

# Fatigue oligocyclique d'un acier inoxydable austénitique 304L : influence de l'état de surface et de signaux de chargement en milieu eau primaire REP

Thibault Poulain

## ▶ To cite this version:

Thibault Poulain. Fatigue oligocyclique d'un acier inoxydable austénitique 304L : influence de l'état de surface et de signaux de chargement en milieu eau primaire REP. Autre. ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechique - Poitiers, 2015. Français. NNT : 2015ESMA0011 . tel-01245651

# HAL Id: tel-01245651 https://theses.hal.science/tel-01245651v1

Submitted on 17 Dec 2015

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers. L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

## THESE

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 :

## **Thibault POULAIN**

#### \*\*\*\*\*

## Fatigue oligocyclique d'un acier inoxydable austénitique 304L : influence de l'état de surface et de signaux de chargement en milieu eau primaire REP

Directeurs de thèse : José MENDEZ & Gilbert HENAFF

\*\*\*\*\*

Soutenue le 12 octobre 2015

\*\*\*\*\*

#### -JURY-

E. ANDRIEU	Professeur, ENSIACET - INP Toulouse	Président
JB. VOGT	Professeur, Université de Lille 1	Rapporteur
K. WOLSKI	Directeur de Recherche, Mines de Saint-Etienne	Rapporteur
JC. LE ROUX	Ingénieur de Recherche, EDF, Les Renardières	Examinateur
J. MENDEZ	Directeur de Recherche CNRS, ISAE-ENSMA, Poitiers	Examinateur
G. HENAFF	Professeur, ISAE-ENSMA, Poitiers	Examinateur
L. DE BAGLION	Ingénieur de Recherche, AREVA NP, La Défense	Examinateur

# **REMERCIEMENTS:**

C'est avec une grande émotion que je rédige ces quelques lignes que toi, ami lecteur, tu t'empresseras de lire. Cette thèse est bien plus que le simple manuscrit que tu t'apprêtes à lire. C'est d'abord une formidable expérience de vie de presque quatre ans, qui m'a permis de rencontrer de nombreuses personnes et de m'épanouir pleinement dans un environnement accueillant, chaleureux et très agréable. C'est aussi une expérience professionnelle assez unique puisqu'elle permet de se consacrer presque exclusivement à un projet unique et nous amène à nous confronter à des problématiques complexes, avec des moments de joie, mais aussi de doute ou de désarrois. Au final, le résultat n'en reste pas moins inattendu pour moi et, je l'espère, constructif par rapport à différents travaux déjà réalisés autour de cette thématique.

Je souhaiterais tout d'abord remercier José MENDEZ et Gilbert HENAFF d'avoir bien voulu me faire confiance et de m'avoir aidé, soutenu et encouragé tout au long de cette thèse. Ils m'ont beaucoup aidé dans la structuration de ma pensée et ils m'ont poussé à toujours voir plus loin et à avoir une vision plus large de mes travaux. Je remercie l'Institut Pprime d'avoir libéré José de sa fonction administrative de directeur adjoint, ce qui nous a permis d'avoir des heures de discussion à bâtons rompus autour des différents résultats que j'avais pu obtenir et des essais qu'il serait intéressant de réaliser. C'est par ces nombreux échanges que j'ai pu arriver à obtenir les résultats tels qu'ils sont aujourd'hui. Je n'oublierai jamais qu'il faut « prendre le lecteur par la main » et surtout « raconter une histoire ».

Ce projet n'aurait pas pu avoir lieu sans le soutien d'AREVA, et plus particulièrement de Jean-Alain LE DUFF et Laurent DE BAGLION. Laurent, tu as été pour moi un véritable mentor, qui a su me montrer la voie et partager ton expérience avec moi. Tes conseils en début de thèse m'ont permis de rapidement prendre mes marques et ton soutien toujours bien attentionné m'a accompagné tout au long de ces quatre ans. Je souhaite aussi remercier le personnel du Centre Technique AREVA du Creusot, et notamment Walter CHITTY et Dominique MARTIN, qui m'ont fait découvrir les installations permettant la réalisation des essais en milieu eau primaire REP et ont toujours été là pour répondre à mes questions ou à mes besoins. Un grand merci à mes prédécesseurs (Sébastien PETITJEAN, Yoann LEHERICY, Laurent DE BAGLION et Nicolas HUIN) qui ont travaillé sur cette thématique de la fatigue des aciers inoxydables et ont ouvert la voie aux résultats et conclusions que j'ai pu obtenir. J'ai passé de nombreuses heures à lire et relire leurs manuscrits de thèse et ces derniers ont toujours occupé une place de premier choix sur mon bureau.

Je remercie l'ensemble des membres du jury de bien avoir voulu porter de l'intérêt à mes travaux et d'avoir accepté de faire partie de mon jury de thèse. Merci à M. ANDRIEU d'avoir bien voulu être président de ce jury, merci à M. Vogt et à M. Wolski d'avoir accepté de lire avec attention les 300 pages de ce manuscrit et d'en avoir rapporté les principaux points et merci à M. LE ROUX pour avoir apporté cette touche un peu plus « industrielle » à mes résultats.

Il me faut aussi saluer l'ensemble du personnel du laboratoire qui entretient cette bonne ambiance au sein du laboratoire et contribue pleinement à ce que chacun puisse y trouver sa place. En premier lieu, je souhaiterais remercier les personnes du secrétariat, Eliane, Brigitte et Karine, qui sont toujours là pour nous accueillir avec le sourire (et parfois un petit gâteau) et nous guider dans les méandres des démarches administratives. Je souhaite aussi remercier l'ensemble des chercheurs, enseignants-chercheurs et ingénieurs d'étude pour leur disponibilité et leur écoute, avec une pensée particulière pour Jonathan CORMIER, Patrick VILLECHAISE et Denis BERTHEAU.

Ensuite, pour faire une thèse expérimentale, il faut notamment des éprouvettes. A ce titre, je souhaite remercier l'ensemble de l'atelier d'usinage (Jean-Louis, Laurent, Guerric, Nicolas et Théo) pour leur aide, leurs conseils et leur patience, notamment lors du meulage des éprouvettes. Mais il est aussi nécessaire d'être formé et parfois accompagné sur les machines d'essai et d'observation. Dans ce cadre, je souhaite saluer l'investissement de l'ensemble de l'équipe technique qui fait le maximum pour nous permettre de travailler dans de bonnes conditions. Je souhaite notamment remercier Florence (avec qui j'ai passé de nombreuses heures à discuter au MEB – et ailleurs), Anne-Laure (qui a toujours le sourire et bien souvent une petite blague), Guillaume (l'homme que l'on ne voit jamais et qui est partout à la fois), David, Médéric, Damien et les autres.

Enfin, j'en arrive peut-être aux remerciements les plus difficiles, les doctorants. Vous avez été pour moi une grande famille avec qui j'ai passé ces merveilleuses années. J'ai une pensée particulière pour Camille, Aline et Marion qui ont vraiment été mes frères de thèse, avec qui j'ai passé de très nombreuses heures à discuter, bien souvent dans le bureau 38 autour du fauteuil blanc. Nous avons vécu des instants très forts et j'espère ne jamais les oublier. Je salue les anciens que j'ai vu progressivement partir : Fanny, Rémi, Baptiste, Luc, Fabien, Romain, Didier, Clara, Julien, Matteo, Immanuel, Thomas ; mais aussi la relève qui est progressivement arrivée : Benjamin, Elodie, Amélie, Louis, Andrea, Aude, Gaëlle, Alice. Une pensée particulière pour Florian, qui nous a quittés bien trop rapidement.

Je profite de ces pages pour souligner l'action de l'ATEM qui m'a permis de rapidement m'intégrer et qui contribue à l'épanouissement des doctorants. J'espère que cela durera. L'expérience de l'ATEM 2012 avec Aline, Camille, Rémi et Florian aura été formatrice et je garderai le souvenir de ces réunions improvisées au B38 ou encore lorsque qu'avec l'arnaque nous faisions les 400 coups.

Et je garde le meilleur pour la fin, le B001 <sup>(i)</sup>. Vous constituez un bureau formidable où j'ai passé le plus clair de mon temps pendant ces quatre ans. Certes j'y ai beaucoup travaillé, mais nous y avons aussi tous passé des moments formidables comme l'invention du claquet'ball, l'initiation aux drops, la découverte du jonglage ou encore les scotchages de Louis. Vous êtes fantastiques, restez tels que vous êtes.

Une pensée pour mon double, Bibé (Aurélien pour les inconnus), que j'ai connu lors de mon stage de fin d'étude et qui m'a accompagné toute au long de ma thèse. Je t'abandonne, en espérant que le bout du chemin ne soit plus très loin pour toi aussi.

Pour terminer, un grand merci à ma famille qui m'a soutenu et toujours accompagné tout au long de mes études. Je vous dois beaucoup et c'est aussi grâce à vous que j'ai pu arriver jusqu'à ce titre de docteur.

Pour conclure, je souhaiterais souligner que ce choix de faire une thèse date d'il y a déjà fort longtemps, et je remercie un certains nombres de professeurs de sciences que j'ai pu croiser au cours de mon cursus scolaire et qui m'ont donné le goût des sciences. Cette thèse achève un long cursus et je dois désormais tourner la page, même si cela est bien difficile car cette thèse aura été vraiment plaisante (mais oui, je vais quand même quitter mon bureau ^^).

# **TABLE DES MATIERES :**

CHAPITRE I : REVUE BIBLIOGRAPHIQUE	17
I.1. FATIGUE OLIGOCYCLIQUE DES ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES	19
I.1.1. Comportement cyclique des aciers inoxydables austénitiques	19
I.1.2. Mécanismes de déformation et d'endommagement	
I.1.3. Facteurs influençant la durée de vie des aciers inoxydables	29
I.1.4. Phénomènes d'interactions entre fissures	40
I.2. FATIGUE OLIGOCYCLIQUE DES ACIERS INOXYDABLES EN MILIEU EAU PRIMAIRE REP	42
I.2.1. Les réacteurs à eau pressurisée	42
I.2.2. Les caractéristiques physico-chimiques du milieu eau primaire REP	42
I.2.3. Paramètres clés influençant la durée de vie en milieu eau primaire REP des aciers inoxydab	oles 43
I.2.4. Méthode de dimensionnement en fatigue : prise en compte de l'effet du milieu et de l'état de	surface
	54
I.2.5. Amorçage et propagation en milieu REP	58
I.2.6. Principaux modèles de corrosion sous contrainte	60
I.3. SYNTHESE DE LA REVUE BIBLIOGRAPHIQUE	68
CHAPITRE II : MATERIAU, METHODES DE CARACTERISATION ET CONDITIONS EXPERIMENTALES	69
II.1. LE MATERIAU	71
II.1.1. Composition chimique	
II.1.2. Microstructure	71
II.1.3. Caractéristiques mécaniques	73
II.2. TECHNIQUES D'OBSERVATION ET DE CARACTERISATION	74
II.2.1. Microscopie optique	
II.2.2. Microscopie électronique à balayage (MEB)	
II.2.3. Mesures de rugosité	
II.3. PREPARATION DES ECHANTILLONS	
II.3.1. Géométrie des éprouvettes	78
II.3.2. Usinage	
II.3.3. Polissage	79
II.3.4. Meulage	79
II.4. CARACTERISATION DES ETATS DE SURFACE	80
II.4.1. Aspect général	80
II.4.2. Rugosité	83

II.4.3. Zone écrouie	84
II.5. Essais de fatigue	85
II.5.1. Essais de fatigue oligocyclique	85
II.5.2. Essais de fatigue endurance	87
CHAPITRE III : ETAT DE SURFACE POLI - INFLUENCE DE LA VITESSE DE DEFORMA	ATION . 89
III.1. COMPORTEMENT CYCLIQUE ET DUREE DE VIE	
III.1.1. Influence intrinsèque de la vitesse de déformation	
III.1.2. Influence des effets d'environnement et de la vitesse de déformation	
III.1.3. Influence de l'amplitude de déformation	
III.1.4. Comparaison avec la littérature	100
III.1.5. Synthèse	102
III.2. Etude de l'endommagement	103
III.2.1. Sous vide	103
III.2.2. Dans l'air	108
III.2.3. En milieu REP	116
III.2.4. Discussion sur l'endommagement selon l'environnement et la vitesse de déformation	122
III.3. ANALYSE DE LA PHASE DE PROPAGATION (AIR ET MILIEU REP)	126
III.3.1. Analyse fractographique	127
III.3.2. Analyse des mesures d'interstries en fonction de la profondeur	138
III.3.3. Utilisation du paramètre mécanique $\Delta K_{\varepsilon}$	142
III.3.4. Etablissement de lois de propagation macroscopiques	161
III.3.5. Essais avec changement d'environnement	165
III.4. Synthese et conclusions	173
CHAPITRE IV : ETAT DE SURFACE MEULE - INFLUENCE DE LA VITESSE DE DEFOR	MATION
	175
IV.1. COMPORTEMENT CYCLIQUE ET DUREE DE VIE	178
IV.1.1. Influence intrinsèque de la vitesse de déformation	178
IV.1.2. Influence de l'environnement pour différentes vitesses de déformation	
IV.1.3. Influence de l'amplitude de déformation	
IV.1.4. Influence de la rugosité	
IV.1.5. Notion de dispersion expérimentale en milieu REP	
IV.1.6. Confrontation des résultats expérimentaux et des prédictions	
IV.1.7. Discussion sur les interactions entre l'environnement, la vitesse de déformation et la nat	ure de
l'état de surface	189
IV.1.8. Synthèse	191
IV.2. ETUDE DE L'ENDOMMAGEMENT	193
IV.2.1. Sous vide	193
IV.2.2. Dans l'air	195
IV.2.3. En milieu eau primaire REP	210

IV.3. ANALYSE DE LA PHASE DE PROPAGATION (AIR ET MILIEU REP)	
IV.3.1. Analyse fractographique	215
IV.3.2. Analyse de l'effet de l'état de surface meulé au travers du paramètre $\Delta K_{\varepsilon}$	219
IV.4. CONCLUSIONS	
CHAPITRE V : SIGNAUX DE CHARGEMENT COMPLEXES	
V.1. Essais conduits dans l'air	
V.1.1. Comportement cyclique	240
V.1.2. Caractérisation de l'endommagement après 1350 cycles	243
V.1.3. Synthèse	250
V.2. EN MILIEU EAU PRIMAIRE REP	
V.2.1. Comportement cyclique et durée de vie	251
V.2.2. Quantification de l'endommagement	257
V.2.3. Analyse de la phase de propagation	262
V.3. DISCUSSION GENERALE SUR L'INFLUENCE DE LA FORME DU SIGNAL EN MILIEU EAU PRIMAIRE RE	EP 268
V.3.1. Influence du temps d'exposition en milieu eau primaire REP	268
V.3.2. Discussion du temps caractéristique T* par rapport aux modèles de corrosion	279
V.4. CONCLUSION	

**INTRODUCTION ET CONTEXTE** 

# **INTRODUCTION ET CONTEXTE :**

Dans les réacteurs à eau pressurisée, l'eau est utilisée à la fois comme modérateur, *i.e.* milieu qui capture une partie des neutrons émis par la réaction nucléaire, et comme caloporteur, pour transporter la chaleur produite par la réaction nucléaire au niveau du cœur vers les échangeurs de chaleur. Afin de garder l'eau liquide dans l'ensemble du circuit primaire, elle est maintenue à une pression d'environ 140 bars et sa température varie entre 280 et 330°C. Cette eau constitue le milieu eau primaire REP.

Le circuit primaire des centrales nucléaires est composé de nombreux matériaux, comme l'illustre la Figure 1. En particulier, l'acier inoxydable austénitique 304L est utilisé pour fabriquer la tuyauterie du circuit primaire. Ce composant est soumis à des sollicitations thermomécaniques importantes et complexes lors des transitoires de fonctionnement ou bien lors des arrêts/redémarrages de tranche ; ces sollicitations relèvent du domaine de la fatigue oligocyclique. L'assemblage ainsi que la réparation des différents composants est réalisé par soudage ; les cordons de soudure sont ensuite a minima arasés par meulage. Cette étape de finition peut ainsi générer des hétérogénéités d'état de surface qu'il faut également prendre en compte.

De manière générale, le dimensionnement en fatigue des composants de centrales nucléaires est réalisé à partir d'une courbe de fatigue établie en air à laquelle deux facteurs d'abattement sont appliqués : l'un réduit le nombre de cycles et l'autre les niveaux de contrainte/déformation considérés. Ces facteurs d'abattement se décomposent en facteurs de transposition censés couvrir différents effets (influence de l'environnement, effets d'échelle, variabilité du matériau, état de surface,...). Les autorités de sûreté nucléaire ainsi que les organismes de contrôle demandent aujourd'hui d'être plus explicite quant à la nature des effets couverts, et en particulier sur l'influence du milieu eau primaire REP.



Figure 1. Schéma du circuit primaire et du circuit secondaire d'une centrale nucléaire de type REP. Détail des différents alliages utilisés. En rouge, parties contenant des aciers inoxydables 304 et 316 dans le circuit primaire. [Was, 2011].

Ces nouvelles exigences nécessitent une compréhension précise des mécanismes qui sont susceptibles d'affecter l'endommagement par fatigue et requièrent en particulier une connaissance des interactions entre les différents facteurs : effet de synergie ou au contraire atténuation. Il s'agit de garantir un dimensionnement conservatif sans pour autant surdimensionner de manière excessive les composants.

Pour répondre à ce besoin, de nombreux paramètres et interactions ont déjà été étudiés ces dernières années. Ainsi, le rôle de la vitesse de déformation sur les mécanismes de déformation plastique et d'endommagement des aciers inoxydables austénitiques à 300°C a déjà été investigué. Les interactions entre la vitesse de déformation et les effets du milieu eau primaire REP ont aussi été particulièrement analysées.

Toutefois ces études ne considéraient que des conditions de chargement simples et il convient désormais de se rapprocher des conditions réelles de sollicitation des composants dans les centrales nucléaires. Ainsi l'influence néfaste d'un état de surface meulé a certes été démontrée, mais principalement à température ambiante et lors de sollicitations en fatigue endurance. Peu de résultats sont en revanche disponibles à une température de 300°C et/ou en fatigue oligocyclique, où l'influence de l'état de surface est considérée comme moins importante. Par ailleurs, la grande

majorité des études sur l'influence du milieu REP sont réalisées avec des signaux triangle (ou éventuellement en dents de scie), qui ne sont pas représentatifs de l'ensemble des sollicitations réelles, pouvant être caractérisées par des vitesses de déformation variables au cours d'un cycle. Il est donc nécessaire d'analyser l'impact de tels signaux, les couplages éventuels entre l'influence de l'environnement, l'état de surface et la nature des signaux de chargement restant assez mal connus.

Dans ce contexte, l'objectif de cette thèse est donc de déterminer l'influence de l'état de surface et du signal de chargement en présence du milieu eau primaire REP pour une sollicitation en fatigue oligocyclique sur un acier inoxydable 304L. Les travaux ont été réalisés à l'institut Pprime en collaboration avec AREVA. Pour répondre à cette problématique, il était nécessaire de commencer par établir l'influence intrinsèque de chaque paramètre (environnement, amplitude, vitesse de déformation, nature de l'état de surface, signal de chargement) avant de s'intéresser aux différents couplages. Par exemple, pour mettre en lumière les effets d'environnement, l'influence des autres paramètres est d'abord analysée sous vide, avant d'être étudiée en présence d'un environnement actif (air ou milieu eau primaire REP).

L'ensemble de ces travaux s'appuie sur une campagne expérimentale importante qui a été accompagnée d'observations détaillées des mécanismes et des cinétiques de fissuration pour les différentes conditions étudiées en intégrant également les résultats obtenus lors de précédentes études.

Ce mémoire est divisé en cinq chapitres :

- Le premier chapitre est une revue bibliographique décrivant tout d'abord les différents mécanismes de déformation et d'endommagement en fatigue des aciers inoxydables austénitiques. L'influence de l'état de surface ainsi que celle de différentes formes de signaux de chargement est analysée par la suite sous vide et dans l'air. Les phénomènes d'interactions entre fissures sont ensuite évoqués. Par ailleurs, les caractéristiques du milieu eau primaire REP et son influence sur l'endommagement et la durée de vie sont détaillées en fonction de nombreux paramètres. Les principaux modèles de fatigue corrosion sont finalement abordés.
- Le second chapitre présente tout d'abord les principales caractéristiques du matériau utilisé lors de cette étude. La préparation des éprouvettes ainsi que les spécificités des états de surface étudiés sont précisées. Enfin, les différentes techniques d'observations et de caractérisations ainsi que les moyens d'essais utilisés sont décrits.

- Le troisième chapitre détaille les résultats obtenus avec un état de surface poli et un signal de chargement triangulaire, référence indispensable pour les analyses ultérieures. L'influence de l'environnement est mise en évidence pour les différentes vitesses de déformation au travers de comparaisons entre le vide, l'air et le milieu eau primaire REP, tant au niveau du comportement cyclique et des durées de vie que de l'endommagement. Pour finir, la phase de propagation est analysée au travers de l'évolution de la distance interstrie et des lois de propagation sont établies en fonction du facteur d'intensité des déformations.
- Le quatrième chapitre est consacré à l'influence d'un état de surface meulé. Après avoir exposé les durées de vie obtenues, l'endommagement observé à différents stades de la durée de vie est détaillé. Les mécanismes d'endommagement spécifiques à l'état de surface meulé sont ensuite pris en compte au sein des lois de propagation afin de rendre compte de l'influence de l'état de surface sur la propagation des fissures.
- Le dernier chapitre aborde l'influence de signaux de chargement complexes pour les deux états de surface. Une première analyse réalisée dans l'air indique l'évolution du comportement cyclique et l'endommagement obtenu. Ces travaux sont ensuite complétés en milieu eau primaire REP. Enfin, l'effet du temps est discuté et un temps caractéristique, traduisant l'action effective du milieu en pointe de fissure, est défini. Il permet d'analyser l'évolution des durées de vie et des cinétiques de propagation selon le signal de chargement en milieu eau primaire REP.
- Pour finir, une conclusion rassemble les principaux résultats établis lors de cette étude et présente quelques perspectives.

# **CHAPITRE I :**

# **Revue bibliographique**

I.1. FATIGUE OLIGOCYCLIQUE DES ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES	19
I.1.1. Comportement cyclique des aciers inoxydables austénitiques	19
I.1.2. Mécanismes de déformation et d'endommagement	21
I.1.2.a. Les mécanismes de déformation	
I.1.2.b. Les mécanismes d'endommagement	
I.1.3. Facteurs influençant la durée de vie des aciers inoxydables	29
I.1.3.a. Le matériau : composition chimique et pré-écrouissage	
I.1.3.b. L'environnement : température et nature de l'environnement	
I.1.3.c. L'état de surface	
I.1.3.d. Le vieillissement dynamique	35
I.1.3.e. La forme du signal	
I.1.4. Phénomènes d'interactions entre fissures	40
I.2. FATIGUE OLIGOCYCLIQUE DES ACIERS INOXYDABLES EN MILIEU EAU PRIMAIRE REP	42
I.2.1. Les réacteurs à eau pressurisée	42
I.2.2. Les caractéristiques physico-chimiques du milieu eau primaire REP	42
I.2.3. Paramètres clés influençant la durée de vie en milieu eau primaire REP des aciers inoxydab	les 43
I.2.3.a. Le matériau : composition chimique et pré-écrouissage	43
I.2.3.b. L'environnement : température, taux d'oxygène dissous, conductivité, vitesse d'écoulement	43
I.2.3.c. Etat de surface	46
I.2.3.d. Vitesse de déformation	47
I.2.3.e. Forme du signal	
I.2.4. Méthode de dimensionnement en fatigue : prise en compte de l'effet du milieu et de l'état de	surface
	54
I.2.5. Amorçage et propagation en milieu REP	58
I.2.6. Principaux modèles de corrosion sous contrainte	60
I.2.6.a. Modèle de dissolution anodique (« slip dissolution »)	61
I.2.6.b. Modèles de propagation assistée par l'hydrogène	62
I.2.6.c. Modèles de micro-clivage et interactions avec la plasticité	64
I.2.6.d. Modèle de mobilité des atomes de surface	65

I.2.6.e. Application des modèles de corrosion à la fatigue d'un acier inoxydable en milieu eau primaire REP	66
I.3. SYNTHESE DE LA REVUE BIBLIOGRAPHIQUE	68

# **CHAPITRE I : Revue bibliographique**

Notre étude a été réalisée à la température de 300°C. La majorité de la revue bibliographique sera donc consacrée aux phénomènes et mécanismes observés à cette température sur le comportement cyclique et la fissuration par fatigue des aciers inoxydables austénitiques.

