalisées entre 20 et $500\mu m$ de profondeur, sur des faciès d'éprouvettes testées sous REP à $T = 300^\circ C$ et $\Delta\epsilon t/2 = \pm 0.6\%$

Pour que cette démarche soit validée, on doit vérifier que l'on a bien pour une vitesse de sollicitation donnée, une relation du type : $\frac{da}{dN} = C \times \left(\frac{\Delta \epsilon_p}{2}\right)^\beta \times a$. Ceci peut être réalisé à la vitesse de déformation de 0.01%/s, pour laquelle nous disposons de mesures d'interstries à deux niveaux d'amplitude de sollicitation. En procédant de la manière décrite dans le Tableau IV-24, nous retrouvons des valeurs des coefficients β , m et C très proches de celles déterminées précédemment, cf. Tableau IV-23 et nous validons ainsi les valeurs de pentes « p » obtenues.

(1) Pente « p » à $\Delta \epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ ou $\Delta \epsilon_p/2 \approx \pm 0.4\%$	7,1E ⁻³	$= C \times \left(\frac{\Delta \epsilon_p}{2}\right)^\beta$
(2) Pente « p » à $\Delta \epsilon_t/2 = \pm 0.3\%$ ou $\Delta \epsilon_p/2 \approx \pm 0.2\%$	1,1E ⁻³	
(1)/(2)	6.45	$= (2)^\beta$
β	2.69	$= \frac{1}{m}$
m	0.37	$= \frac{1}{\beta}$
C à $\Delta \epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$	8,3.10 ⁻²	$= \frac{p}{\left(\frac{\Delta \epsilon_p}{2}\right)^\beta}$
C à $\Delta \epsilon_t/2 = \pm 0.3\%$	8,3.10 ⁻²	

Tableau IV-24: Vérification de la validité des pentes « p » obtenues à l'aide des mesures d'interstries, à la vitesse de déformation de 0.01%/s

Ainsi, en faisant l'hypothèse d'une fissure unique qui se propagerait avec la vitesse définie par cette méthode, on obtiendrait alors des nombres de cycles de propagation, cf. Tableau IV-25, plus faibles que ceux obtenus précédemment, cf. Tableau IV-20.

dε/dt	0.4%/s	0.01%/s		0.001%/s
$\Delta \epsilon_t/2$	±0.6%	±0.6%	±0.3%	±0.6%
$\Delta \epsilon_p/2$	±0.43%	±0.42%	Inchangé	±0.41%
N_f exp	≈ 1700 cyc	≈ 1000 cyc		≈ 1200 cyc
ai	10μm	10μm		25μm
af	3mm	3mm		3mm
Pente p	4,2.10 ⁻³	7,1.10 ⁻³		5,1.10 ⁻³
N_p calculé	≈ 1360 cyc	≈ 800 cyc		≈ 940 cyc

Tableau IV-25: Nombres de cycles de propagation déduits des mesures d'interstries réalisées entre 20 et 500μm de profondeur ; Comparaisons avec les durées de vie expérimentales, sous REP à 300°C

Quelle que soit la vitesse de déformation, cette méthode permet de prédire correctement les profondeurs maximales atteintes après 400 et/ou 600 cycles, mais elle sous-estime encore les profondeurs maximales observées à 300 cycles, cf. Figure IV-59, particulièrement à la vitesse de déformation intermédiaire de 0.01%/s.

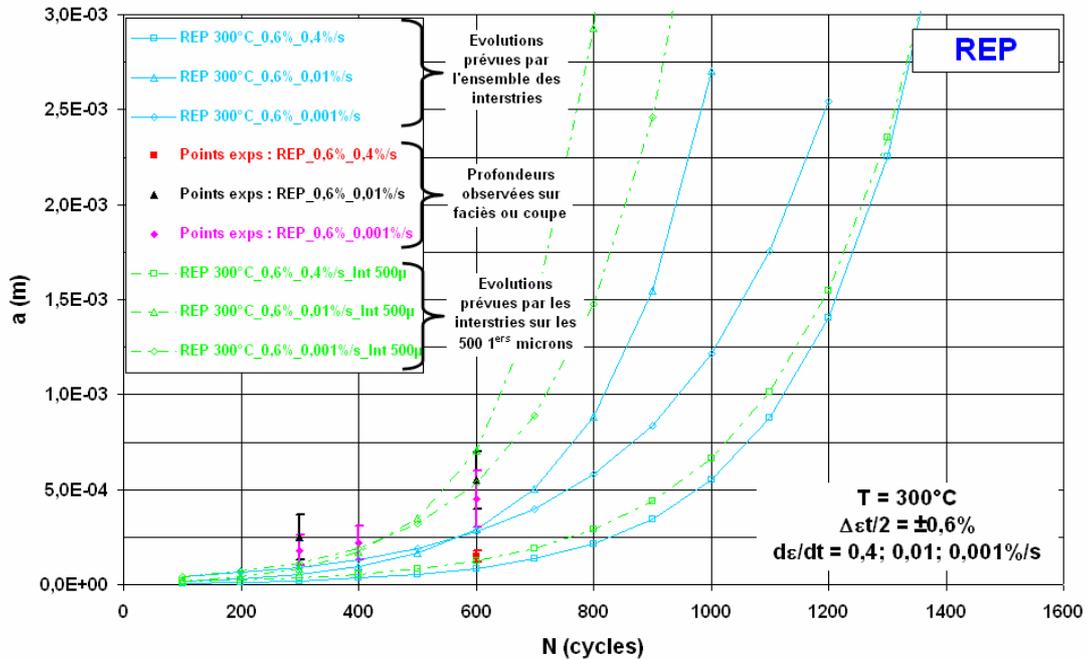


Figure IV-59: Evolution de la profondeur de la fissure principale selon le nombre de cycles, sous REP à 300°C et $\Delta\epsilon t/2 = \pm 0.6\%$, pour différentes vitesses de déformation ; Placement des évolutions définies à l'aide des mesures d'interstries réalisées entre 20 et 500 μ m de profondeur

Il est clair que pour rendre compte des profondeurs des fissures, atteintes à 300 cycles, il serait nécessaire de considérer une dimension de fissure à l'amorçage plus élevée. Ainsi, en prenant une valeur de $a_i = 40\mu\text{m}$ pour $d\epsilon/dt = 0.01\%/s$ ou une valeur de $a_i = 50\mu\text{m}$ pour $d\epsilon/dt = 0.001\%/s$, nous constatons sur la Figure IV-60, que les profondeurs prédites par cette relation sont alors en accord avec celles observées après 300 cycles. A l'inverse, on surestime ainsi fortement les profondeurs atteintes aux plus grands nombres de cycles (notamment à la vitesse intermédiaire de 0,01%/s), ce qui pourrait s'expliquer par des phénomènes de décharge dus à une multifissuration très importante dès 400 cycles environ.

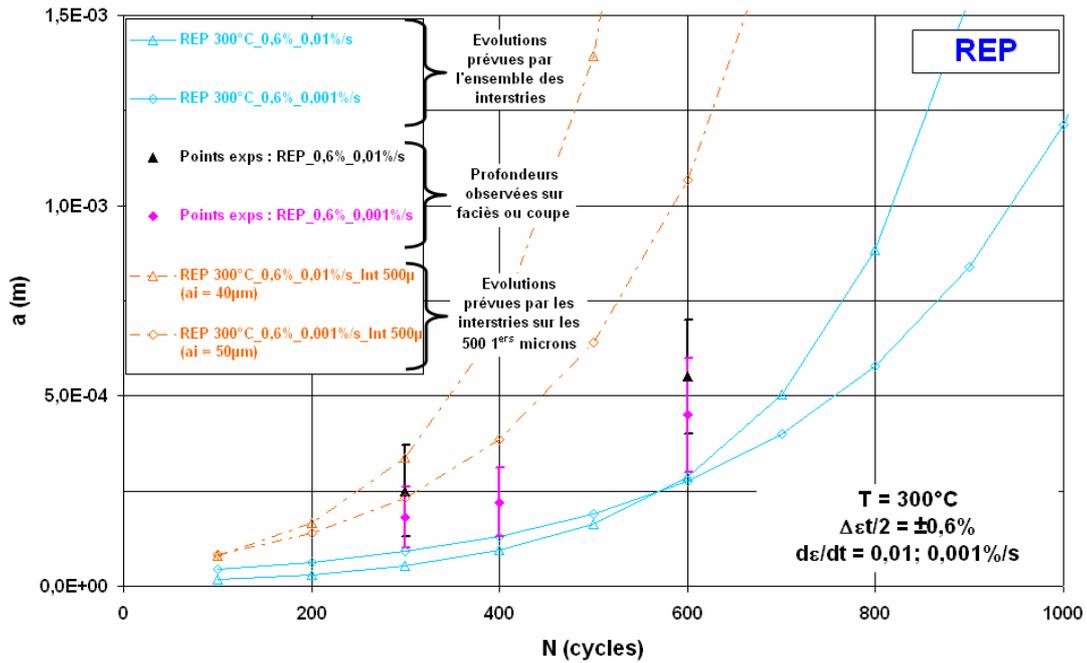


Figure IV-60: Evolution de la profondeur de la fissure principale selon le nombre de cycles, sous REP à 300°C et $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0,6\%$, pour différentes vitesses de déformation ; Placement des évolutions définies à l'aide des mesures d'interstries réalisées entre 20 et 500µm de profondeur en ajustant les « ai »

Cette analyse phénoménologique démontre que l'état d'endommagement est difficile à prévoir avec précision en milieu eau REP avec une approche de type Tomkins et Wareing, du fait des fortes interactions entre fissures pour les faibles vitesses de déformation. Un plus grand nombre d'essais interrompus serait nécessaire pour déterminer l'évolution de l'endommagement en milieu REP dans les toutes premières phases de cyclage ($N \leq 300$ cycles).

Ainsi, la durée de vie en milieu eau REP résulte de la croissance de multiples fissures qui interagissent les unes avec les autres. Si l'on revient à la nature même de l'endommagement observé sur les faciès d'éprouvettes testées en milieu REP à $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0,6\%$, les points suivants peuvent être soulevés :

- Pour une vitesse de déformation de $0,01\%/s$, on observe un endommagement en couronne, ce qui correspond dans un même plan, à une surface fissurée très importante, cf. Figure IV-50, Figure IV-52 et Figure IV-51.
- Pour la vitesse de $0,001\%/s$, on observe dans un même plan, la formation de quelques fissures presque semi-circulaires, cf. Figure IV-36, Figure IV-54 et Figure IV-55. On comprend que la présence à la surface du fût, d'un grand nombre de ce type de fissures

puisse entraîner des effets d'écrantage ou de décharge pour des essais à déformation imposée. Toutefois, considérant la géométrie plus standard de ce type de fissure, notre approche pour prévoir sa croissance, permet un meilleur accord avec les profondeurs réellement observées.

- Pour la plus forte vitesse de déformation (0.4%/s), nous disposons de moins d'informations. Cependant, il est vraisemblable que dans ces conditions, une fissure puisse prendre le pas et se propager rapidement jusqu'à rupture. C'est donc à cette vitesse de déformation où les interactions entre fissures sont moins importantes et où la géométrie de la fissure principale est plus classique, que l'approche de Tomkins - Wareing semble la plus cohérente.

Si l'on souhaite prévoir plus efficacement l'évolution de l'endommagement, il serait nécessaire de passer par des simulations numériques ainsi que des expérimentations spécifiques permettant d'une part, d'étudier finement les interactions (coalescence ou décharge) existantes entre fissures et d'autre part, de mieux percevoir l'action de l'environnement pour une même géométrie de fissure.

Nous avons d'ailleurs tenté par le biais d'essais sur des éprouvettes présentant une micro - entaille, de nous affranchir des effets de la multifissuration et d'étudier la propagation d'une seule fissure. Mais cette tentative s'est avérée infructueuse au regard de la faible sensibilité à l'effet d'entaille de notre matériau, particulièrement à haute température ainsi qu'à amplitude de déformation plastique élevée. Les résultats de ces essais prospectifs sont tout de même présentés en Annexe I.

En somme, une approche de type Tomkins - Wareing basée sur les durées de vie ou l'utilisation des premières valeurs d'interstries permettent d'estimer de manière complémentaire, l'évolution des profondeurs, cf. Figure IV-61 ou des vitesses, cf. Figure IV-62 des fissures en milieu eau primaire REP. La première relation permet une estimation correcte des vitesses de propagation pour les fortes profondeurs de fissures ou les grands nombres de cycles alors que la seconde relation, limitée aux faibles profondeurs, permet une description correcte de la phase de propagation dans les premiers instants du cyclage.

Ainsi, pour comparer les différences de cinétique d'endommagement suivant le milieu, on pourra s'appuyer sur les résultats de l'approche de Tomkins - Wareing pour prévoir la profondeur de fissure en fonction des conditions de chargement dans l'air à 300°C. Par contre, en ce qui

concerne l'endommagement en milieu eau REP, il nous faudra avant tout s'appuyer sur les observations effectuées sur les éprouvettes cyclées à différents nombres de cycles.

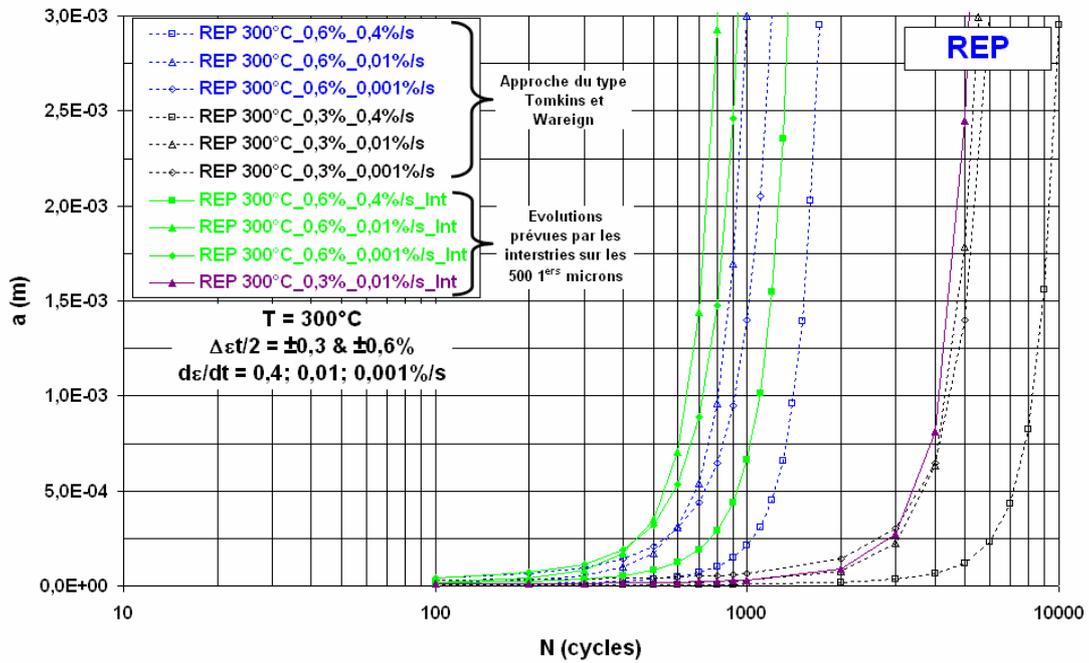


Figure IV-61: Evolution de la profondeur de la fissure principale sous REP à 300°C, pour différentes vitesses et amplitudes de déformation ; Comparaison entre les évolutions prévues par l'approche Tomkins - Wareign et celles définies avec les mesures d'interstries pour les faibles profondeurs

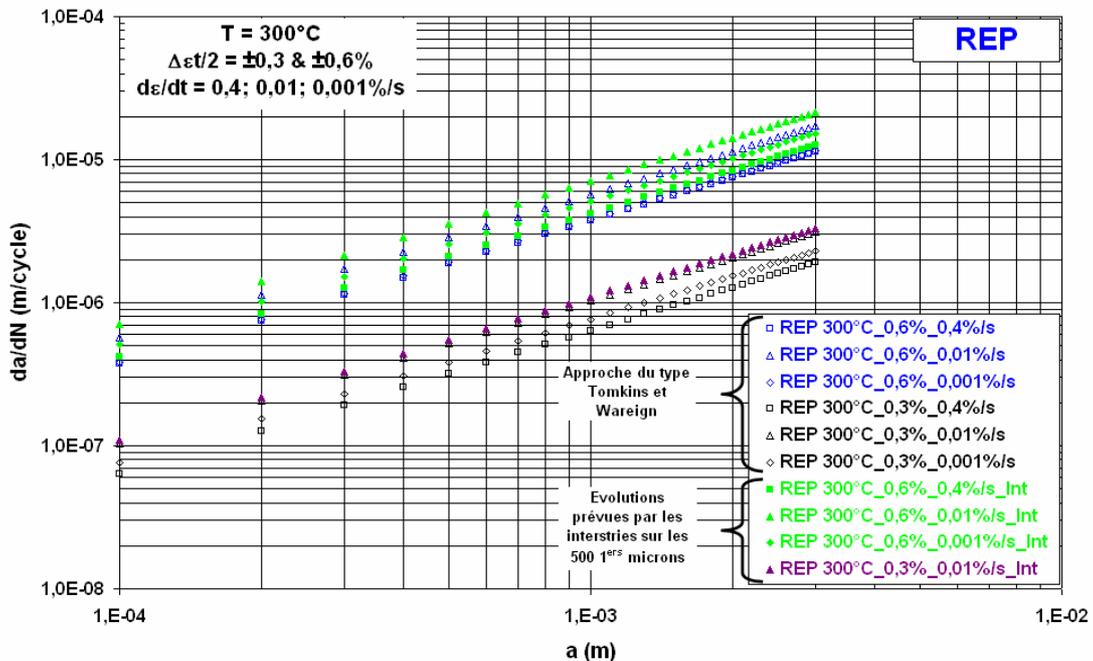


Figure IV-62: Evolution de la vitesse de propagation de la fissure principale sous REP à 300°C, pour différentes vitesses et amplitudes de déformation ; Comparaison entre les évolutions prévues par l'approche Tomkins - Wareign et celles définies avec les mesures d'interstries pour les faibles profondeurs

IV.2.2.4 Comparaison Air / REP

Toutes les observations de l'endommagement à différentes fractions de durée de vie, tendent à montrer que l'action de l'environnement eau primaire REP est maximale dans les premières phases de la fissuration puis qu'il diminue et se stabilise à mesure que le dommage augmente.

Ceci est mis en évidence dans le Tableau IV-26 qui contient l'évolution du rapport $N_{\text{Air}}/N_{\text{REP}}$ en fonction de la profondeur de fissure atteinte. Pour calculer ce rapport, nous avons considéré sous Air, les profondeurs prédites par l'approche de Tomkins – Wareing (basée sur les durées de vie). En revanche, en milieu primaire, nous avons tenu compte essentiellement des profondeurs maximales atteintes et observées sur les différents faciès de rupture.

On constate de manière absolue dans le Tableau IV-26, que suivant la vitesse de déformation (0,001 ou 0,01%/s), environ 6 à 10 fois moins de cycles sont nécessaires en milieu eau REP par rapport au milieu air, pour créer une fissure d'environ 300 μm de profondeur et que le nombre de cycles pour atteindre la profondeur de 3mm, est seulement 3 à 5 fois plus faible en milieu eau REP que dans l'air.

$\pm 0.6\%$	0.4%/s			0.01%/s			0.001%/s		
a (μm)	N_{Air} Théo	N_{REP} Exp	$N_{\text{Air}}/N_{\text{REP}}$	N_{Air} Théo	N_{REP} Exp	$N_{\text{Air}}/N_{\text{REP}}$	N_{Air} Théo	N_{REP} Exp	$N_{\text{Air}}/N_{\text{REP}}$
180	2810	600	4.7						
260							1960	300	6.5
310							2110	400	5.3
370				2920	300	9.7			
600							2660	600	4.4
700				3555	600	5.9			
3000	6000	1700	3.5	5000	1000	5	4000	1200	3.3

Tableau IV-26: Evolution des rapports $N_{\text{Air}}/N_{\text{REP}}$ en absolue, pour différentes profondeurs de fissures observées ; Données pour $\Delta\epsilon/2 = \pm 0.6\%$ et les trois vitesses de déformation

Cette diminution de l'effet d'environnement eau REP avec l'accroissement de l'endommagement ou du cyclage est encore plus marquée si l'on raisonne en relatif avec ces mêmes données, cf. Tableau IV-27. Ainsi, pour atteindre environ 300 μm puis pour croître de 300 à 3000 μm , on passe

d'un rapport (N_{Air}/N_{REP}) 6,5 à un rapport 2, pour la vitesse de déformation de 0,001%/s, ou d'un rapport 10 à un rapport 3, pour la vitesse de 0,01%/s.

$\pm 0.6\%$	0.01%/s			0.001%/s		
a (μm)	N_{Air} Théo	N_{REP} Exp	N_{Air}/N_{REP}	N_{Air} Théo	N_{REP} Exp	N_{Air}/N_{REP}
260				≈ 2000	300	≈ 6.5
370	≈ 3000	300	≈ 10			
3000	+ 2000	+ 700	≈ 3	+ 2000	+ 900	≈ 2

Tableau IV-27: Evolution des rapports N_{Air}/N_{REP} en relatif, pour différentes profondeurs de fissures observées ; Données pour $\Delta\epsilon/2 = \pm 0.6\%$ et deux vitesses de déformation

Deux scénarios différents mais complémentaires peuvent être proposés pour expliquer cette différence d'action de l'environnement eau primaire REP suivant l'endommagement :

1. L'effet d'environnement REP sur l'endommagement comme sur la durée de vie, diminue en raison de l'augmentation des interactions entre les nombreuses fissures qui tendent ainsi à ralentir la croissance de la fissure principale.
2. L'effet d'environnement est particulièrement marqué dans la phase d'amorçage et dans la phase de micropropagation (croissance des fissures micrométriques) puis son influence diminue dans le régime des hautes vitesses de propagation (croissance des fissures millimétriques) car il dispose alors de moins de temps pour agir.

IV.2.2.5 Changements d'environnement

IV.2.2.5.1. *Passage milieu eau REP vers milieu Air*

Comme évoqué dans le Tableau IV-21, les éprouvettes NPC02A, NPC09A et NPC12A ont été pré - cyclées en milieu REP (300 ou 600 cycles), avant d'être cyclées sous Air jusqu'à rupture dans les mêmes conditions de sollicitation en terme de température, d'amplitude et de vitesse de déformation. Ceci a été fait dans le but d'évaluer l'importance de l'endommagement créé en milieu REP à différents nombres de cycles, à travers la durée de vie résiduelle sous Air.

Les comportements cycliques des éprouvettes NPC02A et NPC09A, pré - cyclées respectivement 300 et 600 cycles en milieu REP, à $\Delta\epsilon/2 = \pm 0.6\%$ et $d\epsilon/dt = 0.01\%/s$, sont comparés sur la Figure IV-63, à ceux des éprouvettes testées avec les mêmes conditions de sollicitation, dans les environnements air, vide ou eau REP jusqu'à rupture. De la même manière, le comportement cyclique de l'éprouvette NPC12A, pré - cyclée 600 cycles en milieu REP, à $\Delta\epsilon/2 = \pm 0.6\%$ et $d\epsilon/dt = 0.4\%/s$, est comparé sur la Figure IV-64, aux résultats obtenus avec les mêmes conditions de cyclage, dans les différents environnements.

On constate à la reprise sous air de chacun de ces trois essais, l'apparition d'un pic de contrainte symétrique, d'amplitude indépendante du nombre de cycles effectué ou de la vitesse de déformation utilisée. Il est connu du fait de la valeur de l'EDE de l'acier 304L, que celui-ci présente notamment à 300°C, un important effet mémoire à un pré-écrouissage. Ainsi, ces sauts de contrainte pourraient résulter d'une légère surcharge lors de la procédure de démontage des éprouvettes cyclées en autoclave dans le milieu eau primaire REP ou bien d'un léger désalignement des éprouvettes révélé lors du changement de machine d'essai. Bien que ces niveaux de contraintes plus élevés ou que l'existence même d'un faible écrouissage puisse avoir un impact sur la propagation des fissures par fatigue, nous nous proposons d'analyser les résultats obtenus lors de ces essais avec changement d'environnement.

L'analyse des durées de vie résiduelles sous Air permet de dire que l'endommagement créé après 300 cycles en milieu REP n'est pas très important puisqu'il n'a qu'une faible influence sur le nombre de cycles effectué ensuite sous Air. En revanche, pour les deux vitesses de déformation de 0.4 et 0.01%/s, l'endommagement créé après 600 cycles en milieu REP est suffisamment conséquent pour engendrer une chute drastique de la durée de vie résiduelle sous Air. Ces résultats sont en accord avec les suivis d'endommagement réalisés.

A partir de la profondeur maximale des fissures créées lors du précyclage en milieu REP (cf. Tableau IV-22) et de la loi de croissance des fissures, établie pour les essais conduits dans l'air (approche de type Tomkins - Wareing), on peut comparer le nombre de cycles résiduels calculés à ceux obtenus. Les résultats de ces calculs sont présentés dans le Tableau IV-28.

Pour l'éprouvette NPC09A, on obtient ainsi un relativement bon accord entre le nombre de cycles de propagation sous Air « N_p Air» calculé avec notre relation et la durée de vie résiduelle sous Air « $N_{rés}$ Air» obtenue expérimentalement. En revanche, le nombre de cycles de propagation calculé est inférieur à la durée de résiduelle pour l'éprouvette NPC02A et supérieur pour l'éprouvette NPC12A.

Ces résultats montrent que lors de changements d'environnement (passage REP vers Air), il est difficile d'établir des lois de cumul des dommages pertinentes, à partir des données obtenues dans chacun des milieux d'essais. En effet, à profondeur maximale constante, la densité importante de fissures créées sous REP ainsi que leur géométrie, conduisent à des cinétiques d'endommagement différentes de celles prévues par la relation de croissance des fissures établies dans l'air.

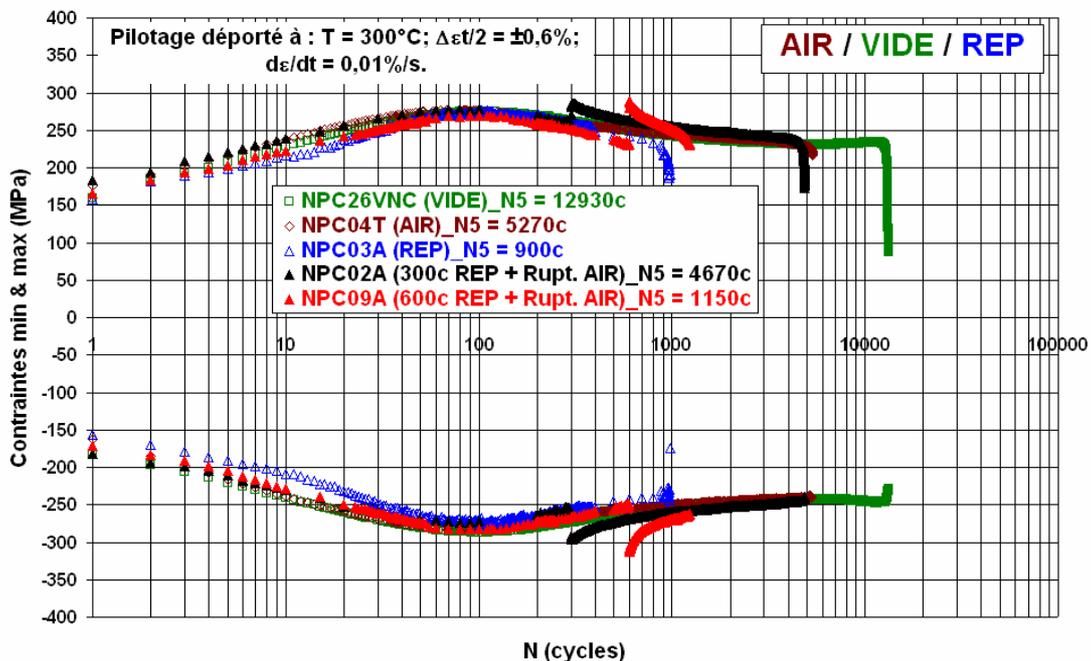


Figure IV-63: Evolution des contraintes minimales et maximales selon l'environnement, pour des essais conduits à $T = 300^{\circ}\text{C}$; $d\varepsilon/dt = 0.01\%/s$ et $\Delta\varepsilon t/2 = \pm 0.6\%$; Ajout des essais avec pré - cyclage REP (300 ou 600 cycles) suivi d'une rupture sous Air

Il faut cependant noter que l'augmentation de contrainte engendrée par le changement de conditions expérimentales, notamment pour l'éprouvette NPC12A, peut également venir perturber ces résultats qu'il serait nécessaire de doubler.