## I.1. Fatigue oligocyclique des aciers inoxydables austénitiques

### I.1.1. Comportement cyclique des aciers inoxydables austénitiques

En fatigue, deux domaines de sollicitations sont distingués [Bathias, Baïlon, 1997] :

- La fatigue endurance ou fatigue à grand nombre de cycles (en anglais : *high cycle fatigue*) : le matériau est alors sollicité macroscopiquement dans le domaine élastique. Localement, certains grains se déforment plastiquement et sont à l'origine de l'amorçage d'une ou plusieurs fissures. La durée de vie est estimée entre 10<sup>5</sup> et 10<sup>7</sup> cycles.
- La fatigue oligocyclique ou fatigue à faible nombre de cycles (en anglais : *low cycle fatigue*) : la sollicitation a le plus souvent lieu dans le domaine plastique pour tout le volume sollicité. La durée de vie est généralement inférieure à 10<sup>5</sup> cycles.

Pour les matériaux ductiles tels que les aciers inoxydables, il n'existe pas de frontière nette entre le domaine de la fatigue endurance et de la fatigue oligocyclique. <u>On s'intéressera par la suite</u> <u>uniquement à la fatigue oligocyclique</u>, dans le cas d'une déformation totale imposée.

Dans ce domaine, pour des essais conduits à amplitude total de déformation imposée, la réponse cyclique du matériau est généralement représentée par une courbe  $\sigma_{max}=f(N)$  avec une échelle logarithmique afin de mieux observer l'évolution des contraintes au cours des premiers cycles. La Figure I-1 montre un exemple de comportement cyclique pour un acier inoxydable 304L à 300°C. La réponse cyclique dépend du matériau, mais aussi de la température, de l'amplitude et de la vitesse de déformation.

Pour des températures comprises entre 20°C et 400°C, le comportement cyclique des aciers inoxydables austénitiques est composé de quatre stades, *cf.* Figure I-1 : un stade de durcissement primaire, suivi d'un adoucissement, d'une stabilisation et d'un durcissement secondaire. Le phénomène de durcissement se traduit mécaniquement par une augmentation des niveaux de contrainte et une diminution de la déformation plastique. L'adoucissement se traduit par l'évolution inverse.



Figure I-1. Comportement cyclique d'un acier inoxydable 304L sollicité à 300°C sous vide et dans l'air en déformation totale imposée à  $\pm$  0,3 et 0,6 %. [De Baglion, Mendez, 2010].

Ces différentes phases sont reliées à l'évolution des dislocations et de leurs structures au cœur du matériau :

- Durcissement primaire : il est associé à la multiplication et à l'arrangement des dislocations [Belamri, 1986 ; Alain, 1993], ainsi qu'aux interaction entre les dislocations et les atomes en solution solide. L'importance du durcissement primaire est liée à la vitesse de déformation, à l'amplitude (*i.e.* la densité de dislocation) et à la concentration d'atomes en solution solide.
- Adoucissement : différents mécanismes interviennent à ce stade ; l'annihilation de certaines dislocations, le réarrangement des dislocations de structures planaires vers des structures 3D plus stables et la localisation de la déformation au niveau des bandes de glissement.
- **Stabilisation :** un équilibre est atteint entre la multiplication et l'annihilation des dislocations. Les structures de dislocation évoluent peu [Gerland et al., 1989].

Durcissement secondaire : selon les conditions de sollicitation, le durcissement secondaire est soit lié à de la transformation martensitique (généralement, à température ambiante pour de fortes amplitudes), soit à l'apparition d'un arrangement particulier de dislocations appelé structure en côtes de velours ou corduroy [Gerland et al., 1993, 1997]. A 300°C, c'est ce second mécanisme qui intervient lorsque la déformation plastique cumulée est importante.

La chute brutale des niveaux de contrainte correspond à la propagation d'une ou plusieurs fissures à l'échelle macroscopique et au début de la rupture de l'éprouvette. Selon les conditions de sollicitation, cette rupture arrive plus ou moins rapidement. Cela explique pourquoi les phases de stabilisation et de durcissement secondaire ne sont pas toujours observées.

### I.1.2. Mécanismes de déformation et d'endommagement

#### I.1.2.a. Les mécanismes de déformation

En fatigue oligocyclique, l'accumulation de déformation plastique entraîne dans le matériau des modifications à l'échelle microscopique. On distingue trois mécanismes principaux de déformation plastique pour les aciers inoxydables austénitiques :

- le glissement des dislocations
- le maclage
- la transformation martensitique

La valeur de **l'énergie de défaut d'empilement** (EDE) va influencer les structures de dislocations obtenues et modifier la sensibilité de l'alliage à la transformation martensitique et au maclage [Lecroisey, Pineau, 1972]. Pour l'acier inoxydable étudié ici, l'EDE a été estimée à 30 mJ.m<sup>-2</sup> grâce à la relation empirique de Pickering [Pickering, 1978], ce qui correspond à une valeur intermédiaire. Cette valeur augmente légèrement avec la température.

#### • Le glissement des dislocations

Si l'EDE est moyenne ou élevée, on observe un glissement dévié majoritaire et la création de structures tridimensionnelles homogènes. Pour une faible EDE, le glissement est plutôt planaire avec une localisation de la déformation et des structures de dislocation moins organisées : enchevêtrements, dipôles, multi-pôles. C'est dans ces conditions que les autres modes de déformation (maclage et transformation martensitique) sont activés.

Lors des premiers cycles, les dislocations se multiplient puis elles commencent à s'organiser en structures particulières. La nature des structures obtenues (planaires ou tridimensionnelles) dépend : de l'énergie de défaut d'empilement, de la température, de l'amplitude de déformation plastique imposée et de la déformation plastique cumulée [Obrtlik et al., 1994 ; Gerland et al., 1997].

Les principales structures de dislocations observées à 300°C sur un acier 304L sont représentées sur la Figure I-2. Après 600 cycles réalisés dans l'air à l'amplitude de  $\pm$  0,6 %, des modes de glissement planaires et déviés coexistent. Cependant, lorsque la vitesse de déformation diminue, il apparaît que le phénomène de vieillissement dynamique (*cf.* paragraphe I.1.3.d) favorise la création de structures planaires dans le sens où les structures déviées (type cellules ou murscanaux) sont moins perfectionnées [De Baglion, 2011]. Le même auteur constate par ailleurs que lorsque la vitesse de déformation diminue, d'autres modes de déformation sont présents : micromaclage et martensite  $\varepsilon$ .



Cellules - 4.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>

Alignements - 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>



Fautes d'empilements - 4.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>

Murs-canaux à tendance cellulaire - 4.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>

Figure I-2. Différentes structures de dislocation observées sur acier 304L sollicité après 600 cycles dans l'air à  $300^{\circ}C$ et  $\pm 0,6$  % d'amplitude. [De Baglion, 2011].

#### • Le maclage

Le maclage est une transformation à volume constant qui correspond à un cisaillement pur d'une partie du cristal. Pour les matériaux avec une structure cristallographique de type cubique à faces centrées (CFC), le maclage conduit à une rotation du cristal d'un angle de 60°. Les macles peuvent avoir deux origines :

- les macles thermiques : elles apparaissent lors de la solidification ou de la recristallisation. Elles sont très courantes dans les aciers inoxydables austénitiques et se caractérisent par une épaisseur de quelques dizaines de microns et traversent généralement l'ensemble du grain.
- les macles de déformation : elles sont créées par une déformation plastique qui engendre la formation de défauts d'empilements. Elles sont plus fines, moins d'un micron d'épaisseur, on parle alors de micromacles.

C'est cette seconde source de macles qui nous intéresse. Dans les cristaux CFC, les macles de déformation constituent un mode de déformation qui n'est activé qu'après avoir atteint une certaine déformation plastique cumulée [Meyers et al., 2001 ; Hamdi, Asgari, 2008] et est généralement observé à basse température, pour des niveaux de déformation élevés et à de fortes vitesses de déformation. Malgré tout, des macles de déformation ont été observées sur un acier inoxydable 316L avec une faible vitesse de déformation [Gerland et al., 1989 ; Hamdi, Asgari, 2008] et même à 300°C à faible vitesse de déformation [Garnier, 2007 ; De Baglion, 2011].

#### • La transformation martensitique

La phase austénitique homogène est obtenue par traitement d'hypertrempe. A température ambiante, l'austénite est une solution métastable saturée en carbone et n'est donc pas dans son état d'équilibre. La phase austénitique  $\gamma$  peut partiellement se transformer soit en martensite  $\alpha$ ', soit en martensite  $\varepsilon$ . La présence de martensite peut être déterminée de plusieurs manières. Différentes méthodes ont été comparées par Talonen *et al.* [Talonen et al., 2004], il en ressort que la méthode la plus simple à mettre en œuvre est une mesure du magnétisme des échantillons via un ferritoscope. Malheureusement, cette méthode ne permet de détecter que la martensite  $\alpha$ '.

Selon les conditions (température et niveau de contrainte), la transformation martensitique peut être liée à différents mécanismes. A faible température, la transformation martensitique peut avoir lieu sous le simple effet de la force motrice chimique, il s'agit alors d'une **transformation martensitique par refroidissement.** La température sous laquelle cette transformation est possible est estimée à -132°C d'après la formule de Pickering [Pickering, 1984], ce qui est bien inférieur aux températures considérées dans la présente étude.

Pour des températures plus importantes, la transformation martensitique peut être provoquée par l'application d'une contrainte, on parle alors de **transformation martensitique par écrouissage**. La température joue ici un rôle important : plus elle augmente, moins la transformation martensitique a lieu [Hennessy et al., 1976]. Par ailleurs, Baudry et Pineau [Baudry, Pineau, 1977] ont mis en évidence la nécessité d'atteindre une certaine valeur de déformation plastique cumulée pour activer la transformation martensitique par écrouissage. Le dernier paramètre important est la vitesse de déformation : lorsqu'elle augmente, le nombre de sites de germination que constituent les bandes de cisaillement augmente et la transformation martensitique est donc plus importante [Murr et al., 1982 ; Lee, Lin, 2000].

En fatigue, la transformation martensitique assistée par la déformation plastique est parfois observée en pointe de fissure à température ambiante. Cette transformation aurait un effet bénéfique sur la durée de vie, soit lié à un effet durcissant de la martensite qui réduit localement la déformation plastique [Bathias, Pelloux, 1973], soit lié au changement de volume engendré par la transformation de phase qui introduit des contraintes résiduelles de compression et ralentit donc la croissance de la fissure [Hennessy et al., 1976 ; Hornbogen, 1978 ; Stolarz et al., 2001].

Garcia [Garcia, 2009] a mis en évidence sur un acier 304L sollicité en fatigue à 300°C pour une amplitude de déformation totale de  $\pm$  0,1 % et une vitesse de 4.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup> la présence de lattes de martensite  $\alpha$ ' située aux intersections des structures de Corduroy. Cette observation est en désaccord avec les données de la littérature, tant au niveau de la température considérée qu'au niveau de l'amplitude de déformation imposée. Garcia suggère que localement, au niveau des intersections entre deux structure de Corduroy, la déformation pourrait malgré tout être suffisante pour amorcer la transformation martensitique.

La présence de martensite  $\varepsilon$  constatée par De Baglion [De Baglion, 2011] à 300°C,  $\pm$  0,6 %, 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup> pourrait avoir une autre origine : la diminution de la vitesse de déformation permet l'activation du phénomène de vieillissement dynamique, *f.* partie I.1.3.d, qui provoque une augmentation des contraintes d'écoulement [Renault et al., 2006]. Les conditions pourraient alors être favorables à la transformation martensitique.

### I.1.2.b. Les mécanismes d'endommagement

L'endommagement du matériau s'effectue en plusieurs étapes :

- création d'un dommage irréversible sous la forme de modifications microstructurales
- amorçage et micro-propagation d'une ou plusieurs fissures
- propagation d'une ou plusieurs fissures jusqu'à la rupture de l'éprouvette

### • L'endommagement irréversible

Le cyclage génère la multiplication des dislocations qui localement se structurent sous la forme de bandes de glissement persistantes (BGP). Une partie de la déformation plastique est assurée par le glissement de plans cristallographiques au niveau de ses BGP, ce qui génère un relief de surface sous la forme d'intrusions / extrusions, *cf.* Figure I-3.



Figure I-3. Processus de formation des intrusions/extrusions : (a) Emergence de bandes de glissement en surface.
(b), (c) et (d) Création de relief à cause de l'irréversibilité du glissement et apparition des intrusions/extrusions. Issu de [Hénaff, Morel, 2005].

### • L'amorçage

Les intrusions/extrusions liées aux BGP constituent des concentrateurs locaux de contraintes qui vont favoriser l'amorçage des fissures. Mais l'amorçage peut aussi avoir lieu soit sur d'autres concentrateurs locaux de contrainte (défauts de surface, porosités), soit sur des sites présentant des incompatibilités de déformation (inclusions, joints de grains, joints de macles).

De Baglion [De Baglion, 2011] a montré que pour un acier 304L sollicité à 300°C avec une amplitude de  $\pm$  0,6 %, <u>la grande majorité des fissures amorçait sur des bandes de glissement</u> et cela, indépendant de l'environnement considéré (vide ou air), *cf.* Figure I-4. Il a par ailleurs souligné l'importance de l'orientation des grains, puisque la grande majorité des fissures amorcent sur des grains présentant un seul système de glissement favorable.



Figure I-4. Comparaison de la nature des sites d'amorçage entre le vide et l'air après 900 cycles. Acier 304L, 300°C,  $\pm 0,6$  %, 1.10<sup>-5</sup> s<sup>-1</sup>. [De Baglion, 2011].

Il est extrêmement compliqué de définir la notion d'amorçage d'une fissure en tant que tel, puisque cela dépend du matériau, du mode de sollicitation, des moyens d'observations, ... Dans le cadre de notre problématique, nous considérerons une fissure comme amorcée lorsqu'elle atteint l'ordre de grandeur de la taille de grain, *i.e.* environ 80 µm. Le terme de micro-propagation sera appliqué jusqu'à ce que les fissures atteignent quelques tailles de grains, soit environ 250 µm.

#### • La propagation

Dans le domaine élastique, la vitesse de propagation d'une fissure en stade II est généralement représentée par une loi de Paris-Erdogan, où la force motrice de la fissure est donnée par le facteur d'intensité des contraintes [Irwin, 1957]. Dans le cas de sollicitations en fatigue plastique généralisée, il est nécessaire d'utiliser d'autres paramètres prenant en compte la plasticité, tel que l'intégrale J. De Baglion [De Baglion, 2011] a montré que l'utilisation de ce paramètre en fatigue oligocyclique sur un acier 304L ne permettait de rationaliser ni l'influence de la vitesse de déformation, ni l'influence de l'amplitude.

Le paramètre  $\Delta K_{\varepsilon}$  a été proposé par Kamaya *et al.* [Kamaya, Kawakubo, 2012; Kamaya, 2013, 2015] comme facteur traduisant la force motrice de la propagation des fissures en fatigue oligocyclique sur les aciers inoxydables austénitiques. Selon ces auteurs, ce paramètre permettrait de rationaliser l'ensemble des données quelle que soit la géométrie considérée (éprouvettes CT,

éprouvettes cylindriques et éprouvettes cylindriques creuses), le mode de pilotage (contrainte ou déformation imposée) et les niveaux de contrainte/déformation appliqués (amplitude, mode de pilotage, effet d'une contrainte moyenne). L'intégration des lois de propagation identifiées à l'aide de ce paramètre donne un nombre de cycles en accord avec les durées de vie expérimentales. De plus, les vitesses de propagation calculées sont cohérentes avec les observations sur répliques et les mesures d'interstries.

Le paramètre  $\[torsequence] K_{\varepsilon} \]$  est calqué sur le paramètre  $\[torsequence] K$ , mais il dépend de l'amplitude de déformation totale et non de l'amplitude de contrainte, comme le montre son expression donnée par l'Équation I-1. Le paramètre *a* correspond à la profondeur de fissure,  $\[torsequence] \varepsilon$  représente l'amplitude de déformation et F(a), appelé facteur de forme, permet de prendre en compte la géométrie de la fissure. La vitesse de propagation des fissures s'exprime alors selon l'Équation I-2 avec C et m qui sont des constantes dépendantes du matériau et des conditions de sollicitation.

$$\Delta K_{\varepsilon} = F(a) \times \Delta \varepsilon \times \sqrt{\pi \times a}$$
 Équation I-1.  
$$\frac{da}{dN} = \mathbf{C} \times (\Delta K_{\varepsilon})^{m}$$
 Équation I-2.



Figure I-5. Schéma représentant la fissure et les conventions utilisées pour l'expression du paramètre 2/Ke.

Rapport a/b	Expressions de F(a)
0 Front droit	Point A: $F(a) = 0,9556 + 1,6117 \left(\frac{a}{D}\right) - 4,9012 \left(\frac{a}{D}\right)^2 + 17,166 \left(\frac{a}{D}\right)^3$
	Point C: $F(a) = 0,7358 + 1,1075 \left(\frac{a}{D}\right) - 2,6378 \left(\frac{a}{D}\right)^2 + 13,552 \left(\frac{a}{D}\right)^3$
0,2	Point A : $F(a) = 0,8843 + 1,4822 \left(\frac{a}{D}\right) - 3,3427 \left(\frac{a}{D}\right)^2 + 14,34 \left(\frac{a}{D}\right)^3$
0,4	Point A : $F(a) = 0,8473 + 1,31 \left(\frac{a}{D}\right) - 3,32055 \left(\frac{a}{D}\right)^2 + 13,954 \left(\frac{a}{D}\right)^3$
	Point C: $F(a) = 0,6717 + 1,3177 \left(\frac{a}{D}\right) - 3,0568 \left(\frac{a}{D}\right)^2 + 13,193 \left(\frac{a}{D}\right)^3$
0,6	Point A : $F(a) = 0,8175 + 1,2585 \left(\frac{a}{D}\right) - 3,029 \left(\frac{a}{D}\right)^2 + 11,684 \left(\frac{a}{D}\right)^3$
0,8	Point A : $F(a) = 0,7605 + 1,1383 \left(\frac{a}{D}\right) - 3,2445 \left(\frac{a}{D}\right)^2 + 9,467 \left(\frac{a}{D}\right)^3$
	Point C: $F(a) = 0,5831+1,7625\left(\frac{a}{D}\right) - 4,1563\left(\frac{a}{D}\right)^2 + 13,223\left(\frac{a}{D}\right)^3$
1 Front semi- circulaire	Point A : $F(a) = 0,643 + 0,986 \left(\frac{a}{D}\right) - 1,357 \left(\frac{a}{D}\right)^2 + 4,172 \left(\frac{a}{D}\right)^3$
	Point C: $F(a) = 0,574 + 1,0523 \left(\frac{a}{D}\right) - 0,8347 \left(\frac{a}{D}\right)^2 + 7,4378 \left(\frac{a}{D}\right)^3$
1,2 (issu d'extrapolations)	Point A : $F(a) = 0,4352 + 0,7716\left(\frac{a}{D}\right) + 2,4871\left(\frac{a}{D}\right)^2 - 4,7457\left(\frac{a}{D}\right)^3$
	Point C: $F(a) = 0,612 - 0,8254 \left(\frac{a}{D}\right) + 7,2756 \left(\frac{a}{D}\right)^2 - 5,3935 \left(\frac{a}{D}\right)^3$

Tableau I-1. Expressions du facteur de forme F(a) en fonction du rapport a/b et de la position sur le front de fissure. D'après [Carpinteri, 1993].

L'évolution du facteur de forme F(a) a été représentée sur la Figure I-6 en fonction des rapports a/D et a/b. Les valeurs de F(a) sont toujours plus importantes pour une fissure droite (a/b=0) que pour une fissure semi-circulaire (a/b=1). Si on compare l'évolution de F(a) pour le point A et le point C, on constate que pour des valeurs de a/b entre 0 et 0,4, le facteur de forme est toujours plus important au point A. La fissure a alors une forme très allongée et elle a tendance à évoluer vers une forme semi-circulaire, et ceci d'autant plus rapidement que sa forme en est éloignée, *i.e.* d'autant que le rapport a/b tend vers 0. Inversement, pour les valeurs de a/b entre 0,8 et 1, le facteur de forme à tendance à être plus important pour le point C ; la fissure va alors se propager plus vite sur les bords qu'à cœur et de ce fait va s'éloigner de la forme semi-circulaire. Carpinteri

[Carpinteri, 1993] a montré qu'avec ses expressions de F(a), les fissures tendaient à rejoindre une forme stabilisée avec un rapport a/b entre 0,6 et 0,7. La stabilisation a lieu à des profondeurs assez importantes puisqu'elle intervient pour un rapport a/D supérieur à 0,6.



Figure I-6. Evolution du facteur de forme en fonction du rapport a/D aux points A et C pour différentes formes de fissures.

De nombreuses autres expressions du facteur de forme existent. Nous citerons les expressions définies par Murakami [Murakami, 1987] uniquement valables pour un rapport a/b=1 mais qui sont applicables aux éprouvettes cylindriques, Équation I-3, et aux éprouvettes cylindriques creuses, Équation I-4. Le paramètre *t* correspond alors à l'épaisseur de la paroi de l'éprouvette. Ces expressions ont été utilisées par Kamaya *et al.* [Kamaya, Kawakubo, 2012; Kamaya, 2013, 2015] pour exprimer le paramètre  $\tiestic_K_{\varepsilon}$  avec l'hypothèse que les fissures sont toutes de formes semi-circulaires.

$$F(a) = 0,6103 + 0,4128 \left(\frac{a}{R}\right) - 0,6486 \left(\frac{a}{R}\right)^2 + 0,8379 \left(\frac{a}{R}\right)^3 \qquad \text{Équation I-3.}$$
  
$$F(a) = 0,657 + 0,0106 \left(\frac{a}{t}\right) + 0,333 \left(\frac{a}{t}\right)^2 - 0,836 \left(\frac{a}{t}\right)^3 + 0,929 \left(\frac{a}{t}\right)^4 \qquad \text{Équation I-4.}$$

#### I.1.3. Facteurs influençant la durée de vie des aciers inoxydables

Dans les paragraphes précédents, nous avons évoqué le fait que certains paramètres comme la température ou la vitesse de déformation influençaient les modes de déformation et d'endommagement. De manière plus générale, un certain nombre de paramètres ont un impact important sur la durée de vie en fatigue oligocyclique des aciers inoxydables. Nous allons détailler ces différents paramètres et leurs effets.

#### I.1.3.a. Le matériau : composition chimique et pré-écrouissage

#### • Composition chimique

Au-delà des différentes nuances qui existent, des aciers ayant la même dénomination peuvent avoir des comportements mécaniques différents selon leur composition chimique. Une étude [Le Roux, 2004 ; Le Roux et al., 2008] comparant trois nuances d'acier 304L à température ambiante a mis en évidence des différences de comportement cyclique, notamment à faible amplitude de déformation. En effet, deux des nuances présentent un durcissement secondaire marqué (THY et commercial), tandis que la troisième n'en présente pas (CLI). Lorsque les durées de vie obtenues sur ces essais sont représentées en fonction du niveau de contrainte pendant l'essai, un écart significatif est constaté entre les différentes nuances comme le montre la Figure I-7.



Figure I-7. Niveau de contrainte en fonction de la durée de vie pour différentes tôles d'acier 304L. Air, 20°C, déformation imposée. [Le Roux et al., 2008].

#### • Le pré-écrouissage

L'influence d'un pré-écrouissage sur un acier 304L sollicité dans l'air à 300°C a fait l'objet de plusieurs études [Le Pécheur, 2008 ; Huin, 2013]. Le pré-écrouissage entraîne une augmentation importante des niveaux de contrainte (plus de 50 MPa pour 5% d'écrouissage), avec une phase de durcissement primaire très courte et par la suite un adoucissement présent jusqu'à rupture, *cf.* Figure I-8.(a). La contrainte moyenne est positive (entre 20 et 55 MPa selon l'amplitude - entre  $\pm$  0,2 et  $\pm$ 0,7%) et se relaxe au cours de l'essai (la relaxation est plus rapide aux fortes amplitudes). Cette tendance est expliquée par la présence de structures de dislocations planaires créées lors de l'écrouissage, qui vont, tout au long de la durée de vie, influencer l'arrangement des dislocations en structures 3D. Le pré-écrouissage entraîne aussi une diminution de la durée de vie pour les

amplitudes de déformation supérieures à  $\pm$  0,2 % et a un effet bénéfique sur les durées de vie pour les amplitudes plus faibles, comme le montre la Figure I-8.(b).