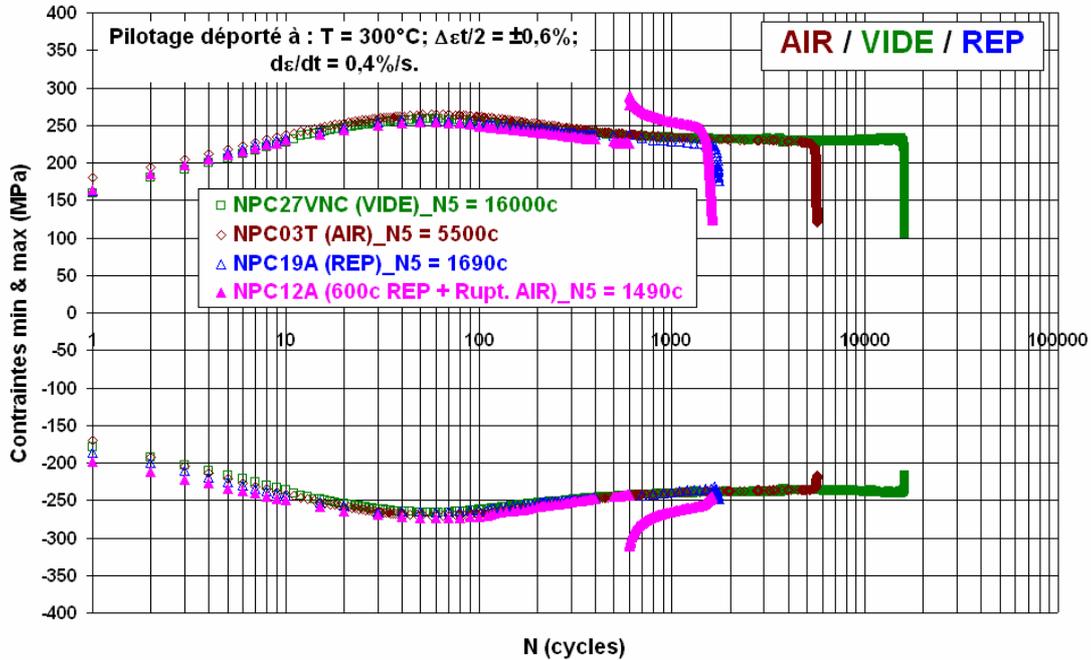


Figure IV-64: Evolution des contraintes minimales et maximales selon l'environnement, pour des essais conduits à $T = 300^{\circ}\text{C}$; $d\epsilon/dt = 0.4\%/s$ et $\Delta\epsilon t/2 = \pm 0.6\%$; Ajout de l'essai avec pré - cyclage REP (600 cycles) suivi d'une rupture sous Air

$T = 300^{\circ}\text{C}$ $\Delta\epsilon t/2 = \pm 0.6\%$	NPC02A ; REP (300c) +AIR (Rupt.) à 0.01%/s	NPC09A ; REP (600c) +AIR (Rupt.) à 0.01%/s	NPC12A ; REP (600c) +AIR (Rupt.) à 0.4%/s
a_{\max} observée	370 μm	700 μm	180 μm
a_{finale} observée	5 mm	2 mm	6 mm
$N_{\text{résAir}}$ observe	4400 cycles	600 cycles	900 cycles
N_{pAir} calculé	2600 cycles	1050 cycles	3970 cycles

Tableau IV-28: Comparaisons entre nombre de cycles de propagation calculé et durée de vie résiduelle sous Air, pour des éprouvettes pré - cyclées en milieu eau REP dans diverses conditions de sollicitation

IV.2.2.5.2. Passage milieu Air vers milieu eau REP

Dans le but cette fois-ci d'étudier l'importance de l'endommagement créé sous Air sur la durée de vie résiduelle en milieu REP, l'éprouvette NPC16Mix a été pré - cyclée 600 fois sous Air à $T=300^{\circ}\text{C}$, $\Delta\epsilon/2 = \pm 0.6\%$ et $d\epsilon/dt = 0.01\%/s$, avant d'être reprise jusqu'à rupture en milieu REP, dans les mêmes conditions de sollicitation en terme de température, d'amplitude et de vitesse de déformation.

Le comportement cyclique de cette éprouvette est comparé sur la Figure IV-65, aux résultats obtenus avec les mêmes conditions de cyclage, dans les différents environnements. On observe qu'en milieu eau REP, les contraintes maximales chutent dès le début et progressivement jusqu'à rupture, sans atteindre de régime de stabilisation. On peut s'interroger sur un effet éventuel de l'hydrogène qui tendrait à adoucir le matériau, cf. paragraphe IV.3. Cependant, l'endommagement très rapide et important en terme de surface fissurée dans cet environnement, peut suffire à expliquer une telle évolution.

La profondeur des fissures étant très faible après seulement 600 cycles sous Air, la durée de vie résiduelle en milieu REP est semblable (≈ 1000 cycles) à celle obtenue sous REP sans pré - cyclage sous Air, à la dispersion expérimentale près.

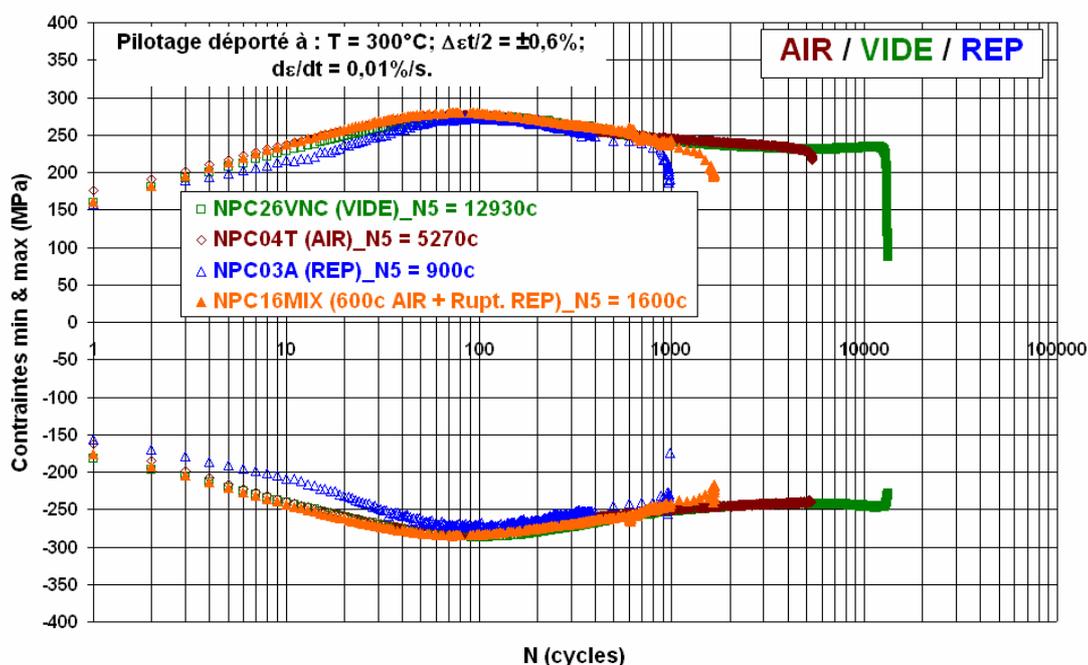


Figure IV-65: Evolution des contraintes minimales et maximales selon l'environnement, pour des essais conduits à $T = 300^{\circ}\text{C}$; $d\epsilon/dt = 0.01\%/s$ et $\Delta\epsilon/2 = \pm 0.6\%$; Ajout de l'essai avec pré - cyclage AIR (600 cycles) suivi d'une rupture en milieu REP

Les différentes relations définies précédemment (basées sur la durée de vie ou sur les interstries) prédisent un nombre de cycles de propagation sous REP compris entre 700 et 800 cycles, alors que la durée de vie résiduelle sous REP obtenue expérimentalement est d'environ 1000 cycles.

Des mesures d'interstries réalisées sur le faciès de rupture de l'éprouvette NPC16Mix montrent des vitesses de propagation microscopiques inférieures à celles observées sur l'éprouvette uniquement testée en milieu primaire, cf. Figure IV-66.

Ces différences pourraient provenir de modifications de la distribution du dommage, provoquées par le précyclage dans l'air, mais pourrait également résulter d'une dispersion des vitesses de propagation en milieu eau REP. Compte tenu de la lourdeur et de la durée des essais en milieu primaire, nous n'avons pu disposer d'un nombre d'essais suffisant pour pouvoir juger de la dispersion sur la durée de vie et donc sur la vitesse de fissuration dans cet environnement.

On constate alors dans le Tableau IV-29, que le nombre de cycles de propagation prévu par l'ensemble des interstries de l'éprouvette NPC16Mix, surestime légèrement la durée de vie résiduelle mais que l'utilisation des interstries sur l'intervalle de profondeurs [0 - 500 μ m] permet une bonne prévision.

Ces résultats montrent le bon accord entre distances interstries, vitesses microscopiques et vitesses macroscopiques dans cet environnement. De plus, ils confirment la sensibilité d'une telle approche à la distribution des processus de multifissuration, dans la mesure où elle moyenne un certain nombre d'effets et ne fait pas de distinction entre la croissance des fissures microscopiques et celles des fissures millimétriques.

Par ailleurs, on constate sur la Figure IV-67, que l'endommagement conduisant à rupture se produit en couronne, une fois de plus à cette vitesse de déformation. En effet, de nombreuses fissures se sont micropropagées avant de coalescer et de former plusieurs fissures sur le pourtour de l'éprouvette. Les plages de propagation sont très planes avec la présence de stries de fatigue et de rivières et il semble que la croissance des fissures (courtes ou plus longues) soit peu sensible à la microstructure.

Précisons que les mesures d'interstries ont été effectuées en utilisant les fissures référencées (1) et (2) sur cette figure, puis mises en commun.

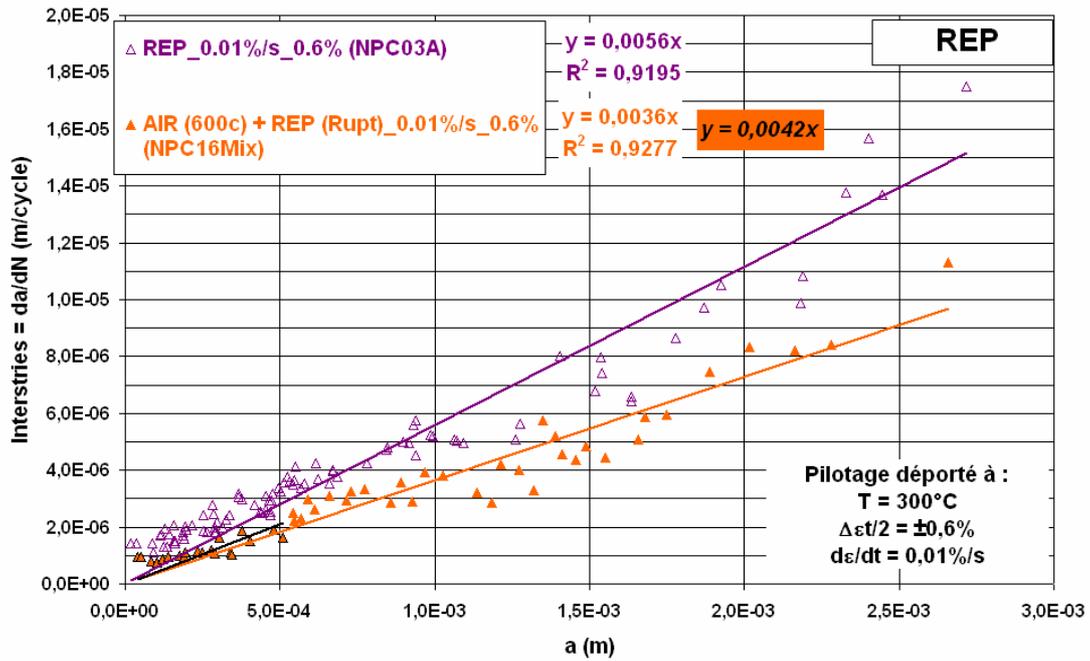


Figure IV-66: Interstries vs. Profondeur; Mesures réalisées sur des faciès d'éprouvettes testées sous REP à T = 300°C ; $\Delta\epsilon t/2 = \pm 0.6\%$ et $d\epsilon/dt = 0.01\%/s$

T = 300°C & $\Delta\epsilon t/2 = \pm 0.6\%$	NPC16Mix ; AIR (600c) + REP (Rupt.) à 0.01%/s
a_{max} calculée (Relation basée sur la durée de vie sous Air à 300°C)	36 μm
a_{finale} observée	3 mm
$N_{résREP}$ observé	1000 cycles
N_pREP calculé (Relation basée sur l'ensemble des interstries_NPC16Mix)	1230 cycles
N_pREP calculé (Relation basée sur les interstries pour [0 - 500 μm]-NPC16Mix)	1050 cycles

Tableau IV-29: Comparaisons entre nombre de cycles de propagation calculés par diverses relations et durée de vie résiduelle sous REP, pour une éprouvette pré - cyclée sous Air

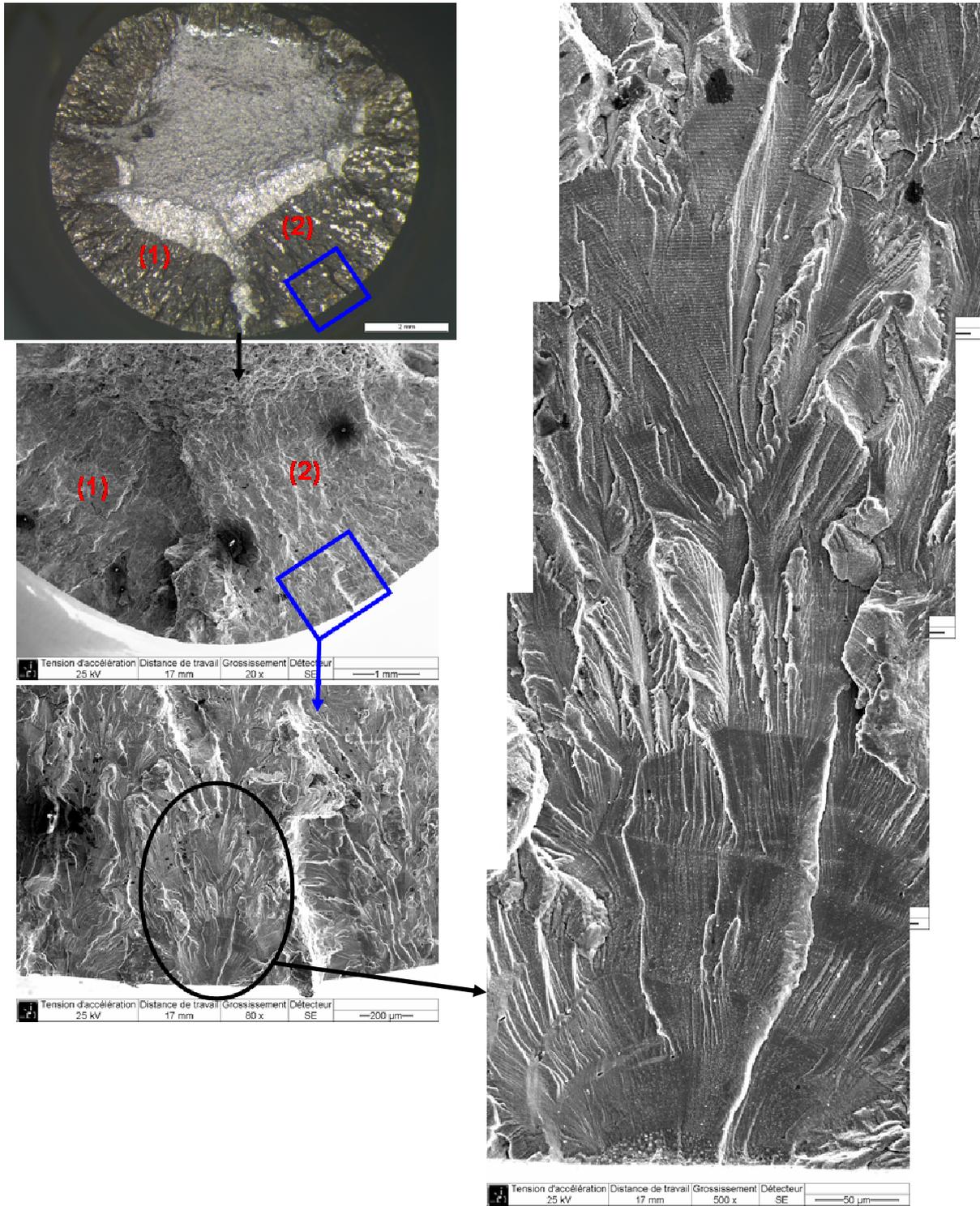


Figure IV-67: Faciès de rupture de l'éprouvette NPC16Mix pré - cyclée 600 cycles sous AIR à 300°C puis achevée sous REP ; $\Delta\epsilon/2 = \pm 0.6\%$ et $d\epsilon/dt = 0.01\%/s$

IV.2.2.6 Discussion sur le paramètre mécanique qui gouverne la croissance des fissures dans le domaine élasto-plastique

Dans les sections précédentes, l'analyse proposée considère que pour des conditions de sollicitations données (milieu, vitesse de sollicitation), la croissance d'une fissure est gouvernée par sa longueur et par l'amplitude de déformation plastique imposée. Les résultats obtenus sont en bon accord avec les données expérimentales établies. Or, dans l'approche proposée, on n'intègre pas les différences de comportement cyclique au niveau de l'amplitude de contrainte, qui apparaissent suivant les vitesses de déformation imposées. Par ailleurs, il a été noté que la validité de la relation linéaire entre la distance interstries et la profondeur de fissure était surtout bien vérifiée pour une profondeur de fissure supérieure à 200 ou 300 μm , en milieu eau REP.

D'autres approches pourraient être tentées pour analyser les vitesses de fissuration à l'aide de paramètres mécaniques macroscopiques globaux comme ΔK et surtout comme ΔJ , puisque les essais sont conduits dans le domaine élasto-plastique.

Nous nous proposons dans cette partie de re-analyser l'évolution de la croissance des fissures avec d'autres approches afin de mettre à l'épreuve la pertinence de la démarche précédemment adoptée et des conclusions qui en découlent.

IV.2.2.6.1. Utilisation du paramètre mécanique ΔK

Bien que la notion de facteur d'intensité de contrainte ne puisse s'appliquer ici, notamment dans le cas des essais conduits à $\Delta\varepsilon_t/2 = \pm 0.6\%$, nous pouvons dans un premier temps tracer l'évolution des interstries en fonction de ΔK , calculé avec le facteur de forme Y défini par Carpinteri pour des éprouvettes cylindriques, cf. Tableau I-1, afin de comparer nos résultats à ceux publiés dans la littérature, comme :

- les lois de propagation par fatigue en milieu Air ou REP définies par le code RSE-M pour les aciers austénitiques forgés ou laminés et les joints soudés associés,
- les lois de propagation par fatigue sous Air à 288°C définies selon le rapport de charge par James et Jones [216],
- les lois de propagation par fatigue sous REP définies par la JSME [217].

Toutes ces lois sont décrites dans le Tableau IV-30 et les comparaisons sont effectuées de la Figure IV-68 à la Figure IV-71, suivant l'environnement et l'amplitude de déformation appliquée.

En milieu eau primaire REP, même si les distances entre stries peuvent mieux s'identifier à une avance de la fissure cycle par cycle, on observe pour les faibles valeurs de ΔK et quelle que soit l'amplitude de déformation, que les courbes expérimentales de vitesses microscopiques sont au dessus des courbes de propagation définies par la JSME ou par la RSE-M. Cependant, les écarts diminuent à mesure que ΔK augmente et les courbes expérimentales et théoriques finissent par se superposer pour l'amplitude de déformation la plus faible, $\Delta \epsilon_t/2 = \pm 0.3\%$, cf. Figure IV-68 et Figure IV-69.

Par ailleurs, on remarque que cette représentation en fonction de ΔK ne modifie pas l'allure des courbes qui conservent les deux tendances décrites précédemment (transition fissure courte / fissure longue). De plus, l'utilisation du paramètre mécanique ΔK ne permet pas de rationaliser les courbes de vitesse de propagation en fonction de l'amplitude ou de la vitesse de déformation.

Nature des lois et Auteurs	Equations avec : da/dN en (m/cycle) et ΔK en (MPa. \sqrt{m})	Conditions
Loi de propagation par fatigue en milieu Air, [RSE-M]	$\frac{da}{dN} = 7,5E^{-13} \times \Delta K_{eff}^4 ; (R=0)$ $\frac{da}{dN} = 4,2E^{-12} \times \Delta K^4 ; (R=0,7)$	$\Delta K_{eff} = f(R) \times \Delta K$ avec : $f(R) = \frac{1}{1 - \frac{R}{2}}$
Loi de propagation par fatigue en milieu REP, [RSE-M]	$\frac{da}{dN} = 1,8E^{-12} \times \Delta K_{eff}^4 ; (R=0)$ $\frac{da}{dN} = 1,008E^{-11} \times \Delta K^4 ; (R=0,7)$	
Loi de propagation par fatigue en milieu Air à 288°C selon le rapport de charge R, [216]	$\frac{da}{dN} = 1,40E^{-12} \times \Delta K^{3,57} \times S(R)$	$S(R) = 1 + 1,8 \times R ; \text{ pour } (0 \leq R < 0,79)$ $S(R) = -43,35 + 57,97 \times R ; \text{ pour } (0,79 \leq R < 1)$
Loi de propagation par fatigue en milieu REP, [217]	$\frac{da}{dN} = 4,3E^{-13} \times T^{0,63} \times Tr^{0,33} \times \frac{\Delta K^3}{(1-R)^{1,56}}$	R = 0.7 & T = 300°C Tr = 3, 120 et 1200 sec pour dε/dt = 0.4, 0.01 et 0.001%/s

Tableau IV-30: Lois de propagation par fatigue en milieu Air ou REP

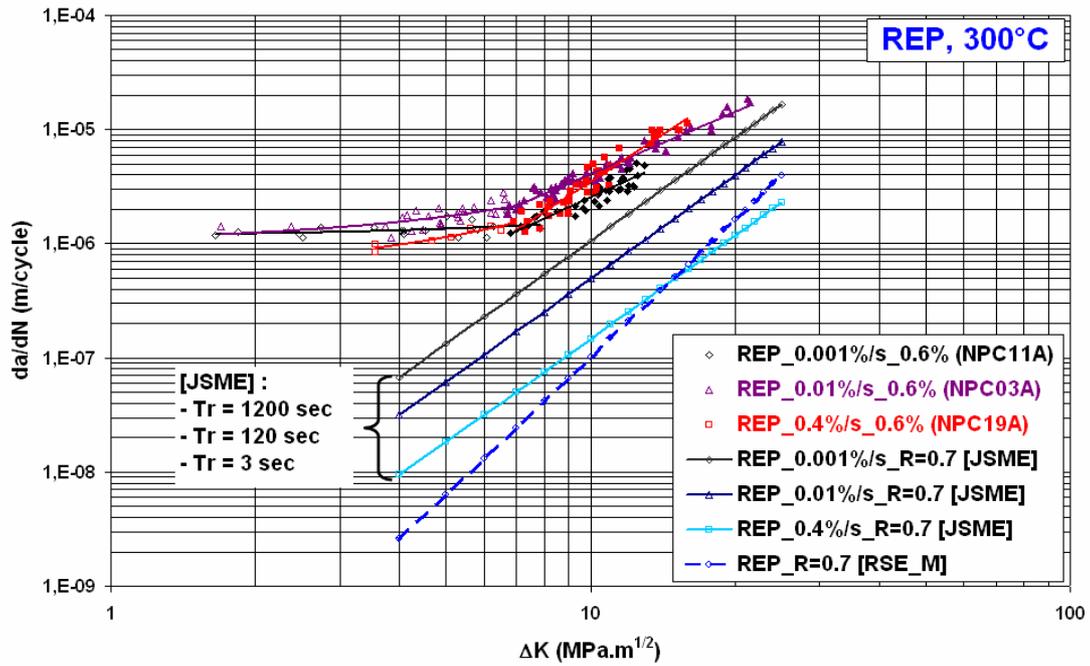


Figure IV-68: Comparaison entre vitesses microscopiques obtenues par mesures d'interstries sur éprouvettes cylindriques testées en fatigue à $\Delta\epsilon t/2 = \pm 0.6\%$ et vitesses macroscopiques données par des lois de propagation en fatigue ; en milieu eau REP à 300°C

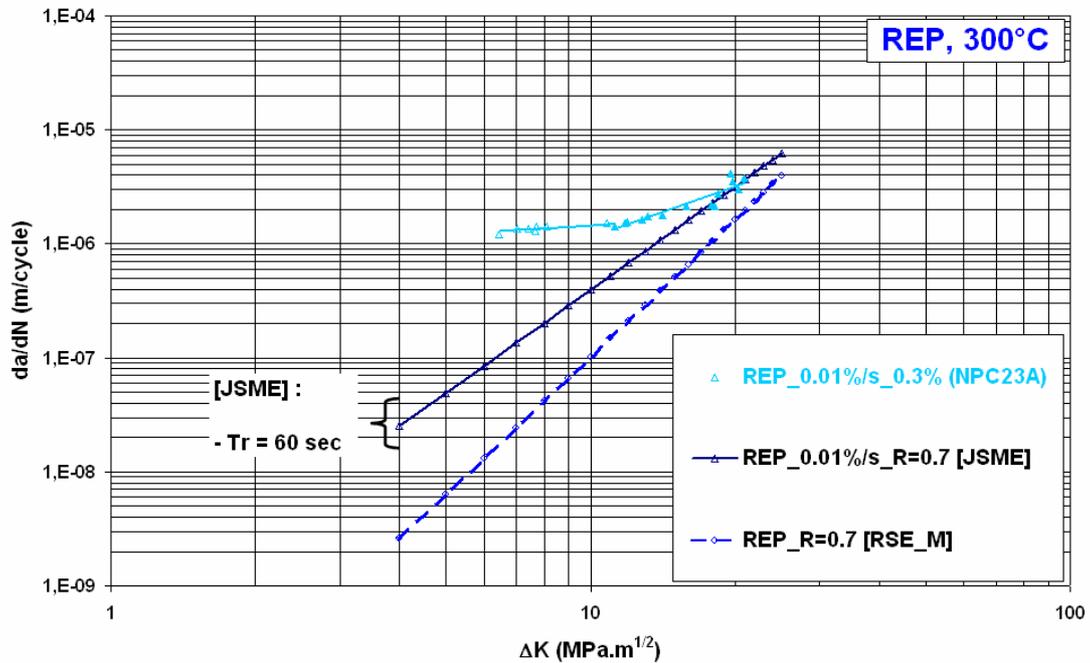


Figure IV-69: Comparaison entre vitesses microscopiques obtenues par mesures d'interstries sur éprouvettes cylindriques testées en fatigue à $\Delta\epsilon t/2 = \pm 0.3\%$ et vitesses macroscopiques données par des lois de propagation en fatigue ; en milieu eau REP à 300°C

Sous air en revanche, ne pouvant utiliser les distances entre stries de fatigue, nous avons utilisé l'approche de type Tomkins - Wareing pour déterminer des valeurs de vitesses de propagation pour une valeur de a donnée, que nous avons ensuite porté en fonction de ΔK . Pour le calcul de ΔK , nous avons considéré le facteur de forme « Y » constant et égal à 0.85, sachant que sa valeur est comprise entre 0.97 (pour $a/b = 0.2$) et 0.70 (pour $a/b = 1$). La loi de propagation définie de la sorte est donc une loi de pente 2, (ΔK^2), qui dépend de l'amplitude de déformation plastique comme le montre l'Équation IV-3 :

$$\frac{da}{dN} = C \times \left(\frac{\Delta \varepsilon_p}{2}\right)^\beta \times \frac{\Delta K^2}{Y^2 \left(\frac{\Delta \sigma}{2}\right)^2 \Pi}$$

Équation IV-3: Loi de propagation de fissures définie à partir de l'approche Tomkins – Wareing

Les vitesses de propagation ainsi calculées, sont reportées sur la Figure IV-70 et sur la Figure IV-71 où l'on constate qu'elles sont elles aussi, supérieures aux vitesses déterminées en élasticité linéaire, notamment à l'amplitude de déformation la plus élevée. Les équations des vitesses de propagation, obtenues selon l'amplitude de déformation totale appliquée, sont les suivantes :

- $\frac{da}{dN} \approx 7.5E^{-9} \times \Delta K^2$; pour $\Delta \varepsilon_t/2 = \pm 0.6\%$,
- $\frac{da}{dN} \approx 2.5E^{-9} \times \Delta K^2$; pour $\Delta \varepsilon_t/2 = \pm 0.3\%$.

Ces résultats montrent quel que soit l'environnement, que l'évolution des vitesses microscopiques (définies avec l'approche Tomkins - Wareing ou les mesures d'interstries) en fonction du paramètre mécanique ΔK , restent globalement supérieures aux vitesses macroscopiques de propagation définies dans la littérature pour la propagation de fissures longues dans le domaine de l'élasticité linéaire.

L'utilisation du paramètre ΔK n'est donc pas valide ici, car nous travaillons dans le domaine élasto-plastique et parce qu'il peut y avoir dans ce domaine de sollicitation, des couplages entre les modes de déformation et les effets d'environnement, tant dans l'air qu'en milieu eau REP.