Figure I-8. Influence du pré-écrouissage. (a) Sur le comportement cyclique. (b) Sur la durée de vie. Acier 304L, air, 300°C,  $\pm$  0,5 %, 4.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup> ou signal en dents de scie 4.10<sup>-5</sup>/4.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>. [Huin, 2013].

#### I.1.3.b. L'environnement : température et nature de l'environnement

L'influence de la température sous vide a été étudiée à déformation plastique imposée sur un acier 316L [Belamri, 1986 ; Alain, 1993 ; Alain et al., 1997]. Comme le montre la Figure I-9.(a), l'augmentation de la température jusqu'à 300°C a un effet bénéfique sur la durée de vie (facteur quatre par rapport à la température ambiante). Pour des températures plus élevées, cet effet bénéfique disparaît progressivement jusqu'à ce que l'on retrouve à 600°C les mêmes durées de vie qu'à température ambiante. Alain *et al.* [Alain, 1993 ; Alain et al., 1997 ; Gerland et al., 1997] ont expliqué l'effet bénéfique de la température sous vide par un mode de déformation plus planaire et réversible, ainsi que par une homogénéisation de la déformation. Ces mécanismes sont à relier au phénomène de vieillissement dynamique, très marqué dans cette gamme de température, *cf.* partie I.1.3.d.



Figure I-9. Durée de vie en fonction de la température, de l'amplitude de déformation plastique et de l'environnement.
(a) Sous vide. (b) Dans l'air. Acier 316L, vitesse de déformation plastique : 2.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>. [Belamri, 1986 ; Alain, 1993].

Différentes études [Belamri, 1986 ; Alain, 1993 ; Mendez, 1999 ; De Baglion, 2011] ont comparé l'évolution de la durée de vie dans l'air et sous vide en fonction de la température. Comme l'illustre la Figure I-9.(b), la durée de vie dans l'air est assez similaire entre la température ambiante et 300°C, puis elle diminue progressivement jusqu'à 600°C. <u>A 300°C, l'effet bénéfique de la température observé sous vide est globalement compensé par des effets d'environnement.</u> L'action de l'environnement air sur la propagation des fissures est attribuée aux effets d'oxydation et à l'influence de la vapeur d'eau [Henaff et al., 1995]. Dans un premier temps, l'adsorption des molécules d'eau conduit à une diminution de l'énergie de création de surface (effet Rehbinder) qui favorise la propagation des fissures. Ensuite, la dissociation de l'eau adsorbée conduit à la production d'hydrogène qui accélère également la propagation des fissures. Etant donné la concentration d'hydrogène considérée, l'assistance de l'hydrogène consisterait plus en un mécanisme de plasticité facilité, qui serait en accord avec les observations montrant une réduction de l'émoussement de la fissure en fatigue dans l'air [McEvily, Velazquez, 1992].

#### I.1.3.c. L'état de surface

L'utilisation de procédés de préparation de l'état de surface engendre nécessairement des modifications topographiques, thermiques, mécaniques et métallurgiques de la surface et de la matière à faible profondeur. Pour caractériser ces changements, différentes notions sont utilisées : rugosité, écrouissage et contraintes résiduelles.

#### • Rugosité

La rugosité permet de caractériser la topographie de la surface des échantillons. Elle est classiquement mesurée à partir de profils de rugosité avec différents paramètres usuels :  $R_a$ ,  $R_b$ ,  $R_q$ . Leurs définitions sont rappelées sur la Figure I-10.



Figure I-10. Méthode de détermination des paramètres de rugosité R<sub>1</sub>, R<sub>a</sub> et R<sub>q</sub>. [Raphet, 2008].

Dans plusieurs publications les paramètres de rugosité et la tenue en fatigue des matériaux ont été corrélés [Ben Fredj et al., 2006 ; Guo et al., 2010 ; Hashimoto et al., 2006 ; Rajasekaran et al.,

2009]. Ces travaux montrent que la résistance en fatigue est mieux décrite par des paramètres caractérisant l'amplitude maximale de la topographie, tels que les paramètres  $R_t$  ou  $R_{z}$ , qui quantifient la profondeur de l'entaille présente en surface. D'autres paramètres plus spécifiques comme les paramètres  $R_{sk}$  ou  $R_{ktt}$  (respectivement facteur d'asymétrie et d'aplatissement du profil) sont aussi pertinents pour évaluer la résistance en fatigue [Guo et al., 2010].

Les travaux de thèse de Le Pécheur [Le Pécheur, 2008] simulant un essai de fatigue sur acier 304L montrent que <u>la rugosité facilite l'amorçage des fissures</u>, notamment grâce à l'effet de microentaille, et entraîne une diminution de la durée de vie en fatigue. Cet effet est d'autant plus important que la rugosité augmente. Une étude [Raman, Padmanabhan, 1995] réalisée dans l'air à température ambiante sur un acier 304LN avec différents niveaux de rugosité montre que plus l'amplitude de déformation diminue, plus l'influence de la rugosité est importante, *cf.* Figure I-11. D'autres travaux [Lee, Nam, 1990] réalisés sous vide sur un acier 304 avec une amplitude de déformation plastique de  $\pm$  2% montrent que l'influence de la rugosité est importante à 20°C et diminue lorsque la température augmente.



Figure I-11. Influence de la rugosité sur la durée de vie pour différentes amplitudes. [Raman, Padmanabhan, 1995].

Dans sa thèse, Petitjean [Petitjean, 2003] a étudié sur un acier 304L l'influence en fatigue à grand nombre de cycles de la nature de l'état de surface, en considérant : un état meulé, un état sablé, deux états polis et plusieurs états tournés. Une nuance est introduite par l'auteur entre la rugosité et l'acuité des entailles. Pour une même valeur de rugosité (R<sub>i</sub>), une éprouvette tournée présente des défauts avec une acuité plus faible que l'état meulé et c'est bien <u>l'acuité qui joue un rôle primordial au niveau des durées de vie</u> obtenues dans l'air à 20°C. Le rôle des autres facteurs apparaît comme secondaire. Quelques essais réalisés à 300°C confirment que l'influence de l'état de surface, et particulièrement de la rugosité, diminue avec la température.

#### • Ecrouissage

Les différents procédés d'usinage génèrent en surface des déformations mécaniques et thermiques importantes, qui vont engendrer de nombreuses macles mécaniques, parfois des zones recristallisées ou de la martensite de déformation. Ces différentes modifications microstructurales ont été caractérisées dans le cadre de la thèse de Petitjean [Petitjean, 2003]. La zone écrouie concerne, dans la majorité des états analysés, une profondeur d'environ 200 µm. La présence d'un écrouissage en surface peut retarder la formation des fissures en limitant l'émergence des bandes de glissement et diminuer l'amplitude de déformation plastique. Cependant, une fois la fissure amorcée, la déformation tend à se localiser et la fissure se propage plus rapidement [Lehericy, 2007].

#### • Contraintes résiduelles

Il s'agit de contraintes multiaxiales se trouvant en équilibre mécanique qui sont générées par les traitements de surface ou les traitements métallurgiques. On considère généralement que les contraintes résiduelles de traction ont un effet néfaste sur la durée de vie tandis que les contraintes résiduelles de compression ont l'effet inverse. L'état de surface meulé présente des contraintes résiduelles de traction, plus importantes dans le sens des rayures en surface. Pour l'état de surface poli, les contraintes résiduelles sont de compression [Petitjean, 2003].

Cet effet bénéfique des contrainte résiduelles de compression sur la tenue en fatigue à 20°C est expliqué par un retard de l'amorçage des fissures et une diminution de la vitesse de propagation sur un alliage Ti-6Al-4V [Wagner, Lütjering, 1990] ainsi que pour un acier 316 [De los Rios et al., 1995].

L'effet bénéfique des contraintes résiduelles de compression est atténué voire supprimé lorsque les essais sont réalisés en température [Wagner, Lütjering, 1990 ; Altenberger, Scholtes, 1999] <u>ou</u> avec des amplitudes menant à une déformation plastique du matériau [Kodama, 1972 ; Holzapfel et al., 1998 ; Nikitin, Besel, 2008]. La relaxation des contraintes résiduelles induite par la déformation plastique est d'autant plus importante que l'amplitude de sollicitation est élevée [Smith et al., 2001 ; Laamouri et al., 2013]. En outre, l'influence des contraintes résiduelles devient secondaire lorsque la rugosité est importante [Petitjean, 2003].

#### I.1.3.d. Le vieillissement dynamique

Sous vide, un effet intrinsèque de la vitesse de déformation a été observé, il s'agit du phénomène de vieillissement dynamique (ou *Dynamic Strain Ageing* - DSA). Il correspond à un ancrage des dislocations mobiles par des atomes en solution solide interstitielle ou substitutionnelle qui intervient lors de sollicitations en déformation plastique [McCormick, 1986, 1988]. La diffusion des atomes est régie par une loi de type Arrhenius où la température intervient, tandis que la vitesse de déplacement des dislocations dépend directement de la vitesse de déformation imposée. Ce phénomène a été observé pour de nombreux alliages : aciers doux, aciers ferritiques, aciers austénitiques, aciers martensitiques, certains alliages d'aluminium, certains alliages de nickel, des alliages de cuivre et des matériaux à structure hexagonale comme les alliages de titane, de manganèse,... Les atomes responsables du vieillissement dynamique pour l'acier inoxydable 316L(N) sont les atomes de chrome [Srinivasan, Valsan, et al., 1999].

Le phénomène a lieu lorsque la vitesse de diffusion des atomes en solution est du même ordre de grandeur que la vitesse de déplacement des dislocations. La présence du phénomène de vieillissement dynamique intervient pour des couples température – vitesse de déformation. Ainsi, pour les aciers inoxydables, le vieillissement dynamique a été observé pour des températures comprises entre 200 et 800°C et des vitesses de déformation entre  $10^{-2}$  et  $10^{-6}$  s<sup>-1</sup> [Jenkins, Smith, 1969 ; De Almeida, Monteiro, 1976]. Plus précisément, sur l'acier 316L, le phénomène de vieillissement dynamique est présent pour les couples température- vitesse de déformation : ([250-550°C],  $10^{-4}$  s<sup>-1</sup>) ; ([250-600°C],  $10^{-3}$  s<sup>-1</sup>) et ([250-650°C],  $10^{-2}$  s<sup>-1</sup>) [Hong, Lee, 2004].

Dans certaines conditions, la compétition entre la mobilité des dislocations et des atomes en solution solide mène à des instabilités qui caractérisent l'effet Portevin – Le Chatelier [Portevin, Le Chatelier, 1923]. Un exemple de ce phénomène lors d'un essai de traction est illustré Figure I-12. Selon les cinétiques de ces instabilités, elles peuvent être classées en différentes familles et correspondent à différentes conditions de température – vitesse de déformation [Lacombe, 1985].



Figure I-12. Courbe de traction présentant des instabilités caractéristiques de l'effet Portevin - Le Chatelier. Issu de [Belotteau, 2009].
Les conséquences du phénomène de vieillissement dynamique sont multiples et se traduisent à plusieurs échelles :

- Le vieillissement dynamique **favorise le glissement planaire** : sur un acier 316L, des structures de dislocations planes ont été observées pour la gamme de température où le phénomène de vieillissement dynamique est actif, tandis que des structures caractéristiques d'un glissement dévié ont été constatées pour des températures plus faibles ou plus élevées (structure type cellule à faible température et structure type sous grains par ailleurs).
- Il localise la déformation dans des bandes intenses de glissement, la déformation du matériau n'est plus uniforme.
- Le phénomène de vieillissement dynamique modifie la réponse en contrainte du matériau : le blocage des dislocations mobiles par les atomes en solution solide conduit à la création de nouvelles dislocations pour assurer la déformation et donc à un durcissement du matériau. La contrainte requise pour accommoder la déformation imposée devient plus importante, on parle alors de sensibilité négative des contraintes à la vitesse de déformation.
- La localisation de la déformation conduit à des cinétiques d'amorçage plus rapides et à une augmentation de la densité des fissures. L'augmentation de la contrainte, notamment en pointe de fissure, accélère les vitesses de propagation. Tout cela conduit à une diminution de la durée de vie. Ces phénomènes ont été d'abord mis en évidence sur un alliage base nickel [Bressers, 1987], puis sur l'acier 316L(N) [Srinivasan, Valsan, et al., 1999] et l'acier 304L [De Baglion, 2011]. Nous reviendrons sur ce point dans les chapitres suivants.

#### I.1.3.e. La forme du signal

La grande majorité des chargements industriels ne sont pas réalisés à vitesse de déformation constante. Pour mieux appréhender leurs effets, un certain nombre de signaux plus élémentaires ont été étudiés : signaux en dents de scie, temps de maintien,... Il n'existe cependant aucune étude sur l'influence de la forme du signal sous vide à 300°C en fatigue oligocyclique sur les aciers inoxydables austénitiques. Il est pourtant nécessaire de connaître le comportement intrinsèque du matériau afin de pouvoir correctement identifier l'influence de l'environnement.

Dans l'air à 300°C, Huin [Huin, 2013] a comparé pour un acier 304L l'influence d'un signal en dents de scie  $4.10^{-5}/4.10^{-3}$  s<sup>-1</sup> avec un signal triangle à la vitesse de  $4.10^{-3}$  s<sup>-1</sup> pour une amplitude de  $\pm$  0,5 %. Il observe sur le matériau brut de réception une très faible influence du signal sur le



comportement (écart de 5 MPa au pic de consolidation), *cf.* Figure I-13. Les essais n'ayant pas été menés à rupture, aucune information sur l'évolution de la durée de vie n'est disponible.

Figure I-13. Comportement cyclique pour le matériau brut de réception et pré-écrouis à 10% sollicité avec un signal triangle et un signal en dents de scie. Air, 300°C, ± 0,5 %.

Un certain nombre de résultats obtenus dans l'air sur les aciers inoxydables austénitiques 304 et 316 sont disponibles mais pour des températures comprises entre 550 et 700°C, *i.e.* dans un domaine de températures où il y a des interactions fatigue-fluage. Les résultats sur l'influence du temps de maintien sont issus de différents travaux [Coffin, 1973 ; Maiya, Majumdar, 1977 ; Levaillant et al., 1979 ; Yamaguchi, Kanazawa, 1980 ; Srinivasan, Nagesha, et al., 1999]. La réalisation d'un temps de maintien en traction (au maximum de la contrainte) à chaque cycle conduit à une réduction de la durée de vie, qui est d'autant plus grande que la durée du maintien est importante. Le temps de maintien appliqué en traction conduit à une accélération de la phase d'amorçage par rapport à une sollicitation sans maintien [Levaillant et al., 1979]. Si le temps de maintien est réalisé en compression (au minimum de la contrainte) ou de manière symétrique en traction et en compression, une diminution de la durée de vie par rapport à un signal triangulaire sans maintien est observée, mais elle est moins importante que pour un temps de maintien uniquement en traction, comme l'illustre la Figure I-14.



Figure I-14. Influence d'un temps de maintien en traction et en compression dans l'air à 600 et 700°C sur un acier 316. Les rampes sont réalisées à la vitesse de 6,7.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>. [Yamaguchi, Kanazawa, 1980].

Afin de mieux comprendre l'influence de la vitesse de déformation, certains auteurs [Majumdar, Maiya, 1978 ; Yamaguchi, Kanazawa, 1980 ; Okazaki et al., 1983 ; Kojima et al., 2013] ont comparé des signaux triangulaires à différentes vitesses de déformation avec des signaux en dents de scie où les vitesses de déformation en traction et en compression sont différentes. Comme le montre la Figure I-15, la durée de vie obtenue avec un signal en dents de scie FS (Fast/Slow, *i.e.* vitesse de déformation élevée en traction et faible en compression) est très proche de ce qui est obtenu avec un signal triangulaire à vitesse de déformation élevée. Tandis que le signal en dents de scie SF (Slow/Fast) conduit à une durée de vie considérablement réduite par rapport au signal triangle à la vitesse de déformation rapide, elle est même inférieure à ce que l'on obtient avec un signal triangle à la vitesse de déformation la plus lente.



Figure I-15. Influence de la forme du signal de chargement dans l'air à 600 et 700°C sur un acier 316. [Yamaguchi, Kanazawa, 1980].

<u>Ces résultats mettent en évidence des différences d'impact entre la partie en traction et la partie en compression du signal</u>. Il apparaît qu'une modification de la vitesse de déformation sur la partie en traction du signal aura un impact significatif sur les durées de vie, tandis qu'elle n'aura que peu d'effet si elle est réalisée sur la partie en compression.

L'analyse des faciès de rupture pour les températures comprises entre 550 et 700°C mets en évidence que la rupture habituellement transgranulaire observée avec des signaux triangulaires à vitesse de déformation rapide, était parfois mixte, voire complètement intergranulaire lors de sollicitations avec des signaux triangulaires à faible vitesse de déformation, des signaux en dents de scie SF et lors de temps de maintien en traction. Pour ces conditions de sollicitations, l'endommagement conduit à la formation de cavités situées au niveau des joints de grains qui favorisent la propagation intergranulaire des fissures. Cette évolution a clairement été mise en évidence par Srinivasan *et al.* [Srinivasan, Nagesha, et al., 1999] grâce à une analyse des fissures secondaires sur le fût des éprouvettes.

La problématique du signale de chargement a été très peu étudiée sous vide. Les travaux de Maiya [Maiya, 1981] montrent que l'application d'un temps de maintien en traction à 593°C sous vide réduit la durée de vie de manière importante, au point de diminuer considérablement l'écart entre les durées de vie sous vide et dans l'air par rapport à un essai sans temps de maintien, *cf.* Figure I-16. L'auteur reprend aussi des résultats précédents [Coffin et al., 1977] avec un signal SF sous vide à 650°C qui mettent en évidence des durées de vie très proches entre l'air et le vide.

(b)



Environment	$\Delta \epsilon_{\mathbf{p}}$	Frequency	Tension-going	Compression-	$N_{f}$	Type of	
	(%)	(cycles min <sup>-1</sup> )	time (min)	going time (min)	Experimental	test	
Air	2.0	0.1	5.0	5.0	215	Equal	
Air	2.0	0.1	9.9	0.1	106	Slow-fast	
Vacuum	2.0	0.05	10.0	10	1407	Equal	
Vacuum	2.0	0.1	10.0	0.1	148	Slow-fast	

Figure I-16. Comparaison des durées de vie entre le vide et l'air. [Maiya, 1981]. (a) Influence du temps de maintien en traction à 593°C avec  $\Delta \varepsilon_i = 1\%$  et une vitesse de déformation lors des rampes de 4.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>. (b) Signaux triangulaires et signaux SF réalisés à 650°C en déformation plastique imposée, issu de [Coffin et al., 1977].

Dans le cas du temps de maintien en traction et du signal SF, la rupture est intergranulaire aussi bien dans l'air que sous vide. Maiya conclut que lorsque la rupture est liée à la formation de cavités au niveau des joints de grains qui mènent à l'apparition de fissures intergranulaire, les différences de durées de vie entre le vide et l'air sont très faibles, l'effet de l'environnement air est alors extrêmement limité. Tandis qu'avec des signaux triangulaires, l'amorçage a lieu en surface et



les fissures se propagent de manière transgranulaire, la durée de vie est alors beaucoup plus influencée par les effets d'environnement. Cette conclusion est illustrée par la Figure I-17.

Fig. 9. Effects of wave shape and environment on the fracture mode for type 304 stainless steel:  $\circ$ , present study, 593 °C, continuous cycling;  $\Box$ , present study, 593 °C, tensile hold;  $\triangle$ , present study, 593 °C, compressive hold;  $\triangleright$ , present study, 593 °C, slow-fast;  $\triangleleft$ , present study, 593 °C, fast-slow;  $\bigtriangledown$ , ref. 9, 650 °C, continuous cycling;  $\Diamond$ , ref. 9, 650 °C, slow-fast.

Figure I-17. Influence du signal de chargement sur le rapport des durées de vie entre le vide et l'air et sur le mode de rupture du matériau. [Maiya, 1981].

Il est important de rappeler que les résultats précédemment détaillés ont été obtenus dans l'air pour des températures supérieures à 550°C où le comportement résulte d'interactions fatiguefluage ou fatigue-fluage-oxydation. Il faut donc rester prudent quand à l'extrapolation de ces résultats pour de plus faibles températures.

#### I.1.4. Phénomènes d'interactions entre fissures

Les phénomènes d'interactions entre fissures jouent un rôle important en corrosion sous contrainte (CSC) et en fatigue. La coalescence des fissures entraîne une augmentation brutale de la taille des fissures et conduit à une accélération de la propagation [Kamaya, Haruna, 2006].

Les principaux résultats obtenus pour deux fissures qui interagissent indiquent [Kachanov, Laures, 1989; Noda et al., 2001] :

- pour deux fissures coplanaires de même taille : plus les fissures se rapprochent, plus leurs interactions mutuelles augmentent
- pour deux fissures coplanaires de taille différente (rapport 20 entre les deux rayons) :
   l'impact de la petite fissure sur la fissure principale est faible et très localisé, tandis que l'influence de la fissure principale sur la petite est importante.

 pour deux fissures de taille différente (rapport 20 entre les deux rayons) situés dans des plans parallèles et ayant le même centre : la fissure principale n'est pas du tout affectée, la petite fissure subit un effet d'écrantage, qui devient total pour des distances inférieures au quart du diamètre de la fissure principale.



Figure I-18. Evolution du facteur K<sub>1</sub> pour différentes configurations de fissures. [Kachanov, Laures, 1989].

Une étude de Kamaya [Kamaya, 2006, 2008] s'est intéressée à l'évolution du facteur d'intensité des contraintes (FIC) pour différentes formes de front de fissure : des fronts dentelés et des fronts de fissure générés lors de la coalescence de fissures. Il montre que le FIC moyen le long du front de fissure prend des valeurs proches lorsque l'on considère des fissures de même aire. Cette valeur diminue légèrement lorsque la complexité du front augmente, *d*. Figure I-19.(a). De plus, comme le montre la Figure I-19.(b), le front de fissure tend à devenir semi-circulaire, cette évolution est plus ou moins rapide selon le nombre et l'amplitude des perturbations du front.



Figure I-19. (a) Evolution du facteur d'intensité des contraintes moyen pour différentes formes de front de fissure [Kamaya, 2008]. (b) A gauche : évolution du front de fissure pour différentes formes initiales [Kamaya, 2006].

Il faut noter que ces études concernent des chargements dans le domaine élastique et que la prise en compte du comportement plastique du matériau est actuellement très limitée dans ce domaine.

# I.2. Fatigue oligocyclique des aciers inoxydables en milieu eau primaire REP

#### I.2.1. Les réacteurs à eau pressurisée

Il existe différentes sortes de réacteurs nucléaires en fonction du combustible utilisé, du fluide caloporteur, du modérateur, … Pour cette étude, nous parlerons uniquement des centrales nucléaires ayant de l'uranium enrichi comme combustible et utilisant l'eau légère (par opposition à l'eau lourde) comme caloporteur et modérateur. Les réacteurs de cette famille sont appelés des réacteurs à eau légère (en anglais, *Light Water Reactor – LWR*). On distingue alors deux catégories : les réacteurs à eau bouillante – REB (en anglais, *Boiling Water Reactor – BWR*) et les réacteurs à eau sous pression – REP (en anglais, *Pressurized Water Reactor – PWR*). Ce sont ces derniers qui nous intéressent particulièrement, ils représentent l'ensemble des centrales nucléaires du parc français.

# I.2.2. Les caractéristiques physico-chimiques du milieu eau primaire REP

Le milieu eau primaire REP est composé d'eau à environ 140 bars et 300°C, dont la chimie est particulièrement contrôlée :

- utilisation d'eau déminéralisée et désoxygénée,
- ajout d'acide borique afin d'augmenter le taux de capture des neutrons et ainsi pouvoir correctement contrôler la réaction nucléaire,
- ajout de lithine pour optimiser le pH du milieu (légèrement alcalin),
- ajout d'hydrogène dissous pour neutraliser les espèces oxydantes issues de la radiolyse de l'eau.

L'ensemble des caractéristiques du milieu utilisé lors des essais réalisés au Centre Technique AREVA, site du Creusot est précisé dans le Tableau I-2.