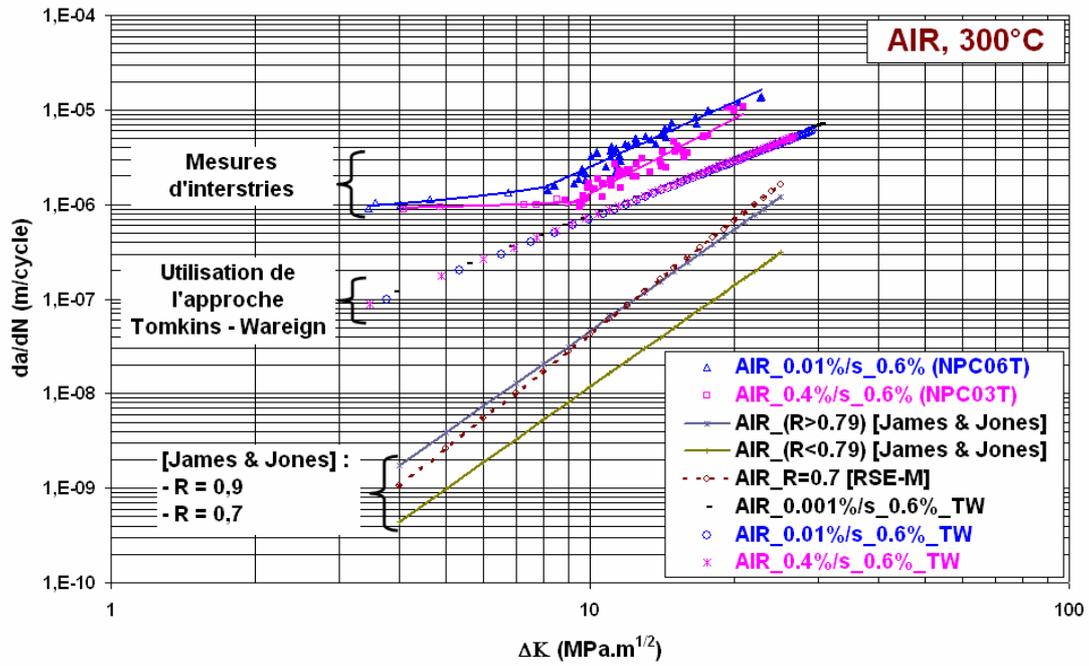


Figure IV-70: Comparaison entre vitesses microscopiques obtenues par mesures d'interstries ou définies par l'approche de type Tomkins - Wareing sur éprouvettes cylindriques testées en fatigue à $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ et vitesses macroscopiques données par des lois de propagation en fatigue ; sous Air à 300°C

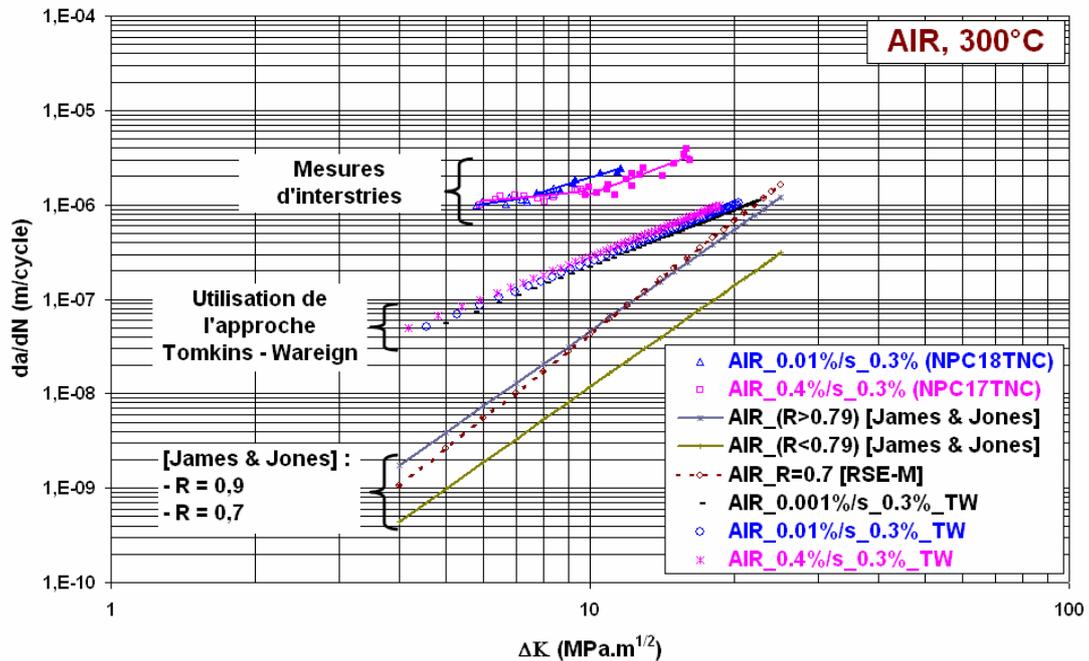


Figure IV-71: Comparaison entre vitesses microscopiques obtenues par mesures d'interstries ou définies par l'approche de type Tomkins - Wareing sur éprouvettes cylindriques testées en fatigue à $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.3\%$ et vitesses macroscopiques données par des lois de propagation en fatigue ; sous Air à 300°C

IV.2.2.6.2. Utilisation du paramètre mécanique ΔJ

Ainsi, une représentation de l'évolution des vitesses microscopiques, nécessite de prendre en compte la plasticité en utilisant l'intégrale J qui est un paramètre de la Mécanique Elasto-Plastique de la Rupture. Le calcul de ΔJ pour une fissure semi-elliptique créée à la surface d'une éprouvette cylindrique [218] est détaillé dans le Tableau IV-31. Ce calcul nécessite la détermination du facteur de forme F, défini par Shiratori et al. [219], cf. Tableau IV-32.

$\Delta J = \Delta J_e + \Delta J_p$, en (MPa.m), tel que :	
$\Delta J_e = \frac{\Delta K^2}{E} = 2\pi \times \Delta W_e \times a \times F^2$	$\Delta J_p = 2\pi \times f(n') \times \Delta W_p \times a \times F^2$
$\Delta W_e = \frac{\Delta \sigma^2}{2E}$ Densité d'énergie de déformation élastique	$\Delta W_p = \frac{\Delta \sigma \times \Delta \epsilon_p}{(n'+1)}$ Densité d'énergie de déformation plastique
$\frac{\Delta \sigma}{2} = k' \times \left(\frac{\Delta \epsilon_p}{2}\right)^{n'}$ n' (exposant de durcissement cyclique), k' (coefficient de durcissement cyclique)	$f(n') = (n'+1) \times \frac{3.85 \times (1-n')}{\sqrt{n'}} + \pi \times n'$

Tableau IV-31: Calcul de ΔJ pour une fissure semi-elliptique créée à la surface d'une éprouvette cylindrique [218]

$\Delta K = F \times \Delta \sigma \times \sqrt{\pi \times a}$, en (MPa.m ^{1/2}), avec :	
$F = C_0 + C_1 \left(\frac{a}{r}\right) + C_2 \left(\frac{a}{r}\right)^2 + C_3 \left(\frac{a}{r}\right)^3$, tel que :	
$C_0 = -0.238 + 1.659 \left(\frac{a}{b}\right) - 0.760 \left(\frac{a}{b}\right)^2$,	$C_1 = 0.999 - 2.039 \left(\frac{a}{b}\right) + 1.655 \left(\frac{a}{b}\right)^2$,
$C_2 = -0.411 + 2.285 \left(\frac{a}{b}\right) - 0.690 \left(\frac{a}{b}\right)^2$,	$C_3 = 1.176 + 0.075 \left(\frac{a}{b}\right) - 0.258 \left(\frac{a}{b}\right)^2$.

Tableau IV-32: Calculs du ΔK et du facteur de forme F, définis par Shiratori et al. [219]

L'utilisation de ce paramètre mécanique ne permet pas non plus l'obtention d'une courbe unique pour représenter l'évolution des vitesses microscopiques en milieu eau REP. En effet, l'évolution des interstries présente toujours deux tendances et comme sur les représentations en fonction de

ΔK , on observe la persistance d'une influence de l'amplitude et de la vitesse de déformation, cf. Figure IV-72.

Les courbes de vitesses de propagation ne sont pas rationalisées, mais même si la différence d'échelle ne permet pas de le voir, l'utilisation du paramètre ΔJ permet un plus grand rapprochement de ces courbes, que l'utilisation du paramètre ΔK . Ainsi, en milieu eau REP, le rapport entre les vitesses de propagation obtenues à $\pm 0,6\%$ et celles obtenues à $\pm 0,3\%$ vaut 3 en ΔJ , alors qu'il vaut 5 en ΔK .

Par ailleurs, il est évident qu'il se pose la question de la validité du calcul de ΔJ , car l'on considère d'une part, une géométrie de fissure semi-circulaire, alors qu'elle peut être bande (coalescence de fissures coplanaires) ou même annulaire et donc posséder un ΔJ bien différent. D'autre part, nous considérons une seule fissure, alors qu'elles sont très nombreuses sur toute la surface du fût.

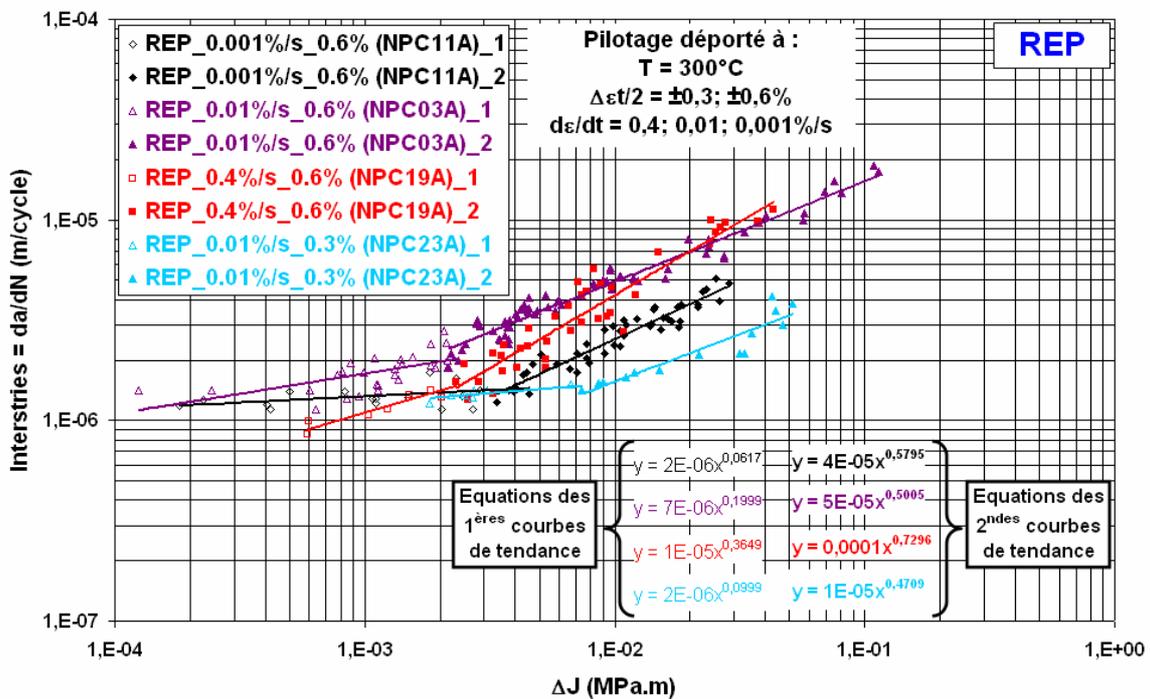


Figure IV-72: Interstries (da/dN) vs. ΔJ , selon la vitesse et l'amplitude de déformation ; Mesures réalisées sur des faciès d'éprouvettes testées en milieu eau REP à $T = 300^{\circ}\text{C}$

Quoiqu'il en soit, pour mieux définir les phases d'amorçage et de croissance et puisqu' en milieu eau REP, les interstries peuvent être assimilées à des vitesses de propagation, nous pouvons utiliser les équations des fonctions d'interpolation des mesures expérimentales représentées sur un diagramme bilogarithmique da/dN vs. ΔJ , cf. Figure IV-72.

Si l'on considère une phase d'amorçage permettant la création d'une fissure ayant une profondeur $a_i = 10\mu\text{m}$, un régime P1 de micropropagation correspondant au passage de a_i à a_t , puis un régime P2 de propagation pour atteindre $a_f =$ profondeur maximale ; on peut intégrer les diverses lois obtenues pour déterminer le nombre de cycles de chacun des trois régimes. Précisons que la valeur de « ai » est une constante indépendante des conditions de sollicitations, que la valeur de « at » dépend de ces conditions, cf. Tableau IV-13 et enfin que la valeur de « af » est également variable puisqu'elle correspond à la profondeur atteinte par le front de fissure à rupture, cf. Tableau IV-33. Nous ne raisonnerons ici que sur les essais effectués à $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$.

$\Delta\epsilon_t/2$	$d\epsilon/dt$	REP
$\pm 0.6\%$	0.4%/s	$a_f \approx 2100\mu\text{m}$
	0.01%/s	$a_f \approx 2700\mu\text{m}$
	0.001%/s	$a_f \approx 1330\mu\text{m}$

Tableau IV-33: Domaine de détection des stries de fatigue ou Profondeur max atteinte par le front d'une fissure crée en milieu REP suivant les conditions de sollicitation (amplitude et vitesse)

Dans le cas où l'on intègre P1 entre a_i et a_t , puis P2 entre a_t et a_f , le nombre de cycles de la phase d'amorçage déduit est alors fortement surestimé, cf. Tableau IV-34. En effet, il ne correspond pas aux observations réalisées sur les différents faciès de rupture qui démontrent un amorçage rapide en milieu REP à cette amplitude de déformation.

Par ailleurs, le nombre de cycles du régime P2, calculé à partir des courbes da/dN vs. ΔJ , est en bon accord avec celui prévu par les relations établies précédemment, cf. Tableau IV-35.

Milieu	$\Delta\epsilon_t/2$	$d\epsilon/dt$	$N_f =$	$N_o \neq$	$N_{(P1)} \neq$	$N_{(P2)}$
REP	$\pm 0.6\%$	0.001%/s	1200 c	626 c	228 c	346 c
REP	$\pm 0.6\%$	0.01%/s	1000 c	480 c	141 c	379 c
REP	$\pm 0.6\%$	0.4%/s	1700 c	878 c	403 c	419 c

Tableau IV-34: Calculs des nombres de cycles que comportent la phase d'amorçage ainsi que les régimes P1 et P2, à partir des mesures d'interstries sur éprouvettes testées en milieu REP

Ceci laisse penser que l'on surestime fortement dans le Tableau IV-34, les vitesses de propagation dans le régime P1. En effet, les interstries prises en compte pour les faibles profondeurs correspondent aux vitesses locales les plus élevées qui ne reflètent pas la vitesse d'avance de l'ensemble du front de fissure. Ainsi, les vitesses microscopiques dans ce régime sont trop éloignées du comportement macroscopique. Par conséquent, le fait que l'approche proposée précédemment moyenne l'ensemble des interstries, semble tout à fait valable.

Milieu	$\Delta\epsilon_t/2$	$d\epsilon/dt$	$N_{(P2)}$	$N_p(P2)$ <i>Approche basée sur N_r</i>	$N_p(P2)$ <i>Approche basée sur toutes les interstries</i>
REP	$\pm 0.6\%$	0.001%/s	346 c	371 c	385 c
REP	$\pm 0.6\%$	0.01%/s	379 c	397 c	405 c
REP	$\pm 0.6\%$	0.4%/s	419 c	442 c	353 c

Tableau IV-35: Calculs du nombre de cycles que comporte le régime P2 en milieu REP ; Comparaison entre les différentes approches

En considérant alors les vitesses microscopiques du régime P2 comme correctes, on peut procéder de manière inversée. On connaît la durée de vie de chaque éprouvette et l'on peut supposer que la phase d'amorçage nécessite une centaine de cycles. On détermine alors par intégration entre a_t et a_b , le nombre de cycles que compte le régime P2 puis l'on déduit le nombre de cycles du régime P1.

Les résultats de ces intégrations, présentés dans le Tableau IV-36, montrent que les différences de durées de vie selon la vitesse de déformation en milieu REP, se fait essentiellement dans le régime P1 de micropropagation, c'est-à-dire sur le nombre de cycles nécessaire à la création d'une fissure de profondeur a_t (300 à 400 μ m). De plus, les nombres de cycles du régime P1 ainsi déduits sont en bon accord avec ceux prévus par nos approches, cf. Tableau IV-37.

Milieu	$\Delta\epsilon_t/2$	$d\epsilon/dt$	$N_f =$	$N_o +$	$N_{(P1)} +$	$N_{(P2)}$
REP	$\pm 0.6\%$	0.001%/s	1200 c	100 c	754 c	346 c
REP	$\pm 0.6\%$	0.01%/s	1000 c	100 c	521 c	379 c
REP	$\pm 0.6\%$	0.4%/s	1700 c	100 c	1181 c	419 c

Tableau IV-36: Calculs des nombres de cycles que comportent les régimes P1 et P2, à partir des mesures d'interstries sur éprouvettes testées en milieu REP

Milieu	$\Delta\epsilon_t/2$	$d\epsilon/dt$	$N_{(P1)}$	$N_p(P1)$ <i>Approche basée sur Nr</i>	$N_p(P1)$ <i>Approche basée sur toutes les interstries</i>
REP	$\pm 0.6\%$	0.001%/s	754 c	664 c	690 c
REP	$\pm 0.6\%$	0.01%/s	521 c	584 c	595 c
REP	$\pm 0.6\%$	0.4%/s	1181 c	983 c	785 c

Tableau IV-37: Calculs du nombre de cycles que comporte le régime P1 en milieu REP ; Comparaison entre les différentes approches

IV.2.2.7 Conclusions sur la propagation des fissures

Les stries de fatigue formées sous Air ne correspondent pas à un marquage cycle à cycle. Ainsi, on ne peut utiliser les mesures d'interstries pour remonter aux vitesses macroscopiques de propagation. Cependant, on peut décrire une loi d'évolution de la fissure principale en accord avec les observations expérimentales, en utilisant une approche de type Tomkins - Wareing qui considère que la phase d'amorçage est négligeable et que la propagation de la fissure est gouvernée par l'amplitude de déformation plastique.

A l'inverse, les vitesses microscopiques définies en milieu eau REP par les distances entre stries de fatigue sont en accord avec les vitesses macroscopiques. Par ailleurs, l'approche de type Tomkins – Wareing, basée sur l'ensemble des stries de fatigue ou sur les durées de vie, est moins adaptée dans cet environnement car elle moyenne les interactions entre fissures ce qui tend à sous-estimer, dans les premiers stades de l'endommagement, les profondeurs réellement atteintes.

L'utilisation du paramètre mécanique ΔJ pour représenter les vitesses de propagation en milieu REP, ne permet pas de rationaliser les courbes selon la vitesse ou selon l'amplitude de déformation. Cependant, le mode d'évaluation du ΔJ doit être revu pour prendre en compte le caractère particulier du dommage. Toutefois, même si l'on considère des états d'endommagement proches, les courbes restent distinctes, ce qui indique l'effet de couplages entre environnement et modes de déformation, sur la vitesse de propagation des fissures.

En conclusion, l'action du milieu REP, par rapport à l'air, porte plus sur l'accélération de la phase d'amorçage et de la phase de micropropagation des fissures (croissance des fissures microstructuralement courtes « MSC'S »), que sur l'accélération de la phase de propagation

(croissance des fissures mécaniquement courtes « msc's »). Il ne faut donc pas négliger le stade de propagation des fissures courtes car une importante partie de la durée de vie leur est dédiée dans l'air. D'ailleurs, l'endommagement créé en 600 cycles dans l'air n'a pas d'impact sur la durée de vie résiduelle en milieu eau REP alors qu'un précyclage de 600 cycles en milieu primaire, entraîne une importante chute de la durée de vie résiduelle dans l'air.

Enfin, l'influence de la vitesse de déformation en milieu eau REP, porte également sur la phase de micropropagation et moins sur le régime de propagation des fissures.

IV.3. Discussion concernant les mécanismes de fatigue - corrosion

Comme nous l'avons évoqué dans le chapitre I, l'endommagement et la durée de vie de l'acier inoxydable austénitique 304L en milieu eau primaire REP résulte du couplage de plusieurs facteurs et relève ainsi de plusieurs domaines de la science des matériaux. En effet, l'amorçage et la propagation des fissures dans l'acier 304L, sont ici gouvernés par l'action conjuguée de la déformation plastique cyclique ($\Delta\varepsilon_p/2 \approx \pm 2.10^{-3}$ ou $\pm 4.10^{-3}$) et des effets d'un environnement aqueux (Eau primaire REP), ces deux facteurs étant dépendants de la température (300°C) et de la vitesse de déformation (4.10^{-3} ; 1.10^{-4} ou 1.10^{-5} s⁻¹).

Nous nous trouvons donc dans le domaine de la fatigue - corrosion qui résulte de l'interaction entre différents paramètres mécaniques, chimiques et métallurgiques. Nous nous proposons ainsi, de confronter nos observations relatives aux processus d'endommagement à quelques modèles de corrosion disponibles dans la littérature.

Le phénomène de fatigue - corrosion apparaît sous l'action conjuguée de l'environnement et d'une sollicitation mécanique cyclique. Il se manifeste par un abaissement de la résistance à la fatigue du matériau. Le plus souvent, et compte tenu des cinétiques de dissolution et de repassivation assez lentes comparées aux phénomènes mécaniques, ce type d'endommagement survient pour des pièces sollicitées à basse fréquence, par exemple lors de cycles de chauffage - refroidissement de structures. Les mécanismes évoqués pour rendre compte de la fatigue - corrosion peuvent être proches de ceux proposés pour la corrosion sous contrainte (CSC). En effet, la fatigue-corrosion peut impliquer une fragilisation par l'Hydrogène, une rupture de film, une dissolution suivie d'une repassivation, une plasticité localisée accrue, des interactions entre dislocations et dissolution de la surface, l'adsorption d'atomes et la combinaison complexe de ces différents processus.

Comme son nom l'indique, la CSC résulte de l'action conjuguée d'une contrainte mécanique en tension (résiduelle ou appliquée), et d'un milieu actif vis-à-vis du matériau, chacun de ces facteurs pris séparément n'étant pas susceptible à lui seul d'endommager la structure. Ce type de corrosion se caractérise par l'apparition de fissures intergranulaires ou transgranulaires dont la direction générale de propagation est perpendiculaire à la contrainte principale. Les fissures ne se propagent d'ailleurs qu'au-delà d'un ΔK_{seuil} dépendant du matériau et du milieu. Susceptible d'affecter un grand nombre de matériaux, ce type de corrosion se rencontre lorsque l'alliage, passif dans le milieu considéré, voit son film protecteur se rompre localement sous l'action des contraintes, créant ainsi des sites de corrosion localisée. On peut noter également que ce

phénomène affecte préférentiellement les couples matériau - milieu pour lesquels le potentiel de corrosion est proche de la frontière de stabilité du film protecteur.

IV.3.1 Présentation de quelques modèles de CSC

Différents mécanismes de CSC sont avancés pour expliquer la propagation d'une fissure, mais au regard de la multiplicité des facteurs mécaniques et chimiques à considérer, il reste difficile d'identifier sans ambiguïté le rôle respectif de chacun de ces mécanismes. Une représentation schématique des principaux processus élémentaires susceptibles d'intervenir peut toutefois être donnée sur la Figure IV-73.

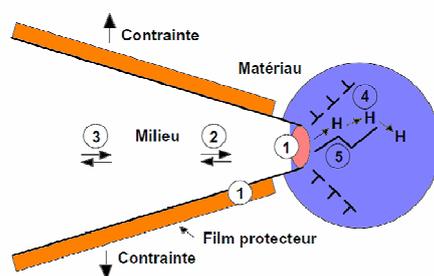


Figure IV-73: Principaux processus mis en jeu en fond de fissure de CSC : 1) Réactions et transports superficiels, 2) Transports en phase liquide, 3) Réactions en phase liquide, 4) Modification des propriétés du matériau (dislocations, diffusion d'espèces), 5) Ruptures mécaniques

De nombreux modèles de CSC sont cohérents avec une **fissuration de type transgranulaire** comme celle que nous rencontrons dans le cas de l'acier inox austénitique 304L testé en fatigue oligocyclique à 300°C dans les environnements air et eau primaire REP, pour différentes conditions de sollicitation mécanique (vitesse et amplitude de déformation). Plusieurs de ces modèles sont présentés en Annexe II où ils sont regroupés en trois familles : Modèle basé sur la dissolution anodique ; Modèles basés sur l'action de l'Hydrogène (Fragilisation ou Interaction Hydrogène / Plasticité) et Autres modèles (Microclivage / Plasticité ou Mobilité des atomes de surface).

En plus des différents modèles de CSC, nous pouvons citer parmi tant d'autres, les travaux de Murakami et al. [220, 221] concernant les effets de l'hydrogène sur la croissance des fissures par fatigue réalisés dans divers matériaux métalliques et notamment dans les aciers inoxydables austénitiques. Ils ont montré que la diffusion puis la concentration d'hydrogène en pointe de fissure conduit à une localisation de la déformation plastique. Ceci entraîne une diminution de la taille de zone plastique, une réduction de la fermeture (cf. Figure IV-74) et une atténuation importante de l'émoussement de la pointe de fissure (cf. Figure IV-75). Ainsi, en présence d'hydrogène, la fissure se propage plus vite (avec des stries de fatigue moins marquées et plus espacées). Cette augmentation de la vitesse de propagation des fissures est plus forte quand la

fréquence de chargement est abaissée et/ou quand une transformation martensitique se produit, en pointe de fissure notamment, car la diffusion de l'hydrogène est soit facilitée soit accélérée. Enfin, en raison d'une augmentation de l'acuité de la pointe de fissure, d'une diminution de la taille de la zone plastifiée et d'une localisation de la déformation en front de fissure (réduction du nombre de bandes de glissement autour de la fissure) ; le trajet de propagation de la fissure en présence d'hydrogène est très rectiligne et perpendiculaire à l'axe de sollicitation.

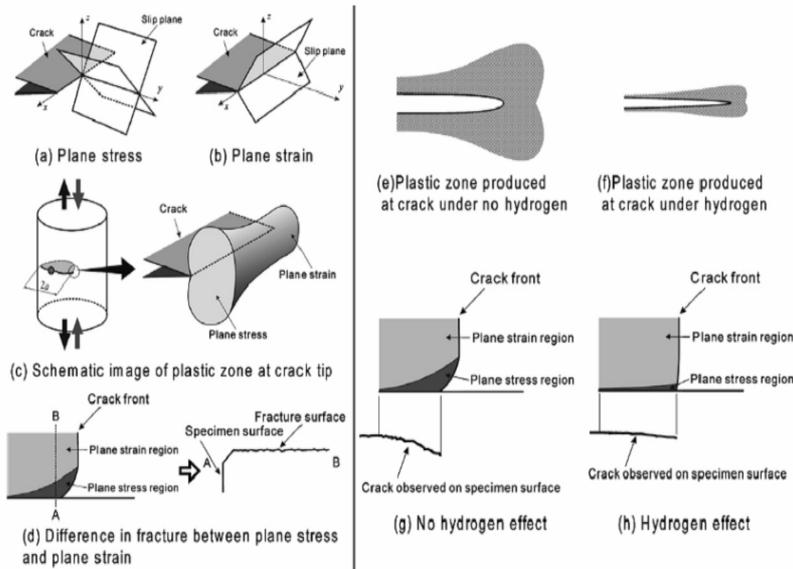


Figure IV-74: Influence de l'hydrogène sur la taille de la zone plastifiée et sur le trajet de propagation

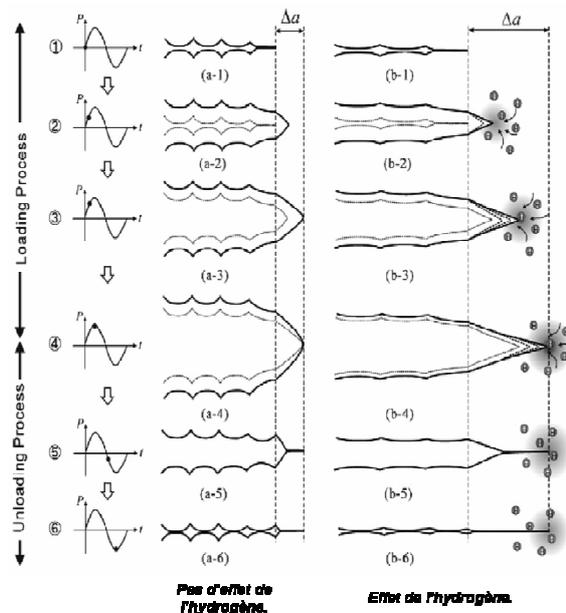


Figure IV-75: Mécanismes d'ouverture de la fissure et de formation de stries de fatigue, sans ou avec un effet de l'hydrogène

IV.3.2 Confrontation entre modèles de corrosion et endommagement observé

Ces modèles reposent sur des éléments caractéristiques (morphologie des fissures, présence de cavités, organisation des dislocations et précipitation ou impuretés) qui sont souvent difficiles à observer et/ou à différencier à l'aide de techniques classiques comme le MEB ou le MET.

Quoiqu'il en soit, nous nous proposons de vérifier dans quelle mesure, certains de ces modèles peuvent être cohérents avec l'endommagement observé sur nos différentes éprouvettes. Nous disposons d'observations MEB de surfaces utiles, de coupes longitudinales ou de faciès de rupture, d'éprouvettes testées sous air, sous vide ou en milieu eau REP et nous disposons d'observations MET à cœur, réalisées sur des éprouvettes testées 600 cycles sous air à 300°C, pour différentes vitesses de déformation.

Il est tout d'abord important de noter qu'en milieu eau primaire REP, le nombre de cycles admissibles est uniquement réduit d'un facteur 1,4 lorsque la période de cyclage est augmentée d'un facteur 400 (passage d'une vitesse de déformation de 0,4 à 0,001%/s).

L'endommagement et la durée de vie (en nombre de cycles) sont donc essentiellement pilotés par la fatigue en interaction avec le milieu et les courbes de dommage ne peuvent pas être rationalisées par le temps comme c'est le cas en CSC.

Avant de discuter des effets de l'environnement eau REP sur les processus d'endommagement, il faut rappeler que la conduite d'essais sous vide a permis de montrer qu'à 300°C, l'air est un milieu particulièrement actif vis-à-vis de l'endommagement par fatigue plastique des aciers inoxydables austénitiques :

L'influence néfaste du milieu air par rapport au vide, sur la durée de vie en fatigue de l'acier 304L, est déjà importante à forte amplitude de sollicitation et cet effet augmente lorsque l'amplitude de déformation plastique imposée diminue, cf. Figure IV-10. A 300°C, les sites d'amorçage sont de même nature (Bandes de glissement, Joints de Macles et Joints de Grains) dans les deux environnements et le mode de propagation est du type stade II transgranulaire, sous air comme sous vide. Mais dans l'air, la formation des fissures est facilitée (densité de fissures plus élevée dans l'air que sous vide) et leur propagation est accélérée, cf. Chapitre III.