Oxygène dissous	Hydrogène dissous	Chlorure, fluorures, sulfates	Bore	Lithium	Conductivité électrique	рН
< 0,01 mg/kg (< 10 ppb)	25-35 mL/kg	< 0,05 mg/kg	1000 ppm ± 10%	2 ppm ± 10%	2-40 µS/cm	[7 – 10]

Tableau I-2. Caractéristiques physico-chimiques du milieu eau primaire REP.

Par la suite, nous détaillerons également quelques résultats en milieu REB. Le taux d'oxygène dissous, plus important en milieu REB, constitue la principale différence entre ces deux milieux.

# I.2.3. Paramètres clés influençant la durée de vie en milieu eau primaire REP des aciers inoxydables

L'influence du milieu eau primaire REP a fait l'objet de nombreuses études. La majorité des résultats est rassemblée dans le rapport **NUREG/CR-6909** [Chopra, Shack, 2007] dont une révision a récemment été publiée [Chopra, Stevens, 2014].

#### I.2.3.a. Le matériau : composition chimique et pré-écrouissage

De nombreuses études ont été réalisées sur les aciers des nuances 304 et 316 de grade nucléaire. Une influence de la composition chimique du matériau a été observée sur l'effet de la vitesse de déformation. Nous reviendrons sur ce point dans le paragraphe I.2.3.d.

Les travaux de Huin [Huin, 2013] ont montré qu'un pré-écrouissage ne modifiait pas les phases d'amorçage et de propagation en milieu eau primaire REP. Les durées de vie sont identiques entre un matériau vierge ou un matériau pré-écroui.

## I.2.3.b. L'environnement : température, taux d'oxygène dissous, conductivité, vitesse d'écoulement

L'influence du milieu REP est modifiée par de nombreux paramètres. Cette partie liste les principaux paramètres qui ont été étudiés et détaille rapidement les effets observés.

#### • Température

A faible température, l'influence du milieu eau primaire REP sur les durées de vie est peu marquée. Au-delà d'un certain seuil, la durée de vie décroît de manière importante avec la température, comme le montre la Figure I-20. La température seuil était fixée à 150°C et a récemment été abaissée à 100°C [Chopra, Stevens, 2014].



Figure I-20. Durées de vie en fonction de la température pour deux amplitudes de déformation en milieu REP. [Chopra, Stevens, 2014].

#### Taux d'oxygène dissous

Le taux d'oxygène dissous est le paramètre le plus pertinent pour distinguer les milieux REP et REB. Sur les aciers inoxydables austénitiques, une faible teneur en oxygène dissous (milieu REP) conduit à des durées de vie inférieures ou égales à ce que l'on a avec une forte teneur (milieu REB). Cette évolution est différente pour les aciers au carbone ou faiblement alliés.

Plus précisément, comme le montre la Figure I-21, l'influence du taux d'oxygène dissous est couplée à la vitesse de déformation ainsi qu'à la composition chimique du matériau. Une diminution de la vitesse de déformation entraîne une diminution de la durée de vie bien plus marquée à faible taux d'oxygène qu'à un fort taux. Par ailleurs, en milieu REB, la composition chimique de l'alliage modifie la durée de vie obtenue, ce qui n'est pas le cas en milieu REP.



Figure I-21. Evolution de la durée de vie en fonction de la vitesse de déformation et du taux d'oxygène dissous. [Chopra, Shack, 2007].

#### Potentiel électrochimique du matériau et conductivité du milieu

Lors de la mise en place d'un essai en milieu REB, le potentiel électrochimique du matériau est négatif ou nul au départ et va évoluer pendant 5 à 6 jours avant de se stabiliser autour de 150 mV. L'évolution de ce potentiel est importante car si il n'est pas encore stabilisé, *i.e.* si sa valeur est inférieure à 150 mV, les durées de vie obtenues sont deux à trois fois plus faibles comme l'illustre la Figure I-22. La conductivité à aussi une influence importante : si elle augmente, la durée de vie à tendance à diminuer en milieu REB.



Figure I-22. Evolution de la durée de vie en fonction de la conductivité et du potentiel électrochimique en milieu REB. [Chopra, Shack, 2007].

#### • Débit d'eau

Alors que ce paramètre semble avoir une influence sur la durée de vie en milieu REB et dans l'eau pure, il n'y a aucune influence du débit d'eau sur la durée de vie en milieu eau primaire REP, *cf.* Figure I-23.



Figure I-23. Evolution de la durée de vie en fonction du débit en milieu eau primaire REP. [Chopra, Stevens, 2014].

Ce résultat a été confirmé lors d'essais de fatigue sur des éprouvettes tubulaires de diamètre 26 mm, le débit du milieu REP ne modifie pas le nombre de cycles nécessaire à l'amorçage d'une fissure [Higuchi, Nomura, et al., 2007].

#### • Autres paramètres

Quelques études se sont intéressées à l'influence du taux d'hydrogène dissous ou à la teneur en Bore et Lithium du milieu. Les résultats sont parcellaires, mais il semble que ces paramètres n'aient pas d'influence sur la durée de vie en milieu REP.

#### I.2.3.c. Etat de surface

L'état de surface des composants de centrales nucléaires est contrôlé et doit répondre aux exigences suivantes fixées par le code RCC-M et complétées par certaines spécifications AREVA :

- Selon les méthodes de contrôle requises et en l'absence de spécification :  $R_a < 12,5 \mu m$
- Dans la majorité des cas (pour des questions de radioprotection et d'efficacité des méthodes de contrôle) :  $R_a < 6,3 \,\mu m$
- Pour les zones de mélange sollicitées en fatigue thermique :  $R_t < 15 \ \mu m$  et  $R_a < 3,2 \ \mu m$

Ces deux premières valeurs de  $R_a$  ont été déterminées afin de faciliter les contrôles par radiographie et par ultrasons ainsi que pour limiter le piégeage des radio-isotopes dans les aspérités de surface. Ces critères ne sont aucunement liés à des critères d'amorçage ou de durée de vie en fatigue des composants. Seules les valeurs du troisième point correspondent à des spécifications liées aux problématiques de fatigue.

Des essais [Chopra, Shack, 2007] ont été réalisés en air, en milieu REP et en milieu REB avec des éprouvettes polies et des éprouvettes rayées à l'aide d'un papier abrasif de grade #50. Les rayures circonférentielles donnent à la surface une rugosité moyenne de 1,2 µm (sans que le paramètre utilisé soit précisé). La Figure I-24 montre que les durées de vie sont diminuées d'un facteur 3 à 4 dans l'air et d'un facteur d'environ 2,5 en milieu REP. Pour le milieu REB, le seul essai disponible ne montre pas d'effet de l'état de surface. Ces résultats ne sont que très peu documentés ; la présence de rayures circonférentielles joue certainement un rôle important dans la chute de durée de vie observée.



Figure I-24. Evolution de la durée de vie pour différents états de surface dans l'air, en milieu REP et en milieu REB. [Chopra, Shack, 2007].

Une autre étude sur l'influence de l'état de surface a comparé des essais réalisés avec un état de surface poli et meulé ( $R_t$  moyen de 40 µm) [Le Duff et al., 2008, 2009, 2010 ; De Baglion et al., 2012]. L'influence de l'état de surface a été analysée dans l'air et en milieu REP avec différentes vitesses de déformation et un signal complexe simulant une injection de sécurité dans le circuit primaire (signal RIS A). Comme le montre la Figure I-25, l'influence de l'état de surface conduit à une réduction de la durée de vie d'un facteur 2,5 au maximum.



Figure I-25. Evolution de la durée de vie pour différentes amplitudes, vitesses de déformation et environnements. [Le Duff et al., 2008, 2009, 2010 ; De Baglion et al., 2012].

#### I.2.3.d. Vitesse de déformation

Une variation de la vitesse de déformation va non seulement impacter l'expression du phénomène de vieillissement dynamique, *cf.* paragraphe I.1.3.d, mais aussi changer le temps d'exposition du matériau à l'environnement. De plus, des couplages peuvent exister puisque les modifications du mode de déformation engendrée par le vieillissement dynamique peuvent modifier l'influence de l'environnement

En milieu eau primaire REP, trois domaines de vitesses de déformation sont identifiés :

- si la vitesse est supérieure à 0,1 s<sup>-1</sup> : l'influence de l'environnement est faible,
- si la vitesse est comprise entre 0,1 s<sup>-1</sup> et é<sub>seuil</sub>: l'influence de l'environnement est très importante dans ce domaine de vitesse, la durée de vie est divisée par 10,
- si la vitesse est inférieure à é<sub>seuil</sub> : on constate une saturation des effets d'environnement, la durée de vie ne dépend alors plus de la vitesse de déformation.

Les deux derniers domaines sont représentés sur la Figure I-26.(a). Le seuil de vitesse  $\dot{\epsilon}_{seuil}$  est fixé par les autorités de sûreté américaines à 4.10<sup>-6</sup> s<sup>-1</sup> [Chopra, Stevens, 2014]. Cependant, ce seuil

semble dépendre de la nuance du matériau considéré : sur la Figure I-26.(a), la stabilisation de la durée de vie intervient à une vitesse de déformation de  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup> pour l'acier 316 et de  $4.10^{-6}$  s<sup>-1</sup> pour l'acier 304. D'autres résultats obtenus avec l'acier inoxydable moulé CF-8M laissent penser que le palier se trouverait à une vitesse de déformation de  $4.10^{-7}$  s<sup>-1</sup> avec ce matériau.



Figure I-26. Evolution de la durée de vie en fonction de la vitesse de déformation. (a) En milieu eau primaire REP pour des aciers 304 et 316. [Chopra, Shack, 2007]. (b) En milieu REB pour un acier 316NG. [Higuchi et al., 2009].

En milieu REB, l'évolution de la durée de vie en fonction de la vitesse de déformation est similaire. Cependant, comme le montre la Figure I-26.(b), la saturation à faible vitesse de déformation est moins marquée qu'en milieu REP. De plus, elle est associée à une évolution de la morphologie des surfaces de rupture qui passent d'un mode transgranulaire à un mode mixte intergranulaire / transgranulaire.

#### I.2.3.e. Forme du signal

De nombreuses formes de signal de chargement ont été étudiées en milieu REP et/ou REB pour les aciers inoxydables de type 304 et 316, cf. Figure I-27. Dans cette partie, nous détaillerons pour ces deux environnements les résultats obtenus avec des signaux en dents de scie SF et FS, avant d'aborder les signaux plus complexes (FSF et SFF). Nous analyserons ensuite l'effet d'un temps de maintien et nous terminerons par une comparaison entre les signaux triangulaires et les signaux sinusoïdaux.



Figure I-27. Différentes formes de signaux étudiés. [Higuchi, Sakaguchi, et al., 2007].

#### • Signaux en dents de scie

Ces signaux ont initialement été utilisés afin d'analyser l'influence de la vitesse de déformation tout en diminuant la durée des essais. En effet, plusieurs auteurs [Chopra, Shack, 2007 ; Higuchi et al., 2009] considèrent que les effets liés à l'environnement et à la vitesse de déformation n'opèrent que dans la phase de traction du cycle ( $d\epsilon/dt > 0$ ). L'analyse de l'influence de la vitesse de déformation est alors réalisée avec un signal dent de scie, et non un signal triangle.

En milieu eau primaire REP, Huin [Huin, 2013] a réalisé des essais avec un signal triangle à  $4.10^{-3}$  s<sup>-1</sup> et un signal en dents de scie  $4.10^{-5}/4.10^{-3}$  s<sup>-1</sup> pour une amplitude de  $\pm$  0,5 %. Les résultats présentés sur la Figure I-28 montrent une réduction de 2,5 à 3,5 de la durée de vie avec le signal en dents de scie (SF) par rapport au signal triangle (FF).



Figure I-28. Comparaison des durées de vie pour des signaux avec différentes vitesses de déformation en traction sur matériau brut de réception et matériau écroui. Milieu REP, ± 0,5 %. [Huin, 2013].

Cependant, en milieu REP, il n'existe pas de campagnes d'essais permettant une comparaison directe entre des signaux triangles et des signaux en dents de scie. Par contre, de tels essais ont été réalisés en milieu REB sur un acier 316NG [JNES, 2007]. La matrice d'essais est détaillée sur le Tableau I-3 et l'évolution de la durée de vie en fonction de la période du signal est représentée sur la Figure I-29. Dans le Tableau I-3, les différents signaux sont classés en fonction de leurs durées de vie ; l'évolution de la contrainte suit la même évolution.

Pour les deux amplitudes investiguées, la durée de vie avec le signal en dents de scie FS est inférieure au signal triangle à vitesse de déformation élevée (FF), l'écart est encore plus important entre le signal FF et les signaux SF et SS. Ces deux derniers signaux ont des durées de vie relativement proches, voire légèrement plus faibles avec le signal SF. Ce résultat explique le choix de certains auteurs d'analyser l'influence de la vitesse de déformation au travers d'essais SF au lieu de signaux triangulaires à faible vitesse de déformation SS.

		Δε/2 =	± 0,3 %	$\Delta \epsilon/2 = \pm 0.6 \%$		
ໍ່e traction (%/s)	έ compression (%/s)	Contrainte (MPa)	N25 (cycles)	Contrainte (MPa)	N25 (cycles)	
1,2	1,2	205	18962	-	-	
0,4	0,4	216	12645	254	2775	
0,4	0,004	225	11465	260	1825	
0,04	0,4	-	-	283	1628	
0,004	0,004	245	4160	302	1136	
0,004	0,4	243	4024	308	1032	
0,0004	0,4	-	-	312	796	

Tableau I-3. Matrice d'essais en milieu REB sur l'influence de la vitesse de déformation avec des signaux en dents de scie. Acier 316NG. []NES, 2007].



Figure I-29. Evolution de la durée de vie en fonction de la période du signal pour différentes amplitudes de déformation en milieu REB pour un acier 316 NG. (a)  $\pm 0,3$  %. (b)  $\pm 0,6$  %. [INES, 2007].

<u>Il apparaît donc qu'en milieu REB, la vitesse de sollicitation sur la partie en compression du</u> <u>signal a moins d'importance que sur la partie en traction</u>. De plus, réaliser un essai avec un signal en dents de scie SF fournit une réponse en contrainte similaire et une durée de vie inférieure ou égale à ce que l'on obtient avec un signal triangulaire réalisé à la vitesse de déformation lente (SS).

#### • Signaux SFF et FSF

Nous avons vu que la position de la partie lente du signal (en traction et en compression) avait un effet sur le comportement cyclique et les durées de vie. Pour voir si cette influence dépend aussi du niveau de déformation à laquelle la vitesse de déformation est modifiée, des signaux spécifiques intégrant une petite partie à faible vitesse de déformation au sein d'un signal de forme triangulaire à vitesse de déformation élevée ont été testés [Kanasaki et al., 1997 ; Tsutsumi et al., 2001]. Il s'agit des signaux FSF et SFF repérés \*3 et \*4 sur la Figure I-27. L'amplitude de déformation à laquelle le changement de vitesse intervient est notée « Strain knee point » ou  $\angle l\varepsilon_{statt}$ . Les résultats présentés sur la Figure I-30.(a) montrent que pour une sollicitation à  $\pm 0,6\%$ , une diminution de la vitesse de déformation sur la partie du signal où la déformation est inférieure à - 0,2 % n'a aucun effet sur la durée de vie. Ces travaux ont été complétés par une analyse de la distance interstrie, considérée comme marqueur de la vitesse de propagation de la fissure pour les signaux FSF et SFF en milieu REP : un seuil similaire est obtenu, *cf.* Figure I-30.(b). Cette amplitude seuil  $\angle l\varepsilon_{statt}$  a été déterminée pour d'autres amplitudes de déformation et les auteurs considèrent qu'elle peut être estimée par l'Équation I-5 suivante (avec  $\varepsilon_A$  l'amplitude de déformation appliquée) :



$$\frac{\Delta \varepsilon_{senil}}{2\varepsilon} = 0.44\varepsilon_{A} + 0.65 \qquad \acute{Equation I-5}.$$

Figure I-30. Influence de la portion du signal à faible vitesse de déformation en milieu REP sur un acier 316NG. (a) Avec un signal FSF - évolution de la durée de vie. (b) Avec des signaux FSF et SFF - évolution de la vitesse de propagation. [Tsutsumi et al., 2001].

Le même type d'essais a été réalisé en milieu REB sur l'acier 316NG [Higuchi, Sakaguchi, et al., 2007], *cf.* Figure I-31.(a). Les durées de vie représentées sur la Figure I-31.(b) sont très proches entre les signaux FSF et SFF. Par ailleurs, contrairement au milieu REP, aucun effet de seuil n'est observé.



Figure I-31. Etude de signaux SFF et FSF en milieu REB sur un acier 316 NG. (a) Matrice d'essais. (b) Evolution de la durée de vie en fonction du temps passé en traction. [Higuchi, Sakaguchi, et al., 2007].

#### • Influence d'un temps de maintien

L'influence d'un temps de maintien a seulement été étudiée à la déformation maximale en milieu REP et en milieu REB sur un acier 316NG [JNES, 2007 ; Higuchi, Sakaguchi, et al., 2007]. Les durées de vie sont présentées en fonction du temps de maintien sur la Figure I-32 pour les deux environnements.

En milieu REB, le temps de maintien n'a aucun effet sur les durées de vie lorsque la vitesse de déformation est importante, mais lorsqu'elle est inférieure à  $4.10^{-4}$  s<sup>-1</sup>, un maintien à déformation maximale entraîne une diminution de la durée de vie d'autant plus marqué que le temps de maintien est long. L'application d'un maintien de 2000 s ne permet pas de faire apparaître une stabilisation de la durée de vie. Des essais complémentaires ont été réalisés avec un vitesse de déformation de  $4.10^{-5}$  s<sup>-1</sup> et un maintien de 600 s à 0,6 - 0,03 % et à 0,6 - 0,06 % de déformation,

*cf.* Figure I-32.(a), la durée de vie n'est alors pas du tout affectée. En milieu REB, un temps de maintien n'a donc un effet que s'il est réalisé à déformation maximale et avec une vitesse de déformation inférieure à  $4.10^{-4}$  s<sup>-1</sup>.



Figure I-32. Influence du temps de maintien sur la durée de vie pour un acier 316NG pour une amplitude de  $\pm$  0,6 %. (a) En milieu REB. (b) En milieu REP. [Higuchi, Sakaguchi, et al., 2007].

En milieu REP, aucun effet du temps de maintien n'a été observé, quels que soient la vitesse de déformation et le temps de maintien considéré.

#### Signaux sinusoïdaux

Un signal de forme sinusoïdale est intéressant à étudier car il ne présente pas une vitesse de déformation constante, mais sa forme reste très similaire aux signaux triangulaires. Ainsi, il constitue un premier pas vers l'analyse de signaux plus complexes.

Pour une fréquence de sollicitation donnée, les durées de vie sont semblables entre les signaux triangles et les signaux sinus en milieu eau primaire REP [Nomura et al., 2010], cf. Figure I-33.(a). En milieu REB, on constate un léger effet bénéfique du signal sinusoïdal sur les durées de vie, cf. Figure I-33.(b) et Figure I-33.(c). Cependant, il semble que les niveaux de contrainte atteints soient bien moins importants avec les signaux sinus qu'avec les signaux triangles pour une même fréquence d'essai. Le phénomène de vieillissement dynamique pourrait s'exprimer de manière différente avec les deux signaux.



Figure I-33. Comparaison des durées de vie obtenues avec un signal triangle et un signal sinusoïdal sur acier 316 en milieu REP. (a) Influence de l'amplitude et de la fréquence. (b) et (c) Influence du temps de maintien respectivement à  $\pm$  0,6 % et  $\pm$  0,3 % de déformation. [Nomura et al., 2010].

En synthèse, il apparaît que la forme du signal de chargement a un impact important sur les niveaux de contrainte et les durées de vie obtenues (en milieux REB et REP). Cependant, l'influence du milieu en fatigue semble être différentes sur les aciers inoxydables austénitiques entre le milieu REB et le milieu REP. En milieu REP, il apparaît qu'une faible vitesse de déformation a plus d'impact sur la durée de vie dans la partie traction du signal que dans la partie compression. De plus, les signaux SFF et FSF ont montré que l'influence de la vitesse de déformation n'intervenait que pour des déformations supérieures à un seuil qui vaut - 0,2% pour une amplitude imposée de  $\pm$  0,6 %.

## I.2.4. Méthode de dimensionnement en fatigue : prise en compte de l'effet du milieu et de l'état de surface

Les règles de dimensionnement en fatigue pour les composants de centrales nucléaires en acier inoxydable dépendent des autorités de sûreté nucléaires de chaque pays. Nous décrirons dans cette partie les règles préconisées par les autorités de sûreté américaines. Dans les autres pays, la méthode utilisée est semblable avec quelques variantes sur les paramètres pris en compte ou les valeurs qui leur sont attribuées.

La méthode de dimensionnement utilisée par les autorités américaines est longuement décrite dans le NUREG/CR-6909 [Chopra, Shack, 2007] dont une version révisée a été publiée en 2014 [Chopra, Stevens, 2014]. La mise en œuvre de cette méthode est détaillée dans une norme [U.S.

Nuclear Regulatory Commission, 2007], qui a aussi fait l'objet d'une révision [U.S. Nuclear Regulatory Commission, 2014].

La base de cette méthode est la **courbe moyenne en air**. Elle correspond à une courbe de durée de vie obtenue statistiquement à partir de plusieurs centaines d'essais sur des aciers inoxydables austénitiques dans l'air (toutes températures et vitesses de déformation confondues). Cette courbe indique, pour une amplitude donnée, la valeur de durée de vie pour laquelle il y a 50% des essais avec des durées de vie plus grandes et 50 % avec des durées de vie plus faibles. Cette courbe est appelée courbe ANL et son expression est donnée par l'Équation I-6 (avec  $\varepsilon_A$  l'amplitude de déformation appliquée).

$$\ln(N_{Air}) = 6,891 - 1,92 \times \ln(\varepsilon_{A} - 0,112)$$
 Équation I-6.

La courbe de design en air est déduite de la courbe moyenne en appliquant un facteur d'abattement de 12 sur les durées de vie et de 2 sur les niveaux de contrainte ; la durée de vie la plus faible est retenue, comme le montre la Figure I-34. La courbe ainsi obtenue indique une probabilité théorique de non rupture de 95%.



Figure I-34. Méthode de dimensionnement en air.

L'abattement sur la durée de vie peut être décomposé en différents sous-facteurs, notés A, B, C et D sur la Figure I-35, qui prennent en compte :

- la variabilité du matériau : permet de prendre en compte les différences de durée de vie liées aux variations de la composition chimique pour une classe de matériau donnée.
- les effets d'échelle : approche statistique permettant la transposition d'essais réalisés en laboratoire (éprouvettes de quelques millimètres) à des structures industrielles (grandeurs caractéristiques de plusieurs mètres).

- l'état de surface : différence d'état de surface entre des éprouvettes de laboratoire (état le plus souvent poli miroir) et les composants industriels. Notre étude s'intéresse plus particulièrement à ce sous-facteur, qui peut prendre des valeurs comprises entre 2 et 3,5 [Chopra, Stevens, 2014].
- les effets d'histoire : permet de prendre en compte l'impact d'un chargement précédent sur la réponse du matériau au chargement étudié.

Afin de compléter la méthode de dimensionnement, il est nécessaire de prendre en compte les effets liés au milieu eau primaire REP. Pour cela, certains chercheurs japonais [Higuchi, Iida, 1991] ont proposé un facteur, appelé *Fen*, qui s'applique aux durées de vie et dépend de la durée en air  $N_R^{Air}$  et de la durée de vie en milieu REP  $N_R^{REP}$ . Il est défini par l'Équation I-7 :



Figure I-35. Méthode de dimensionnement avec la prise en compte des sous-facteurs et du facteur Fen.

Différentes formulations ont été proposées pour le facteur *Fen* [Chopra, 1998 ; Higuchi, Nomura, et al., 2007 ; Chopra, Shack, 2007 ; Chopra et al., 2012 ; Chopra, Stevens, 2014], la dernière version actuellement en vigueur est détaillée dans l'Équation I-8. L'équation du facteur *Fen* est exprimée à l'aide de trois fonctions : T' pour la température,  $\dot{\varepsilon}'$  pour la vitesse de déformation et O' pour le taux d'oxygène dissous contenu dans l'environnement.

$$Fen = \exp(-T'\dot{\varepsilon}'O')$$

$$T' = 0 \text{ si } T \le 100^{\circ}C$$

$$\dot{\varepsilon}' = 0 \text{ si } \dot{\varepsilon} > 10 \%/s$$

$$\dot{\varepsilon}' = \ln(\dot{\varepsilon}/10) \text{ si } 0,0004 \%/s \le \dot{\varepsilon} < 10 \%/s$$

$$\dot{\varepsilon}' = \ln(0,0004 / 10) \text{ si } \dot{\varepsilon} < 0,0004 \%/s$$

O' = 0,14 si  $O \ge 0,1$  ppm pour tous les aciers inoxydables forgés sauf les aciers inoxydables a haute teneur en carbone

O' = 0,29 pour les autres conditions (en particulier pour le milieu REP)

#### Équation I-8. Expression du facteur Fen. [Chopra, Stevens, 2014].

Pour les signaux complexes, le calcul du facteur *Fen* est réalisé à partir de l'approche des vitesses de déformation modifiées (en anglais, *modified strain rate approach*). Le signal complexe est alors décomposé en segments sur lesquels la vitesse de déformation est considérée comme constante, comme l'illustre la Figure I-36 pour le signal RIS A. L'hypothèse est faite selon laquelle l'influence de l'environnement n'intervient que dans la partie traction du signal. Pour tous les segments où d $\epsilon/dt > 0$ , le facteur *Fen instantané* est déterminé et est ramené à la variation d'amplitude sur le segment considéré. La valeur totale du *Fen* correspond à la somme des *Fen instantanés* divisée par la plage de déformation  $\Delta \epsilon$ ; sa valeur est ici de 5,9 pour un signal RIS A.



Figure I-36. Décomposition du signal RIS A avec l'approche des vitesses de déformation modifiées

Telle qu'elle est conçue, cette méthode de dimensionnement considère que <u>les différents</u> paramètres qui sont pris en compte sont indépendants les uns des autres et qu'il n'y a pas <u>d'interactions</u>. Les effets d'inhibitions entre deux facteurs conduisent à des cas de surdimensionnement, tandis que des effets de synergies peuvent conduirent à des conditions de non conservatisme. Il est donc nécessaire de bien connaître les interactions qui peuvent intervenir.

#### I.2.5. Amorçage et propagation en milieu REP

Nous avons vu précédemment dans la partie I.1.2.b que dans les aciers inoxydables austénitiques sollicités en fatigue oligocyclique sous vide et dans l'air la majorité des fissures amorçaient sur des bandes de glissement. Une comparaison de la nature des sites d'amorçage a également été réalisée entre l'air et le milieu eau primaire REP. Il apparaît que les fissures se forment très majoritairement sur des bandes de glissement dans les deux environnements, *cf.* Figure I-37. De plus, un amorçage intragranulaire est nettement privilégié. L'action de l'environnement REP ne modifie donc pas les mécanismes d'amorçage présents dans les autres environnements, il conduit simplement à en accélérer les cinétiques [De Baglion, 2011].



Figure I-37. Comparaison de la nature des sites d'amorçage entre l'air et le milieu eau primaire REP.  $300^{\circ}C, \pm 0,6 \%, 1.10^4 \text{ s}^1.$  [De Baglion, 2011].

En fatigue oligocyclique sur les aciers inoxydables en milieu REP, la phase d'amorçage nécessaire à la formation d'une microfissure de 10 µm de profondeur représente moins de 10% de la durée de vie. La durée de vie correspond donc principalement à la croissance d'une fissure de 10 µm jusqu'à rupture [Miller, 1995]. La comparaison de la profondeur de la fissure en fonction du nombre de cycles pour différents environnements est présentée sur la Figure I-38. Les résultats ne sont pas disponibles pour des faibles profondeurs. Cependant, on constate que l'obtention d'une fissure de 500 µm de profondeur nécessite environ 9000 cycles dans l'air et seulement 800 cycles en milieu REP, soit 11 fois moins de cycles. La chute de durée de vie liée au milieu eau primaire REP semble principalement provoquée par une accélération des premiers stades d'endommagement (amorçage et micro-propagation des fissures) [Smith, Chopra, 1999 ; De Baglion, 2011].



Figure I-38. Comparaison de l'évolution de la profondeur de fissure en fonction du nombre de cycles dans différents environnements (Air, milieu REP, milieu REB). 2,5.10-3 s<sup>-1</sup>. [Obrtlik et al., 1997; Smith, Chopra, 1999].

L'analyse de la propagation des fissures grâce à des essais sur éprouvettes CT montre que la vitesse de propagation est environ 3,5 fois plus importante en milieu REP que dans l'air, *f*. Figure I-39. La propagation des fissures est donc bien assistée par l'environnement. Cette accélération de la vitesse de propagation n'est cependant pas suffisante pour expliquer la diminution de durée de vie constatée entre l'air et le milieu eau primaire REP, qui correspond dans ces conditions à un facteur d'environ 8.



Figure I-39. Vitesse de propagation en fonction de la longueur de la fissure dans différents environnements. Acier 304,  $\pm$  0,75 %, 4.10<sup>-5</sup> s<sup>-1</sup>. [Smith, Chopra, 1999].

Outre l'accélération de l'amorçage des fissures et de leur propagation, l'influence du milieu eau primaire REP est maximale lors de la phase de micro-propagation. En effet, la propagation des microfissures (de 50 à 250 µm environ) est fortement influencée par les barrières microstructurales (joints de grains, joints de macles, ...) qui peuvent fortement ralentir leur avance, voire dans certains cas conduire à l'arrêt de la propagation de la fissure. Le milieu REP semble faciliter le franchissement de ces barrières [De Baglion, 2011].

La couche d'oxyde formée sur les aciers 304L en milieu eau primaire REP est composée de deux parties, comme le montre la Figure I-40 :

- une couche interne adhérente, compacte et riche en chrome. Elle serait composée de chromite ((Fe,Ni)Cr<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) formée par croissance anodique.
- une couche externe composée de particules riches en fer et poreuses. Il s'agirait de magnétite (Ni<sub>x</sub>Fe<sub>3-x</sub>O<sub>4</sub>) obtenue par réaction cathodique.

La composition exacte de la couche d'oxyde dépend de la composition chimique du milieu eau primaire REP ainsi que de la nature de l'alliage [Kim, 1995, 1999; Belo et al., 1998; Stellwag, 1998; Soulas et al., 2013].



Figure I-40. Schéma de la structure de la double couche d'oxyde formée en milieu REP sur les aciers inoxydables.

La réalisation d'essais sur des éprouvettes pré-oxydées en milieu eau primaire REP et sollicitées dans l'air montre que le comportement cyclique et les durées de vie ne sont pas modifiés par la pré-oxydation. La nature des sites d'amorçage ainsi que les modes de propagation des fissures ne semblent pas affectés [Chopra, Shack, 2007 ; De Baglion, 2011]. La couche d'oxyde formée en milieu eau primaire REP en l'absence de sollicitation mécanique n'a donc pas d'effet bénéfique ou néfaste sur la tenue en fatigue dans l'air.

#### I.2.6. Principaux modèles de corrosion sous contrainte

En fatigue oligocyclique en milieu eau primaire REP, l'endommagement et la durée de vie du matériau sont liés à l'action conjuguée de la déformation cyclique et des effets du milieu aqueux ; nous sommes dans un domaine de **fatigue-corrosion**. Les mécanismes évoqués pour expliquer la fatigue-corrosion sont semblables à ceux proposés en corrosion sous contrainte (CSC). Nous

allons détailler les principaux modèles qui peuvent rendre compte d'un endommagement transgranulaire. Ces modèles s'appuient sur un certain nombre de processus élémentaires représentés sur la Figure I-41.



Figure I-41. Principaux processus élémentaires intervenant en fond de fissure : 1. Réactions superficielles. 2. Transports en phase liquide. 3. Réactions en phase liquide. 4. Modifications des propriétés du matériau : diffusion d'espèces, lacunes, dislocations. 5. Rupture mécanique.

#### I.2.6.a. Modèle de dissolution anodique (« slip dissolution »)

Ce modèle a initialement été proposé par Logan [Logan, 1952], puis développé par Ford [Ford, 1984, 1996] et complété par Newman [Newman, 1994]. La déformation plastique en pointe de fissure entraîne une rupture du film d'oxyde passif. Le métal mis à nu est soumis à une dissolution anodique préférentielle, avant la formation d'un nouveau film d'oxyde par repassivation, *cf.* Figure I-42.



Figure I-42. Mécanisme de propagation selon le modèle de dissolution anodique.

L'avancée de la fissure est donc directement reliée à la quantité de matière dissoute. Elle dépend de la vitesse de déformation en fond d'entaille, qui régit la périodicité des ruptures du film d'oxyde, et de la densité de charges échangées lors de la dissolution/repassivation. Un certain équilibre entre les cinétiques de dissolution et de repassivation est nécessaire pour assurer une avance de fissure importante : si la repassivation est trop rapide, l'avance de la fissure est négligeable, si la repassivation est trop lente, la dissolution anodique émousse la pointe de la fissure.

#### I.2.6.b. Modèles de propagation assistée par l'hydrogène

Dans nos conditions d'essais, l'hydrogène peut provenir soit du milieu eau primaire REP, dans lequel de l'hydrogène dissous est présent, soit de réactions de corrosion dont l'un des produits est l'hydrogène cathodique.

#### • Modèles de fragilisation par l'hydrogène

Le modèle d'adsorption proposé par Petch [Petch, 1956] considère que l'adsorption d'hydrogène en pointe de fissure entraîne une diminution de l'énergie de surface. Selon la théorie de Griffith, cela provoquerait une baisse de la contrainte à rupture du matériau, qui deviendrait plus fragile. Cette théorie a été contestée [Coudreuse, 1990] car d'autres espèces telles que O<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O possèdent des énergies d'adsorption plus importantes, elles limiteraient donc l'action de l'hydrogène.

Un autre modèle est le modèle de décohésion (ou HEDE : « Hydrogen Enhanced Decohesion ») proposé par Scott *et al.* [Scott, Troiano, 1960] et repris sur Oriani *et al.* [Oriani, Josephic, 1974]. L'hydrogène diffuse dans le matériau vers les zones de forte triaxialité comme en pointe d'une fissure. La présence de l'hydrogène diminuerait la force d'attraction inter-atomique et faciliterait la décohésion du réseau cristallin pour permettre la propagation de la fissure.

#### • Modèles sur les interactions entre l'hydrogène et la plasticité

Les interactions entre la plasticité et l'hydrogène ont pour la première fois été postulées par Bastin et Azou [Bastien, Azou, 1951]. Deux hypothèses contradictoires sont alors formulées : soit le mouvement des dislocations étant bloqué par l'hydrogène, un durcissement intervient en pointe de fissure et le matériau est fragilisé [Stroh, 1954] ; soit l'hydrogène facilite les mécanismes de déformation plastique en pointe de fissure et provoque un adoucissement local [Beachem, 1972]. Différents modèles s'appuient sur ces deux hypothèses.

Le modèle de « pseudo-clivage » induit par l'adsorption (ou AIDE : « Adsorption Induced Dislocation Emission ») a été proposé par Lynch [Lynch, 1988]. Il se base sur l'adsorption d'hydrogène en surface qui conduit d'une part à un affaiblissement des liaisons atomiques et d'autre part à une émission facilitée des dislocations en pointe de fissure. L'émission successive de dislocations sur les deux plans situés en pointe de fissure (A et B) provoque une avancée de la fissure, *cf.* Figure I-43. Par ailleurs, l'activation des sources de dislocation pour accommoder la déformation plastique en fond de fissure conduit à la formation de micro-vides en avant de la pointe de fissure. Leur coalescence contribue également à l'avance de la fissure.



Figure I-43. Modèle de « pseudo-clivage » induit par l'adsorption. [Lynch, 1988].

Le modèle de plasticité induite par l'hydrogène (ou HELP: «Hydrogen Enhance Localized Plasticity) a initialement été proposé par Beachem [Beachem, 1972] et repris par Birnbaum et Sofronis [Birnbaum, Sofronis, 1994]. L'idée initiale est de considérer que l'hydrogène présent en pointe de fissure facilite la déformation plastique en permettant l'émission et le déplacement de dislocations à de relativement faibles niveaux de déformation. L'hydrogène réduirait l'aire d'activation des dislocations ainsi que les interactions élastiques entre dislocations, ce qui faciliterait leurs mouvements. Il diminuerait par ailleurs les répulsions entre dislocations ce qui conduirait à une densité de dislocation plus importante dans les empilements. Au final, ces processus provoqueraient une localisation de la déformation.

De plus, le transport de l'hydrogène par les dislocations permet sa diffusion dans le volume le long des lignes de cisaillement. La fissure se propage alors par cisaillements successifs le long des plans de cisaillement.

Un autre modèle est le modèle d'adoucissement localisé (ou CEPM : « Corrosion Enhanced Plasticity Model) proposé par Magnin *et al.* [Magnin, 1992 ; Magnin et al., 1996]. Ce modèle nécessite l'action d'une dissolution anodique localisée en pointe de fissure qui permet d'adsorption d'hydrogène en pointe de fissure.

La propagation se déroule de la manière suivante :

1. La déformation plastique active les plans de glissement {111}, le métal est dépassivé et une dissolution anodique localisée a lieu.

- Cette dernière permet l'adsorption d'hydrogène en pointe de fissure et l'injection de lacunes. La mobilité des dislocations est augmentée et on observe un adoucissement en pointe de fissure.
- Les dislocations mobiles s'accumulent soit à l'interface entre la zone adoucie et la zone durcie par plasticité, soit sur des obstacles (barrières microstructurales, structures de dislocation préexistantes, ...). On observe alors une augmentation de la contrainte locale.
- La contrainte va localement dépasser la valeur du K<sub>IC</sub> le long des plans de glissement (l'adsorption d'hydrogène peut aussi diminuer cette valeur) et une fissure se forme alors au niveau de l'obstacle.
- 5. L'hydrogène diminue également l'énergie de cohésion des micro-facettes (111). La contrainte normale devient suffisante pour permettre la rupture du pont de matière entre la fissure initiale et la fissure située sur l'obstacle.
- 6. La répétition de ce processus permet la propagation progressive de la fissure en zigzag.



Figure I-44. Modèle d'adoucissement localisé. [Magnin, 1992].

#### I.2.6.c. Modèles de micro-clivage et interactions avec la plasticité

Ces modèles considèrent une propagation fragile et discontinue des fissures. Le modèle de Jones [Jones, 1996] est l'un des premiers à faire interagir la dissolution anodique avec la plasticité et il a pour but de proposer un modèle unifié entre CSC et fatigue-corrosion. Il se décline en six étapes :

- 1. Rupture du film passif.
- 2. Dissolution anodique localisée accentuée par couplage galvanique avec le film passif.
- Repassivation retardée par la déformation plastique (en fatigue) ou l'adsorption d'espèces spécifiques (en CSC – Cl<sup>-</sup> pour les aciers).
- 4. La dissolution favorise la formation de lacunes en sous-couche qui augmentent la mobilité des dislocations et réduisent le durcissement en pointe de fissure.

- 5. La sursaturation de lacunes en surface conduit à la formation de bi-lacunes. Ces dernières migrent plus rapidement et viennent s'accumuler sur des plans peu denses.
- l'accumulation des bi-lacunes et la forte tri-axialité en pointe de fissure qui restreint le glissement conduisent à l'amorçage et la propagation de la fissure par micro-clivage sur des plans prismatiques {100} et {110}.

Un autre modèle faisant intervenir le clivage a été proposé par Siedradzki et Newman [Sieradzki, Newman, 1985] : le clivage induit par rupture du film d'oxyde. Ce modèle a initialement été développé pour la rupture transgranulaire en corrosion sous contrainte d'alliages ductiles à structure CFC. L'environnement forme un film d'oxyde poreux et fragile par dissolution sélective. La rupture par clivage du film entraîne aussi une rupture dans le métal sur quelques microns de profondeur, *cf.* Figure I-45. L'ouverture de la fissure permet l'oxydation de la surface et le processus peut se répéter.



Figure I-45. Modèle de clivage induit par rupture du film d'oxyde. [Cassagne, 1990].

#### I.2.6.d. Modèle de mobilité des atomes de surface

Ce modèle a initialement été proposé par Galvele [Galvele, 1993] et est controversé [Sieradzki, Friedersdorf, 1994; Gutman, 2003] car les coefficients de diffusion considérés en pointe de fissure apparaissent comme bien trop important. Ce **modèle de mobilité** considère que la propagation de la fissure au niveau élémentaire correspond au remplacement d'un atome en pointe de fissure par une lacune. Les lacunes proviennent d'une part, de la contrainte de surface importante en pointe de fissure qui augmente la concentration de lacunes et d'autre part, de la chimie du milieu qui peut augmenter la mobilité des atomes de surface et créer des lacunes, *cf.* Figure I-46.



Figure I-46. Modèle de mobilité des atomes de surface. [Galvele, 1993].

#### I.2.6.e. Application des modèles de corrosion à la fatigue d'un acier inoxydable en milieu eau primaire REP

L'analyse des différents paramètres pouvant influencer la durée de vie à montrer des évolutions différentes entre le milieu REP et le milieu REB. Une dépendance marquée entre la vitesse de déformation et le taux d'oxygène dissous, principale différence entre les deux milieux, traduit une intervention différente des mécanismes de corrosion, *d*. partie I.2.3.b.

Les modèles détaillés précédemment sont cohérents avec une fissuration transgranulaire, telle que nous avons pu l'observer sur les aciers inoxydables sollicités en fatigue à 300°C dans l'air et en milieu eau primaire REP. La présence de fissures plus rectilignes en milieu REP (notamment à faible vitesse de déformation) traduit une sensibilité moindre aux barrières microstructurales qui pourrait être reliée à une localisation de la déformation plastique. L'apparition rapide de stries ductiles peut correspondre à une augmentation de la plasticité locale. Ces différentes observations sont en accord avec les modèles d'interaction hydrogène/plasticité [De Baglion, 2011].

Les processus d'endommagement apparaissent comme similaires entre l'air et le milieu REP, on peut supposer qu'ils sont associés à des mécanismes identiques, mais accentués dans le cas du milieu eau primaire REP. Cette amplification de l'influence de l'environnement peut être associée à la production de l'hydrogène cathodique lors des réactions d'oxydation. La quantité d'hydrogène produite est directement dépendante de l'épaisseur de la couche d'oxyde. Or, une étude de l'épaisseur de la couche d'oxyde a montré qu'elle était bien plus importante en milieu REP que dans l'air, *cf.* Figure I-47.



Figure I-47. Evolution de la profondeur de la couche d'oxyde riche en chrome en fonction du temps d'exposition dans l'air à 300°C et en milieu eau primaire REP. [Huin, 2013].

La présence d'hydrogène dissous dans le milieu aqueux ne semble pas affecter la durée de vie : une variation du taux d'hydrogène dissous de 15 cc/kg à 30 cc/kg en milieu eau primaire REP n'a aucun effet sur les durées de vie pour un acier 316 []NES, 2007].

De manière générale, le mécanisme de dissolution anodique et les modèles de fissuration assistée par l'hydrogène font intervenir les ruptures répétées du film passif, les cinétiques de repassivation et de diffusion des espèces, et sont de ce fait difficiles à distinguer. Cependant, sur les aciers inoxydables, les durées de vie obtenues sont plus faibles en milieu REP, qu'en milieu REB. Cette évolution n'est pas cohérente avec le modèle de dissolution anodique, qui induit que la vitesse de propagation des fissures augmente avec le taux d'oxygène dissous [Chopra, Gavenda, 1997; Chopra, Smith, 1998]. Mais les observations réalisées par Huin [Huin, 2013] lors des tout premiers stades de propagation montrent en milieu REP un enchaînement régulier de cisaillements suivis de passivation sans diffusion préférentielle d'espèces (oxygène, chrome, fer) dans les bandes de cisaillement. Un tel processus n'est pas observé pour des profondeurs dépassant les quelques micromètres. Le mécanisme de dissolution anodique intervient donc possiblement lors des tous premiers stades de la propagation.

Si l'absence de rupture fragile observée sur le faciès de rupture permet d'exclure certains modèles (clivage induit par rupture du film d'oxyde), il demeure toutefois difficile d'identifier parmi les modèles restants un modèle qui à lui seul permet d'expliquer l'ensemble des effets du milieu eau primaire REP sur la fatigue des aciers inoxydables austénitiques.

#### I.3. Synthèse de la revue bibliographique

Les aciers inoxydables austénitiques ont déjà fait l'objet de nombreuses études. Ainsi, l'influence intrinsèque de la vitesse de déformation, associée au phénomène de vieillissement dynamique est clairement identifiée. De même, l'influence de l'environnement (air à 300°C et milieu REP) a fait l'objet de plusieurs études qui montrent l'influence néfaste de ces milieux sur les cinétiques d'endommagement et les durées de vie. Cependant, les interactions complexes entre la vitesse de déformation et les effets d'environnement restent mal comprises.

Différents paramètres mécaniques ont été utilisés par le passé pour expliquer la propagation des fissures en fatigue oligocyclique sur les aciers inoxydables. Les travaux de Kamaya *et al.* sur cette thématique laissent à penser que le paramètre  $\Box K_{\varepsilon}$  permettrait de contrôler la propagation des fissures.

Les travaux sur l'influence de la nature de l'état de surface concernent principalement la fatigue endurance dans l'air à 20°C. Cependant, quelques résultats montrent que, même en milieu REP à 300°C avec de fortes amplitudes de déformation, l'état de surface peut affecter de manière non négligeable la durée de vie en fatigue. Toutefois l'influence intrinsèque de l'état de surface, ainsi que les interactions entre la nature de l'état de surface, les effets d'environnement et la vitesse de déformation n'ont actuellement pas été investiguées.

Par ailleurs, l'influence de la forme du signal n'a pas été étudiée sous vide et dans l'air, sauf dans le domaine de la fatigue-fluage (température supérieure à 500°C). Les travaux sont plus nombreux en milieu REP, et surtout en milieu REB, mais il apparaît que les mécanismes mis en jeu sont différents entre ces deux milieux. Tous ces résultats considèrent des signaux certes complexes, mais qui restent encore éloignés des sollicitations réelles.

La présente étude s'attachera donc à considérer des conditions de sollicitations plus représentatives des conditions réelles observées sur les composants industriels, afin d'analyser les couplages qui peuvent exister en fatigue oligocyclique entre les différents paramètres que sont : la vitesse de déformation, l'environnement, la nature de l'état de surface, la forme du signal de chargement.

### **CHAPITRE II :**

## MATERIAU, METHODES DE

### **CARACTERISATION ET CONDITIONS**

### **EXPERIMENTALES**

II.1. LE MATERIAU	
II.1.1. Composition chimique	
II.1.2. Microstructure	
II.1.3. Caractéristiques mécaniques	
II.2. TECHNIQUES D'OBSERVATION ET DE CARACTERISATION	
II.2.1. Microscopie optique	
II.2.1.a. Loupe binoculaire	74
II.2.1.b. Microscope optique	74
II.2.1.c. Microscope confocal interférométrique	
II.2.2. Microscopie électronique à balayage (MEB)	
II.2.2.a. MEB conventionnel	
II.2.2.b. Etude des interstries	
II.2.2.c. MEB-FEG	77
II.2.3. Mesures de rugosité	
II.2.3.a. Rugosimètre à contact	
II.2.3.b. Profilomètre confocal chromatique	
II.3. PREPARATION DES ECHANTILLONS	
II.3.1. Géométrie des éprouvettes	
II.3.2. Usinage	
II.3.3. Polissage	
II.3.4. Meulage	
II.4. CARACTERISATION DES ETATS DE SURFACE	
II.4.1. Aspect général	

II.4.2. Rugosité	. 83
II.4.3. Zone écrouie	. 84
II.5. ESSAIS DE FATIGUE	85
II.5.1. Essais de fatigue oligocyclique	. 85
II.5.1.a. Machines utilisées	85
II.5.1.b. Mode de pilotage	87
II.5.2. Essais de fatigue endurance	. 87

### **CHAPITRE II :**

## MATERIAU, METHODES DE CARACTERISATION ET CONDITIONS EXPERIMENTALES

#### II.1. Le matériau

Le matériau étudié est un <u>acier inoxydable austénitique de type 304L</u> (norme EN 10027 / AFNOR X2CrNi18-9 ou 1.4307) élaboré par Creusot-Loire Industrie (CLI) sous la forme d'une tôle laminée de dimension 5000 x 2000 x 30 mm (coulée XY 182). Afin d'obtenir une phase austénitique homogène, la tôle a subi un traitement d'hypertrempe : maintien à haute température (entre 1050 et 1150°C) suivi d'un refroidissement rapide (trempe à l'eau). Les coupons utilisés lors de ces travaux sont référencés T218XE. D'autres coupons de cette même tôle ont déjà été utilisés lors de précédentes thèses [Petitjean, 2003 ; Lehericy, 2007 ; De Baglion, 2011 ; Huin, 2013].