Si l'on observe au MEB un faciès de rupture d'une éprouvette testée sous vide à $T = 300^{\circ}\text{C}$, $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ et $d\epsilon/dt = 0.01\%/s$; on constate, cf. Figure IV-76, que la surface de rupture présente un aspect très ductile et perturbé avec la présence de quelques plages inclinées au voisinage de la surface et la prédominance de cupules, ce qui traduit la difficulté qu'ont les fissures courtes à se propager au sein d'un grain puis à franchir les premières barrières microstructurales pour passer d'un grain à l'autre.

En comparaison, le faciès de rupture, cf. Figure IV-44, d'une éprouvette testée sous air dans les mêmes conditions de chargement mécanique présente un aspect « moins ductile » avec de très nombreuses plages planes contenant des stries de fatigue. La propagation semble ainsi sous air, beaucoup plus rapide et moins sensible que sous vide aux effets de barrières microstructurales. Ceci apparaît clairement sur les faciès mais est bien plus difficile à percevoir en observant uniquement les trajets de propagation des fissures en surface, cf. Figure III-12.

L'action de l'environnement air sur la propagation des fissures en fatigue à haute température, est attribuée pour la plupart des alliages métalliques, aux effets de l'oxydation mais surtout de la vapeur d'eau comme l'ont montré notamment J. Petit et/ou G. Hénaff dans des différents aciers ou dans certains alliages de Titane ou d'Aluminium [222-225]. En effet, l'espèce la plus active dans l'air est la vapeur d'eau et son adsorption est très rapide mais elle est contrôlée par l'accès de la phase gazeuse à la pointe de la fissure, qui dépend : de la pression partielle de vapeur d'eau, de la fréquence, du rapport de charge ou de l'amplitude sollicitation ... Son adsorption induit une diminution de l'énergie de création de surface (Effet Rehbinder), ce qui facilite la propagation des fissures. Dans un second temps, la dissociation des molécules d'eau adsorbées, entraîne la production d'Hydrogène qui accélère également la propagation des fissures. Compte tenu des concentrations mises en jeu, l'assistance de l'hydrogène semble plus s'expliquer par un processus de plasticité facilité, plutôt que par un processus de fragilisation. McEvily et Gonzalez Velasquez [226] sur un Acier ou Davidson et Lankford's [227] sur un alliage d'Aluminium ont observé une réduction de l'émoussement en fatigue dans l'air.

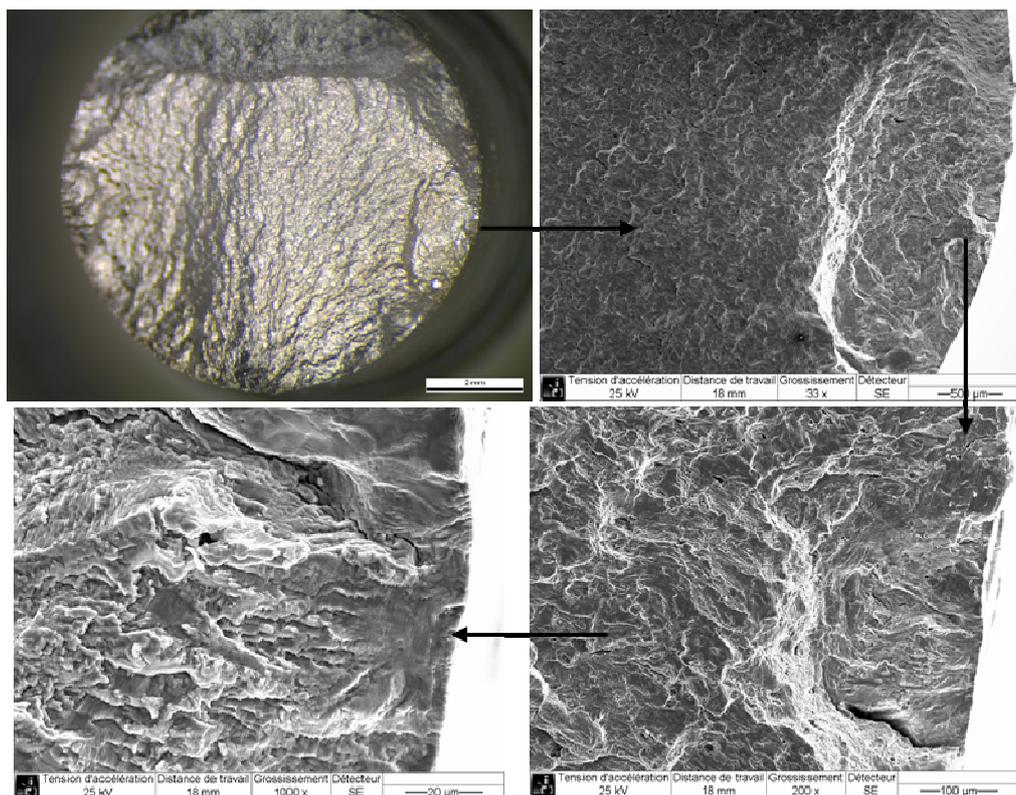


Figure IV-76: Faciès de rupture de l'éprouvette NPC26VNC testée sous VIDE à 300°C; $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ et $d\epsilon/dt = 0.01\%/s$; observations au microscope optique et au MEB

Par ailleurs, dans une représentation de Manson-Coffin, cf. Figure IV-10, l'influence néfaste du milieu eau primaire REP sur la durée de vie en fatigue de l'acier 304L, paraît indépendante de l'amplitude de déformation plastique imposée ($\Delta\epsilon_p/2 \approx \pm 0,2$ & $\pm 0,4\%$ pour $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0,3$ & $\pm 0,6\%$), si l'on prend comme référence le milieu air :

En milieu REP comme sous air et quelle que soit la vitesse de déformation, les sites d'amorçage sont de nature identique (Bandes de glissement, Joints de macles ou Joints de grains) et l'amorçage intragranulaire est nettement privilégié. Il en est de même pour la phase de propagation qui est de type transgranulaire comme le montrent les coupes longitudinales présentées sur la Figure IV-77 pour un essai interrompu en milieu REP ou sur la Figure IV-78 pour un essai conduit à rupture dans l'air. Ce mode de propagation nous permet d'écarter un certain nombre de modèles de corrosion, comme celui d'oxydation interne proposé par Scott expliquant une fissuration intergranulaire ...

En milieu eau REP, la phase d'amorçage est facilitée et/ou accélérée, ce qui se traduit dans les premiers stades du cyclage (300 cycles), par une densité de fissures deux fois supérieure à

celle observée sous Air dans les mêmes conditions de sollicitations. Ceci souligne un premier effet de l'environnement eau REP. Précisons qu'après 600 cycles, le multi - amorçage est très important dans les deux environnements avec des densités de fissures voisines, ce qui n'est pas le cas lorsque l'on compare l'air avec le vide. Ce multi-amorçage entraîne particulièrement sous REP, la coalescence de nombreuses fissures.

En milieu eau REP, la transition pseudo-stade I / stade II transgranulaire se produit plus rapidement (en nombre de cycles et en profondeur) que sous air. Un deuxième effet de l'environnement eau REP porte donc sur la phase de micropropagation qui semble être nettement accélérée puisque entre 300 et 600 cycles, les fissures vont parcourir plusieurs grains alors que sous Air, les fissures seront toujours confinées dans un ou deux grains. On observe ainsi en milieu eau REP pour des faibles profondeurs, la présence de plages planes présentant des stries de fatigue (marquage cycle à cycle en milieu REP contre marquage pas à pas dans l'air), cf. Figure IV-51, Figure IV-54 et Figure IV-67. L'apparition rapide de ces stries ductiles en milieu REP suggère une augmentation de la plasticité locale (en pointe de fissure) comme cela est proposé par certains modèles.

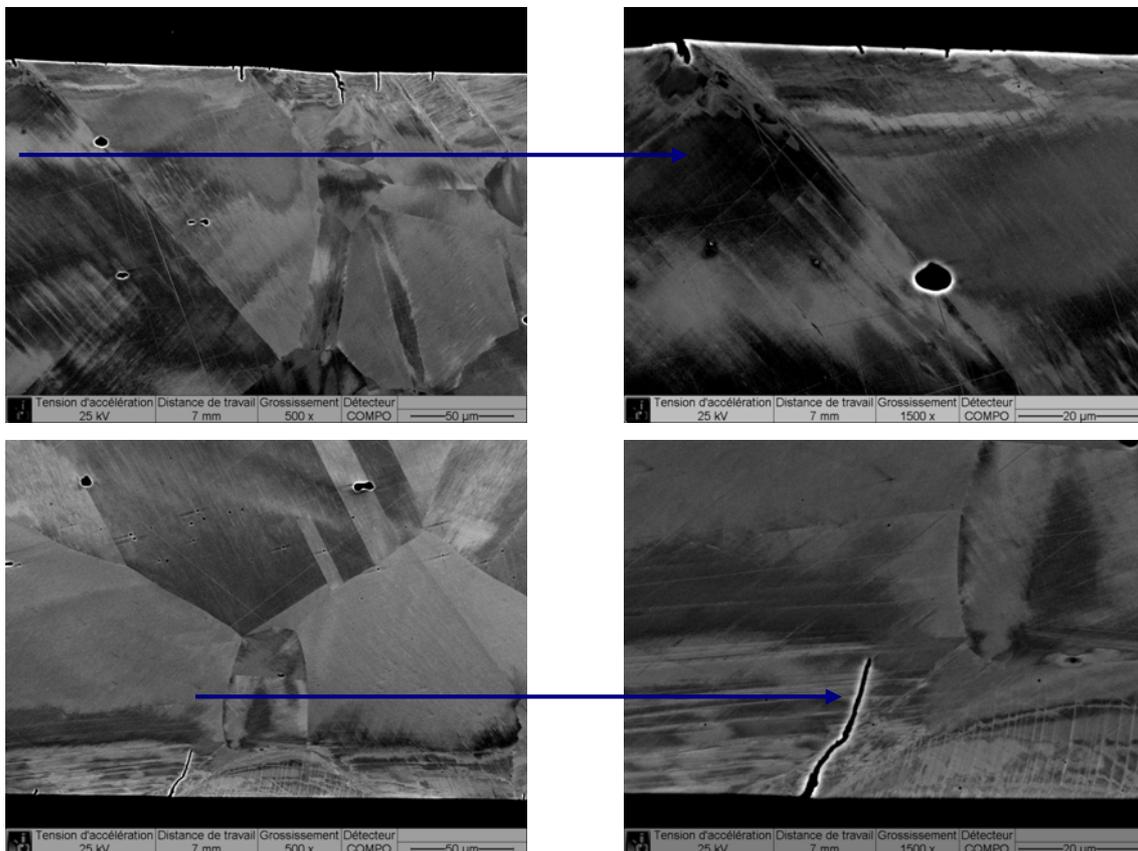


Figure IV-77: Fissures interceptées sur une coupe longitudinale de l'éprouvette NPC07A testée 300 cycles sous REP, à 300°C ; $\Delta\epsilon/2 = \pm 0.6\%$ et $d\epsilon/dt = 0.001\%/s$

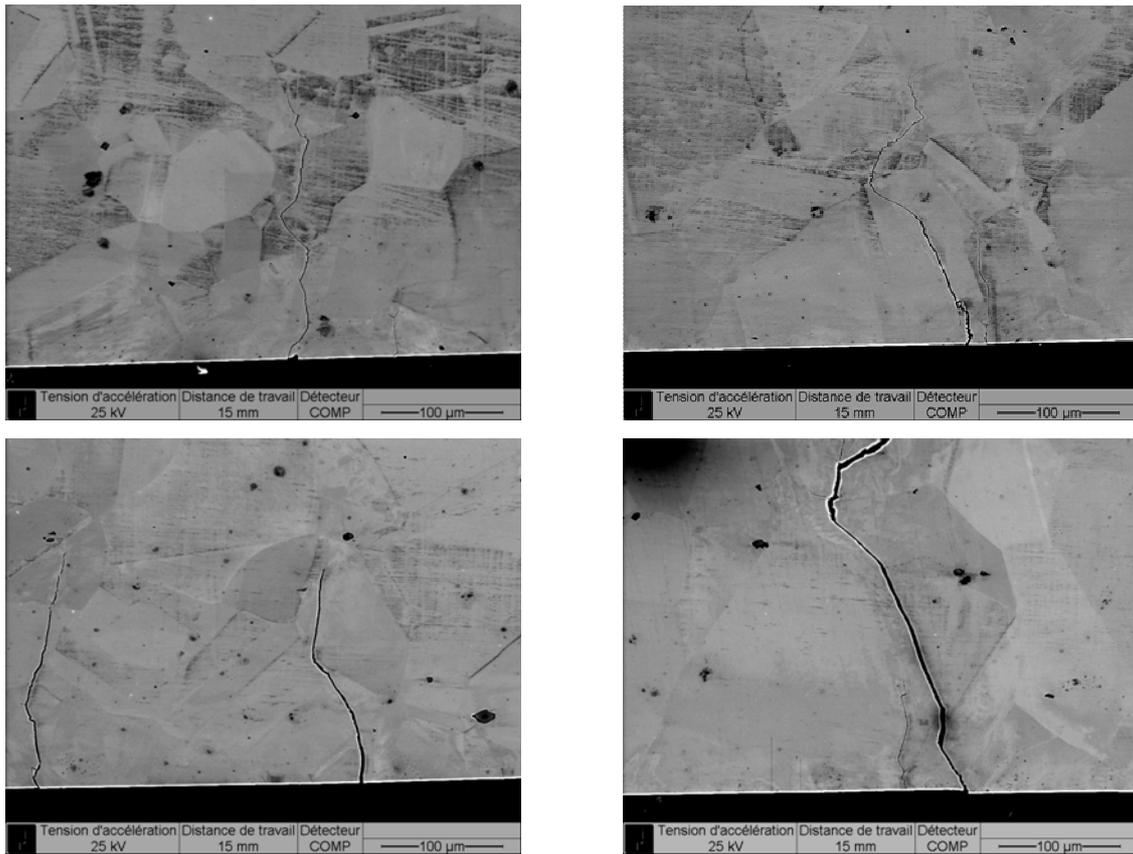
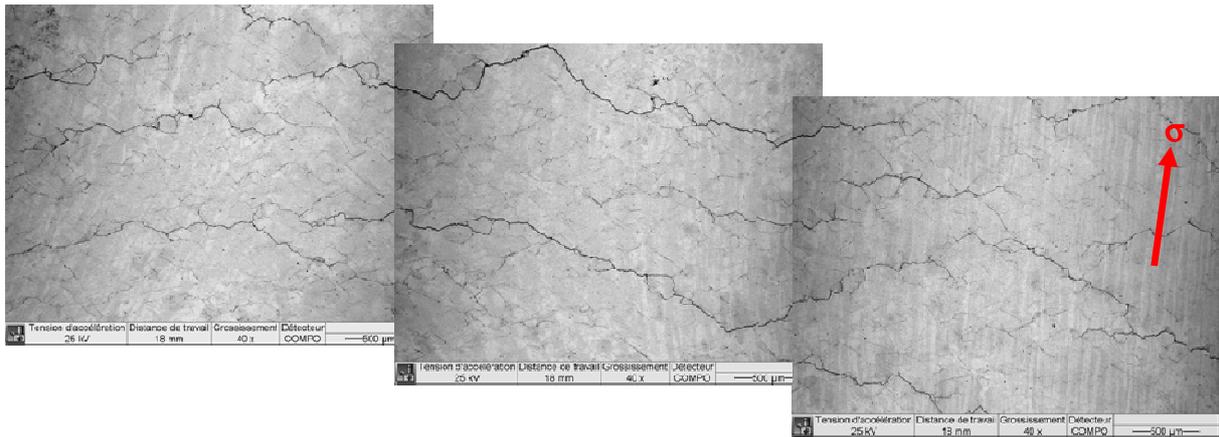
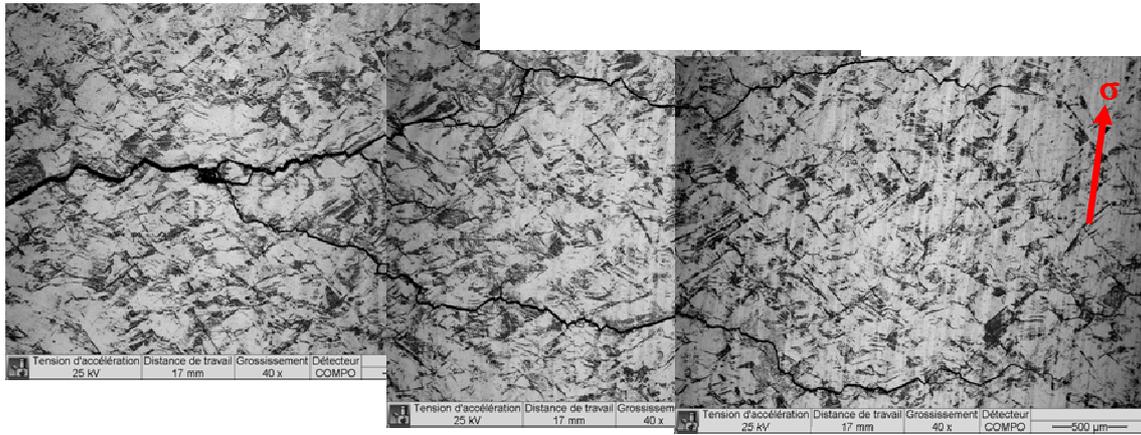


Figure IV-78: Fissures secondaires interceptées sur une coupe longitudinale de l'éprouvette NP07T testée jusqu'à rupture sous AIR, à 300°C ; $\Delta\epsilon/2 = \pm 0.6\%$ et $d\epsilon/dt = 0.01\%/s$

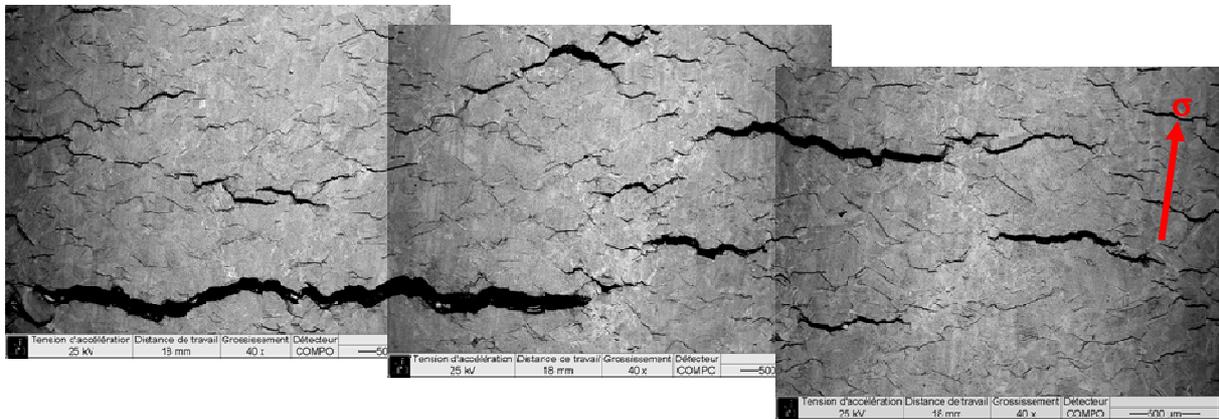
Enfin, un troisième effet du milieu eau REP est observable sur la propagation des fissures qui est plus rectiligne dans cet environnement, cf. Figure IV-79, que celle constatée dans l'air, cf. Figure IV-80. Ceci suggère une diminution de la sensibilité des fissures à l'effet de barrières microstructurales comme les joints de grains. Ceci est cohérent avec certains modèles proposant une localisation de la déformation plastique en pointe de fissure qui se trouve alors moins émoussée.



a) NPC17A : 0,4%/s

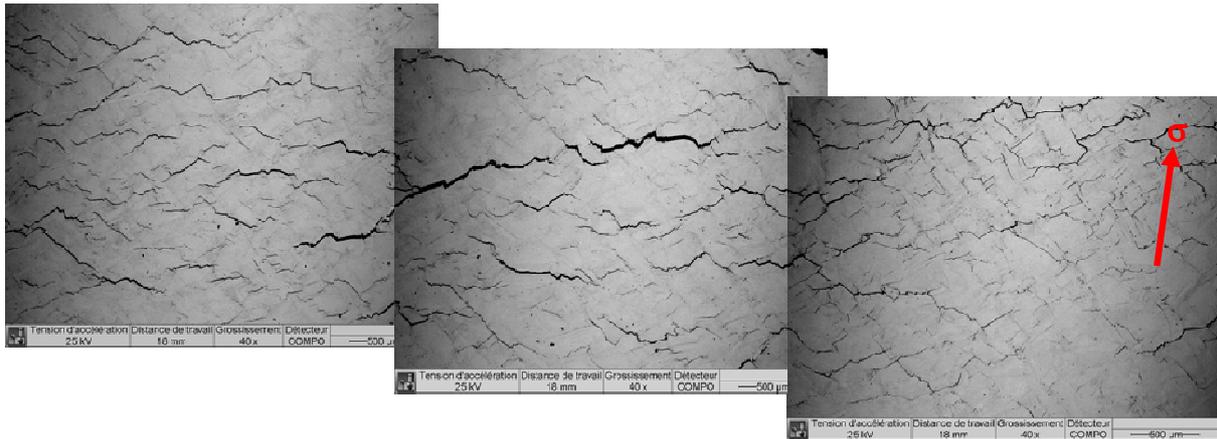


b) NPC03A : 0,01%/s

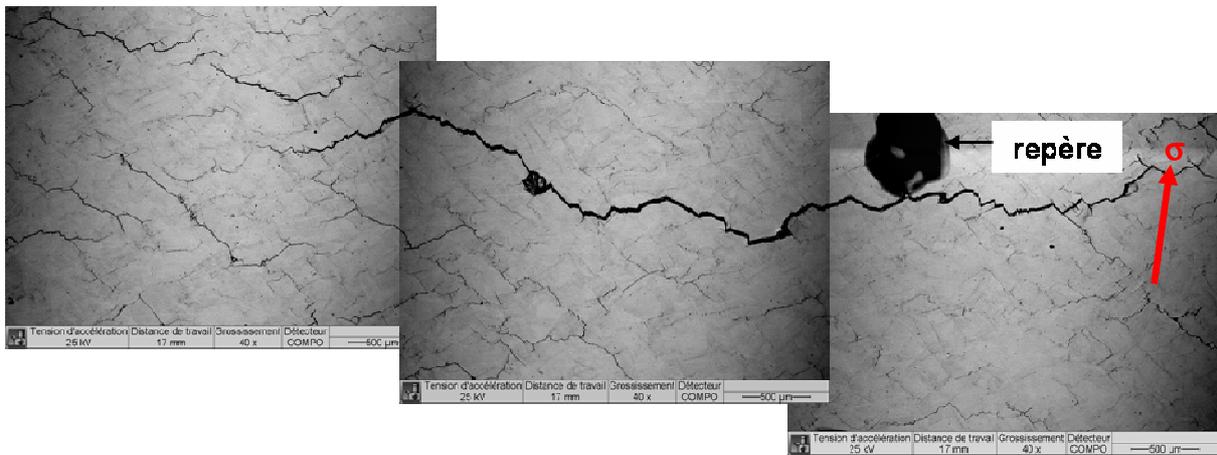


c) NPC11A : 0,001%/s

Figure IV-79: Fissures secondaires, observées à la surface d'éprouvettes testées jusqu'à rupture, en milieu eau REP à $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ et $T = 300^\circ\text{C}$; a) Essai à 0.4%/s ; b) Essai à 0.01%/s et c) Essai à 0.001%/s



a) NPC03T : 0,4%/s



a) NPC06T : 0,01%/s

Figure IV-80: Fissures secondaires, observées à la surface d'éprouvettes testées jusqu'à rupture, dans l'AIR à $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$ et $T = 300^\circ\text{C}$; a) Essai à 0.4%/s et b) Essai à 0.01%/s

Il est difficile dans le domaine de la fatigue - corrosion, de déterminer quelle force motrice contrôle la propagation des fissures, car il faut pouvoir distinguer les effets mécaniques (amplitude et vitesse de déformation, niveaux de contraintes, ...) des effets chimiques (formation de films, dissolution, action de l'hydrogène, ...). Toutefois, considérant les caractéristiques des endommagements observés dans les différents milieux (air, vide et eau REP) à 300°C, il semble que les phénomènes opérant en milieu eau REP soient du même type que ceux agissant dans l'air mais qu'ils soient plus accentués et que les cinétiques soient bien plus élevées. On peut lier ce comportement à une production d'hydrogène plus élevée que dans l'air du fait d'une oxydation plus marquée en milieu eau REP.

Ainsi, l'action de l'environnement eau REP nous paraît en bon accord avec certains modèles basés sur l'interaction Plasticité / Action de l'hydrogène, sans écarter l'influence éventuelle de l'injection de lacunes formées par la réaction d'oxydation. En revanche, le modèle de dissolution anodique ne semble pas applicable en milieu eau REP d'autant que les courants de dissolution sont très faibles dans cet environnement au contraire du milieu eau REB (BWR). Enfin, les modèles basés sur la fragilisation par l'hydrogène semblent peu probables pour les aciers inoxydables austénitiques testés à 300°C considérant, comme c'est le cas dans l'air, la faible concentration d'hydrogène produit.

IV.3.3 Discussion

Nous avons montré qu'en milieu REP, c'est la phase de micropropagation (croissance des fissures courtes) qui semble être fortement accélérée et qui permet d'expliquer une bonne partie de la différence de durée de vie entre l'air et le milieu eau REP. En effet, l'amorçage des fissures dites courtes est très rapide en fatigue oligocyclique, ainsi une grande partie de la durée de vie est liée au développement progressif de ces fissures. Ce développement se fait de manière discontinue, en interaction avec les barrières microstructurales (joints de grains, joints de phases ...). La vitesse de propagation d'une fissure courte est importante dans un premier stade mais diminue au fur et à mesure qu'elle s'approche des premières barrières microstructurales. L'arrêt et le redémarrage des fissures aux différentes barrières constituent les éléments clés du mécanisme de propagation à l'échelle du grain (échelle mésoscopique). Le processus de blocage - déblocage a lieu jusqu'à ce que la fissure atteigne une longueur correspondant au seuil mécanique de propagation type « fissure longue ». Le franchissement d'une barrière microstructurale est possible lorsqu'une énergie suffisante est accumulée aux extrémités de la fissure bloquée, l'efficacité d'une barrière dépendant de la longueur de la fissure. Par conséquent, le rôle de l'environnement sur le franchissement de la barrière peut être capital. Ainsi, dans les mêmes conditions de sollicitation mécanique, certaines fissures courtes ne se propagent pas en l'absence d'effets d'environnement (sous vide par exemple) alors qu'elles le peuvent dans un environnement agressif.

L'endommagement de fatigue et de fatigue - corrosion correspond souvent à un effet de multifissuration et d'interactions fissures courtes - microstructure. Dans un polycristal, la distribution des orientations des grains voisins possède un caractère aléatoire. Si l'amorçage des premières fissures courtes est évidemment facilité dans les grains d'orientations cristallographiques favorables par rapport à l'axe de chargement, leur propagation dépend de la taille de grain fissuré et de l'orientation cristallographique des grains voisins.

On comprend aisément que la présence d'un milieu corrosif puisse donc influencer à la fois les processus d'amorçage et de propagation des fissures courtes. Dans la phase d'amorçage, les mécanismes envisageables sont par exemple les modifications des propriétés plastiques du matériau dans la couche superficielle suite aux interactions corrosion - déformation et les phénomènes de dépassivation locale. Dans la phase de propagation, le franchissement des barrières microstructurales ainsi que les mécanismes dus à la présence d'hydrogène en fond de fissure, peuvent intervenir comme nous l'avons montré en présentant succinctement les différents modèles de CSC.

Magnin et Stolarz [228, 229] ont montré que pour l'acier inoxydable austénitique 316L, sollicité en fatigue oligocyclique à déformation plastique imposée ($\Delta\epsilon_p = \pm 0.4\%$), le seuil d'amorçage des premières microfissures (en terme de nombre de cycles) est le même à l'air qu'en milieu NaCl (30g/l). De plus, les densités maximales atteintes par les fissures courtes sont très proches dans les deux environnements. En revanche, la cinétique d'évolution des fissures courtes est fortement modifiée par l'environnement chloruré. En effet, la vitesse de croissance des fissures individuelles comme la rapidité d'amorçage de nouvelles fissures courtes sont nettement accélérées dans ce milieu. L'action du milieu corrosif conduit donc à une diminution de la résistance des barrières microstructurales. Ce cas illustre le comportement d'un couple matériau - milieu où à l'échelle de la micropropagation (fissures courtes), seule la cinétique du processus d'endommagement est modifié. Dans d'autres systèmes en revanche, comme le Zircalloy-4 dans un milieu iodé, le milieu corrosif conduit à une modification fondamentale des mécanismes d'endommagement. En effet, à la place d'une fissuration majoritairement intragranulaire dans un milieu neutre, la fissuration de cet alliage est purement intergranulaire dans le méthanol iodé. Dans de tels cas, en raison de changements de mécanismes physico - chimiques, les processus de fissuration dans les deux environnements doivent donc être considérés comme différents.

Ainsi, comparé au vide, l'air est un milieu actif dont les effets à 300°C (oxydation, et surtout vapeur d'eau) sont importants et néfastes pour la durée de vie en fatigue. Les effets de l'environnement eau primaire REP sur les processus d'endommagement sont proches de ceux du milieu air mais il semblerait que l'action plus importante du milieu primaire porte principalement sur l'accélération des cinétiques d'amorçage et de propagation des fissures courtes, tout comme cela se produit dans le cas de l'acier 316L cyclé en milieu NaCl [228, 229].

Enfin, les effets relatifs de la vitesse de déformation et de l'environnement sur les mécanismes d'endommagement et sur la durée de vie en milieu eau REP comme dans l'air, sont difficiles à identifier puisque les essais conduits sous vide ont révélé une influence intrinsèque de la vitesse de déformation sur les modes de déformation et d'endommagement à 300°C :

Nous avons constaté dans les milieux air, eau primaire REP et surtout sous vide, une augmentation ainsi qu'une accélération de l'endommagement avec la diminution de la vitesse de déformation. De par la multifissuration qu'il favorise, cet effet intrinsèque de la vitesse de déformation sur l'endommagement peut faciliter l'action de l'environnement eau REP.

La vitesse de déformation modifie également les mécanismes de déformation. D'une part, sa diminution favorise l'augmentation de la planéité du glissement (moins bon perfectionnement des structures de dislocations caractéristiques d'un glissement dévié) et accentue la localisation de la déformation. Or, il est admis que plus le glissement est plan et hétérogène, plus l'accumulation d'hydrogène au sein du matériau est favorisée, accélérant et augmentant alors son action probable sur la localisation de la déformation plastique. Ainsi, en milieu eau primaire REP où le rôle de l'hydrogène semble déjà très marqué, l'influence intrinsèque de la vitesse de déformation peut exacerber les effets d'environnement. D'autre part, nous avons observé à faible vitesse et haute amplitude de déformation, la formation de micromacles mécaniques et même de martensite ϵ . Or, la diffusion de l'hydrogène est accélérée dans cette phase (Hydrogen Diffusion Highway Effect) [230]. La transformation martensitique pourrait donc également faciliter l'action de l'environnement eau REP. Des observations MET sur un acier 304L et sur un acier 316L, plus stable, permettrait d'évaluer le rôle de ce facteur.

Nous avons observé en milieu eau primaire REP, que la durée de vie la plus faible n'est pas obtenue à 0,001%/s mais à 0,01%/s. En plus d'éventuels effets de décharge ou d'écrantage entre fissures, ce résultat pourrait également être expliqué par des cinétiques de rupture de film et/ou d'adsorption, d'absorption et de diffusion dépendantes de la vitesse de déformation.

IV.4. Synthèse du chapitre

Dans ce chapitre, nous nous sommes attachés à étudier le comportement et la durée de vie de l'acier inoxydable austénitique 304L en milieu eau primaire REP, en fonction de paramètres tels que l'amplitude ou la vitesse de déformation.

En prenant comme référence, le milieu air à 300°C, on constate que l'environnement eau REP provoque une baisse de la tenue en fatigue oligocyclique de l'acier 304L. Pour notre acier 304L (C.L.I.) et sur peu d'essais à $\pm 0,3$ et $\pm 0,6\%$ uniquement, cette chute de durée de vie paraît indépendante de l'amplitude de déformation totale imposée dans le domaine élasto-plastique, alors que l'influence des environnements air ou eau REP est plus élevée à faible amplitude de déformation en considérant la durée de vie sous vide comme référence.

Par ailleurs, comme cela a été observé dans l'air et sous vide, la durée de vie en milieu primaire diminue lorsque la vitesse de déformation est abaissée. Quel que soit l'environnement, cette réduction de durée de vie ne peut être rationalisée par le temps et résulte d'un couplage fatigue - environnement. Compte tenu des faibles durées de vie en milieu eau REP pour une amplitude de déformation de $\pm 0,6\%$, nous avons pu conduire à rupture, un essai piloté avec une vitesse de 0,001%/s. Contrairement à certaines données de la littérature qui montrent une diminution de la durée de vie avec la baisse de la vitesse de déformation jusqu'à 0,0004%/s, la durée de vie ainsi obtenue s'est avérée très proche de celle observée avec une vitesse de déformation de 0,01%/s. Vu la complexité de ces essais et le temps nécessaire à leur réalisation, cette tendance n'a pas pu être confirmée par d'autres tests. Toutefois, les observations de l'endommagement à différentes fractions de durée de vie, ainsi que des essais menés au Creusot sur l'acier 304L (Industeel), tendent à confirmer une cinétique d'endommagement plus élevée à la vitesse de 0,01%/s.

Ces analyses qualitatives et quantitatives du dommage réalisées sur des surfaces utiles et sur des faciès de rupture ont permis d'étudier de manière détaillée, l'action de l'environnement eau REP sur les mécanismes comme sur les divers stades d'endommagement.

Un premier effet du milieu primaire porte sur l'accélération de la phase d'amorçage des fissures qui sont, dans les premiers instants du cyclage (300 cycles), deux fois plus nombreuses que dans l'air. Précisons que cette accélération ne concerne que la densité des fissures et non leur nature car les proportions des différents sites d'amorçage sont identiques dans les deux environnements.

Un second effet de l'environnement eau REP porte sur l'augmentation des cinétiques de micropropagation. En effet, une grande partie de la durée de vie dans l'air est consacrée à la croissance des fissures courtes alors que cette phase est considérablement réduite en présence du milieu primaire. Ainsi, entre 300 et 600 cycles (pour $\Delta\epsilon_r/2 = \pm 0,6\%$), les fissures traversent plusieurs grains en milieu primaire, alors que celles formées dans l'air ont des difficultés à franchir les premières barrières microstructurales.

Dans un dernier temps, le milieu eau REP accélère malgré tout, mais dans une moindre mesure, les vitesses de propagation des fissures longues. Ainsi, l'augmentation des vitesses de propagation en milieu primaire, ne peut expliquer que partiellement la chute des durées de vie.

En clair, l'action de l'environnement eau primaire REP est maximale au début du cyclage, pour les phases d'amorçage et de croissance des fissures courtes et s'atténue durant la croissance des fissures longues, lorsque les vitesses de propagation ainsi que les interactions entre fissures augmentent.

Considérant que la phase d'amorçage est négligeable dans les deux environnements air et eau REP et que la croissance des fissures en fatigue oligocyclique, est dépendante de l'amplitude de déformation plastique, nous avons défini à l'aide d'une approche du type Tomkins – Wareing, différentes lois d'évolution de la fissure principale en fonction de la vitesse de déformation. Les lois obtenues donnent des résultats satisfaisants dans l'air mais sont plus contestables en milieu eau REP en raison de la géométrie des fissures et de leurs interactions. Dans le but d'établir des lois d'évolution de l'endommagement en milieu primaire, un travail complémentaire doit être réalisé afin de définir un paramètre mécanique adéquat et de prendre en compte les interactions entre fissures.

En définitive, le milieu eau primaire REP agit essentiellement sur la cinétique et non sur la nature de l'endommagement. Ainsi, l'air à 300°C doit être considéré comme un environnement actif dans lequel, l'oxydation, la vapeur d'eau et l'interaction hydrogène/plasticité, entraînent une diminution de la durée de vie par rapport au vide. Les mécanismes mis en jeu en milieu eau REP semblent proches de ceux existants dans l'air, notamment en ce qui concerne une possible assistance de l'hydrogène dans l'augmentation et dans la localisation de la plasticité en pointe de fissure. Toutefois, dans le but de choisir ou même d'établir un modèle précis de fatigue - corrosion, permettant d'expliquer l'action de l'environnement eau primaire REP en fatigue oligocyclique, de nombreux essais et analyses spécifiques doivent être réalisés. On peut par

exemple citer l'intérêt d'étudier plus précisément les mécanismes de déformation et d'endommagement pour les faibles nombres de cycles (< 300 cycles) ou pendant la phase de transition fissures courtes / fissures longues (entre 300 et 500 cycles), en réalisant notamment des observations MET en pointe de fissure, à différentes fractions de durées de vie d'essais conduits sous vide, dans l'air et en milieu eau REP.

Conclusions et perspectives

Conclusions et perspectives

Ce travail de thèse a permis d'étudier l'influence des environnements air ou eau primaire REP et de la vitesse de déformation sur le comportement cyclique, l'évolution de l'endommagement et la durée de vie d'un acier inoxydable austénitique 304L testé majoritairement en fatigue plastique à 300°C et $\pm 0,6\%$ de déformation totale imposée.

Il existe à 300°C, un fort effet de l'environnement air qui tend à croître avec la diminution de l'amplitude de déformation plastique. Ainsi, la durée de vie sous vide à 300°C et faible amplitude ($\pm 0,3\%$) est considérable et l'on observe l'apparition d'un durcissement secondaire, expliqué par la formation de la structure de dislocations du type « corduroy » qui n'apparaît pas sous air, compte tenu de la plus faible durée de vie. De plus, il est intéressant de constater qu'il existe un effet bénéfique intrinsèque, sous vide, de la température de 300°C sur la durée de vie en fatigue, mais que cette influence n'est pas visible dans l'air. Effectivement, il n'y a pas de différences dans l'air entre la durée de vie à 20°C et celle à 300°C, car l'action de l'environnement air, attribuée aux effets de la vapeur d'eau et de l'hydrogène, vient masquer l'effet bénéfique de la température.

Par ailleurs, les essais sous vide ont permis de confirmer l'influence à 300°C, de la vitesse de déformation sur le comportement et sur la durée en fatigue du 304L. Cet effet de la vitesse, attribué au phénomène de vieillissement dynamique, se traduit par une sensibilité négative des contraintes à la vitesse de déformation et par une chute de la durée de vie lorsque la vitesse de déformation est abaissée. En effet, l'augmentation des blocages de dislocations entre elles ou avec les atomes en solution solide entraîne une hausse des niveaux de contraintes ainsi qu'un changement de modes de déformation (augmentation de la planéité et de l'hétérogénéité des glissements et apparition de micromaclage et même de transformation martensitique), qui provoquent une accélération de l'endommagement. Ainsi, on ne peut attribuer l'impact de la vitesse de déformation en milieu actif (Air ou eau REP), uniquement à des effets d'environnement liés au temps.

En milieu eau primaire REP, la tenue en fatigue de l'acier 304L est réduite et le facteur de réduction de durée de vie par rapport à l'air, dépend de la vitesse de déformation, mais paraît indépendant de l'amplitude de sollicitation dans le domaine élasto-plastique [$\pm 0,3\%$ - $\pm 0,6\%$]. Précisons qu'en milieu primaire comme sous air, la chute de durée de vie accompagnant la

diminution de la vitesse de déformation ne peut être rationalisée par le temps, ce qui souligne l'importance de la fatigue dans les mécanismes d'endommagement. De plus, dans le cadre d'essais conduits sur l'acier 304L (CLI) à $\Delta\epsilon_r/2 = \pm 0,6\%$, la durée de vie la plus faible en milieu eau REP est observée à la vitesse intermédiaire de 0,01%/s et non à 0,001%/s comme le prévoient certaines données de la littérature, ce qui traduit une compétition entre effets d'environnement et effets de vitesse de déformation.

L'amorçage des fissures en pseudo-stade I se produit dans les environnements air et eau REP, sur des sites de même nature, principalement au sein des grains présentant un facteur de Schmid élevé. Cependant, la cinétique de création de fissures est plus importante en milieu primaire avec un facteur deux sur la densité surfacique après 300 cycles. Précisons que la densité de fissures tend vers un même état de saturation dans les deux environnements au fur et à mesure que l'on augmente le cyclage.

Dans ces deux environnements, la propagation des fissures s'effectue en stade II transgranulaire, mais semble moins sensible aux effets de barrières microstructurales (joints de grains ou de macles) en milieu eau REP par rapport à l'air et surtout par rapport au vide.

En complément des analyses qualitatives et quantitatives de l'endommagement sur les surfaces utiles, l'observation de faciès de rupture a permis l'étude des cinétiques de micropropagation et de propagation des fissures. Il apparaît d'une part, que les stries de fatigue correspondent à un marquage pas à pas dans l'air et cycle à cycle en milieu eau REP. D'autre part, une approche de type Tomkins-Wareing, permet de prévoir l'évolution de la fissure principale dans l'air, mais du fait de la multifissuration et de la géométrie des fissures, l'utilisation d'une telle approche est délicate en milieu eau REP. De plus, l'évolution du dommage lors du passage d'un environnement à l'autre est difficilement prévisible à l'aide de ces lois phénoménologiques de croissance des fissures ou à partir d'une simple loi de cumul de dommage.

Quoiqu'il en soit, toutes ces analyses réalisées sur des éprouvettes conduites à rupture ou interrompues à différentes fractions de durée de vie, montrent que l'effet néfaste de l'environnement eau REP par rapport au milieu air, se fait essentiellement sur les phases d'amorçage et de micropropagation des fissures, plus que sur la phase de propagation.

Enfin, aux regards des caractéristiques de l'endommagement dans les divers milieux, l'effet de l'environnement primaire sur la durée de vie en fatigue oligocyclique semble pouvoir être attribué à l'action couplée de l'hydrogène et de la plasticité qui tend, d'après la littérature, à augmenter l'acuité de la pointe de fissure, à diminuer la taille de la zone plastifiée et à localiser la déformation en pointe de fissure (réduction du nombre de bandes de glissement autour de la fissure). De plus, une concentration locale élevée d'hydrogène est censée favoriser un trajet de

propagation de la fissure rectiligne et perpendiculaire à l'axe de sollicitation, ce qui est particulièrement le cas en milieu primaire.

Cependant, il est clair que l'analyse des processus physico-chimiques qui gouvernent l'endommagement par fatigue en milieu eau REP, n'ont pas été au cœur de ce travail et qu'ils restent à préciser. Dans ce but, des essais spécifiques et des observations plus fines concernant la distribution de la déformation plastique cyclique ou le chemin de fissuration sont à prévoir.

D'un point de vue industriel, il serait également utile de disposer en milieu eau primaire REP et dans le domaine élasto-plastique, de lois de fissuration rendant compte des effets de la température, de l'amplitude et de la vitesse de déformation. Pour ce faire, le choix d'un paramètre mécanique adéquat et l'utilisation de la modélisation numérique semblent nécessaires pour tenir compte plus précisément de la géométrie des fissures et de la multifissuration. De plus, les combinaisons entre les effets de l'état de surface et/ou de signaux de chargements réalistes et les effets de l'environnement eau primaire REP, devront être étudiées compte tenu des couplages importants entre vitesse de déformation et effets d'environnement.

Références Bibliographiques

Références bibliographiques

- [1] P.J. Cunat, "Aciers inoxydables, Critères de choix et structure", in: Techniques de l'Ingénieur, traité Matériaux métalliques; vol. MB4; dossier M4 540, Paris, 2000.
- [2] P.J. Cunat, "Aciers inoxydables, Propriétés, Résistance à la corrosion", in: Techniques de l'Ingénieur, traité Matériaux métalliques; vol. MB4; dossier M4 541, Paris, 2000.
- [3] F.H. Keating, "Chromium Nickel Austenitic Steels", Butterworth's Scientific Publications, 1956.
- [4] J.W. Brooks, M.H. Loretto, R.E. Smallman, INSITU OBSERVATIONS OF THE FORMATION OF MARTENSITE IN STAINLESS-STEEL, Acta Metallurgica, 27 (1979) 1829-1838.
- [5] L. Pasco, "Évaluation non destructive par mesures du bruit Barkhausen de la martensite induite par la fatigue oligo-cyclique d'aciers inoxydables austénitiques", in: Thèse de l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, Février 2004.
- [6] P.L. Manganon, G. Thomas, "The martensite phases in 304 stainless steel", in: Metallurgical Transactions, Vol. 1, Juin 1970, pp. 1577-1586.
- [7] K.P. Staudhammer, L.E. Murr, S.S. Hecker, NUCLEATION AND EVOLUTION OF STRAIN-INDUCED MARTENSITIC (BCC) EMBRYOS AND SUBSTRUCTURE IN STAINLESS-STEEL - A TRANSMISSION ELECTRON-MICROSCOPE STUDY, Acta Metallurgica, 31 (1983) 267-274.
- [8] P. Lacombe, B. Baroux, G. Beranger, "Les aciers inoxydables", Les éditions de physique, Les Ulis, 1990.
- [9] E. Nagy, V. Mertinger, F. Tranta, J. Solyom, Deformation induced martensitic transformation in stainless steels, Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing, 378 (2004) 308-313.
- [10] K.H. Lo, C.H. Shek, J.K.L. Lai, Recent developments in stainless steels, Materials Science & Engineering R-Reports, 65 (2009) 39-104.
- [11] F.B. Pickering, "Physical metallurgical development of stainless steel", in: Proceedings of the Stainless Steels Conférence, Göteborg, September 1984, pp. 2-28.
- [12] G. Hénaff, F. Morel, "Fatigue des structures: endurance, critères de dimensionnement, propagation des fissures, rupture", Ellipses, 2005.
- [13] C. Bathias, "La fatigue des matériaux et des structures", 2ème édition revue et augmentée, C. Bathias et J.P. Bâillon, p. 105-110, Hermès, 1997.
- [14] H. Mughrabi, F. Ackermann, H. Kerz, "Persistent slip bands in fatigue face-centered and body-centered cubic metals", in: Fatigue Mechanisms, ASTM STP 675, 1979, pp. 69-105.
- [15] J. Lemaitre, J.L. Chaboche, "Mécanique des Matériaux Solides", (Deuxième édition), Dunod, 1988.
- [16] M. Gerland, J. Mendez, J. Lepinoux, P. Violan, DISLOCATION-STRUCTURE AND CORDUROY CONTRAST IN A 316L ALLOY FATIGUED AT (0.3-0.5) T(M), Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing, 164 (1993) 226-229.
- [17] M. Gerland, R. Alain, B.A. Saadi, J. Mendez, Low cycle fatigue behaviour in vacuum of a 316L-type austenitic stainless steel between 20 and 600 degrees C .2. dislocation structure evolution and correlation with cyclic behaviour, Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing, 229 (1997) 68-86.
- [18] S.S. Manson, "Behavior of materials under conditions of thermal stresses", in: Heat transfer symposium; Univ. Michigan, 1952.

- [19] L.F. Coffin, "A study of the effect of cyclic thermal stresses on a ductile metal", in: Trans. ASME 76, 1954, pp. 931-950.
- [20] F. Dekazinczy, EFFECT OF SMALL DEFECTS ON FATIGUE PROPERTIES OF MEDIUM-STRENGTH CAST STEEL, Journal of the Iron and Steel Institute, 208 (1970) 851-855.
- [21] Y. Murakami, "Effect of small defects and nonmetallic inclusions on the fatigue strength of metals", in: JSME International Journal, Series 1, Vol. 32, n°2, 1989, pp. 167-180.
- [22] H.U. Hong, B.S. Rho, S.W. Nam, A study on the crack initiation and growth from delta-ferrite/gamma phase interface under continuous fatigue and creep-fatigue conditions in type 304L stainless steels, International Journal of Fatigue, 24 (2002) 1063-1070.
- [23] H.P. Lieurade, "La fatigue des matériaux et des structures", 2ème édition revue et augmentée, C. Bathias et J.P. Bailon, p. 57-104, Hermès, 1997.
- [24] J. Goodman, "Mechanics applied to engineering", Longman Green and Co., London, 1989.
- [25] G.L. Wire, T.R. Leax, J.T. Kandra, "Mean stress and environment effects on fatigue in type 304 stainless steel", in: ASME Pressure Vessel and Piping, 386, 1999, pp. 213-228.
- [26] E.R. Delosrios, A. Walley, M.T. Milan, G. Hammersley, FATIGUE-CRACK INITIATION AND PROPAGATION ON SHOT-PEENED SURFACES IN A316 STAINLESS-STEEL, International Journal of Fatigue, 17 (1995) 493-499.
- [27] L. Wagner, G. Lütjering, "Influence of surface condition on fatigue strength", in: Proceedings of the 4th Int. Conf. on Fatigue and Fatigue Thresholds, FATIGUE 90, Honolulu, 15-20 June 1990, pp. 323-328.
- [28] H. Holzapfel, V. Schulze, O. Vohringer, E. Macherauch, Residual stress relaxation in an AISI 4140 steel due to quasistatic and cyclic loading at higher temperatures, Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing, 248 (1998) 9-18.
- [29] D.J. Smith, G.H. Farrahi, W.X. Zhu, C.A. McMahon, Experimental measurement and finite element simulation of the interaction between residual stresses and mechanical loading, International Journal of Fatigue, 23 (2001) 293-302.
- [30] S.G.S. Raman, K.A. Padmanabhan, EFFECT OF ELECTROPOLISHING ON THE ROOM-TEMPERATURE LOW-CYCLE FATIGUE BEHAVIOR OF AISI 304LN STAINLESS-STEEL, International Journal of Fatigue, 17 (1995) 179-182.
- [31] S.G.S. Raman, K.A. Padmanabhan, A COMPARISON OF THE ROOM-TEMPERATURE BEHAVIOR OF AISI 304LN STAINLESS-STEEL AND NIMONIC-90 UNDER STRAIN CYCLING, International Journal of Fatigue, 17 (1995) 271-277.
- [32] S.G.S. Raman, K.A. Padmanabhan, Effect of prior cold work on the room-temperature low-cycle fatigue behaviour of AISI 304LN stainless steel, International Journal of Fatigue, 18 (1996) 71-79.
- [33] Y.S. Shih, J.J. Chen, The frequency effect on the fatigue crack growth rate of 304 stainless steel, Nuclear Engineering and Design, 191 (1999) 225-230.
- [34] C. Belamri, "Influence de la température (20 à 600°C) et de l'environnement (air-vide) sur le comportement en fatigue plastique d'un acier inoxydable austénitique (316L)", in: Thèse de l'Université de Poitiers, 1986.
- [35] R. Alain, "Comportement en fatigue plastique d'un acier inoxydable austénitique type 316L entre 20 et 600°C; Etude des facteurs gouvernant la durée de vie", in: Thèse de l'Université de Poitiers, 1993.
- [36] J. Mendez, On the effects of temperature and environment on fatigue damage processes in Ti alloys and in stainless steel, Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing, 263 (1999) 187-192.
- [37] K. Obrtlík, T. Kruml, J. Polak, DISLOCATION-STRUCTURES IN 316L STAINLESS-STEEL CYCLED WITH PLASTIC STRAIN AMPLITUDES OVER A WIDE INTERVAL, Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing, 187 (1994) 1-9.

- [38] F.D. Fischer, T. Schaden, F. Appel, H. Clemens, Mechanical twins, their development and growth, *European Journal of Mechanics a-Solids*, 22 (2003) 709-726.
- [39] M.A. Meyers, K.K. Chawla, "Mechanical behavior of materials", in, Prentice Hall, 1998.
- [40] F. Hamdi, S. Asgari, Evaluation of the role of deformation twinning in work hardening behavior of face-centered-cubic polycrystals, *Metallurgical and Materials Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science*, 39A (2008) 294-303.
- [41] J.W. Christian, S. Mahajan, DEFORMATION TWINNING, *Progress in Materials Science*, 39 (1995) 1-157.
- [42] J. Philibert, A. Vignes, Y. Brechet, P. Combrade, "Métallurgie du minéral au matériau", MASSON, Paris, 1997.
- [43] V. Tsakiris, D.V. Edmonds, Martensite and deformation twinning in austenitic steels, *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 273 (1999) 430-436.
- [44] T.H. Lee, C.S. Oh, S.J. Kim, S. Takaki, Deformation twinning in high-nitrogen austenitic stainless steel, *Acta Materialia*, 55 (2007) 3649-3662.
- [45] J. Garnier, "Déformation sous flux des aciers austénitiques des structures internes des réacteurs à eau pressurisée", in: Thèse de doctorat de l'Institut National Polytechnique de Grenoble, 2007.
- [46] M.A. Meyers, O. Vohringer, V.A. Lubarda, The onset of twinning in metals: A constitutive description, *Acta Materialia*, 49 (2001) 4025-4039.
- [47] M. Gerland, J. Mendez, P. Violan, B.A. Saadi, EVOLUTION OF DISLOCATION-STRUCTURES AND CYCLIC BEHAVIOR OF A 316L-TYPE AUSTENITIC STAINLESS-STEEL CYCLED INVACUO AT ROOM-TEMPERATURE, *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 118 (1989) 83-95.
- [48] A. Renault, J. Garnier, A. Jaillet, F. Barcelo, I. Tournié, T. Guilbert, "Identification des mécanismes de déformation plastique dans l'acier austénitique inoxydable 304L", in: Document technique CEA/DMN, DMN/SRMA/LA2M/NT/2006-2790/A, Septembre 2006.
- [49] Lecroise.F, A. Pineau, MARTENSITIC TRANSFORMATIONS INDUCED BY PLASTIC-DEFORMATION IN FE-NI-CR-C SYSTEM, *Metallurgical Transactions*, 3 (1972) 387-&.
- [50] G.H. Eichelman, F.C. Hull, THE EFFECT OF COMPOSITION ON THE TEMPERATURE OF SPONTANEOUS TRANSFORMATION OF AUSTENITE TO MARTENSITE IN 18-8-TYPE STAINLESS STEEL, *Transactions of the American Society for Metals*, 45 (1953) 77-104.
- [51] G.F. Bolling, R.H. Richman, PLASTIC DEFORMATION-TRANSFORMATION OF PARAMAGNETIC F C C FE-NI-C ALLOYS, *Acta Metallurgica*, 18 (1970) 673-&.
- [52] R.H. Richman, G.F. Bolling, STRESS, DEFORMATION, AND MARTENSITIC TRANSFORMATION, *Metallurgical Transactions*, 2 (1971) 2451-&.
- [53] G.B. Olson, M. Cohen, MECHANISM FOR STRAIN-INDUCED NUCLEATION OF MARTENSITIC TRANSFORMATIONS, *Journal of the Less-Common Metals*, 28 (1972) 107-&.
- [54] P.C. Maxwell, A. Goldberg, J.C. Shyne, STRESS-ASSISTED AND STRAIN-INDUCED MARTENSITES IN FE-NI-C ALLOYS, *Metallurgical Transactions*, 5 (1974) 1305-1318.
- [55] T. Angel, FORMATION OF MARTENSITE IN AUSTENITIC STAINLESS STEELS - EFFECTS OF DEFORMATION, TEMPERATURE, AND COMPOSITION, *Journal of the Iron and Steel Institute*, 177 (1954) 165-&.
- [56] J.A. Venables, MARTENSITE TRANSFORMATION IN STAINLESS STEEL, *Philosophical Magazine*, 7 (1962) 35-&.
- [57] D. Hennessy, G. Steckel, C. Altstetter, PHASE-TRANSFORMATION OF STAINLESS-STEEL DURING FATIGUE, *Metallurgical Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science*, 7 (1976) 415-424.

- [58] T. Suzuki, H. Kojima, K. Suzuki, T. Hashimoto, M. Ichihara, EXPERIMENTAL-STUDY OF MARTENSITE NUCLEATION AND GROWTH IN 18-8 STAINLESS-STEEL, *Acta Metallurgica*, 25 (1977) 1151-1162.
- [59] A. Das, S. Sivaprasad, M. Ghosh, P.C. Chakraborti, S. Tarafder, Morphologies and characteristics of deformation induced martensite during tensile deformation of 304 LN stainless steel, *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 486 (2008) 283-286.
- [60] G.B. Olson, M. Cohen, GENERAL MECHANISM OF MARTENSITIC NUCLEATION .1. GENERAL CONCEPTS AND FCC- HCP TRANSFORMATION, *Metallurgical Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science*, 7 (1976) 1897-1904.
- [61] G.B. Olson, M. Cohen, GENERAL MECHANISM OF MARTENSITIC NUCLEATION .2. FCC- BCC AND OTHER MARTENSITIC TRANSFORMATIONS, *Metallurgical Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science*, 7 (1976) 1905-1914.
- [62] G.B. Olson, M. Cohen, GENERAL MECHANISM OF MARTENSITIC NUCLEATION .3. KINETICS OF MARTENSITIC NUCLEATION, *Metallurgical Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science*, 7 (1976) 1915-1923.
- [63] M. Bayerlein, H.J. Christ, H. Mughrabi, PLASTICITY-INDUCED MARTENSITIC-TRANSFORMATION DURING CYCLIC DEFORMATION OF AISI-304L STAINLESS-STEEL, *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 114 (1989) L11-L16.
- [64] L.E. Murr, K.P. Staudhammer, S.S. Hecker, EFFECTS OF STRAIN STATE AND STRAIN RATE ON DEFORMATION-INDUCED TRANSFORMATION IN 304 STAINLESS-STEEL .2. MICROSTRUCTURAL STUDY, *Metallurgical Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science*, 13 (1982) 627-635.
- [65] V. Shrinivas, S.K. Varma, L.E. Murr, DEFORMATION-INDUCED MARTENSITIC CHARACTERISTICS IN 304-STAINLESS AND 316-STAINLESS STEELS DURING ROOM-TEMPERATURE ROLLING, *Metallurgical and Materials Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science*, 26 (1995) 661-671.
- [66] G. Baudry, A. Pineau, INFLUENCE OF STRAIN-INDUCED MARTENSITIC-TRANSFORMATION ON LOW-CYCLE FATIGUE BEHAVIOR OF A STAINLESS-STEEL, *Materials Science and Engineering*, 28 (1977) 229-242.
- [67] R.G. TETERUK, H.J. MAIER, H.J. CHRIST, "Fatigue-induced martensitic transformation in metastable stainless steels", in: *Proceedings of the 4th International Conference on Low Cycle Fatigue and Elasto-Plastic Behaviour of Materials*, Garmisch-Partenkirchen, September 1998, pp. 321-326.
- [68] U. Krupp, H.J. Christ, P. Lezuo, H.J. Maier, R.G. Teteruk, Influence of carbon concentration on martensitic transformation in metastable austenitic steels under cyclic loading conditions, *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 319 (2001) 527-530.
- [69] W.S. Lee, C.F. Lin, The morphologies and characteristics of impact-induced martensite in 304L stainless steel, *Scripta Materialia*, 43 (2000) 777-782.
- [70] M. Shaira, "Caractérisation non destructive de la transformation martensitique de l'acier 304L induite par déformation cyclique", in: *Thèse de l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon*, Décembre 2006.
- [71] C. Bathias, R.M. Pelloux, FATIGUE CRACK-PROPAGATION IN MARTENSITIC AND AUSTENITIC STEELS, *Metallurgical Transactions*, 4 (1973) 1265-1273.
- [72] E. Hornbogen, MARTENSITIC-TRANSFORMATION AT A PROPAGATING CRACK, *Acta Metallurgica*, 26 (1978) 147-152.
- [73] J. Stolarz, N. Baffie, T. Magnin, Fatigue short crack behaviour in metastable austenitic stainless steels with different grain sizes, *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 319 (2001) 521-526.