#### II.1.1. Composition chimique

Les résultats de l'analyse chimique de la tôle [Akamatsu, Chevalier, 2001] sont présentés dans le Tableau I-2 et sont accompagnés des spécifications de la norme française RCC-M 220 pour les composants de centrale nucléaire.

Eléments chimiques	С	Cr	Ni	Si	Mn	S	Р	Мо	Cu	Ν
RCC-M	≤ 0,03	17 à 20	8 à 12	≤ 1	$\leq 2$	≤ 0,03	≤ 0,045	-	$\leq 1$	-
XY 182	0,029	18,00	10,0	0,37	1,86	0,004	0,029	0,04	0,02	0,056

Tableau II-1 : Composition chimique de la coulée XY 182 (% massique). [Akamatsu, Chevalier, 2001].

#### II.1.2. Microstructure

Un échantillon de la tôle a été « poli miroir » et attaqué chimiquement avec une solution d'eau régale (4 vol. HCl, 3 vol. HNO<sub>3</sub>, 4 vol. H<sub>2</sub>O). La microstructure de l'acier inoxydable illustrée Figure II-1 est constituée d'une matrice austénitique traversée par des chapelets de ferrite résiduelle orientés dans le sens de laminage. La teneur de cette dernière est d'environ 3 %. Des inclusions réparties aléatoirement sont aussi visibles. Leur caractérisation via un capteur EDS-X a
montré qu'elles étaient principalement composées de chrome, de manganèse, d'aluminium et de titane [Petitjean, 2003].



Figure II-1. Détail de la microstructure.

Afin de vérifier les paramètres microstructuraux du nouveau coupon utilisé, une cartographie EBSD a été réalisée au tiers de l'épaisseur de la tôle. La cartographie, Figure II-2, présente l'orientation cristallographique d'environ 18600 grains selon le sens de laminage. De nombreuses macles sont présentes, les joints de macle ont été pris en compte lors de la détermination de la taille de grain.



Figure II-2. Cartographie EBSD selon le sens de laminage sur le coupon T218XE. (en rouge : joint de macle, en noir : joint de grain).

La répartition de la taille de grain est illustrée Figure II-3.(a). <u>La taille moyenne de grain est de 83</u> <u>µm</u>. L'indice de texture obtenu est de 1,37, valeur qui indique l'absence de texture cristallographique, *cf*. Figure II-3.(b).



Figure II-3. Analyse de la cartographie EBSD. (a) Répartition de la taille de grain. (b) Indice de texture et figures de pôle.

L'analyse du précédent coupon de matière avait été réalisée sur 1090 grains et donnait une taille moyenne de grain de 80 µm et un indice de texture de 1,9 [De Baglion, 2011]. Ces légères différences peuvent s'expliquer par la prise en compte d'un nombre de grains plus important dans la présente caractérisation.

# II.1.3. Caractéristiques mécaniques

Les propriétés mécaniques en traction présentées Tableau II-2 ont été déterminées par Petitjean [Petitjean, 2003] lors d'essais de traction monotone à 25 et 300°C pour une vitesse de déplacement de la traverse de 2 mm/min sur des éprouvettes de diamètre 10 mm. La coulée XY182 présente une ductilité importante, en témoigne le fort allongement observé à 25°C.

	Sens du l	aminage	Sens transversal		
_	25°C	300°C	25°C	300°C	
σ <sub>e (0.2%)</sub> (MPa)	214	130	224	133	
σ <sub>max</sub> (MPa)	592	414	593	409	
A (%)	57	39	57	39	
Z (%)	84	78	81	75	

Tableau II-2. Propriétés mécaniques en traction de l'acier 304L, coulée XY182. [Petitjean, 2003].

Des essais de traction dans l'air à 300°C à plus faible vitesse de déformation ont mis en évidence une sensibilité à la vitesse de déformation : une diminution de la vitesse de déformation entraîne une augmentation de la contrainte maximale et de l'allongement à rupture [De Baglion, 2011].

# II.2. Techniques d'observation et de caractérisation

# II.2.1. Microscopie optique

#### II.2.1.a. Loupe binoculaire

La vérification des états de surface obtenus ainsi que des macrographies du faciès de rupture et de la surface des éprouvettes sont réalisées avec une loupe binoculaire Leica MZ-95. L'appareil permet des grossissements de x 0,75 à x 6.

#### II.2.1.b. Microscope optique

Un microscope optique Zeiss Axiovario modèle Z2 permet des observations à plus fort grossissement (x 2,5 à x 1000). Au-delà de la simple acquisition d'une image, ce microscope possède un module de déplacement vertical et un module pour réaliser un assemblage d'images.

Le premier module permet l'acquisition d'une pile d'images réalisées à différentes hauteurs. Le post-traitement génère ainsi une image nette en tout point, mais permet aussi d'accéder à la topographie 3D de l'échantillon. Cette technique est notamment utilisée pour caractériser les défauts introduits à la surface des éprouvettes. Son application pour accéder à la topographie des faciès de rupture est complexe car la luminosité varie considérablement selon l'angle de la surface par rapport à la source lumineuse ce qui bruite le signal et ne donne accès qu'à des informations assez générales.

Le second module permet de balayer une surface en assurant un recouvrement d'une image à l'autre. Le logiciel réalise ensuite l'assemblage des photos pour créer une image unique. Ce module est notamment utile pour l'observation des coupes longitudinales, en établissant une cartographie complète des bords de l'échantillon.

Les cartographies des coupes longitudinales sont ensuite exploitées en effectuant différentes mesures, comme l'illustre la Figure II-4. La longueur totale de la fissure (en bleu) correspond à la somme des différents segments de la fissure, en incluant les branchements et la profondeur est associée à la longueur maximale de la fissure, perpendiculairement au bord libre (segment rouge).



Figure II-4. Définition de la méthode de mesure des longueurs de fissure sur coupe longitudinale.

## II.2.1.c. Microscope confocal interférométrique

Afin d'affiner les mesures de relief et de rugosité, un microscope confocal interférométrique Talysurf CCI 6000 de la marque Taylor Hobson a été utilisé. Comme l'illustre la Figure II-5, le microscope confocal interférométrique fonctionne grâce à une source de lumière blanche. Une partie de la lumière est réfléchie sur un miroir pour donner une longueur de référence, l'autre partie est transmise et atteint la surface de l'échantillon. Un actionneur piézo-électrique permet de régler la focalisation du faisceau atteignant l'échantillon et crée ainsi la figure d'interférence. Un post-traitement détermine l'intensité maximale du signal d'interférence et en déduit la hauteur du point considéré.



Figure II-5. Schéma de fonctionnement du microscope confocal interférométrique.

La résolution optique est de 0,4 à 0,6 µm avec l'objectif utilisé (x 50) et la résolution sur le relief est au maximum de 0,01 nm. Cet appareil a servi à caractériser les états de surface polis et meulés, mais aussi à mesurer avec précision les défauts réalisés sur les éprouvettes avec entaille.

# II.2.2. Microscopie électronique à balayage (MEB)

#### II.2.2.a. MEB conventionnel

L'examen des faciès de rupture ainsi que l'observation du dommage de surface sur le fût des éprouvettes sont réalisés à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB) conventionnel Jeol 6400. La majorité des observations ont été faites en mode « électrons secondaires » (SEI), qui révèle principalement la topographie de l'échantillon. Pour les échantillons sollicités en milieu REP où la couche d'oxyde masque une partie de la surface, ou encore sur l'état de surface meulé où les rayures ont tendance à masquer les fissures, le mode « électrons rétro-diffusés » (COMPO) est utilisé. Le contraste est alors principalement lié à la composition chimique. Les observations sont réalisées avec une tension d'accélération entre 25 et 30 kV. Un porte-échantillon rotatif développé au sein du laboratoire permet l'observation de la totalité du fût des éprouvettes.

#### II.2.2.b. Etude des interstries

En première approche, on peut considérer que la propagation de la fissure a lieu lorsque la contrainte atteint une valeur critique à la pointe de la fissure qui permet l'extension de la fissure. Les mécanismes liés à cet allongement provoquent la création de stries de fatigue qui marquent l'avance de la fissure. La mesure de la distance interstrie permet, au moins dans certains cas, d'estimer la vitesse de propagation locale et ainsi d'avoir des informations post-mortem sur l'évolution de la fissure.

Les mesures d'interstries sont réalisées selon la procédure suivante :

- Observation au MEB du faciès de rupture à faible grossissement pour identifier la zone de rupture finale et le/les site(s) d'amorçage principal(aux).
- Un à trois sites d'amorçage sont choisis pour effectuer les mesures d'interstries.
- En partant de la zone d'amorçage, une bande de photos est réalisée avec un grossissement x 500 jusqu'à un ou deux millimètres de profondeur, puis elle est poursuivie avec des photos x 250 ou x 150 jusqu'à environ 3 mm de profondeur. Au-delà, les stries sont de moins en moins définies et il devient difficile de les mesurer précisément.
- Une seconde série de photos à plus fort grossissement permet de bien distinguer les stries, notamment pour les faibles profondeurs où les distances interstries sont de faible dimension.
- Parfois, des mesures complémentaires sont réalisées localement (configuration particulière, site d'amorçage secondaire présentant moins de matage, ...).

## II.2.2.c. MEB-FEG

Sur certains faciès de rupture, notamment à faible amplitude de sollicitation ( $\pm 0,3$  %), des observations à fort grossissement ont été réalisées sur un MEB-FEG Jeol 7000.

# II.2.3. Mesures de rugosité

Toutes les mesures de rugosité sont filtrées avec un filtre gaussien de longueur de coupure 2,5 mm, conformément aux normes ISO 11562 et ISO 4288.

#### II.2.3.a. Rugosimètre à contact

Un rugosimètre à contact Rugosurf 10 de la marque Tesa est utilisé au Centre Technique AREVA du Creusot avant chaque essai en milieu REP pour contrôler l'état de surface. La rugosité est mesurée via un palpeur de 5  $\mu$ m qui se translate le long de la partie utile. La plage de mesure verticale est de  $\pm$  80  $\mu$ m avec une précision de 40 nm. Les mesures sont réalisées sur quatre profils de 4 mm chacun.

#### II.2.3.b. Profilomètre confocal chromatique

Un appareil de type Altisurf 500 de la société Altimet a servi à mesurer la rugosité le long de différents profils et établir un profil 3D de la surface meulée. Cet appareil effectue les mesures sans contact et fonctionne avec une source de lumière blanche fixe. Les différentes longueurs d'onde de la lumière blanche sont focalisées à différentes profondeurs, comme le montre la Figure II-6. La réflexion par la surface de l'échantillon d'une longueur d'onde donnée permet grâce à un post-traitement informatique de déterminer la hauteur locale.



Figure II-6. Schéma de fonctionnement du profilomètre confocal chromatique. [Société STIL, 2015].

Sur le profilomètre confocal chromatique, la source a un diamètre de 5  $\mu$ m et la précision de mesure verticale est de 10 à 50 nm. Les mesures sont effectuées sur quatre à six profils avec une longueur de mesure de 12 mm.

# II.3. Préparation des échantillons

## II.3.1. Géométrie des éprouvettes

Les éprouvettes sont destinées à la réalisation d'essais de fatigue oligocyclique en déformation totale imposée. La réalisation d'essais sous vide en température et en milieu eau primaire REP nécessite l'utilisation d'un mode de pilotage déporté pour des raisons d'encombrement dans les enceintes et pour le milieu REP, d'exposition à l'environnement aqueux. Le choix d'un pilotage déporté par le biais de collerettes situées sur les épaulements de l'éprouvette a été fait. Ce mode de pilotage étant déjà utilisé au Centre Technique AREVA du Creusot, la géométrie de leurs éprouvettes a été reprise et adaptée aux moyens d'essais du laboratoire. La géométrie de la partie utile a été conservée : un diamètre de 9 mm et une longueur de 13,5 mm, comme l'illustre la Figure II-7.



Figure II-7. Géométrie des éprouvettes de fatigue oligocyclique (en mm).

# II.3.2. Usinage

Les éprouvettes sont prélevées par électroérosion au cœur de la tôle. La Figure II-8 montre que la direction de sollicitation est orientée selon la direction du laminage.



Figure II-8. Plan de prélèvement des éprouvettes dans la tôle (L : Laminage, TL : Travers long, TC : Travers court).

Les ébauches sont ensuite usinées sur un tour numérique HAAS entre pointes. Plusieurs passes d'ébauches sont réalisées jusqu'à l'obtention de la géométrie finale de l'éprouvette. Enfin, une passe de finition permet d'obtenir un état de surface régulier avec une faible rugosité.

	Avance (mm/tr)	Vitesse de rotation (tr/min)	Profondeur de passe au diamètre (mm)	Rayon de l'outil (mm)
Ebauche	0,1	700	1	1,5
Finition	0,05	700	0,2	1,5

Tableau II-3. Conditions de tournage sur le tour numérique HAAS.

Toutes les passes sont faites avec un outil à copier de rayon 1,5 mm mais des plaquettes différentes sont utilisées pour les passes d'ébauche et de finition. Les conditions d'usinage sont rappelées dans le Tableau II-3.

# II.3.3. Polissage

L'état de surface poli miroir est obtenu par polissage mécanique avec des papiers abrasifs de granulométrie : 320, 500, 1000, 2000 et 4000 et une lubrification à l'eau. Ces étapes sont suivies d'un polissage sur drap avec des sprays diamantés de 3 et 1 µm. L'état de surface obtenu est illustré Figure II-9.(a).



# II.3.4. Meulage

Figure II-9. Aspect de l'état de surface. (a) Etat de surface poli. (b) Etat de surface meulé.

Le meulage est effectué sur un tour à partir des paramètres déterminés lors de thèses précédentes [Petitjean, 2003 ; Lehericy, 2007]. Le Tableau II-4 rappelle les différents réglages utilisés.

	Tour	Meule
Référence	H. Ernault Somua J350	A24R – BF42
Vitesse de rotation	800 tr/min	≈ 10 000 tr/min
Sens de rotation	Sens trigonométrique	Sens horaire

Tableau II-4. Paramètres utilisés pour le meulage des éprouvettes.

Le contact entre l'éprouvette et le disque est effectué manuellement, puis une passe de 3/10<sup>ème</sup> au diamètre est réalisée avec une vitesse d'avance de 0,05 mm/tour, soit 40 mm/min. Afin d'éviter tout amorçage au niveau des congés de raccordement, le meulage doit être fait sur l'ensemble de la partie utile, congés inclus, comme le montre la Figure II-9.(b). Ceci nécessite donc l'utilisation d'un copieur afin de suivre la forme de l'éprouvette, comme le montre la Figure II-10.



Figure II-10. Montage servant au meulage des éprouvettes.

# II.4. Caractérisation des états de surface

Les caractéristiques de l'état de surface meulé ont déjà été détaillées par différents auteurs [Petitjean, 2003 ; Lehericy, 2007]. Le lecteur pourra se reporter à ces différents travaux afin d'obtenir des informations complémentaires.

# II.4.1. Aspect général

Pour l'état de surface meulé, le passage de la meule provoque un labourage de la surface et génère des copeaux (Figure II-11.(a)), des entailles (Figure II-11.(b)) ainsi que des rayures (Figure II-11.(c) et (d)). L'orientation des entailles et des rayures est a priori particulièrement néfaste puisqu'elles sont toutes perpendiculaires à l'axe de sollicitation.



Figure II-11. Détails de la surface meulée (flèche rouge : axe de sollicitation).

L'observation au microscope confocal interférométrique permet de mettre en évidence différentes caractéristiques de l'état de surface meulé :

- la Figure II-12 montre clairement la présence de rayures perpendiculaires à l'axe de sollicitation sur l'ensemble de la surface observée. De plus, un relief à une échelle plus macroscopique, de l'ordre de 300 µm, est observé.
- le procédé de meulage génère aussi en surface des facettes, comme le montre la Figure II-13. Elles sont créées par les arrachements de matière liés au passage de la meule.



Figure II-12. Cartographie 3D d'une éprouvette meulée avec un rendu en fausses couleurs selon la hauteur du point mesuré.



Figure II-13. Cartographie 3D d'une éprouvette meulée avec un rendu photo-réaliste.

Une caractérisation précise de ces facettes de meulage a été menée. Des images réalisées au profilomètre confocal chromatique telles que celles présentées sur la Figure II-14.(a) permettent de bien mettre en évidence les facettes.



Figure II-14. (a) Cartographie 3D de la surface meulé avec le profilomètre confocal chromatique. (b) Orientation des facettes.

La détermination statistique des dimensions longitudinales et transversales a été réalisée à partir de mesures sur plus de 400 facettes. Les résultats présentés sur la Figure II-15 et dans le Tableau II-5 montrent que les facettes sont allongées dans la direction transversale (perpendiculairement à l'axe de sollicitation).



Figure II-15. Distribution des dimensions (a) longitudinales et (b) transversales des facettes de meulage.

Direction	Premier décile (µm)	Médiane (µm)	Dernier décile (µm)
Longitudinale	80	215	490
Transversale	410	595	875

Tableau II-5. Principaux paramètres des distributions des dimensions longitudinales et transversales des facettes.

Au terme du polissage, l'état de surface correspond bien a un état « poli miroir ». Les quelques rayures subsistantes sont orientées dans une direction proche de celle de l'axe de chargement.

# II.4.2. Rugosité

Le meulage est un procédé de préparation qui introduit des concentrateurs de contraintes tout au long de la partie utile. Les éprouvettes étant destinées à des essais de fatigue oligocyclique, le paramètre  $R_t$  semble être le plus pertinent pour caractériser l'état de surface meulé, puisqu'il permet d'évaluer la profondeur du plus grand creux sur une longueur d'évaluation donnée, et donne donc une première indication de la "nocivité potentielle" du meulage, *cf.* I.1.3.c.

Pour les éprouvettes meulées, la rugosité visée est :  $\underline{R_t}$  (moyen)  $\approx 40 \ \mu m$  avec  $\underline{R_t} \in [35-50 \ \mu m]$ . Quatre profils ont été effectués pour chaque éprouvette, comme le montre la Figure II-16. La présence de pics très fins (quelques microns) augmente de manière assez marquée les valeurs de  $R_t$ . La répétition des mesures sur une même zone ne modifie pas le profil obtenu.



Figure II-16. Différents profils de rugosité réalisés avec le profilomètre confocal chromatique sur XEM41.

Les mesures réalisées avec le rugosimètre à contact et avec le rugosimètre confocal chromatique sont rassemblées dans le Tableau II-6. Il ressort de cette comparaison que les valeurs obtenues semblent dépendre de l'appareil utilisé. En général :

 $R_t(contact) < R_t(chromatique)$ 

 $R_a(contact) > R_a(chromatique)$ 

 $R_q$ (contact) >  $R_q$ (chromatique)

	<i>Rugosimètre à contact</i>	Nombre	Profi	Profilo. conf. chrom.					
Référence	de profils	R <sub>t</sub> moyen (μm)	R <sub>a</sub> moyen (µm)	R <sub>q</sub> moyen (μm)	Référence	de profils	R <sub>t</sub> moyen (μm)	R <sub>a</sub> moyen (μm)	R <sub>q</sub> moyen (μm)
XEM38	4	46,4	5,0	6,6	XEM38	4	52,9	5,1	6,4
XEM39	4	49,5	6,3	8,0	XEM39	4	52,7	5,3	6,8
XEM40	4	41,4	5,8	7,1	XEM40	4	46,2	4,5	5,6
XEM41	4	40,8	5,2	6,5	XEM41	4	54,4	5,0	6,3
XEM42	4	42,0	5,3	6,5	XEM42	4	58,8	4,6	5,8
XEM43	4	43,1	5,4	6,8	XEM43	4	52,6	4,6	5,8

Tableau II-6. Comparaison des mesures de rugosité réalisées avec le rugosimètre à contact et avec le profilomètre confocal chromatique.

L'étalonnage des deux appareils ayant été réalisé dans les mêmes conditions (étalon de  $R_a=4 \mu m$ ), ces différences semblent liées à la longueur de mesure qui est de 4 mm avec le rugosimètre à contact et de 12 mm avec le profilomètre confocal chromatique. En effet, en considérant une longueur d'étude plus importante, la probabilité de trouver un sommet ou une vallée plus grand augmente, donc le  $R_t$  aura tendance à augmenter. De même, les mesures de rugosité basées sur des moyennes ( $R_a$ ,  $R_q$ ) auront tendance à diminuer car plus de points sont pris en compte et plus l'effet d'un événement local important est donc minimisé. Dans la suite du manuscrit, les mesures qui seront présentées sont celles réalisées avec le profilomètre confocal chromatique.

Concernant l'état de surface poli, quelques mesures ont été réalisées avec le rugosimètre à contact. Les résultats indiquent un  $R_t$  inférieur à 1  $\mu$ m.

# II.4.3. Zone écrouie

Les opérations de tournage introduisent en surface une couche écrouie. Le choix a été fait de la conserver afin d'être plus représentatif des conditions industrielles. Cette couche est partiellement retirée lors des opérations de polissage ou de meulage.

Afin de la caractériser en profondeur, des filiations de microdureté Vickers ont été faites avec un ultra-micro duromètre H100C de Fischer. Les mesures sont réalisées sur des coupes longitudinales en utilisant une force de 25 mN ( $\approx$  Hv<sub>0.0025</sub>), afin de pouvoir s'approcher au maximum du bord sans que les mesures soient trop perturbées.



Figure II-17. Profil de dureté en fonction de la profondeur et de l'état de surface pour une charge de 25 mN.

Les résultats sont présentés Figure II-17, chaque point correspond à une moyenne de cinq mesures. Les barres d'erreurs indiquent les duretés minimales et maximales mesurées. Les profils de dureté sont similaires pour les deux états de surface. La couche écrouie est de 150 à 200 µm. Petitjean [Petitjean, 2003] a montré que cette couche écrouie était générée par le tournage des éprouvettes et il a estimé sa profondeur à 200 µm sur une éprouvette de diamètre 6 mm. Lehericy [Lehericy, 2007] a aussi mis en évidence la présence d'une zone plus dure en extrême surface (5 µm de profondeur) sur l'état de surface meulé.

# II.5. Essais de fatigue

## II.5.1. Essais de fatigue oligocyclique

#### II.5.1.a. Machines utilisées

Tous les essais ont été réalisés en déformation totale imposée avec un rapport de charge  $R_{\epsilon}$ =-1. Différentes amplitudes ( $\Delta \epsilon = \pm 0,3 \%$  et  $\pm 0,6 \%$ ) et différentes vitesses de déformation ( $\dot{\epsilon} = 4.10^{-3}, 1.10^{-4}$  et  $1.10^{-5}$  s<sup>-1</sup>) ont été appliquées.

Trois environnements ont été utilisés : vide, air et milieu eau primaire REP. Les essais dans les deux premiers environnements ont été conduits au sein de l'Institut Pprime, tandis que les essais en milieu REP ont été réalisés au Centre Technique AREVA du Creusot. Tous les essais de fatigue oligocyclique présentés ici ont été réalisés à **300°C**.

Les essais sous vide sont réalisés sur une machine de fatigue électromécanique Instron 1362  $\pm$  50 kN équipée d'une enceinte à vide et d'un four à résistance *cf.* Figure II-18.(a). Une pompe primaire à palettes et une pompe secondaire turbo-moléculaire assure un vide poussé entre 5.10<sup>-9</sup> et 1.10<sup>-8</sup> bar. Les essais en air sont conduits sur une machine similaire disposant d'un four à lampes, comme le montre la Figure II-18.(b).

(a)



Figure II-18. Machines de fatigue oligocyclique. (a) Sous vide. (b) En air.

Les essais en milieu eau primaire REP sont réalisés sur une machine hydraulique MTS dotée d'une cellule de charge de  $\pm$  100 kN et d'un autoclave permettant les essais en eau à 300°C et 140 bar, *f*. Figure II-19.



Figure II-19. Machine d'essai en milieu REP. (a) Schéma de fonctionnement. (b) Photo.

En général, à l'issue des essais en fatigue oligocyclique, les éprouvettes ne sont pas totalement rompues pour éviter le matage du faciès. Afin de pouvoir observer le faciès de rupture, les éprouvettes sont alors rompues en contrainte imposée à Air, 20°C, 1,5 Hz avec  $R_{\sigma}$ =0,3 et une contrainte maximale correspondant à 80% de la contrainte appliquée au dernier cycle de l'essai en déformation imposée.

# II.5.1.b. Mode de pilotage

Le mode de pilotage retenu est un pilotage déporté à partir de collerettes situées sur les épaulements de l'éprouvette. Deux capteurs LVDT (Linear Variable Differential Transformer) placés parallèlement à la ligne assurent la mesure du déplacement imposé et un pilotage sur la moyenne des deux signaux permet de minimiser les effets d'une éventuelle flexion. Afin d'uniformiser le mode de pilotage et de pouvoir comparer directement tous les essais, ce mode de pilotage a été utilisé dans tous les environnements, comme le montre la Figure II-20.



Figure II-20. Système de pilotage déporté. (a) Sous vide. (b) Dans l'air. (c) En milieu REP.

Le pilotage déporté nécessite de réaliser un étalonnage préalable pour relier le déplacement imposé au niveau des collerettes via les LVDT et la déformation de la partie utile. Cet étalonnage avait été mené lors d'une précédente thèse [De Baglion, 2011] et avait été confirmé par une simulation numérique.

# II.5.2. Essais de fatigue endurance

Afin d'obtenir un marquage net du front de fissure lors d'essais interrompus, certaines éprouvettes ont été rompues en traction répétée ( $R_{\sigma}$ =0,2 ou 0,3) dans le domaine de l'endurance. Cette phase de rupture est réalisée sur une machine servo-hydraulique Instron 8501 ± 25 kN à température ambiante en contrainte imposée avec une fréquence de 10 Hz. Pour cette fréquence et les niveaux de contrainte considérés, aucun échauffement significatif n'a été observé.

# **CHAPITRE III :**

# ETAT DE SURFACE POLI - INFLUENCE DE LA VITESSE DE DEFORMATION

III.1. Comportement cyclique et duree de vie	92
III.1.1. Influence intrinsèque de la vitesse de déformation	92
III.1.2. Influence des effets d'environnement et de la vitesse de déformation	94
III.1.3. Influence de l'amplitude de déformation	98
III.1.4. Comparaison avec la littérature	. 100
III.1.5. Synthèse	102
III.2. ETUDE DE L'ENDOMMAGEMENT	103
III.2.1. Sous vide	103
III.2.1.a. Quantification de l'endommagement en surface après 6000 cycles	103
III.2.1.b. Caractéristiques de l'endommagement en profondeur après 6000 cycles	105
III.2.1.c. Synthèse	108
III.2.2. Dans l'air	. 108
III.2.2.a. Quantification de l'endommagement en surface après 300 et 600 cycles	109
III.2.2.b. Caractéristiques de l'endommagement en profondeur après 2500 cycles	111
III.2.2.c. Quantification de l'endommagement en profondeur déterminé à rupture sur des coupes longitudinale	s. 113
III.2.2.d. Synthèse	115
III.2.3. En milieu REP	. 116
III.2.3.a. Quantification de l'endommagement en surface après 300 et 600 cycles	116
III.2.3.b. Caractéristiques de l'endommagement en profondeur à partir d'essais interrompus	117
III.2.3.c. Quantification de l'endommagement en profondeur déterminé à rupture sur des coupes longitudinale	s. 120
III.2.3.d. Synthèse	122
III.2.4. Discussion sur l'endommagement selon l'environnement et la vitesse de déformation	. 122
III.2.4.a. Quantification de l'endommagement en surface	123
III.2.4.b. Caractéristiques de l'endommagement en profondeur	123
III.3. ANALYSE DE LA PHASE DE PROPAGATION (AIR ET MILIEU REP)	126
III.3.1. Analyse fractographique	. 127

III.3.1.a. Observations générales	127
III.3.1.b. Influence de l'environnement sur l'aspect du faciès de rupture	128
III.3.1.c. Influence de la vitesse de déformation sur l'aspect du faciès de rupture	132
III.3.1.d. Influence de l'amplitude de déformation sur l'aspect du faciès de rupture	
III.3.1.e. Observations complémentaires	137
II.3.2. Analyse des mesures d'interstries en fonction de la profondeur	
III.3.2.a. Comparaison des mesures d'interstrie en fonction des conditions de sollicitation	139
III.3.2.b. Synthèse	
II.3.3. Utilisation du paramètre mécanique $\Delta K_{\varepsilon}$	142
III.3.3.a. Evolution de la géométrie de la fissure en fonction de la profondeur	
III.3.3.b. Analyse de l'influence de la multi-fissuration dans l'air	
III.3.3.c. Analyse des courbes représentant l'interstrie en fonction de $\Delta K_{\epsilon}$	150
III.3.3.d. Calcul du nombre de cycles consacré à la phase propagation	153
III.3.3.e. Synthèse	160
II.3.4. Etablissement de lois de propagation macroscopiques	
II.3.5. Essais avec changement d'environnement	165
4. Synthese et conclusions	
	III.3.1.a. Observations générales   III.3.1.b. Influence de l'environnement sur l'aspect du faciès de rupture   III.3.1.c. Influence de la vitesse de déformation sur l'aspect du faciès de rupture   III.3.1.d. Influence de l'amplitude de déformation sur l'aspect du faciès de rupture   III.3.1.e. Observations complémentaires   III.3.2. Analyse des mesures d'interstries en fonction de la profondeur   III.3.2.a. Comparaison des mesures d'interstrie en fonction des conditions de sollicitation   III.3.2.b. Synthèse   III.3.3.a. Utilisation du paramètre mécanique $\Delta K_ε$ III.3.3.a. Evolution de la géométrie de la fissure en fonction de la profondeur   III.3.3.c. Analyse des courbes représentant l'interstrie en fonction de $\Delta K_ε$ III.3.3.c. Analyse des courbes représentant l'interstrie en fonction de $\Delta K_ε$ III.3.3.c. Synthèse   III.3.3.c. Analyse des courbes représentant l'interstrie en fonction de $\Delta K_ε$ III.3.3.c. Analyse des courbes représentant l'interstrie en fonction de $\Delta K_ε$ III.3.3.c. Synthèse   III.3.3.4. Etablissement de lois de propagation macroscopiques   III.3.5. Essais avec changement d'environnement   4. SYNTHESE ET CONCLUSIONS

# CHAPITRE III : Etat de surface poli - influence de la vitesse de deformation

Les données obtenues sur l'état de surface poli miroir avec un signal de chargement triangle (comportement cyclique, caractéristiques de l'endommagement, durées de vie) constituent une référence indispensable pour pouvoir caractériser d'une part l'influence d'un état de surface meulé et d'autre part l'impact d'un signal complexe de chargement. Les différents paramètres étudiés ici sont la vitesse de déformation, les effets d'environnement et l'amplitude de déformation. Dans cette partie de nombreux résultats provenant de la thèse de De Baglion [De Baglion, 2011] ont été intégrés, *cf.* Tableau III-1. De nouvelles expérimentations ont permis de compléter ces travaux : ainsi certains essais ont été répétés pour évaluer la variabilité des résultats, l'étude de l'endommagement a été complétée et une analyse plus poussée de la phase de propagation des fissures a été conduite.

± 0,3 %	4.10 <sup>-3</sup> s <sup>-1</sup>	1.10 <sup>-4</sup> s <sup>-1</sup>	1.10 <sup>-5</sup> s <sup>-1</sup>
Vide			
Air			
Milieu REP			

± 0,6 %	4.10 <sup>-3</sup> s <sup>-1</sup>	1.10 <sup>-4</sup> s <sup>-1</sup>	1.10 <sup>-5</sup> s <sup>-1</sup>
Vide			
Air			
Milieu REP			

Tableau III-1. Origine des essais utilisés. En bleu, essais provenant de [De Baglion, 2011] ; en vert, conditions où des essais complémentaires ont été réalisés ; en orange, nouvelle condition investiguée à rupture.

Le comportement cyclique et les durées de vie seront tout d'abord présentés en fonction des différents paramètres considérés. La seconde partie s'attachera à détailler l'impact de la vitesse de déformation sur la fissuration, notamment à travers la caractérisation des populations de fissures, de leur morphologie et de leur croissance dans les différents environnements. Pour finir, la phase de propagation sera analysée, elle représente pour les amplitudes de déformation étudiées la grande majorité de la durée de vie. Nous détaillerons les cinétiques de croissance qui interviennent lors de cette phase de propagation à travers deux approches : l'une qui analyse la

propagation à l'échelle locale, en considérant les stries de fatigue présentes sur le faciès de rupture, l'autre qui s'attache à établir une loi de propagation phénoménologique macroscopique, notamment à partir d'essais interrompus pour chaque condition de sollicitation. Les deux approches seront ensuite confrontées.

# III.1. Comportement cyclique et durée de vie

Le comportement en fatigue oligocyclique est classiquement déterminé en utilisant l'environnement air comme référence. Or de nombreuses études, en particulier celles menées au sein du laboratoire sur les aciers inoxydables austénitiques 316L et 304L [Alain et al., 1997; Mendez, 1999; Mineur et al., 2000; De Baglion, Mendez, 2010], ont montré que l'environnement air accélérait l'endommagement et réduisait la durée de vie par rapport à un milieu neutre, mais n'affectait pas le comportement cyclique. De plus, l'importance des effets de l'air dépend de la température, de l'amplitude de sollicitation et de la vitesse de déformation [De Baglion, 2011]. Pour s'affranchir de cette influence de l'environnement air, il est nécessaire d'étudier le comportement intrinsèque du matériau en milieu inerte ou sous vide poussé.

Dans un premier temps, les résultats obtenus sous vide secondaire seront présentés. Par la suite, les essais en air et dans le milieu eau primaire REP permettront de mieux appréhender les effets liés à chacun de ces environnements. L'influence de l'amplitude de déformation sera aussi abordée. Le comportement cyclique et la durée de vie seront analysés à travers trois grandeurs :

- $\sigma_{PIC}$  : contrainte maximale au pic de consolidation.
- σ<sub>STAB</sub> : contrainte atteinte lors de la stabilisation. En milieu REP, la stabilisation n'étant jamais atteinte, la valeur considérée correspond au niveau de contrainte à mi-durée de vie.
- $N_5$ : correspond au nombre de cycles nécessaire pour observer une chute de 5 % de la  $\sigma_{STAB}$ . Cette valeur sera ici assimilée à la durée de vie. Elle permet une comparaison avec les résultats d'autres auteurs (Petitjean, 2003 ; Lehericy, 2007 ; De Baglion, 2011). Il faut noter que certaines publications identifient la durée de vie au  $N_{25}$  mais il n'y a pas de différence significative entre ces deux grandeurs, le nombre de cycles pour le  $N_{25}$  est seulement légèrement plus important (une centaine de cycles).

# III.1.1. Influence intrinsèque de la vitesse de déformation

Le comportement intrinsèque du matériau a été établi sous vide à une amplitude de  $\pm$  0,6 % pour les trois vitesses de déformation : 4.10<sup>-3</sup>, 1.10<sup>-4</sup> et 1.10<sup>-5</sup> s<sup>-1</sup>. La Figure III-1 présente l'évolution de la contrainte maximale et minimale en fonction du nombre de cycles. L'essai à 1.10<sup>-5</sup> s<sup>-1</sup> n'a pas pu être mené à rupture car, dans ces conditions, un cycle dure 40 minutes et la réalisation de l'essai à rupture aurait demandé plusieurs mois. On retrouve au niveau de la réponse cyclique les différentes phases du comportement cyclique d'un acier inoxydable : durcissement, adoucissement, stabilisation (*d*. partie I.1.1).



Figure III-1. Influence de la vitesse de déformation sur le comportement cyclique sous vide. Poli,  $\pm$  0,6 %.

A 300°C, ce type d'acier est sensible au phénomène de vieillissement dynamique évoqué dans le paragraphe I.1.3.d, qui se traduit, lorsque la vitesse de déformation diminue, par :

- une augmentation des niveaux de contrainte, notamment autour du pic de durcissement primaire. On parle alors de sensibilité négative des contraintes à la vitesse de déformation.
- un décalage de ce pic de contrainte vers les plus grands nombres de cycles.
- une diminution de la durée de vie (environ 20% à  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup>, par rapport à  $4.10^{-3}$  s<sup>-1</sup>).

Ces résultats mettent donc en évidence un <u>effet de la vitesse de déformation sur la durée de vie</u> sous vide.

L'ensemble des essais réalisés sous vide est rassemblé sur la Figure III-2. Le Tableau III-2 rassemble les valeurs de  $\sigma_{\text{PIC}}$ ,  $\sigma_{\text{STAB}}$  et N<sub>5</sub> déterminées pour les différents essais conduits sous vide. La dispersion a été quantifiée en déterminant la moyenne et l'écart type pour chaque vitesse de déformation. Les écarts sont assez faibles sur la réponse en contrainte puisque la dispersion est inférieure à 2,5 % au niveau du pic de durcissement primaire (zone où les différences en termes de réponse cyclique sont les plus marquées). Pour les durées de vie, la dispersion est de 10 à 15 %.



Figure III-2. Comportement cyclique sous vide pour différentes vitesses de déformation. Poli,  $\pm 0,6\%$ .

Au vu du nombre de paramètres étudiés, il était impossible de multiplier les essais pour chacune des conditions afin d'avoir une répartition statistique détaillée. L'objectif est ici de mettre en évidence les grandes évolutions et les couplages entre les différents paramètres, pour mieux comprendre les mécanismes mis en jeu. La notion d'écart à la moyenne est donc utilisée de manière abusive vu le faible nombre de valeurs prises en compte. Elle n'en reste pas moins un indicateur de la dispersion expérimentale.

Environ- nement	Vitesse de déformation (s <sup>-1</sup> )	Référence	σ <sub>ріс</sub> (MPa)	σ <sub>STAB</sub> (MPa)	N5 (cycles)	Moyenne	Ecart à la moyenne
		NPC27VNC	258	230	16 000	N₅ : 17 363	14 % sur N-
	4.10-3	NPC07V	259	224	20 090	$\sigma_{\rm MG}$ : 260 MPa	1 2 % sur one
		NPC08V	264	231	16 000	$0_{\rm PIC}$ . 200 MI a	1,2 70 Sur OPIC
Vide	1 10-4	NPC26VNC	275	231	12 930	N <sub>5</sub> :12 030	$11~\%~sur~N_5$
	1.10	NPC10V	284	238	11 130	$\sigma_{PIC}\colon 280 \text{ MPa}$	2,3 % sur $\sigma_{PIC}$
	1 10-5	NPC20WNC	294		Non déterminé		
	1.10-5	NPC20VNC	294	-	(Arrêt à 900)		

Tableau III-2. Valeur des contraintes et des durées de vie selon la vitesse de déformation. Poli, vide, ± 0,6%.

# III.1.2. Influence des effets d'environnement et de la vitesse de déformation

Sous vide, l'influence de la vitesse de déformation, et donc du phénomène de vieillissement dynamique, impacte la réponse cyclique en contrainte, les mécanismes de déformation et les durées de vie. Dans un environnement actif, le temps d'exposition du matériau va aussi évoluer. La Figure III-3 rassemble les courbes de comportement cyclique à  $\pm$  0,6 % dans les différents environnements étudiés (vide, air et milieu REP) et pour les trois vitesses de déformation. A une vitesse de déformation donnée, la réponse cyclique est semblable pour les trois environnements dans la partie de durée de vie commune. Le comportement cyclique n'est donc pas affecté par l'environnement. Par contre, l'endommagement macroscopique ainsi que la rupture des éprouvettes survient plus tôt dans l'air et surtout en milieu REP et de ce fait, la phase de durcissement secondaire observée sous vide, voire la phase de stabilisation, n'est pas toujours observée. Les durées de vie sont fortement affectées par l'environnement. Le milieu REP apparaît comme le milieu le plus actif et conduit à une diminution de durée de vie importante.

Le Tableau III-3 rassemble les niveaux de contrainte et les durées de vie obtenues pour l'ensemble des essais réalisés dans l'air et en milieu REP à  $\pm$  0,6 %. Pour la vitesse de sollicitation de  $1.10^{-5}$  s<sup>-1</sup>, l'essai mené dans l'air a été interrompu car il était trop long pour pouvoir être mené jusqu'à rupture. La dispersion sur les contraintes est faible (inférieure à 1 %) et en ce qui concerne les durées de vie, la dispersion est inférieure à 10 % dans l'air. En milieu REP, le nombre d'essais possibles étant assez limité, les essais à rupture n'ont généralement pas été doublés. Cependant le niveau d'endommagement observé lors d'essais interrompus permet souvent d'étayer les durées de vie obtenues.

Environ- nement	Vitesse de déformation (s <sup>-1</sup> )	Référence	бріс (MPa)	σ <sub>STAB</sub> (MPa)	N5 (cycles)	Moyenne	Ecart à la moyenne
		NPC03T	265	230	5 500	N₅ · 5 247	7 % sur Nr
	4.10-3	NPC15TNC	262	230	4 850	σ <sub>PIC</sub> : 264 MPa	$0.8\%$ sur $\sigma_{\rm PC}$
		XXP89T	266	234	5 390	OPIC: 201101 a	0,0 70 301 OPIC
Air	1 10-4	NPC04T	277	237	5 270	N <sub>5</sub> : 5 295	$1 \% sur N_5$
	1.10	NPC06T	281	241	5 320	σ <sub>PIC</sub> : 279 MPa	1,0 % sur $\sigma_{PIC}$
	1 10 <sup>-5</sup>	NPC13T	296	249	Non déterminé		
	1.10	1110151	270	217	(Arrêt à 2 500)		
	4.10-3	XXP71A	267	230	2 890		
Milieu	1.10-4	NPC03A	277	244	900		
REP	1 10-5	XEP56A	303	291	535	$N_5:768$	43 % sur N5
	1.10 5	NPC11A	300	269	1 000	σ <sub>PIC</sub> : 302 MPa	0,7 % sur $\sigma_{PIC}$

Tableau III-3. Valeur des contraintes et des durées de vie pour différents environnements et différentes vitesses de déformation.

Poli, ± 0,6 %.



Figure III-3. Influence de l'environnement (vide, air et milieu REP) aux différentes vitesses de déformation. Poli,  $\pm 0,6$  %. (a)  $4.10^3$  s<sup>-1</sup>. (b)  $1.10^4$  s<sup>-1</sup>. (c)  $1.10^5$  s<sup>-1</sup>.

En milieu eau primaire REP à la vitesse de 1.10<sup>-5</sup> s<sup>-1</sup>, deux essais ont été effectués qui présentent des durées de vie assez différentes : 535 et 1 000 cycles. Cet écart dépasse la dispersion expérimentale généralement observée en milieu REP.

L'évolution de la durée de vie selon la vitesse de déformation et l'environnement considérés est présentée sur la Figure III-4. Le Tableau III-4 fournit les rapports de durées de vie mettant en évidence l'impact de la vitesse de déformation sur cette grandeur. L'influence intrinsèque de la vitesse de déformation, mise en évidence sous vide, apparaît clairement. Sur le même intervalle de vitesse (de  $4.10^{-3}$  à  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup>), la durée de vie dans l'air n'est pas affectée par la vitesse de déformation. Par contre, en milieu eau primaire REP, l'influence de la vitesse de déformation est nettement plus importante que dans les autres environnements pour  $4.10^{-3}$  et  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup>. A la vitesse de  $1.10^{-5}$  s<sup>-1</sup>, la dispersion est importante et les essais ne sont pas assez nombreux pour conclure sur une éventuelle stabilisation de l'effet de la vitesse de déformation en milieu eau primaire REP pour des vitesses de déformation inférieures à  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup>. Cependant, les essais interrompus qui seront présentés plus loin apporteront des données supplémentaires tendant à confirmer d'une certaine stabilisation des durées de vie.



	N5 (4.10 <sup>-3</sup> ) / N5 (1.10 <sup>-4</sup> )	N5 (4.10 <sup>-3</sup> ) / N5 (1.10 <sup>-5</sup> )
Vide	1,2	-
Air	1,0	-
Milieu REP	3,2	2,9 - 5,4

Figure III-4. Evolution de la durée de vie en fonction de la vitesse de déformation pour les trois environnements étudiés. Poli, ± 0,6.

Tableau III-4. Rapports des durées de vie en fonction de la vitesse de déformation pour les différents environnements. Poli,  $\pm 0,6\%$ .

Ces résultats mettent en évidence <u>des interactions entre les effets de la vitesse de déformation et</u> <u>l'influence de l'environnement</u>. En effet, <u>dans l'air</u>, <u>l'effet de la vitesse de déformation sur la</u> <u>durée de vie est atténué par rapport au comportement intrinsèque mis en évidence sous vide</u>, <u>tandis qu'en milieu REP il est amplifié</u>.

## III.1.3. Influence de l'amplitude de déformation

La Figure III-5 présente le comportement cyclique pour les essais réalisés à  $\pm$  0,3 et  $\pm$  0,6 % en fonction de la vitesse de déformation et de l'environnement. A  $\pm$  0,3 %, les niveaux de contrainte au pic de durcissement primaire sont plus faibles d'environ 90 MPa par rapport à  $\pm$  0,6 %. De plus, l'évolution de la réponse cyclique (durcissement, adoucissement, stabilisation) est moins marquée. Pour les essais en air, et surtout sous vide, l'existence d'un durcissement secondaire est visible. Ce dernier est attribué à la formation d'une structure de dislocations particulière appelée « côte de velours » ou « corduroy » associée à un glissement très planaire [Gerland et al., 1993, 1997]. Il requiert une déformation plastique cumulée importante.



Figure III-5. Evolution du comportement cyclique à  $\pm 0,3$  et  $\pm 0,6$  % en fonction de l'environnement. (a)  $4.10^{-3} s^{-1}$ . (b)  $1.10^{-4} s^{-1}$ . Poli.

Les durées de vie sont données dans le Tableau III-5 pour la plus faible amplitude de déformation. Les essais n'ont pas été doublés à cause de leur durée importante. La réalisation

d'un essai sous vide à $\pm$ 0,3 % et $1.10^4$ s <sup>-1</sup> aurait permis d'avoir une référence pour analyser
précisément l'influence de l'environnement et de la vitesse de déformation, mais sa réalisation
aurait demandé plusieurs mois voire une année, ce qui était difficilement envisageable.

Environnement	Vitesse de déformation (s <sup>-1</sup> )	Référence	σ <sub>PIC</sub> (MPa)	σ <sub>STAB</sub> (MPa)	N5 (cycles)
Vide	4.10-3	NPC20VNC	178	170	591 600
Air	4.10-3	NPC17TNC	172	164	31 090
	1.10-4	NPC18TNC	180	173	28 430
Milieu REP	4.10-3	NPC20A	180	164	9 950
	1.10-4	NPC23A	187	172	5 200

Tableau III-5. Durées de vie dans les différents environnements à  $\pm 0,3$  %. Poli.

Les durées de vie à faible amplitude de déformation sont bien plus importantes que celles obtenues à  $\pm$  0,6 %. Cette différence est particulièrement marquée sous vide, et tend à diminuer dans les environnements actifs (dans l'air et surtout en milieu REP). A partir de ces résultats, l'importance de l'influence de l'environnement a été évaluée en calculant les rapports de durées de vie entre les différents milieux, *cf.* Tableau III-6. A la vitesse de 4.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>, les effets d'environnement (air et milieu REP) apparaissent comme plus importants à faible amplitude de déformation ( $\pm$  0,3 %). A 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>, on ne peut conclure en l'absence des données de référence sous vide.

Amplitudo	Vitesse de	N <sub>5</sub> (vide)	N5 (vide) /	N5 (air) /
Ampiltude	déformation (s <sup>-1</sup> )	/ N5 (air)	N5 (REP)	N5 (REP)
± 0,3 %	4.10-3	19,0	59,5	3,1
	1.10-4			5,5
± 0,6 %	4.10-3	2,9	5,5	1,9
	1.10-4	2,4	14,4	5,9

Tableau III-6. Rapports des durées de vie montrant l'influence de l'environnement. Poli.

La Figure III-6 montre l'évolution de la durée de vie en fonction de l'ensemble des paramètres étudiés : amplitude, vitesse de déformation et environnement. On retrouve les résultats détaillés précédemment.



Figure III-6. Evolution de la durée de vie en fonction de l'amplitude, de la vitesse de déformation et de l'environnement. Poli.