- [74] A. Garcia, "Caractérisation microstructurale d'aciers inoxydables austénitiques de type AISI 304L sollicités en fatigue", in: Thèse de l'Institut Polytechnique de Grenoble, Novembre 2009.
- [75] T. Magnin, RECENT ADVANCES IN LOW-CYCLE FATIGUE FROM THE PHYSICAL METALLURGY POINT-OF-VIEW, *Memoires Et Etudes Scientifiques De La Revue De Metallurgie*, 88 (1991) 33-48.
- [76] R. Wang, H. Mughrabi, S. McGovern, M. Rapp, FATIGUE OF COPPER SINGLE-CRYSTALS IN VACUUM AND IN AIR .1. PERSISTENT SLIP BANDS AND DISLOCATION MICROSTRUCTURES, *Materials Science and Engineering*, 65 (1984) 219-233.
- [77] P. Villechaise, L. Sabatier, J.C. Girard, 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-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 323 (2002) 377-385.
- [78] J. Man, K. Obrtlík, J. Polak, Study of surface relief evolution in fatigued 316L austenitic stainless steel by AFM, *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 351 (2003) 123-132.
- [79] H. Mughrabi, R. Wang, K. Differt, U. Essmann, "Fatigue crack initiation by cyclic slip irreversibilities in High Cycle Fatigue", in: *Fatigue Mechanisms: Advances in quantitative Measurements of Physical Damage*, ASTM STP 811, 1983, pp. 5-45.
- [80] M. Mineur, P. Villechaise, J. Mendez, Influence of the crystalline texture on the fatigue behavior of a 316L austenitic stainless steel, *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 286 (2000) 257-268.
- [81] J.C. Figueroa, C. Laird, CRACK INITIATION MECHANISMS IN COPPER POLYCRYSTALS CYCLED UNDER CONSTANT STRAIN AMPLITUDES AND IN STEP TESTS, *Materials Science and Engineering*, 60 (1983) 45-58.
- [82] C. Blochwitz, W. Tirschler, Influence of texture on twin boundary cracks in fatigued austenitic stainless steel, *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 339 (2003) 318-327.
- [83] H.J. Christ, ON THE ORIENTATION OF CYCLIC-SLIP-INDUCED INTERGRANULAR FATIGUE CRACKS IN FACE-CENTERED CUBIC METALS, *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 117 (1989) L25-L29.
- [84] M. Bayerlein, H. Mughrabi, "Fatigue crack initiation and early crack growth in copper polycrystals _ Effets of temperature and environment", in: K.J. Miller, E.R. de los Rios (Eds.) *Short Fatigue Cracks:ESIS 13*, Mechanical Engineering Publications, London, 1992, pp. 55-82.
- [85] J. Mendez, P. Violan, M. Quintard, C. Gasc, "Characterization of fatigue damage in fine-grained copper tested in air and in vacuum", in: *5th Proc. of Europ. Conf. on Fracture*, edited by L. Faria, Lisbon, Portugal, 1984, pp. 515-522.
- [86] V.S. Srinivasan, R. Sandhya, K.B.S. Rao, S.L. Mannan, K.S. Raghavan, EFFECTS OF TEMPERATURE ON THE LOW-CYCLE FATIGUE BEHAVIOR OF NITROGEN ALLOYED TYPE 316L STAINLESS-STEEL, *International Journal of Fatigue*, 13 (1991) 471-478.
- [87] J. Chene, A.M. Brass, Hydrogen transport by mobile dislocations in nickel base superalloy single crystals, *Scripta Materialia*, 40 (1999) 537-542.
- [88] J.A. Donovan, ACCELERATED EVOLUTION OF HYDROGEN FROM METALS DURING PLASTIC-DEFORMATION, *Metallurgical Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science*, 7 (1976) 1677-1683.
- [89] K.U. Snowden, EFFECT OF ATMOSPHERE OF FATIGUE OF LEAD, *Acta Metallurgica*, 12 (1964) 295-&.

- [90] T.G. Nieh, W.D. Nix, EMBRITTLEMENT OF COPPER DUE TO SEGREGATION OF OXYGEN TO GRAIN-BOUNDARIES, *Metallurgical Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science*, 12 (1981) 893-901.
- [91] I.G. Greenfield, A. Purohit, THE EFFECT OF DISCRETE AND DIFFUSED SURFACE-LAYERS ON THE MECHANICAL-PROPERTIES OF CRYSTALS, *Materials Science and Engineering*, 46 (1980) 89-101.
- [92] Z.S. Basinski, S.J. Basinski, COPPER SINGLE-CRYSTAL PSB MORPHOLOGY BETWEEN 4.2-K AND 350-K, *Acta Metallurgica*, 37 (1989) 3263-3273.
- [93] I.B. Kwon, M.E. Fine, J. Weertman, MICROSTRUCTURAL STUDIES ON THE INITIATION AND GROWTH OF SMALL FATIGUE CRACKS AT 298, 77-K AND 4.2-K IN POLYCRYSTALLINE COPPER, *Acta Metallurgica*, 37 (1989) 2927-2936.
- [94] R. Alain, P. Violan, J. Mendez, Low cycle fatigue behavior in vacuum of a 316L type austenitic stainless steel between 20 and 600 degrees C .1. fatigue resistance and cyclic behavior, *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 229 (1997) 87-94.
- [95] T. Magnin, "Développements récents en fatigue oligocyclique sous l'angle de la métallurgie physique", in: *Mémoires et études scientifiques, Revue de la Métallurgie*, Janvier 1991, pp. 33-48.
- [96] J. Mendez, "Etude comparative des mécanismes d'amorçage des microfissures de fatigue sous air et sous vide dans le cuivre polycristallin. Influence d'une implantation ionique", in: *Thèse de l'Université de Poitiers, U.E.R. _ E.N.S.M.A.*, 1984.
- [97] P.C. Paris, F. Erdogan, "A critical analysis of crack propagation laws", in: *Transactions of ASME, series D*, 1963, pp. 528-534.
- [98] G.R. Irwin, "Analysis of stresses and strain near the end of a crack traversing a plate", in: *Journal of Applied Mechanics, Transactions of ASME*, 24, 1948, pp. 361-364.
- [99] K. Obrtlík, J. Polak, M. Hajek, A. Vasek, Short fatigue crack behaviour in 316L stainless steel, *International Journal of Fatigue*, 19 (1997) 471-475.
- [100] A. Carpinteri, STRESS-INTENSITY FACTORS FOR SEMIELLIPTIC SURFACE CRACKS UNDER TENSION OR BENDING, *Engineering Fracture Mechanics*, 38 (1991) 327-334.
- [101] A. Carpinteri, SHAPE CHANGE OF SURFACE CRACKS IN ROUND BARS UNDER CYCLIC AXIAL LOADING, *International Journal of Fatigue*, 15 (1993) 21-26.
- [102] H.M. Shu, J. Petit, Z.D. Jiang, G. Bezzine, STRESS INTENSITY FACTORS AND INTERACTION OF 3 CRACKS ON BOTH EDGES OF FINITE-WIDTH SHEET, *Engineering Fracture Mechanics*, 45 (1993) 407-414.
- [103] H.M. Shu, J. Petit, G. Bezzine, STRESS INTENSITY FACTORS FOR SEVERAL GROUPS OF EQUAL AND PARALLEL CRACKS IN FINITE PLATES, *Engineering Fracture Mechanics*, 49 (1994) 933-941.
- [104] N.A. Noda, K. Kobayashi, T. Oohashi, Variation of the stress intensity factor along the crack front of interacting semi-elliptical surface cracks, *Archive of Applied Mechanics*, 71 (2001) 43-52.
- [105] R.G. Ballinger, Light Water Reactors: Materials of Construction and their Performance: Characteristics that Impact Degradation, in: *International conference on plants materials degradations _ Application to the stress corrosion cracking of Ni base alloys*; The Materials Ageing Institute, EDF, Moret Sur Loing, France, November 2008.
- [106] M. Higuchi, K. Iida, An investigation of Fatigue Strength Correction Factor for Oxygenated High Temperature Water Environment, in: *6th ICPVT, Beijing, China, 1988, September 11-16*.
- [107] O.K. Chopra, W.J. Shack, "Effects of LWR Coolant Environments on Fatigue Design Curves of Carbon and Low-Alloy Steels", in: *NUREG/CR-6583, ANL-97/18, NRC; Office of Nuclear Regulatory Research, Washington, DC 20555-0001, February, 1998*.

- [108] O.K. Chopra, "Effects of LWR Coolant Environments on Fatigue Design Curves of Austenitic Stainless Steels", in: NUREG/CR-5704, ANL-98/31, U.S. NRC; Office of Nuclear Regulatory Research, Washington, DC 20555-0001, April, 1999.
- [109] EPRI, "An Environmental Factor Approach to Account for Reactor Water Effects in Light Water Reactor Pressure Vessel and Piping Fatigue Evaluations," in: Report No. TR-105759, December 1995.
- [110] W.A. Van Der Sluys, "PVRC's Position on Environmental Effects on Fatigue Life in LWR Applications", in: Welding Research Council Bulletin 487, Welding Research Council, Inc., New York, December 2003.
- [111] Nuclear-and-Safety-Management-Division, "Guidelines for Evaluating Fatigue Life Reduction in the LWR Environment" in Japanese N.P.P., in, Agency-for-Natural-Resources-and-Energy, September 2000.
- [112] TENPES, "Guidelines on Environmental Fatigue Evaluation for Power Reactors", in, Thermal and Nuclear Power Engineering Society, 2002.
- [113] T. Nakamura, I. Saito, Y. Asada, Guidelines on Environmental Fatigue Evaluation for LWR Component, in: ASME PVP; Vol. 453, 2003.
- [114] B.F. Langer, "Design of Pressure Vessels for Low-Cycle Fatigue", ASME J. Basic Eng., 84 (1962) 389-402.
- [115] The-American-Society-of-Mechanical-Engineers, "Criteria of the ASME Boiler and Pressure Vessel Code for Design by Analysis in Sections III and VIII, Division 2", in, New York, 1969.
- [116] W.E. Cooper, "The Initial Scope and Intent of the Section III Fatigue Design Procedure", in: Welding Research Council, Inc.; Technical Information from Workshop on Cyclic Life and Environmental Effects in Nuclear Applications,, Clearwater, Florida, Jan. 22-21, 1992.
- [117] Y.S. Garud, S.R. Paterson, R.B. Dooley, R.S. Pathania, J. Hickling, A. Bursik, "Corrosion Fatigue of Water Touched Pressure Retaining Components in Power Plants"; EPRI TR-106696, Final Report, Electric Power Research Institute, in, Palo Alto, Nov. 1997.
- [118] R. Kilian, J. Hickling, R. Nickell, "Environmental Fatigue Testing of Stainless Steel Pipe Bends in Flowing, Simulated PWR Primary Water at 240°C"; MRP-151, Electric Power Research Institute, in: Third Intl. Conf. Fatigue of Reactor Components, Palo Alto, CA, Aug. 2005.
- [119] O.K. Chopra, W.J. Shack, Effect of LWR Coolant Environments on the Fatigue Life of Reactor Materials, in: NUREG/CR-6909, ANL-06/08, U.S. NRC; Office of Nuclear Regulatory Research, Washington, DC 20555-0001, 2007.
- [120] M. Higuchi, K. Iida, FATIGUE-STRENGTH CORRECTION FACTORS FOR CARBON AND LOW-ALLOY STEELS IN OXYGEN-CONTAINING HIGH-TEMPERATURE WATER, Nuclear Engineering and Design, 129 (1991) 293-306.
- [121] O.K. Chopra, W.J. Shack, "Environmental Effects on Fatigue Crack Initiation in Piping and Pressure Vessel Steels", in: NUREG/CR-6717, ANL-00/27, U.S. NRC; Office of Nuclear Regulatory Research, Washington, DC 20555-0001, March, 2001.
- [122] O.K. Chopra, "Mechanism and Estimation of Fatigue Crack Initiation in Austenitic Stainless Steels in LWR Environments", in: NUREG/CR-6787, ANL-01/25, U.S. NRC; Office of Nuclear Regulatory Research, Washington, DC 20555-0001, August, 2002.
- [123] O.K. Chopra, W.J. Shack, "Review of the Margins for ASME Code Fatigue Design Curve – Effects of Surface Roughness and Material Variability", in: NUREG/CR-6815, ANL-02/39, U.S. NRC; Office of Nuclear Regulatory Research, Washington, DC 20555-0001, September, 2003.
- [124] C.E. Jaske, W.J. Odonnell, FATIGUE DESIGN CRITERIA FOR PRESSURE-VESSEL ALLOYS, Journal of Pressure Vessel Technology-Transactions of the Asme, 99 (1977) 584-592.
- [125] C. Amzallag, P. Rabbe, G. Gallet, H.P. Lieurade, INFLUENCE OF STRESSING CONDITIONS ON LOW-CYCLE FATIGUE BEHAVIOR OF AUSTENITIC STAINLESS-STEELS, Memoires Scientifiques De La Revue De Metallurgie, 75 (1978) 161-173.

- [126] J.B. Conway, R.H. Stentz, J.T. Berling, "Fatigue, Tensile, and Relaxation Behavior of Stainless Steels", in: TID-26135, U.S. Atomic Energy Commission, Washington, DC, 1975.
- [127] D.L. Keller, "Progress on LMFBR Cladding, Structural, and Component Materials Studies During July, 1971 through June, 1972; Final Report", Task 32, in: BMI-1928, Battelle-Columbus Laboratories, 1977.
- [128] D.A. Hale, S.A. Wilson, J.W. Kass, E. Kiss, LOW-CYCLE FATIGUE OF COMMERCIAL PIPING STEELS IN A BWR PRIMARY WATER ENVIRONMENT, *Journal of Engineering Materials and Technology-Transactions of the Asme*, 103 (1981) 15-25.
- [129] S. Ranganath, J.N. Kass, J.D. Heald, "Fatigue Behavior of Carbon Steel Components in High-Temperature Water Environments" *Low-Cycle Fatigue and Life Prediction*, in: American Society for Testing and Materials; ASTM STP 770, C. Amzallag, B. N. Leis, and P. Rabbe, Philadelphia, 1982, pp. 436-459.
- [130] M. Higuchi, K. Iida, "Reduction in Low-Cycle Fatigue Life of Austenitic Stainless Steels in High-Temperature Water", in: *Pressure Vessel and Piping Codes and Standards, PVP Vol. 353*, D. P. Jones, B. R. Newton, W. J. O'Donnell, R. Vecchio, G. A. Antaki, D. Bhavani, N. G. Cofie, and G. L. Hollinger, American Society of Mechanical Engineers, New York, 1997, pp. 79-86.
- [131] M. Higuchi, K. Iida, K. Sakaguchi, "Effects of Strain Rate Fluctuation and Strain Holding on Fatigue Life Reduction for LWR Structural Steels in Simulated PWR Water", in: *Pressure Vessel and Piping Codes and Standards, PVP Vol. 419*, M. D. Rana, American Society of Mechanical Engineers, New York, 2001, pp. 143-152.
- [132] A. Hirano, M. Yamamoto, K. Sakaguchi, T. Shoji, K. Iida, "Effects of Water Flow Rate on Fatigue Life of Ferritic and Austenitic Steels in Simulated LWR Environment", in: *Pressure Vessel and Piping Codes and Standards - 2002, PVP Vol. 439*, M. D. Rana, American Society of Mechanical Engineers, New York, 2002, pp. 143-150.
- [133] M. Fujiwara, T. Endo, H. Kanasaki, "Strain Rate Effects on the Low-Cycle Fatigue Strength of 304 Stainless Steel in High-Temperature Water Environment. Fatigue Life: Analysis and Prediction", in: *Proc. Intl. Conf. and Exposition on Fatigue, Corrosion Cracking, Fracture Mechanics and Failure Analysis*, ASM, Metals Park, OH, 1986, pp. 309-313.
- [134] H. Mimaki, H. Kanasaki, I. Suzuki, M. Koyama, M. Akiyama, T. Okubo, Y. Mishima, "Material Aging Research Program for PWR Plants", in: *Aging Management Through Maintenance Management, PVP Vol. 332*, I. T. Kisisel, American Society of Mechanical Engineers, New York, 1996, pp. 97-105.
- [135] H. Kanasaki, R. Umehara, H. Mizuta, T. Suyama, "Fatigue Lives of Stainless Steels in PWR Primary Water", in: *Trans. 14th Intl. Conf. on Structural Mechanics in Reactor Technology (SMiRT 14)*, Lyon, France, 1997, pp. 473-483.
- [136] H. Kanasaki, R. Umehara, H. Mizuta, T. Suyama, "Effects of Strain Rate and Temperature Change on the Fatigue Life of Stainless Steel in PWR Primary Water", in: *Trans. 14th Intl. Conf. on Structural Mechanics in Reactor Technology (SMiRT 14)*, Lyon, France, 1997, pp. 485-493.
- [137] M. Hayashi, Thermal fatigue strength of type 304 stainless steel in simulated BWR environment, *Nuclear Engineering and Design*, 184 (1998) 135-144.
- [138] M. Hayashi, K. Enomoto, T. Saito, T. Miyagawa, Development of thermal fatigue testing apparatus with BWR water environment and thermal fatigue strength of austenitic stainless steels, *Nuclear Engineering and Design*, 184 (1998) 113-122.
- [139] K. Tsutsumi, H. Kanasaki, T. Umakoshi, T. Nakamura, S. Urata, H. Mizuta, S. Nomoto, "Fatigue Life Reduction in PWR Water Environment for Stainless Steels", in: *Assessment Methodologies for Preventing Failure: Service Experience and Environmental Considerations, PVP Vol. 410-2*, R. Mohan, American Society of Mechanical Engineers, New York, 2000, pp. 23-34.
- [140] K. Tsutsumi, T. Dodo, H. Kanasaki, S. Nomoto, Y. Minami, T. Nakamura, "Fatigue Behavior of Stainless Steel under Conditions of Changing Strain Rate in PWR Primary Water", in:

- Pressure Vessel and Piping Codes and Standards, PVP Vol. 419, M. D. Rana, American Society of Mechanical Engineers, New York, 2001, pp. 135–141.
- [141] K. Tsutsumi, M. Higuchi, K. Iida, Y. Yamamoto, "The Modified Rate Approach to Evaluate Fatigue Life under Synchronously Changing Temperature and Strain Rate in Elevated Temperature Water", in: Pressure Vessel and Piping Codes and Standards – 2002, PVP Vol. 439, M. D. Rana, American Society of Mechanical Engineers, New York, 2002, pp. 99–107.
- [142] O.K. Chopra, D.J. Gavenda, "Effects of LWR Coolant Environments on Fatigue Lives of Austenitic Stainless Steels", in: Pressure Vessel and Piping Codes and Standards, PVP Vol. 353, D. P. Jones, B. R. Newton, W. J. O'Donnell, R. Vecchio, G. A. Antaki, D. Bhavani, N. G. Cofie, and G. L. Hollinger, American Society of Mechanical Engineers, New York, 1997, pp. 87–97.
- [143] O.K. Chopra, D.J. Gavenda, Effects of LWR coolant environments on fatigue lives of austenitic stainless steels, *Journal of Pressure Vessel Technology-Transactions of the Asme*, 120 (1998) 116-121.
- [144] O.K. Chopra, J.L. Smith, "Estimation of Fatigue Strain–Life Curves for Austenitic Stainless Steels in Light Water Reactor Environments"; Fatigue Environmental Factors and New Materials, in: R.W.S. H. S. Mehta, J. A. Todd, S. Yukawa, M. Zako, W. H. Bamford, M. Higuchi, E. Jones, H. Nickel and S. Rahman (Ed.) PVP Vol. 374, American Society of Mechanical Engineers, New York, 1998, pp. 249–259.
- [145] O.K. Chopra, B. Alexandreanu, W.J. Shack, "Effect of Material Heat Treatment on Fatigue Crack Initiation in Austenitic Stainless Steels in LWR Environments," in: NUREG/CR-6878, ANL-03/35, U.S. NRC; Office of Nuclear Regulatory Research, Washington, DC 20555-0001, July, 2005.
- [146] H.D. Solomon, C. Amzallag, R.E. De Lair, A.J. Vallee, "Strain Controlled Fatigue of Type 304L SS in Air and PWR Water", in: Third Intl. Conf. on Fatigue of Reactor Components, Seville, Spain, Oct. 3-6, 2004.
- [147] H.D. Solomon, C. Amzallag, A.J. Vallee, R.E. De Lair, Asme, Influence of mean stress on the fatigue behavior of 304L SS in air and PWR water, in: Proceedings of the ASME Pressure Vessels and Piping Conference - 2005, Vol 1, 2005, pp. 87-97.
- [148] H.D. Solomon, C. Amzallag, Asme, Comparison of models predicting the fatigue behavior of Austenitic Stainless Steels, in: Proceedings of the ASME Pressure Vessels and Piping Conference - 2005, Vol 1, 2005, pp. 73-86.
- [149] M. Higuchi, K. Sakaguchi, Asme, Review and consideration of unsettled problems on evaluation of fatigue damage in LWR water, in: Proceedings of the ASME Pressure Vessels and Piping Conference - 2005, Vol 1, 2005, pp. 99-108.
- [150] Japan-Society-of-Mechanical-Engineers, Code for Nuclear Power Generation Facilities, Environmental Fatigue Evaluation Method for Nuclear Power Plants, in: (JSME SNF1) - 2006.
- [151] M. Higuchi, T. Nakamura, Y. Sugie, Updated Knowledge implemented to the Revision of Environmental Fatigue Evaluation Method for Nuclear Power Plants in JSME Code, in: Pressure Vessels and Piping Division Conference, ASME, Prague, Czech Republic, 2009.
- [152] M. Higuchi, K. Sakaguchi, Y. Nomura, Effects of strain holding and continuously changing strain rate on fatigue life reduction of structural materials in simulated LWR water, in: K. Hasegawa, D.A. Scarth (Eds.) Proceedings of the Asme Pressure Vessels and Piping Conference 2007, Vol 1 - Codes and Standards, 2007, pp. 123-131.
- [153] K.J. Miller, "Initiation and Growth Rates of Short Fatigue Cracks", in: Fundamentals of Deformation and Fracture, Eshelby Memorial Symposium, Cambridge University Press, Cambridge, U.K., 1985, pp. 477–500.
- [154] K. Tokaji, T. Ogawa, S. Osako, THE GROWTH OF MICROSTRUCTURALLY SMALL FATIGUE CRACKS IN A FERRITIC PEARLITIC STEEL, *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 11 (1988) 331-342.
- [155] D.J. Gavenda, P.R. Luebbbers, O.K. Chopra, "Crack Initiation and Crack Growth Behavior of Carbon and Low–Alloy Steels", in: *Fatigue and Fracture 1*, Vol. 350, S. Rahman, K. K. Yoon,

- S. Bhandari, R. Warke, and J. M. Bloom, American Society of Mechanical Engineers, New York, 1997, pp. 243–255.
- [156] S.G.S. Raman, D. Argence, A. Pineau, High temperature short fatigue crack behaviour in a stainless steel, *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 20 (1997) 1015-1031.
- [157] K.J. Miller, "Damage in Fatigue: A New Outlook", in: *International Pressure Vessels and Piping Codes and Standards: Volume 1 – Current Applications*, PVP Vol. 313–1, K. R. Rao and Y. Asada, American Society of Mechanical Engineers, New York, 1995, pp. 191–192.
- [158] J.L. Smith, O.K. Chopra, "Crack Initiation in Smooth Fatigue Specimens of Austenitic Stainless Steel in Light Water Reactor Environments", in: *Operations, Applications, and Components – 1999*, PVP Vol. 395, I. T. Kisisel, American Society of Mechanical Engineers, New York, 1999, pp. 235–242.
- [159] W.J. Shack, T.F. Kassner, "Review of Environmental Effects on Fatigue Crack Growth of Austenitic Stainless Steels", in: NUREG/CR–6176, ANL–94/1, May 1994.
- [160] T. Shoji, H. Takahashi, M. Suzuki, T. Kondo, A NEW PARAMETER FOR CHARACTERIZING CORROSION FATIGUE CRACK-GROWTH, *Journal of Engineering Materials and Technology-Transactions of the Asme*, 103 (1981) 298-304.
- [161] J.D. Gilman, in: *Proc IAEA Specialists' Meeting on Subcritical Crack Growth*; NUREG CP-0067, Vol. 2, Sendai, Japan, May 1985, pp. 365.
- [162] D.R. Tice, ASSESSMENT OF ENVIRONMENTALLY ASSISTED CRACKING IN PWR PRESSURE-VESSEL STEELS, *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, 47 (1991) 113-126.
- [163] D. Tice, K. Rigby, "Corrosion fatigue crack growth of austenitic stainless steel in PWR primary coolant at low frequency", in: *3rd Int. Conf. on Fatigue of Reactor Components*; EPRI - US NRC - OECD NEA, Seville, Spain, October 2004.
- [164] D. Tice, N. Platts, K. Rigby, J. Stairmand, D. Swan, Asme, Influence of PWR primary coolant environment on corrosion fatigue crack growth of austenitic stainless steel, in: *Proceedings of the ASME Pressure Vessels and Piping Conference - 2005*, Vol 1, 2005, pp. 193-205.
- [165] W.H. Cullen, R.E. Taylor, K. Törronen, M. Kemppainen, "The Temperature Dependence of Fatigue Crack Growth Rates of A351 CF8A Cast Stainless Steel in LWR Environment", in: NUREG/CR-3546, April 1984.
- [166] C. Amzallag, G. Baudry, J.L. Bernard, "Effect of PWR Environment on the Fatigue Crack Growth of Different Stainless Steels and Inconel Type Alloy", in: *Proc. IAEA Specialists Meeting on Subcritical Crack Growth*; NUREG/CP-044, Vol. 1, May 1983.
- [167] W. Bamford, "Fatigue Crack Growth of Stainless Steel Piping in a Pressurised Water Reactor Environment", in: *J. Pressure Vessel Technol.* 101, 1979, pp. 73.
- [168] J.L. Bernard, B. Houssin, G. Slama, "Validation des Caracteristiques de Calcul des Materiaux constituant le Circuit Primaire des Reacteurs PWR", in: *IAEA report IAEA-SM218/13*, October 1977.
- [169] W.M. Evans, G.L. Wire, "Results of High Stress Ratio and Low Stress Intensity on Fatigue Crack Growth Rates for 304 Stainless Steel in 288°C Water", in: *Pressure Vessel & Piping Codes and Standards*, ASME PVP 2002, PVP Vol 439, pp. 1226.
- [170] G.L. Wire, W.M. Evans, W.J. Mills, "Fatigue Crack Propagation Tests on 304 Stainless Steel in High Temperature Water – Accelerated Cracking Rates and Transition to Lower Rates", in: *Pressure Vessel & Piping Codes and Standards ASME PVP 2004*, PVP Vol 480, pp. 71.
- [171] L.G. Ljungberg, D. Cubicciotti, M. Trolle, THE EFFECT OF SULFATE ON ENVIRONMENTAL CRACKING IN BOILING WATER-REACTORS UNDER CONSTANT LOAD OR FATIGUE, *Corrosion*, 46 (1990) 641-652.
- [172] L.G. Ljungberg, C. Cubicciotti, M. Trolle, "Effect of Water Impurities in BWRs on Environmental Crack Growth under Realistic Load Conditions", in: *Proc. 4th Int. Symp.*

- Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems – Water Reactors, NACE, Houston, 1990, pp. 4–59.
- [173] L.G. Ljungberg, C. Cubicciotti, M. Trolle, "Effect of Water Impurities in BWRs on Environmental Crack Growth in Type 304 Stainless Steel", in: NUREG/ CP–0112 Vol. 2, Aug. 1990, pp. 57.
- [174] G.L. Wire, W.J. Mills, Fatigue crack propagation rates for notched 304 stainless steel specimens in elevated temperature water, *Journal of Pressure Vessel Technology-Transactions of the Asme*, 126 (2004) 318-326.
- [175] G.L. Wire, W.M. Evans, W.J. Mills, Asme, Fatigue crack propagation of 304 stainless steel in high temperature water-additional tests and data correlation, in: *Proceedings of the ASME Pressure Vessels and Piping Conference - 2005*, Vol 1, 2005, pp. 207-222.
- [176] Y. Nomura, H. Kanasaki, K. Sakaguchi, S. Suzuki, "Fatigue Crack Growth Curve for Austenitic Stainless Steels in PWR Environment", in: *Proceedings of PVP2006-ICPVT-11, ASME Pressure Vessels and Piping Division Conference, Vancouver, BC, Canada, July 23-27 2006*.
- [177] O.K. Chopra, W.K. Soppet, W.J. Shack, "Effects of Alloy Chemistry, Cold Work, and Water Chemistry on Corrosion Fatigue and Stress Corrosion Cracking of Nickel Alloys and Welds", in: NUREG/CR–6721, ANL–01/07, April 2001.
- [178] J.M. Keisler, O.K. Chopra, W.J. Shack, Statistical models for estimating fatigue strain-life behavior of pressure boundary materials in light water reactor environments, *Nuclear Engineering and Design*, 167 (1996) 129-154.
- [179] R.M. Pelloux, J.M. Genkin, "La fatigue des matériaux et des structures", 2ème édition revue et augmentée, C. Bathias et J.P. Bailon, p. 365-385, Hermès, 1997.
- [180] F.P. Ford, "Overview of Collaborative Research into the Mechanisms of Environmentally Controlled Cracking in the Low Alloy Pressure Vessel Steel/Water System", in: *Proc. 2nd Int. Atomic Energy Agency Specialists' Meeting on Subcritical Crack Growth, NUREG/CP–0067, MEA–2090, Vol. 2, 1986, pp. 3–71*.
- [181] H. Hänninen, K. Törrönen, W.H. Cullen, "Comparison of Proposed Cyclic Crack Growth Mechanisms of Low Alloy Steels in LWR Environments", in: *Proc. 2nd Int. Atomic Energy Agency Specialists' Meeting on Subcritical Crack Growth, NUREG/CP–0067, MEA–2090, Vol. 2, 1986, pp. 73–97*.
- [182] Y.J. Kim, CHARACTERIZATION OF THE OXIDE FILM FORMED ON TYPE-316 STAINLESS-STEEL IN 288-DEGREES-C WATER IN CYCLIC NORMAL AND HYDROGEN WATER CHEMISTRIES, *Corrosion*, 51 (1995) 849-860.
- [183] Y.J. Kim, Analysis of oxide film formed on type 304 stainless steel in 288 degrees C water containing oxygen, hydrogen, and hydrogen peroxide, *Corrosion*, 55 (1999) 81-88.
- [184] R.L. Tapping, R.D. Davidson, E. McAlpine, D.H. Lister, THE COMPOSITION AND MORPHOLOGY OF OXIDE-FILMS FORMED ON TYPE-304 STAINLESS-STEEL IN LITHIATED HIGH-TEMPERATURE WATER, *Corrosion Science*, 26 (1986) 563-&.
- [185] D.H. Lister, R.D. Davidson, E. McAlpine, THE MECHANISM AND KINETICS OF CORROSION PRODUCT RELEASE FROM STAINLESS-STEEL IN LITHIATED HIGH-TEMPERATURE WATER, *Corrosion Science*, 27 (1987) 113-140.
- [186] M.D. Belo, M. Walls, N.E. Hakiki, J. Corset, E. Picquenard, G. Sagon, D. Noel, Composition, structure and properties of the oxide films formed on the stainless steel 316L in a primary type PWR environment, *Corrosion Science*, 40 (1998) 447-463.
- [187] B. Stellwag, The mechanism of oxide film formation on austenitic stainless steels in high temperature water, *Corrosion Science*, 40 (1998) 337-370.
- [188] T. Nakayama, Y. Oshida, IDENTIFICATION OF INITIAL OXIDE FILMS ON 18-8 STAINLESS STEEL IN HIGH TEMPERATURE WATER, *Corrosion*, 24 (1968) 336-&.

- [189] L.H. de Almeida, S.N. Monteiro, The significance of Dynamic Strain Aging in Austenitic Stainless Steel, in: Second International Conference on Mechanical Behavior of Materials, Boston, 1976, pp. 1697-1701.
- [190] C.F. Jenkins, G.V. Smith, SERRATED PLASTIC FLOW IN AUSTENITIC STAINLESS STEEL, Transactions of the Metallurgical Society of Aime, 245 (1969) 2149-&.
- [191] S.G. Hong, S.B. Lee, Dynamic strain aging under tensile and LCF loading conditions, and their comparison in cold worked 316L stainless steel, Journal of Nuclear Materials, 328 (2004) 232-242.
- [192] P.G. McCormick, DYNAMIC STRAIN AGING, Transactions of the Indian Institute of Metals, 39 (1986) 98-106.
- [193] P.G. McCormick, THEORY OF FLOW LOCALIZATION DUE TO DYNAMIC STRAIN AGING, Acta Metallurgica, 36 (1988) 3061-3067.
- [194] S.L. Mannan, Role of dynamic strain ageing in low cycle fatigue, Bulletin of Materials Sciences, 16 (1993) 561-582.
- [195] J.H. Wu, C.K. Lin, Effect of strain rate on high-temperature low-cycle fatigue of 17-4 PH stainless steels, Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing, 390 (2005) 291-298.
- [196] V.S. Srinivasan, N. Valsan, R. Sandhya, K.B.S. Rao, S.L. Mannan, D.H. Sastry, High temperature time-dependent low cycle fatigue behaviour of a type 316L(N) stainless steel, International Journal of Fatigue, 21 (1999) 11-21.
- [197] S.G. Hong, K.O. Lee, S.B. Lee, Dynamic strain aging effect on the fatigue resistance of type 316L stainless steel, International Journal of Fatigue, 27 (2005) 1420-1424.
- [198] K. Kanazawa, K. Yamaguchi, S. Nishijima, Mapping of Low Cycle Fatigue Mechanisms at Elevated Temperatures for an Austenitic Stainless Steel, in: H.D. Solomon, G.R. Halford, L.R. Kaisand, B.N. Leis (Eds.) Low Cycle Fatigue, ASTM STP 942, 1988, pp. 519-530.
- [199] J. Bressers, in: J.B. Marriott, M. Merz, J. Nihoul, J. Ward (Eds.) High Temperature Alloys, Their Exploitable Potential, Elsevier Applied Science, Amsterdam, 1987, pp. 385-410.
- [200] A.H. Cottrell, Dislocations and Plastic Flow in Crystals, Oxford University Press, 1959.
- [201] S.I. Hong, C. Laird, CYCLIC DEFORMATION-BEHAVIOR OF CU-16AT-PERCENT AL SINGLE-CRYSTALS .3. FRICTION STRESS AND BACK STRESS BEHAVIOR, Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing, 128 (1990) 155-169.
- [202] S. Petitjean, "Influence de l'état de surface sur le comportement en fatigue à grand nombre de cycles de l'acier inoxydable austénitique 304L", in: Thèse de l'Université de Poitiers _ Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique, Juin 2003.
- [203] Y. Lehericy, "Endommagement et cumul de dommage en fatigue dans le domaine de l'endurance limitée d'un acier inoxydable austénitique 304L", in: Thèse de l'Université de Poitiers _ Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique, Mai 2007.
- [204] J.C. Le Roux, S. Taheri, J.P. Sermage, J. Colin, A. Fatemi, "Cyclic Deformation and Fatigue Behaviors of Stainless Steel 304L Including Mean Stress and Pre-Straining Effects", in: ASME PVP Conference; PVP2008-61789, Chicago, July 2008.
- [205] S. Courtin, C. De Sansal, P. Gilles, J.A. Le Duff, "NUMERICAL SIMULATION OF PRESSURIZED WATER REACTOR ENVIRONMENT LOW CYCLE FATIGUE TESTS", in: 12th International Spring Meeting; FATIGUE AND PLASTICITY: FROM MECHANISMS TO DESIGN; SF2M, Paris, May 20-22, 2008.
- [206] T. Mura, Y. Nakasone, A THEORY OF FATIGUE CRACK INITIATION IN SOLIDS, Journal of Applied Mechanics-Transactions of the Asme, 57 (1990) 1-6.
- [207] T. Mura, A THEORY OF FATIGUE-CRACK INITIATION, Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing, 176 (1994) 61-70.
- [208] M.R. Lin, M.E. Fine, T. Mura, FATIGUE CRACK INITIATION ON SLIP BANDS - THEORY AND EXPERIMENT, Acta Metallurgica, 34 (1986) 619-628.

- [209] C. Blochwitz, R. Richter, Plastic strain amplitude dependent surface path of microstructurally short fatigue cracks in face-centred cubic metals, *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 267 (1999) 120-129.
- [210] C. Blochwitz, *Fatigue Cracks: Propagation of Short Cracks*, in: K.H.J. Buschow, W.C. Robert, C.F. Merton, I. Bernard, J.K. Edward, M. Subhash, V. Patrick (Eds.) *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*, Elsevier, Oxford, 2001, pp. 2896-2905.
- [211] C. Blochwitz, W. Tirschler, A. Weidner, Crack opening displacement and propagation rate of microstructurally short cracks, *Materials Science and Engineering A*, 357 (2003) 264-269.
- [212] C. Blochwitz, S. Jacob, W. Tirschler, Grain orientation effects on the growth of short fatigue cracks in austenitic stainless steel, *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 496 (2008) 59-66.
- [213] M. Ghammouri, "Etude des facteurs physiques déterminant le dommage en fatigue plastique", in: Thèse de l'Université de Poitiers _ Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique et Faculté des Sciences Fondamentales et Appliquées, 1990.
- [214] V. Calonne, "PROPAGATION DE FISSURE PAR FATIGUE DANS LES ACIERS AUSTENOFERRITIQUES MOULES : INFLUENCE DE LA MICROSTRUCTURE, DU VIEILLISSEMENT ET DE LA TEMPERATURE D'ESSAI", in: Thèse de l'école des Mines de Paris; spécialité "Sciences et Génie des Matériaux", 2001.
- [215] BATHIAS C., DE FOUQUET J., D.L. H., "Sur la Relation entre l'Ecartement à Fond de Fissure et la Vitesse de Propagation d'une Fissure par Fatigue", in: *C.R. Acad. Sc. T.* 274, 6 Mars 1972, pp. 867 - 870.
- [216] L.A. James, D. Jones, "Fatigue Crack Growth Correlations for Austenitic Stainless Steels in Air" _ Predictive capabilities in Environmentally Assisted Cracking, in: *PVP Vol. 99*, 1985, pp. 363 - 414.
- [217] JSME, "Codes for Nuclear Power Generation Facilities Rules on Fitness - for Service for Nuclear Power Plant", in: *JSME SNA1 - 2004*.
- [218] J.Q. Chen, S. Takezono, K. Tao, T. Hazawa, Application of fracture mechanics to the surface crack propagation in stainless steel at elevated temperatures, *Acta Materialia*, 45 (1997) 2495-2500.
- [219] M. Shiratori, T. Miyoshi, Y. Sakai, G. Zhang, in: *Trans. Japan Soc. Mech. Eng.*; 53, 1987, pp. 779.
- [220] T. Kanezaki, C. Narazaki, Y. Mine, S. Matsuoka, Y. Murakami, Effects of hydrogen on fatigue crack growth behavior of austenitic stainless steels, *International Journal of Hydrogen Energy*, 33 (2008) 2604-2619.
- [221] Y. Murakami, S. Matsuoka, Effect of hydrogen on fatigue crack growth of metals, *Engineering Fracture Mechanics*, 77 (2010) 1926-1940.
- [222] J. Petit, Influence of microstructure and moist environment on fatigue crack propagation in metallic alloys, *Kovove Materialy-Metallic Materials*, 36 (1998) 220-232.
- [223] J. Petit, C. Sarrazin-baudoux, G. Henaff, An overview on environmentally-assisted fatigue crack propagation, 1999.
- [224] J. Petit, Influence of environment on small fatigue crack growth, 1999.
- [225] G. Henaff, K. Marchal, J. Petit, ON FATIGUE-CRACK PROPAGATION ENHANCEMENT BY A GASEOUS ATMOSPHERE - EXPERIMENTAL AND THEORETICAL ASPECTS, *Acta Metallurgica Et Materialia*, 43 (1995) 2931-2942.
- [226] A.J. McEvily, J.L.G. Velazquez, FATIGUE CRACK TIP DEFORMATION PROCESSES AS INFLUENCED BY THE ENVIRONMENT, *Metallurgical Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science*, 23 (1992) 2211-2221.
- [227] D.L. Davidson, J. Lankford, THE EFFECT OF WATER-VAPOR ON FATIGUE CRACK TIP STRESS AND STRAIN RANGE DISTRIBUTION AND THE ENERGY REQUIRED FOR CRACK-PROPAGATION IN LOW-CARBON STEEL, *International Journal of Fracture*, 17 (1981) 257-275.

- [228] T. Magnin, J. Stolarz, Mechanisms of fatigue corrosion, *Journal De Physique Iv*, 8 (1998) 105-114.
- [229] T. Magnin, Corrosion fatigue mechanisms of metallic alloys, *Revue De Metallurgie-Cahiers D Informations Techniques*, 99 (2002) 423-+.
- [230] Y. Murakami, "Effects of Hydrogen on Metal Fatigue", in: Proceedings of the international hydrogen energy development forum, Fukuoka, Japan, 2007, pp. 96-105.
- [231] H.L. Logan, FILM-RUPTURE MECHANISM OF STRESS CORROSION, *Journal of Research of the National Bureau of Standards*, 48 (1952) 99-105.
- [232] F.P. Ford, Quantitative prediction of environmentally assisted cracking, *Corrosion*, 52 (1996) 375-395.
- [233] R.C. Newman, DEVELOPMENTS IN THE SLIP-DISSOLUTION MODEL OF STRESS-CORROSION CRACKING, *Corrosion*, 50 (1994) 682-686.
- [234] R.W. Staehle, Stress corrosion cracking (and corrosion fatigue), *Materials Science and Engineering*, 25 207-215.
- [235] N.J. Petch, THE LOWERING OF FRACTURE-STRESS DUE TO SURFACE ADSORPTION, *Philosophical Magazine*, 1 (1956) 331-337.
- [236] T.E. Scott, A.R. Troiano, INTERSTITIALS AND FRACTURE OF METALS, *Nature*, 185 (1960) 372-373.
- [237] R.A. Oriani, P.H. Josephic, EQUILIBRIUM ASPECTS OF HYDROGEN-INDUCED CRACKING OF STEELS, *Acta Metallurgica*, 22 (1974) 1065-1074.
- [238] P. Bastien, P. Azou, « influence de l'amplitude et de la vitesse des déformations plastiques sur la ségrégation de l'hydrogène dans le fer et les aciers », in: compte rendu de l'Académie des Sciences, 232, pp 1845-1848, 1951.
- [239] S.P. Lynch, ENVIRONMENTALLY ASSISTED CRACKING - OVERVIEW OF EVIDENCE FOR AN ADSORPTION-INDUCED LOCALIZED-SLIP PROCESS, *Acta Metallurgica*, 36 (1988) 2639-2661.
- [240] C.D. Beachem, H.L. Smith, Stonesif.Fr, FURTHER OBSERVATIONS OF CRACK TIP PLASTICITY ASSOCIATED WITH HYDROGEN-ASSISTED CRACKING, Report of Nrl Progress, (1972) 19-&.
- [241] H.K. Birnbaum, P. Sofronis, HYDROGEN-ENHANCED LOCALIZED PLASTICITY - A MECHANISM FOR HYDROGEN-RELATED FRACTURE, *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 176 (1994) 191-202.
- [242] T. Magnin, A. Chambreuil, B. Bayle, The corrosion-enhanced plasticity model for stress corrosion cracking in ductile fcc alloys, *Acta Materialia*, 44 (1996) 1457-1470.
- [243] D.A. Jones, Localized surface plasticity during stress corrosion cracking, *Corrosion*, 52 (1996) 356-362.
- [244] K. SIERADSKI, R. Newman, "brittle behaviour of ductile metals during stress corrosion cracking", in: *Philosophical Magazine A*, 51, p 95, 1985.

Annexes

Annexes

I. Essais sur éprouvette micro – entaillée

Pour tenter d'étudier l'influence du milieu eau primaire REP sur la phase de propagation d'une fissure macroscopique uniquement, deux micro - entailles censées être des zones d'amorçage rapide de la fissure principale, ont chacune été créées sur les éprouvettes **NPCent1** et **NPCent2**, initialement polies miroir.

La réalisation de ces entailles s'est faite à l'aide d'une lame circulaire en Zirconium montée sur une machine développée au laboratoire qui permet entre autres de contrôler la profondeur de passe, l'effort appliqué et la vitesse de rotation de la lame.

Les deux entailles ont été observées au MEB ainsi qu'au microscope à interférométrie optique pour déterminer leur géométrie comme le montrent la Figure I-1 et le Tableau I-1. On notera la bonne reproductibilité de la technique qui permet d'obtenir des entailles avec les mêmes rapports longueur/profondeur. En revanche, l'acuité de ces entailles n'est pas optimale.

L'éprouvette NPCent2 a été testée sous Air à $T = 300^{\circ}\text{C}$; $d\epsilon/dt = 0.01\%/s$ et $\Delta\epsilon_t/2 = \pm 0.6\%$. Des interruptions à : 300, 600, 1000, 2000, 3800 et 4400 cycles ; ont été pratiquées pour permettre des observations MEB de l'ensemble du fût et plus particulièrement de la micro - entaille.

La Figure I-2 présente la réponse cyclique de l'éprouvette NPCent2 comparée à celles d'éprouvettes polies miroir et testées dans les mêmes conditions. On constate que la durée de vie est légèrement plus faible pour NPCent2 avec environ 4300 contre 5200 cycles.

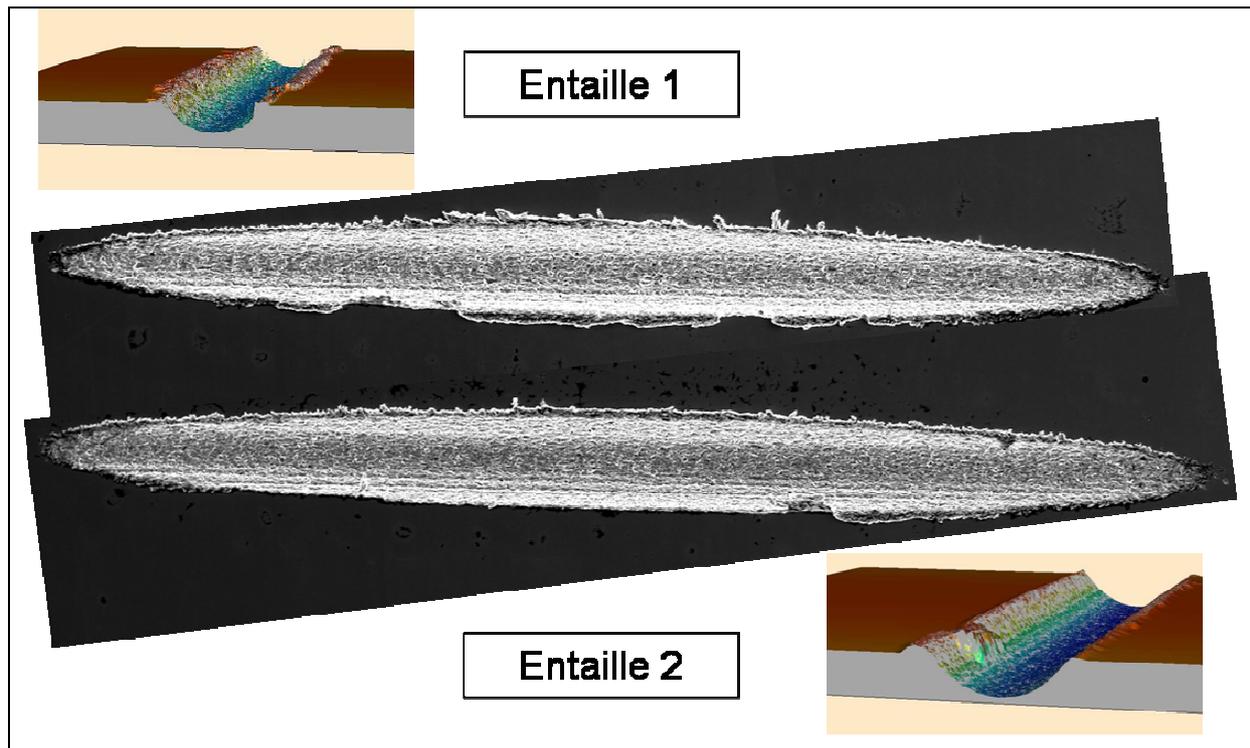


Figure I-1: Entailles observées au MEB ainsi qu'à l'interféromètre optique

	Entaille 1	Entaille 2
Longueur (μm)	933	969
Largeur en surface (μm)	76.4	77.7
Largeur au fond (μm)	29	30
Profondeur (μm)	29 (± 1)	31 (± 1)

Tableau I-1: Géométrie des entailles définie à l'aide de l'interféromètre optique

On peut suivre sur la Figure I-3, l'évolution de la fissure créée sur la micro - entaille :

- **Durant 300 cycles** : de multiples petites fissures sont créées en fond d'entaille.
- **Entre 300 et 2000 cycles** : ces petites fissures croissent et coalescent pour n'en faire plus qu'une, toujours confinée en fond d'entaille.
- **Au-delà de 2000 cycles** : cette fissure sort de l'entaille et se propage en utilisant les petites fissures créées en surface sur les bandes de glissement, joints de macles et joints de grains.
- **A 4400 cycles** : l'éprouvette est en train de casser à cause d'une fissure naturelle créée sur le fût et pas à cause de celle créée sur la micro - entaille, comme le montre la Figure I-4.

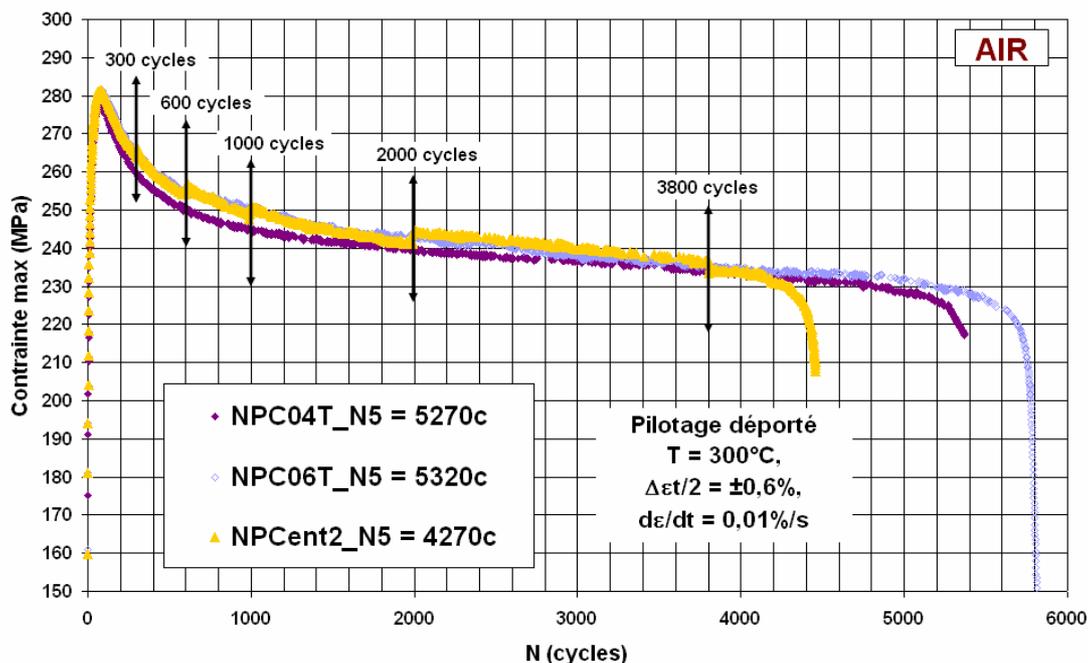


Figure I-2: Evolution de la contrainte maximum pour l'éprouvette à micro - entaille NPCent2, testée sous Air à T = 300°C ; $d\varepsilon/dt = 0.01\%/s$ et $\Delta\varepsilon t/2 = \pm 0.6\%$, de manière interrompue : 300, 600, 1000, 2000, 3800 cycles et rupture

Ainsi sous Air, le temps d'amorçage d'une fissure sur l'entaille est non négligeable sans doute à cause de l'importante ductilité de l'acier 304L ; des niveaux de déformation plastique conséquents et d'une trop faible acuité de la micro - entaille. En conséquence, de nombreuses fissures sont créées sur le fût avec parmi elles, la fissure principale.

Cependant, après 300 cycles sous air, les fissures détectées en fond d'entaille sont plus importantes que celles observées sur le fût, ce qui indique malgré tout, une légère localisation de l'endommagement sous Air.

L'idée initiale d'étudier l'influence de l'environnement REP sur la phase de propagation, a été abandonnée au profit d'une étude portant sur la phase de micropropagation.

C'est pourquoi, un essai en milieu REP à T = 300°C ; $d\varepsilon/dt = 0.01\%/s$ et $\Delta\varepsilon t/2 = \pm 0.6\%$ a été effectué sur l'éprouvette NPCent1 et interrompu à 300 cycles.

Le comportement cyclique et la durée de vie de l'éprouvette NPCent1 sont comparés, sur la Figure I-5 aux résultats d'essais effectués dans les mêmes conditions sur des éprouvettes sans entaille.

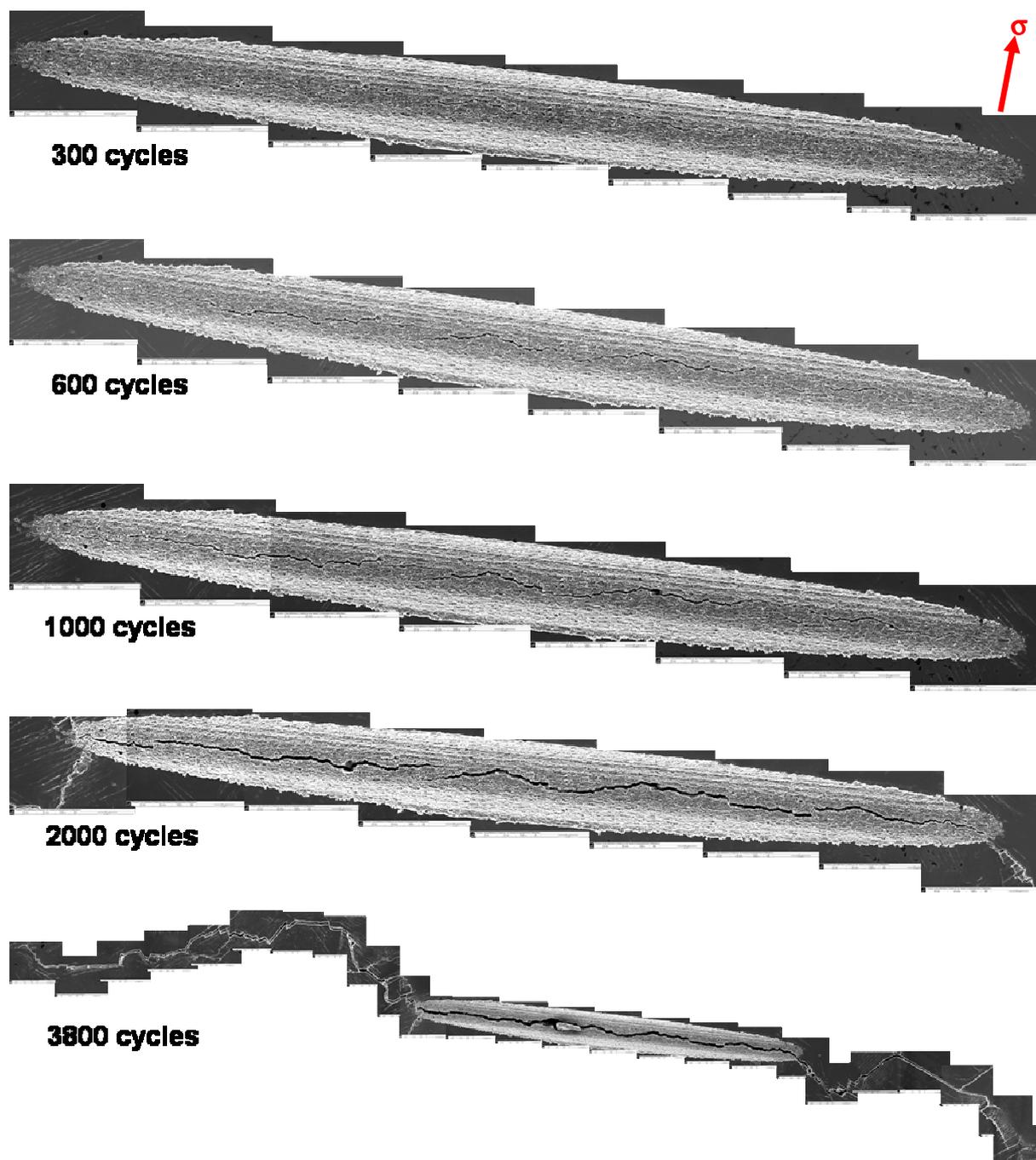


Figure I-3: Suivi de l'endommagement dans et autour de l'entaille de l'éprouvette NPCent2, testée sous Air à $T = 300^{\circ}\text{C}$; $d\varepsilon/dt = 0.01\%/s$ et $\Delta\varepsilon t/2 = \pm 0.6\%$, de manière interrompue

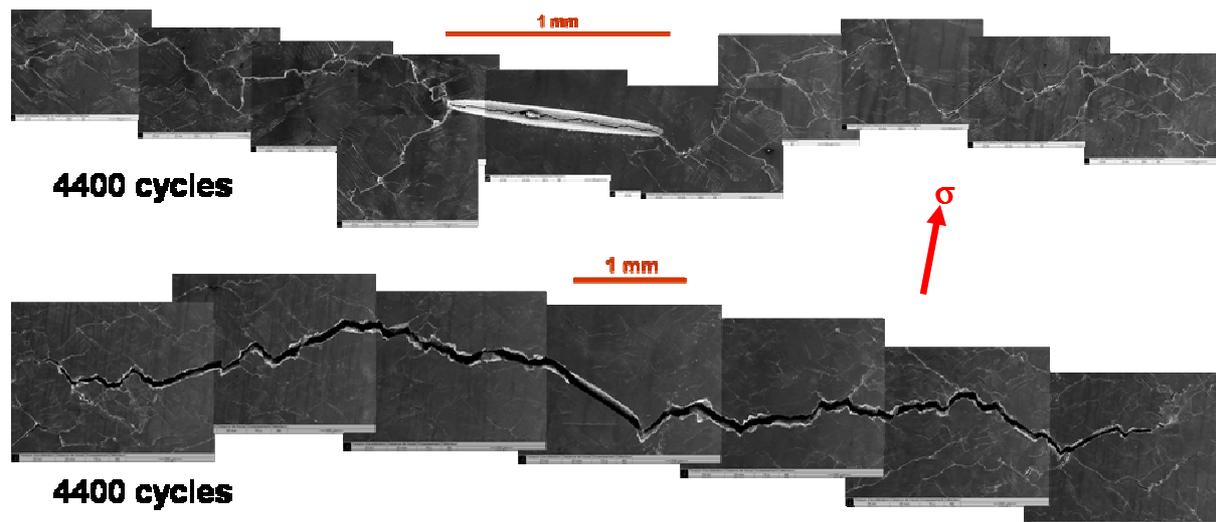


Figure I-4: Entaille 2 comparée à la fissure principale de l'éprouvette NPCent2, testée sous Air à $T = 300^{\circ}\text{C}$; $d\varepsilon/dt = 0.01\%/s$ et $\Delta\varepsilon/2 = \pm 0.6\%$, de manière interrompue

L'observation de l'entaille 1 après l'essai, cf. Figure I-6, montre qu'après seulement 300 cycles, une fissure unique s'est développée dans l'entaille et qu'elle a commencé à se propager en dehors. Les caractéristiques de cette fissure sont identiques à celles de la fissure obtenue après 2000 cycles sous Air sur l'éprouvette NPCent2.

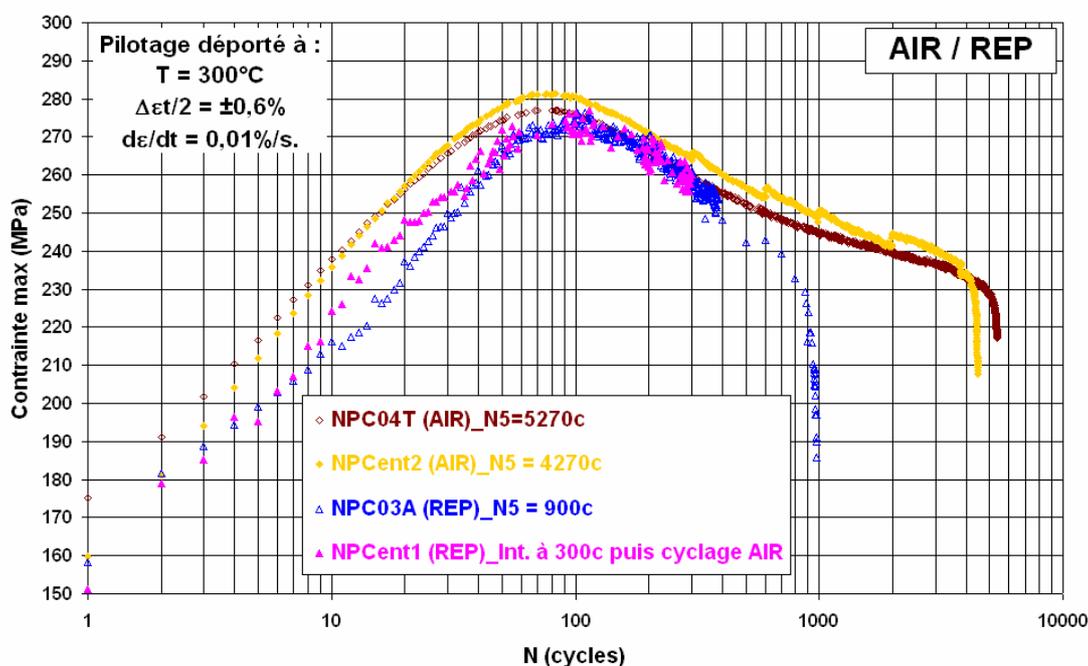


Figure I-5: Evolution de la contrainte maximum pour l'éprouvette à micro - entaille NPCent1, testée sous REP à $T = 300^{\circ}\text{C}$; $d\varepsilon/dt = 0.01\%/s$ et $\Delta\varepsilon/2 = \pm 0.6\%$ et interrompue à 300 cycles

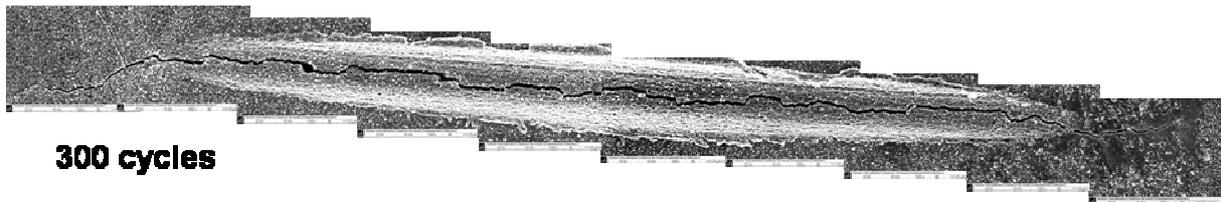


Figure I-6: Endommagement dans et autour de l'entaille de l'éprouvette NPCent1, testée 300 cycles sous REP à $T = 300^{\circ}\text{C}$; $d\varepsilon/dt = 0.01\%/s$ et $\Delta\varepsilon t/2 = \pm 0.6\%$

En conclusions, la micro - entaille crée sur la partie utile des éprouvettes NPCent2 et NPCent1 a permis sous Air comme sous REP une légère localisation de l'endommagement. Cette localisation est cependant insuffisante sous Air pour former la fissure principale sur l'entaille et nous ne pouvons nous prononcer sous REP ayant interrompu l'essai à 300 cycles. Quoiqu'il en soit, l'obtention après seulement 300 cycles sous REP, d'une fissure équivalente à celle obtenue sous Air après 2000 cycles, permet de supposer que le milieu REP accélère fortement la micropropagation des fissures.

II. Quelques modèles de CSC

1) Modèles basés sur la dissolution anodique :

Ce modèle de dissolution anodique (« Film Rupture / Slip Dissolution ») a initialement été proposé par Logan [231] avant d'être développé par Ford [232] puis complété par Newman [233]. L'endommagement relatif à ces modèles est supposé provenir de la dissolution préférentielle du métal en fond de fissure. La propagation de la fissure résulte donc de la rupture périodique du film passif consécutive à une déformation continue du substrat métallique suivie d'une dissolution anodique du métal mis à nu, puis d'une repassivation.

L'avancée de la fissure est donc directement liée à la quantité de matière dissoute. Les paramètres gouvernant la propagation seront donc la vitesse de déformation en fond de fissure et la densité de charge échangée pendant le transitoire de courant dissolution - repassivation qui suit chaque événement de rupture du film, cf. Figure II-1.

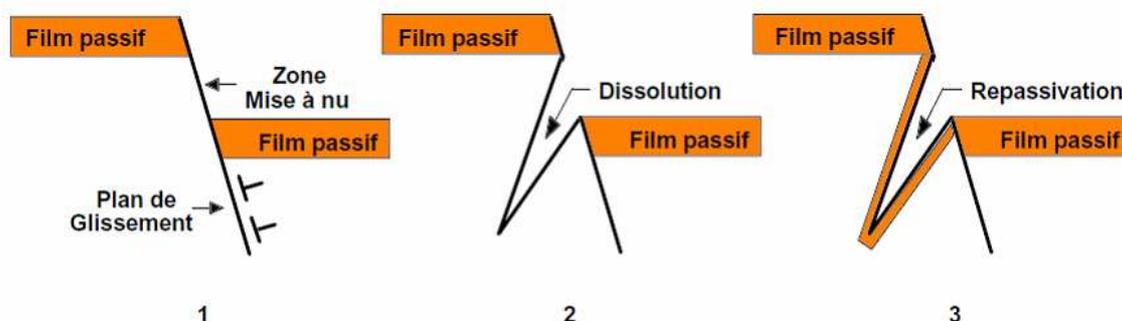


Figure II-1: Illustration du mécanisme de propagation par dissolution localisée : 1) Mise à nu d'une surface par émergence d'un plan de glissement, 2) Dissolution localisée de la zone active, 3) Repassivation des lèvres de la fissure

Il existe un phénomène de compétition entre la vitesse de dissolution et la vitesse de repassivation illustré par Staehle [234] sur la Figure II-2. En effet, une repassivation trop lente arrêtera la propagation par émoussement de la fissure alors qu'une repassivation trop rapide conduira à une propagation négligeable.

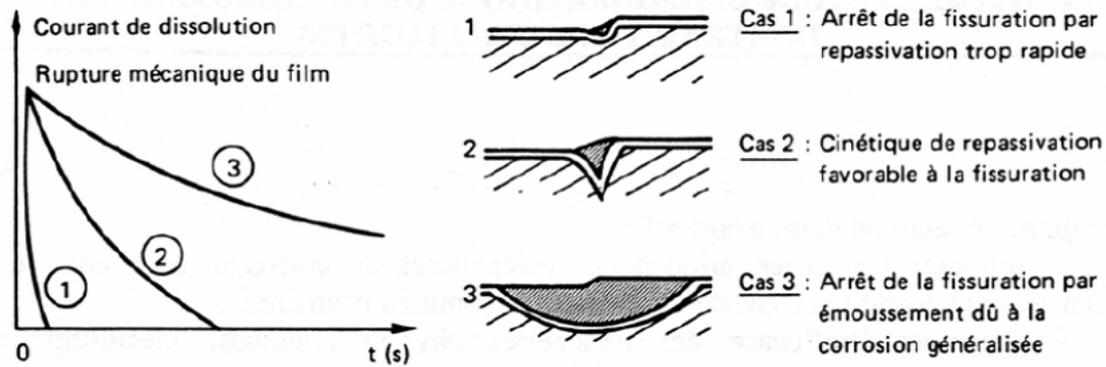


Figure II-2: Influence de la vitesse de repassivation sur la fissuration, selon le modèle de dissolution de Staehle

2) Modèles basés sur l'action de l'Hydrogène :

Dans notre cas, l'hydrogène peut provenir soit du milieu eau primaire REP, soit de la réaction de corrosion. Les modèles basés sur l'action de l'hydrogène reposent sur son aptitude à pénétrer dans le matériau (adsorption, absorption puis diffusion) mais ils diffèrent par son mode d'action.

a. Modèles basés sur la fragilisation par l'hydrogène :

Précisons d'une part, que la mise en évidence d'une pénétration de l'hydrogène dans le matériau est difficile et n'implique pas qu'il joue un rôle déterminant dans la propagation par corrosion sous contrainte et d'autre part, que les aciers inoxydables austénitiques présentent en général une bonne résistance à la fragilisation par l'hydrogène de part sa solubilité très élevée et sa faible diffusivité dans la phase austénitique. Les principaux modèles sont les suivants :

- **Modèle basé sur la réduction de l'énergie de surface (modèle d'adsorption) :** ce modèle proposé par Petch [235] suppose que l'hydrogène adsorbé en pointe de fissure entraîne une diminution de l'énergie de surface du matériau, celle-ci provoquant d'après la relation de Griffith, un abaissement de la contrainte à rupture ce qui favoriserait la fragilité du matériau.
- **Modèle basé sur la réduction des forces de cohésion (modèle de décohésion ou HEDE : « Hydrogen Enhanced Decohesion ») :** ce modèle initialement proposé par Troiano [236], puis repris par Oriani [237], repose sur le fait que l'hydrogène diffuse au sein du matériau dans les régions de forte triaxialité sous l'action d'un gradient de contrainte, comme à

la pointe d'une fissure. L'hydrogène réduisant de plus l'énergie de cohésion du réseau cristallin provoquerait l'amorçage d'un défaut en avant du front de fissure qui se propagerait alors.

- **Modèle basé sur la formation d'hydrures métalliques :** le mécanisme de fragilisation proposé par Birnbaum, s'effectue selon les étapes suivantes :
 - Diminution des potentiels chimiques de l'hydrogène dissous et de l'hydrure dans les zones de forte concentration de contraintes sous l'effet d'un effort de traction ;
 - diffusion d'hydrogène et précipitation d'hydrure ;
 - fissuration amorcée dans l'hydrure (phase fragile) pour une valeur de K inférieure au K_{IC} du matériau de base ;
 - arrêt de la fissuration dans le métal de base (K_{IC} élevé) ;
 - formation d'hydrure à nouveau en pointe de fissure et renouvellement du processus.

b. Modèles basés sur l'interaction hydrogène/plasticité :

Bastien et Azou [238] furent les premiers à suggérer que la fragilisation par l'hydrogène puisse provenir d'interactions entre hydrogène et dislocations. Les dislocations transporteraient l'hydrogène jusqu'au niveau de l'empilement où une microfissure peut être formée. Ainsi deux théories opposées sont évoquées : la première postule que la fragilisation résulte d'un durcissement en pointe de fissure, le mouvement des dislocations étant bloqué par l'hydrogène dans le réseau, et la deuxième, suggère au contraire que la présence de l'hydrogène provoque un adoucissement local en pointe de fissure en facilitant les mécanismes de déformation plastique menant à rupture. S'appuyant plus ou moins sur ces différentes idées, on peut citer les modèles suivants :

- **Modèle de « pseudo - clivage » induit par adsorption (modèle de Lynch) :** Ce modèle [239] attribue la propagation de fissures d'aspect fragile à une augmentation locale de la plasticité due à l'adsorption puis à l'absorption de l'hydrogène se traduisant par une localisation du glissement au voisinage de la pointe de la fissure. Cette approche est basée sur l'arrangement des différentes sources de dislocations en fond de fissure lors de la propagation purement ductile d'une fissure et comporte les étapes suivantes, cf. Figure II-3 :
 - (a) Adsorption de l'hydrogène conduisant à un affaiblissement des liaisons interatomiques ce qui facilite le cisaillement des plans atomiques en fond de fissure en émettant des

dislocations supplémentaires (source A) de celles associées à l'érouissage de la fissure (source B).

- (b) Les dislocations de la source A sont injectées alternativement sur les plans de glissement D_1 et D_2 produisant une avancée de fissure Δa .
- (c) Formation de microcavités liée à l'activation des sources de dislocations (source C) pour accommoder la plasticité en fond de fissure. La fissure se propage donc par des glissements alternés successifs qui donnent un aspect fragile au faciès de rupture et par coalescence avec les microcavités.

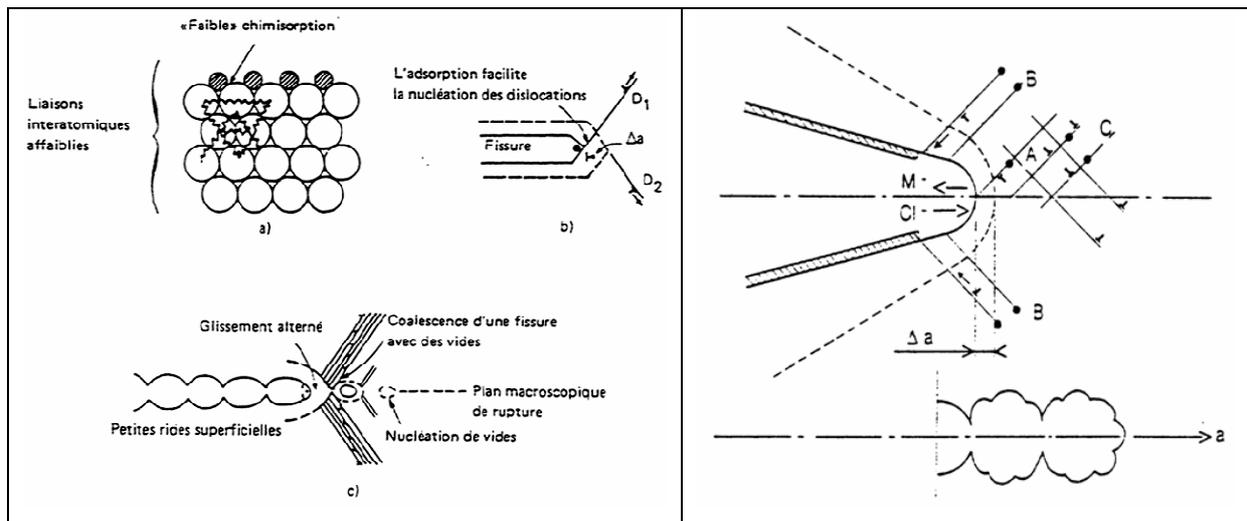


Figure II-3: Effet de l'adsorption sur les mécanismes de plasticité et de rupture d'après Lynch

- **Modèle de plasticité induite par l'hydrogène (HELP : « Hydrogen Enhanced Localized Plasticity »)** : Ce modèle proposé initialement par Beachem [240] puis repris par Birnbaum [241] précise que l'hydrogène facilite le mouvement des dislocations en réduisant l'aire d'activation de leur mouvement. De plus, l'hydrogène écrante les interactions entre dislocations et/ou entre dislocations et obstacles, ce qui se traduit par une diminution de la contrainte nécessaire à leur mise en mouvement, à une augmentation de la densité dans les empilements et donc à une localisation de la déformation. Des observations MET in-situ ont montré que l'hydrogène est un frein au glissement dévié, ce qui favorise le confinement des dislocations dans leur plan de glissement. Le transport de l'hydrogène par les dislocations favorise la diffusion en volume le long des lignes de glissement. Enfin, la propagation de la fissure s'effectue par cisaillement successif le long des plans de cisaillement.

■ Modèle d'adoucissement localisé (CEPM : « Corrosion Enhanced Plasticity Model ») :

Ce modèle proposé par Magnin [242] s'applique essentiellement à des alliages passivables, ductiles et de structure C.F.C., sollicités en corrosion sous contrainte. Ce modèle considère l'effet d'une dissolution anodique localisée sur la plasticité à la pointe de la fissure mais ici, c'est le déplacement des dislocations près de la surface qui engendre un effet de synergie corrosion - plasticité et induit une rupture de type fragile. En effet, il suggère d'une part que la dissolution anodique augmente localement la plasticité du matériau, et d'autre part, que l'empilement de dislocations à la limite de la zone plastifiée favorise une zone de contraintes triaxiales qui entraînent une fissuration de type fragile par micro - clivage lorsqu'elles atteignent la contrainte critique de clivage. Ce modèle conçu initialement pour expliquer les fissurations de type transgranulaire peut également expliquer celles de type intergranulaire. La fissuration est décrite sur la Figure II-4 et s'effectue selon les étapes suivantes :

- 1) La dissolution anodique se produit sur les plans $\{111\}$ à l'extrême pointe de la fissure après dépassivation. Ceci entraîne la formation de marches de glissement,
- 2) la plasticité est alors augmentée localement à cause des effets essentiels mais indirects de la corrosion (dissolution et adsorption) dans les plans $\{111\}$. Le cisaillement des ces plans est facilité car un plus grand nombre de dislocations mobiles est injecté en raison de la concentration de contrainte et de la production de lacunes. Ceci est dû à la dissolution localisée ainsi qu'à l'adsorption puis à l'absorption d'hydrogène qui peut abaisser la contrainte critique de cisaillement. L'augmentation locale de la plasticité en pointe de fissure, réduit son émoussement,
- 3) cet accroissement de la plasticité est localisé proche de la surface. Les dislocations émises vont ensuite interagir avec des obstacles comme des précipités, des joints de grains ou des structures de dislocation préalablement formées. Deux zones sont considérées : une zone adoucie près de la pointe de la fissure (zone plastifiée) bloquée par une zone durcie située en avant de la fissure. Ceci conduit à la formation d'empilements où la contrainte locale va augmenter.
- 4) si les obstacles sont suffisamment résistants, le K_{IC} va augmenter puis un embryon de fissure va se former,
- 5) l'énergie de décohésion des microfacettes $\{111\}$ peut diminuer à cause de l'absorption d'hydrogène par exemple. La contrainte normale à ces facettes peut être suffisante pour ouvrir la fissure le long des plans $\{111\}$. Des dislocations sont ensuite émises sur un plan symétrique au plan général de fissuration, écrantant ainsi la nouvelle pointe de fissure.

Selon l'orientation cristallographique, cette fissuration peut essentiellement se produire dans les plans $\{111\}$ mais parfois dans les plans $\{100\}$ ou $\{110\}$,

- 6) en mode mixte I/II, ce processus doit se dérouler en changeant de manière régulière de plan de fissuration. Ainsi, une microfissuration en zigzag peut se produire sur les facettes $\{111\}$ et/ou $\{100\}$.

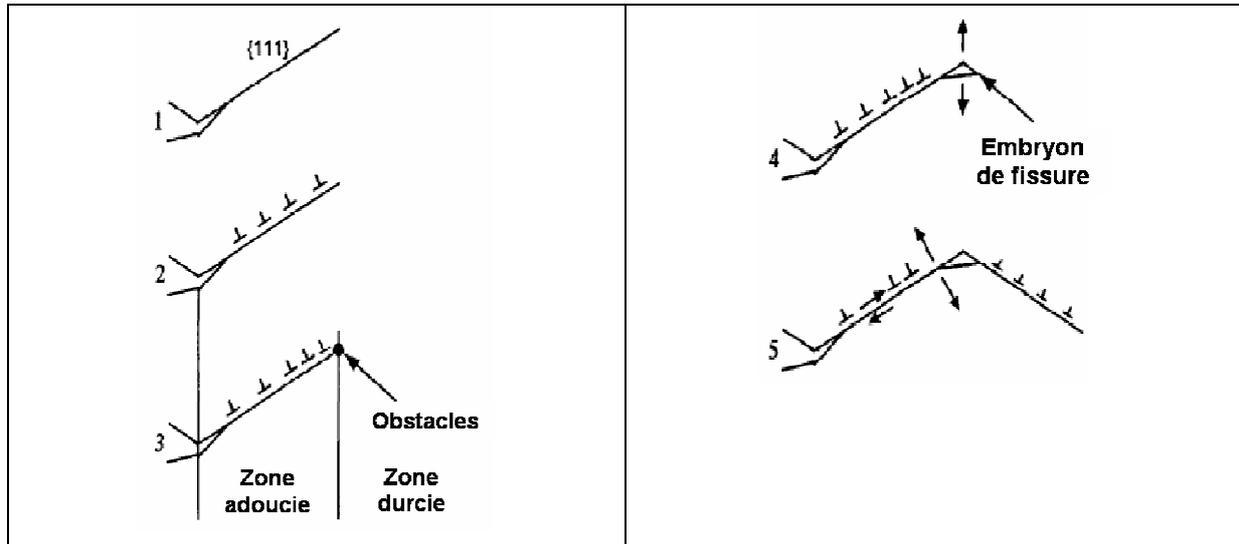


Figure II-4: Représentation schématique du modèle CEPM de Magnin

3) Autres modèles :

a. Modèles basés sur le microclivage et la plasticité :

- **Modèle de clivage dû à l'effet de lacunes (Modèle de Jones) :** Ce modèle [243] fût l'un des premiers à prendre en compte l'interaction dissolution - plasticité. Il considère une fissure déjà formée et qui se propage par CSC. Il a trait à des matériaux recouverts d'une couche protectrice et sollicités dans un domaine de potentiel où une dissolution anodique localisée pourra intervenir induisant la rupture du film et réduisant la contrainte nécessaire à la propagation qui s'effectuera par micro - clivage. Ce modèle prétend avoir l'avantage de pouvoir s'appliquer au phénomène de fatigue - corrosion, la déformation cyclique induisant un adoucissement en générant une sursaturation de lacunes en sous - couche au même titre que la dissolution. Cette sursaturation de lacunes conduit à la formation de bi - lacunes qui auraient une mobilité suffisante pour interagir avec les dislocations proches de la surface, provoquant ainsi un abaissement de l'écroutissage et donc une accélération de la vitesse de fluage. Ce modèle illustré sur la Figure II-5, se résume en sept étapes successives :

- (1) rupture du film passif sous l'effet de la déformation ;
- (2) dissolution anodique des surfaces dépassivées ;
- (3) repassivation retardée par l'adsorption d'espèces spécifiques dans le cas de la CSC (Cl pour les aciers) ou sous l'effet de la déformation cyclique pour le cas de la fatigue - corrosion ;
- (4) adoucissement et formation de bandes de glissement ;
- (5) amorçage de la fissure sur les plans denses $\{111\}$ soumis à de fortes contraintes ;
- (6) propagation par micro - clivage et arrêt dans le métal « sain » ;
- (7) répétition du cycle.

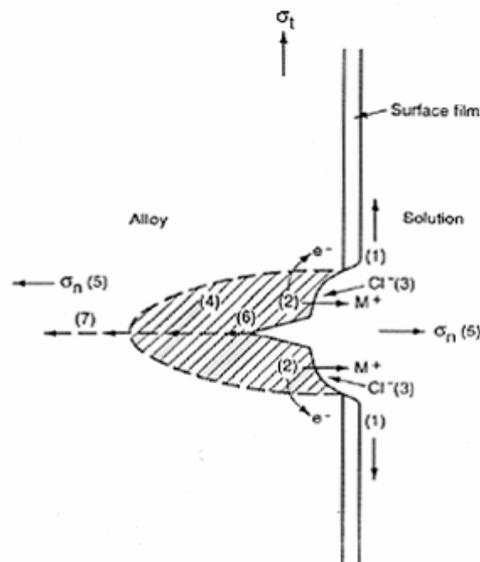


Figure II-5: Schématisation des différentes étapes de l'endommagement en CSC selon Jones

▪ **Modèle de clivage induit par rupture de film d'oxyde :** Ce modèle, développé par Sieradzki et Newman [244], s'applique plus particulièrement à la corrosion sous contrainte transgranulaire des alliages ductiles à structure cubique faces centrées. La propagation des fissures se fait de façon discontinue et est de nature fragile. L'environnement forme un film en fond de fissure, capable d'amorcer un micro - clivage qui peut alors se propager dans le matériau sur une distance de plusieurs micromètres. La fissure s'ouvre et le film se reforme permettant l'amorce d'un nouvel événement de clivage. Le film fragilisant le matériau est en général une couche poreuse formée par dissolution sélective (ou par attaque localisée sous forme de tunnels). La génération d'une rupture fragile dans une structure poreuse peut s'expliquer de deux manières :

- Les ligaments ductiles entre pores sont extrêmement fins et leur scission est si rapide que macroscopiquement la rupture apparaît fragile.

- Si l'épaisseur des ligaments près de l'interface est suffisamment faible pour empêcher tout glissement, la couche poreuse se comporte comme un matériau fragile et la fissure peut acquérir une vitesse suffisante pour pénétrer dans la matrice ductile.

b. Modèle basé sur la mobilité des atomes de surface :

Ce modèle de mobilité a été développé par Galvèlle et repose sur le fait que la contrainte augmente la concentration de lacunes et que la chimie du milieu peut augmenter la mobilité des atomes de surface et fournir des lacunes. Or, en fond de fissure, la contrainte de surface est importante. Ainsi l'étape élémentaire de ce mécanisme est le remplacement en pointe de fissure d'un atome par une lacune ce qui contribue à l'avancée élémentaire de la fissure d'une distance atomique.

Titre : Comportement et endommagement en fatigue oligocyclique d'un acier inoxydable austénitique 304L en fonction de l'environnement (vide, air, eau primaire REP) à 300°C.

Présentée par : Laurent de Baglion de la Dufferie

Directeur de thèse : José Mendez

Résumé : La prise en compte des effets d'un environnement actif, tel que le milieu eau primaire REP (Réacteur à Eau Pressurisée), sur la durée de vie en fatigue des composants de réacteurs, est aujourd'hui exigée par certaines autorités de sûreté pour la conception et pour la prolongation de licences d'exploitation des centrales nucléaires. Dans ce contexte, ce travail a eu pour objectif, la compréhension des cinétiques et des mécanismes d'endommagement en fatigue oligocyclique de l'acier inoxydable austénitique 304L utilisé notamment, pour la fabrication de tuyauteries de refroidissement du circuit primaire des centrales REP. Différents paramètres d'essai (température, vitesse et amplitude de déformation) ont été testés dans l'air ainsi qu'en milieu eau REP. Par le biais d'essais conduits également sous vide secondaire, l'influence intrinsèque de ces paramètres ainsi que les effets des environnements air et eau REP, sur le comportement et sur la durée de vie en fatigue, ont été étudiés.

Il ressort de ce travail expérimental que l'air est un milieu actif qui entraîne par rapport au vide, une chute importante de la durée de vie en fatigue de l'acier 304L, notamment à 300°C et faible amplitude de déformation. Le milieu eau REP est plus actif encore et entraîne par rapport à l'air, une accélération des cinétiques d'endommagement, sans modifications de la nature des sites d'amorçage ou des modes de propagation des fissures. De plus, la chute de la durée de vie en milieu primaire, est essentiellement attribuée à l'accélération de la phase d'amorçage et de la phase de micropropagation (croissance des fissures courtes), plus qu'à l'augmentation des vitesses de propagation des fissures longues. Enfin, l'influence néfaste d'une diminution de la vitesse de déformation sur la durée de vie en milieu eau primaire REP a aussi été constatée dans l'air mais également sous vide, en l'absence d'effets d'environnement. Cet effet intrinsèque de la vitesse de déformation est attribué au phénomène de vieillissement dynamique qui provoque des changements de mécanismes de déformation ainsi qu'une accélération de l'endommagement.

Abstract : Nowadays, for nuclear power plants licensing or operating life extensions, various safety authorities require the consideration of the primary water environment effect on the fatigue life of Pressurized Water Reactor (PWR) components. Thus, this work focused on the study of low cycle fatigue damage kinetics and mechanisms, of a type 304L austenitic stainless steel. Several parameters effects such as temperature, strain rate or strain amplitude were investigated in air as in PWR water. Thanks to targeted in-vacuum tests, the intrinsic influence of these parameters and environments on the fatigue behaviour of the material was studied. It appears that compared with vacuum, air is already an active environment which is responsible for a strong decrease in fatigue lifetime of this steel, especially at 300°C and low strain amplitude. The PWR water coolant environment is more active than air and leads to increased damage kinetics, without any modifications of the initiation sites or propagation modes. Moreover, the decreased fatigue life in PWR water is essentially attributed to an enhancement of both initiation and micropropagation of "short cracks". Finally, the deleterious influence of low strain rates on the 304L austenitic stainless steel fatigue lifetime was observed in PWR water environment, in air and also in vacuum without any environmental effects. This intrinsic strain rate effect is attributed to the occurrence of the Dynamic Strain Aging phenomenon which is responsible for a change in deformation modes and for an enhancement of cracks initiation.

Mots clefs :

- Amorçage des fissures
- Dommages en surface
- Propagation des fissures
- Stries de fatigue
- Faciès de rupture
- Mécanismes de déformation
- Vieillissement dynamique