# III.1.4. Comparaison avec la littérature

Concernant le comportement cyclique, les évolutions de contrainte obtenues sont similaires à celles présentes dans la littérature. Leax a établi une courbe d'écrouissage cyclique à différentes températures à partir de résultats obtenus sur les aciers inoxydables austénitiques 304 et 316 [Leax, 1998]. La courbe déterminée à 300°C est comparée avec les résultats obtenus en air sur la Figure III-7. L'évolution de la contrainte stabilisée en fonction de l'amplitude de déformation suit les prédictions de Leax, mais les niveaux de contrainte obtenus lors des essais sont légèrement plus faibles.



Figure III-7. Courbe d'écrouissage cyclique. Comparaison de la courbe de Leax [Leax, 1998] avec les données obtenues à 300°C dans l'air. Poli.

Ce résultat semble être lié à la composition chimique de cette tôle (CLI) qui contient légèrement plus de carbone et un peu moins de chrome que les tôles « classiques » en acier 304L. La comparaison du comportement cyclique avec une autre tôle (Thyssen) montre pour la tôle CLI des niveaux de contrainte plus faibles au niveau de la phase de stabilisation [Le Roux et al., 2008].

Les durées de vie obtenues ont été comparées avec quelques résultats de la littérature sur la Figure III-8. Huin [Huin, 2013] a réalisé des essais de fatigue sur la même tôle, en air et en milieu REP, à la vitesse de déformation de 4.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>. Ses résultats sont en bon accord avec les nôtres. Des résultats obtenus sur une autre tôle (Industeel) sont aussi représentés, ils sont issus des travaux de Le Duff *et al.* [Le Duff et al., 2008, 2009]. Lorsque la vitesse de déformation diminue, on peut noter que ces derniers montrent une diminution de la durée de vie dans l'air plus importante que ce que nous avons pu observer. En milieu REP, les résultats sont cohérents avec ceux que nous avons obtenus.



Figure III-8. Comparaison des durées de vie avec la littérature. Poli. [Huin, 2013 ; Le Duff et al., 2008, 2009].

Les durées de vie que nous avons obtenues peuvent aussi être comparées dans l'air avec la courbe moyenne ANL dont la formule est donnée par l'Équation I-6, *d*. Figure III-9. La courbe ANL est considérée comme indépendante de la vitesse de déformation ; nos résultats viennent se placer juste au-dessus.

Nos résultats expérimentaux obtenus en milieu REP sont comparés avec la courbe moyenne ANL corrigée des effets d'environnement « théoriques » au travers du facteur *Fen, cf.* Équation I-8, déterminé pour chaque vitesse de déformation. Pour l'amplitude de  $\pm$  0,6 %, nos résultats se situent toujours au-delà des courbes en milieu REP. A  $\pm$  0,3 %, les essais se situent soit sur la courbe, soit légèrement en deçà. Ceci indique simplement que les durées de vie obtenues expérimentalement sont proches de la durée de vie théorique moyenne.



Figure III-9. Comparaison avec la courbe moyenne en air et les courbes moyennes théoriques en milieu REP. Poli.

# III.1.5. Synthèse

Un effet intrinsèque de la vitesse de déformation sur le comportement cyclique et la durée de vie lié au phénomène de vieillissement dynamique avait été montré par De Baglion [De Baglion, 2011] à travers la réalisation d'essais sous vide.

En présence d'un milieu actif (air ou milieu eau primaire REP), une variation de la vitesse de déformation modifie à la fois les mécanismes de déformation plastique liés au phénomène de vieillissement dynamique et le temps d'exposition du matériau à l'environnement. Pourtant on note sur les durées de vie un effet plus faible de l'environnement air à la vitesse de sollicitation de  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup> qu'à  $4.10^{-3}$  s<sup>-1</sup>. Au contraire, l'effet du milieu eau primaire REP est effectivement amplifié lorsque la vitesse de déformation diminue.

Les niveaux de contrainte ne sont pas affectés par la nature de l'environnement tout du moins tant que l'endommagement demeure limité. Les effets d'environnement (air et milieu eau primaire REP) sur la durée de vie sont accentués sous une amplitude de  $\pm$  0,3 %, par rapport à l'amplitude de  $\pm$  0,6 %. Ceci n'a pu être vérifié qu'à la vitesse la plus élevée de 4.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>.

# III.2. Etude de l'endommagement

L'objectif de cette partie est d'évaluer comment l'effet de la vitesse de sollicitation se traduit en termes d'endommagement en fonction de l'environnement. Nous caractériserons la population de fissures à diverses fractions de la durée de vie et à rupture, en fonction de la vitesse de déformation et de l'environnement considéré (vide, air et milieu REP). Pour cela, diverses méthodes sont utilisées :

- observation du fût des éprouvettes et quantification de l'endommagement en surface pour ce qui est de la densité et de la longueur des fissures. Ces résultats ont été repris des travaux de De Baglion [De Baglion, 2011].
- réalisation d'essais interrompus, menés ensuite à rupture avec des conditions de sollicitations différentes pour permettre un marquage clair du front de fissure. Les fissures observées sur le faciès de rupture sont analysées en termes de profondeur, de morphologie et de surface fissurée.
- réalisation de coupes sur les éprouvettes menées à rupture afin de quantifier et caractériser les fissures sur l'ensemble de l'éprouvette et pas seulement au niveau du faciès de rupture. Les grandeurs utilisées sont la densité, la profondeur et la longueur cumulée.

# III.2.1. Sous vide

Nous avons cherché à caractériser comment l'influence intrinsèque de la vitesse de déformation se traduit au niveau de l'endommagement. Pour cela, des essais interrompus à 6000 cycles ont été réalisés sous vide à  $\pm$  0,6 % pour des vitesses de déformation de 4.10<sup>-3</sup> et 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>. Ce nombre de cycles correspond à **38** % de la durée de vie à **4.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>** et à **46** % de la durée de vie à **1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>**.

#### III.2.1.a. Quantification de l'endommagement en surface après 6000 cycles

De Baglion [De Baglion, 2011] a effectué une quantification de l'endommagement en surface pour ces essais interrompus à 6000 cycles et établi une distribution statistique suivant la longueur totale des fissures (prenant en compte tous les branchements et changements d'orientation). Le fût des éprouvettes est observé au MEB avec un grossissement de **x 120 en mode « électrons secondaires »**. Pour chacune des vitesses de déformation, un exemple d'image MEB est donné Figure III-10. Le cercle bleu entoure la fissure la plus longue observée : 460 µm à  $4.10^{-3}$  s<sup>-1</sup> et 974 µm à  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup>. Les fissures sont transgranulaires et s'amorcent très majoritairement sur des bandes de glissement. Aucune différence morphologique selon la vitesse de déformation n'est clairement mise en évidence.



Figure III-10. Fissures les plus longues après 6000 cycles sous vide. (a)  $4.10^{-3} s^{-1}$ . (b)  $1.10^{-4} s^{-1}$ . Poli,  $\pm 0,6$  %. [De Baglion, 2011].

La distribution statistique des longueurs des fissures a été analysée en termes de densité de fissures (nombre de fissures rapporté à la surface de l'échantillon observée), afin d'avoir un indicateur de l'endommagement macroscopique de l'éprouvette, et en termes de longueur totale. Trois grandeurs sont considérées : la longueur cumulée, la longueur maximale, et la longueur moyenne. Les valeurs correspondantes, pour les deux vitesses de déformation étudiées, sont rassemblées dans le Tableau III-7.

	4.10 <sup>-3</sup> s <sup>-1</sup>	1.10 <sup>-4</sup> s <sup>-1</sup>
Densité (mm <sup>-2</sup> )	12,7	14,7
Longueur cumulée (µm)	97 500	155 000
Longueur maximale (µm)	460	974
Longueur moyenne (µm)	114	156

Tableau III-7. Synthèse de la quantification du dommage sous vide après 6000 cycles. Poli, vide,  $\pm$  0,6 %.

#### [De Baglion, 2011].

La densité de fissures est légèrement plus importante à  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup>. Mais surtout, <u>les différentes</u> grandeurs basées sur les longueurs indiquent toutes des fissures bien plus importantes à la vitesse <u>de déformation de  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup></u>. Pour confirmer cela, les distributions de la densité de fissure par classes de longueur sont représentées sur la Figure III-11 pour les deux vitesses de déformation. Pour toutes les classes de longueur excepté la première, la densité surfacique de fissures est plus importante à  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup> qu'à  $4.10^{-3}$  s<sup>-1</sup>. De plus, quasiment aucune fissure supérieure à 300 µm de long n'est observée à la vitesse de  $4.10^{-3}$  s<sup>-1</sup>, alors qu'à  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup> elles sont relativement nombreuses.



Figure III-11. Distribution des longueurs totales de fissure en surface sur les essais interrompus après 6000 cycles. Poli, vide, ± 0,6 %. [De Baglion, 2011].

Ces résultats indiquent donc <u>un endommagement accentué lorsque la vitesse de déformation</u> <u>diminue</u>. Cela est en accord avec l'évolution des durées de vie observée dans la partie III.1.1 et avec une localisation de la déformation lorsque la vitesse de déformation diminue (cf. phénomène de vieillissement dynamique - I.1.3.d). Ces constatations ne sont cependant basées que sur des observations en surface. Pour avoir une vision plus exacte de l'endommagement, des informations sur la profondeur des fissures sont nécessaires.

# *III.2.1.b. Caractéristiques de l'endommagement en profondeur après 6000 cycles*

Pour compléter l'analyse précédente, d'autres éprouvettes dont la sollicitation a été interrompue après 6000 cycles sous vide ont ensuite été poursuivies jusqu'à rupture dans d'autres conditions (mêmes sollicitations thermomécaniques mais avec un changement d'environnement - passage dans l'air). Cette méthode permet d'avoir un marquage précis du front de fissure après 6000 cycles sous vide et de déterminer, une fois l'éprouvette rompue, la profondeur et la géométrie des principales fissures formées.

Pour les deux vitesses de sollicitation, au moins une dizaine de sites d'amorçage ont été identifiés sur le faciès de rupture. Des photos de certains des sites d'amorçage observés pour l'essai à  $4.10^{-3}$  s<sup>-1</sup> sont représentées sur la Figure III-12. Les pointillés bleus indiquent la position du front de fissure lors de l'arrêt après 6000 cycles sous vide ; les fissures présentent un aspect moins ductile et plus planaire dans l'air que sous vide.



Figure III-12. Détail de différentes zones d'amorçage. Poli,  $\pm 0,6$  %,  $4.10^{-3}$  s<sup>-1</sup>. Les pointillés bleus indiquent la position du front de fissure après 6000 cycles sous vide.

Pour caractériser les fissures observées, leur profondeur (notée *a*) ainsi que leur longueur en surface (notée 2*b*) ont été mesurées. Le facteur de forme a été calculé comme le rapport de la profondeur sur la demi-longueur en surface, il est donc noté a/b. Les valeurs de ces paramètres pour chacune des fissures représentées Figure III-12 sont rassemblées dans le Tableau III-8.

Fissure	a (µm)	2b (µm)	a/b
(a)	11	87	0,25
(b)	15	62	0,49
(c)	21	147	0,28
(d)	7	27	0,52

Tableau III-8. Paramètres géométriques des fissures observées après 6000 cycles sous vide à 4.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>. Poli.

Le front de fissure n'est pas toujours régulier et les fissures présentent des facteurs de forme assez variables. Le rapport a/b est dans tous les cas bien inférieur à 1, valeur correspondant à une fissure semi-circulaire. La fissure (c) constitue un cas intéressant car elle est certainement issue de la coalescence de deux fissures. Il s'agit de la fissure la plus profonde observée après 6000 cycles sous vide à  $4.10^{-3}$  s<sup>-1</sup>, elle atteint **21 µm** de profondeur. L'endommagement observé est essentiellement transgranulaire.

La Figure III-13 montre quelques sites d'amorçage après 6000 cycles à 1.10<sup>4</sup> s<sup>-1</sup>. On retrouve l'aspect ductile observé précédemment, mais à cette vitesse de déformation, les fissures sont bien plus profondes et présentent des formes moins régulières. Les fissures formées sous vide à cette vitesse de déformation tendent à présenter un aspect un peu plus facetté.



Figure III-13. Détail de différentes zones d'amorçage. Poli,  $\pm$  0,6 %, 1.10<sup>4</sup> s<sup>-1</sup>. Les pointillés bleus indiquent la position du front de fissure après 6000 cycles sous vide.

Les dimensions des différentes fissures sont rassemblées dans le Tableau III-9. Elles présentent des profondeurs et des longueurs plus importantes qu'à la plus forte vitesse de sollicitation et de manière générale, le rapport a/b a tendance à être plus élevé.

Fissure	a (µm)	2b (µm)	a/b
(a)	29	94	0,61
(b)	76	304	0,50
(c)	92	837	0,22
(d)	56	143	0,78

Tableau III-9. Paramètres géométriques des fissures observées après 6000 cycles sous vide à 1.10<sup>4</sup> s<sup>1</sup>. Poli.

Les fronts de fissure présentent localement des marques de coalescences relativement récentes, *cf.* Figure III-13.(a). L'une des fissures les plus longues et les plus profondes observées est illustrée sur la Figure III-13.(c). Cette fissure est issue de coalescences successives et présente de fortes variations de profondeur. La fissure la plus profonde observée après 6000 cycles sous vide à  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup> atteint **130 µm de profondeur.**
Les éprouvettes considérées lors de la quantification du dommage en surface et lors de l'analyse de la forme du front de fissure ne sont pas les mêmes. On peut noter que la longueur en surface (2b) des fissures à l'origine de la rupture dans l'air est inférieure aux plus grandes longueurs observées lors de la quantification de l'endommagement en surface. Les fissures les plus longues en surface ne sont donc pas forcément celles qui présentent la plus forte profondeur ou bien celles ayant l'orientation la plus défavorable.

Quoi qu'il en soit, après 6000 cycles sous vide, la fissure la plus profonde à  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup> est environ 6 fois plus importante qu'à  $4.10^{-3}$  s<sup>-1</sup>. <u>Ces résultats confirment donc les observations réalisées en surface qui indiquaient un endommagement bien plus important à  $1.10^{-4}$  qu'à  $4.10^{-3}$  s<sup>-1</sup> et sont cohérents avec la différence de durée de vie.</u>

## III.2.1.c. Synthèse

Sous vide, l'influence de la vitesse de déformation, qui se traduit par une diminution de la durée de vie, se retrouve au niveau de l'endommagement. En effet les essais interrompus montrent qu'aussi bien en termes de densité que de longueur en surface ou de profondeur de fissure, la diminution de la vitesse de déformation entraîne une augmentation de l'endommagement. Cette dernière est donc liée à une accélération des phases d'amorçage et de propagation.

Les essais interrompus ont permis de mettre en évidence la géométrie des fissures dans les premiers stades de leur formation. Le front de fissure n'est pas toujours très régulier et la géométrie est assez variable d'une fissure à l'autre. En général, les fissures les plus endommageantes présentent un rapport a/b faible (de l'ordre de 0,25).

## III.2.2. Dans l'air

Certains auteurs [Hong et al., 2005] ont constaté pour l'acier 316L sollicité dans l'air que le phénomène de vieillissement dynamique conduisait à une localisation de la déformation plastique sur les bandes de glissement, ce qui engendre une augmentation du nombre de sites d'amorçage et donc une multi-fissuration plus importante. Par ailleurs, ils considèrent aussi que l'augmentation des niveaux de contrainte liés au phénomène de vieillissement dynamique entraîne une accélération de la vitesse de propagation des fissures.

Les durées de vie détaillées dans la première partie du chapitre montrent une très faible dépendance à la vitesse de déformation dans l'air. Nous allons examiner dans quelle mesure l'endommagement est impacté par la vitesse de sollicitation dans cet environnement.

# *III.2.2.a. Quantification de l'endommagement en surface après 300 et 600 cycles*

Pour l'amplitude de  $\pm$  0,6 %, des essais aux trois vitesses de déformation (4.10<sup>-3</sup>, 1.10<sup>-4</sup> et 1.10<sup>-5</sup> s<sup>-1</sup>) ont été interrompus dans l'air à 300 et 600 cycles. Une quantification de l'endommagement en surface a été faite sur le même principe que pour les essais sous vide. Les observations MEB ont été réalisées en mode « électrons secondaires » avec des grossissements de **x 500 pour les éprouvettes ayant subi 300 cycles et x 200 pour celles ayant subi 600 cycles**. La différence de grossissement ne permet pas de comparer les résultats entre eux. En effet, une étude interne au groupe AREVA a montré que le grossissement utilisé joue un rôle important dans la réalisation de ces quantifications :

- s'il est trop faible, seules les fissures les plus longues sont observées et il est parfois difficile de bien identifier les limites des fissures.
- s'il est trop important, toutes les fissures sont bien visibles mais les fissures longues sont souvent tronquées et la surface analysée est difficilement représentative.

Des images de fissures parmi les plus longues observées sont rassemblées dans la Figure III-14. Les fissures sont encore dans les premiers stades de propagation et aucune différence morphologique n'est visible entre les différentes vitesses de déformation. On peut noter la présence de nombreuses traces de plasticité en surface.



Figure III-14. Images MEB des fissures les plus longues observées après 300 cycles dans l'air. (a)  $4.10^3 s^1$ . (b)  $1.10^4 s^1$ . (c)  $1.10^5 s^1$ . Poli,  $\pm 0,6$  %. [De Baglion, 2011].

Les résultats après 300 cycles sont exposés dans le Tableau III-10 et après 600 cycles dans le Tableau III-11. De manière générale, les écarts entre les trois vitesses de déformation sont relativement faibles. Malgré tout, à  $4.10^{-3}$  s<sup>-1</sup>, les valeurs de densité et de longueur sont toujours parmi les plus faibles, que ce soit après 300 ou 600 cycles. Si on regarde les longueurs cumulées et maximales, elles vont dans le sens d'un endommagement légèrement plus important à  $1.10^{-4}$ , puis à  $1.10^{-5}$  s<sup>-1</sup>.

300 cycles	4.10 <sup>-3</sup> s <sup>-1</sup>	1.10 <sup>-4</sup> s <sup>-1</sup>	1.10 <sup>-5</sup> s <sup>-1</sup>
Densité (mm <sup>-2</sup> )	32	31	54
Longueur cumulée (µm)	21 800	25 200	33 900
Longueur maximale (µm)	190	300	252
Longueur moyenne (µm)	45	54	42

Tableau III-10. Synthèse de la quantification du dommage en surface après 300 cycles en air. Poli, air,  $\pm$  0,6 %.

[De Baglion, 2011].

600 cycles	4.10 <sup>-3</sup> s <sup>-1</sup>	1.10 <sup>-4</sup> s <sup>-1</sup>	1.10 <sup>-5</sup> s <sup>-1</sup>
Densité (mm <sup>-2</sup> )	12,2	13,6	14,4
Longueur cumulée (µm)	23 700	32 000	26 000
Longueur maximale (µm)	311	484	639
Longueur moyenne (µm)	74	90	69

Tableau III-11. Synthèse de la quantification du dommage en surface après 600 cycles en air. Poli, air,  $\pm$  0,6 %. [De Baglion, 2011].

Les distributions des longueurs pour les trois vitesses de déformation après 300 et 600 cycles sont représentées Figure III-15.



Figure III-15. Distribution des longueurs totales de fissure en surface pour les essais interrompus. (a) Après 300 cycles. (b) Après 600 cycles. Poli, air,  $\pm 0,6$  %. [De Baglion, 2011].

Les fissures les plus longues observées correspondent toujours aux deux vitesses les plus lentes  $(1.10^{-4} \text{ et } 1.10^{-5} \text{ s}^{-1})$ . La diminution de la vitesse de déformation entraîne donc une légère accélération de la phase de propagation des fissures lors des premiers stades de propagation. Cependant ces observations concernent uniquement la surface et doivent être complétées par des données sur la profondeur des fissures.

# *III.2.2.b. Caractéristiques de l'endommagement en profondeur après 2500 cycles*

Pour chaque vitesse de déformation, un essai interrompu après environ 2500 cycles a été réalisé. Après arrêt, les éprouvettes ont été rompues dans l'air à 20°C en traction répétée. Les faciès de rupture, rassemblés sur la Figure III-16, montrent la présence de plusieurs zones d'amorçage pour toutes les conditions. Ces zones sont bien plus nombreuses à faible vitesse de déformation  $(1.10^{-5} \text{ s}^{-1})$ .

Afin de tenir compte de l'influence du multi-amorçage et de la géométrie variable des fissures, l'endommagement a été quantifié en termes de profondeur maximale et de surface fissurée. Ce dernier paramètre correspond à la surface oxydée déterminée par analyse d'images (logiciel ImageJ). Les valeurs données dans le Tableau III-12 montrent <u>que l'endommagement est très semblable à 4.10<sup>-3</sup> et 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup></u>. Ce résultat est cohérent avec les durées de vie similaires obtenues à ces deux vitesses. <u>Pour la vitesse de déformation la plus lente, les fissures sont plus profondes et la surface fissurée plus importante.</u>

Vitesse de déformation (s-1)	4.10-3	1.10-4	1.10-5
Nombre de cycles à l'arrêt	2 500	2 440	2 570
Profondeur maximale (µm)	230	220	330
Surface fissurée (mm <sup>2</sup> )	1,1	1,0	1,5
Rapport $a/b$ - fissure la plus longue	0,7	0,6	0,4

Tableau III-12. Profondeur et surface fissurée observées sur les essais interrompus dans l'air à environ 2500 cycles pour différentes vitesses de déformation. Poli,  $\pm$  0,6 %.

La forme des fissures est très régulière à  $4.10^{-3}$  s<sup>-1</sup>, *i.e.* de forme semi-elliptique ou semi-circulaire, tandis que lorsque la vitesse de déformation diminue, le front de fissure prend une forme souvent plus allongée et devient moins régulier. Cette évolution est traduite par le rapport a/b qui tend à diminuer avec la vitesse de déformation. Il faut malgré tout noter que le rapport a/b varie beaucoup d'une fissure à l'autre : il est compris entre 0,3 et 1,2 pour la vitesse de 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>.



# III.2.2.c. Quantification de l'endommagement en profondeur déterminé à rupture sur des coupes longitudinales

Des coupes longitudinales ont été réalisées sur des éprouvettes menées à rupture dans l'air pour une vitesse de 4.10<sup>-3</sup> et 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>. La morphologie des fissures est illustrée Figure III-17. Pour les deux vitesses de déformation, les fissures comportent plusieurs segments avec des orientations différentes et elles présentent souvent des branchements.



Figure III-17. Morphologie des fissures à rupture selon la vitesse de déformation. Poli, air,  $300^{\circ}C$ ,  $\pm 0,6$  %. (a)  $4.10^{-3} s^{-1}$ . (b)  $1.10^{-4} s^{-1}$ .

La profondeur - *i.e.* la distance entre le bord et le point le plus profond de la fissure, mesurée perpendiculairement au bord (*cf.* Figure II-4) - de chacune des fissures a été mesurée et une distribution a été établie Figure III-18. Il est important de noter qu'il ne s'agit pas forcément de la profondeur maximale des fissures, puisque les mesures sont réalisées sur une coupe longitudinale. Il serait envisageable de corriger cette valeur de profondeur, mais la correction à appliquer serait dépendante de la géométrie de la fissure. Or, le paragraphe précédent a mis en évidence des variations assez importantes du rapport a/b. Les mesures n'ont donc pas été modifiées.

Les fissures de profondeur inférieure à 25  $\mu$ m ont été négligées. Les densités linéiques pour les vitesses de 4.10<sup>-3</sup> et 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup> sont assez proches, respectivement de 4,6 et de 4,9 mm<sup>-1</sup>. Par contre, leur répartition en profondeur est nettement différente. A 4.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>, la distribution est assez ramassée autour de 150  $\mu$ m de profondeur. La fissure la plus profonde atteint **290 \mum**. A 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>,

les fissures sont réparties de manière plus uniforme dans les différentes classes de longueur. On peut noter le faible nombre de fissures dans l'intervalle [150-250  $\mu$ m] et le grand nombre de fissures (15) qui dépassent les 300  $\mu$ m de profondeur, la fissure secondaire la plus longue atteignant **1,5 mm**. L'endommagement observé à rupture en termes de longueur des plus grandes fissures secondaires est donc bien plus important à 1.10<sup>-4</sup> qu'à 4.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>.



Figure III-18. Distribution des profondeurs de fissure à rupture. Poli, air,  $\pm 0,6$  %.

Ces résultats vont dans le sens d'un endommagement accru lorsque la vitesse de déformation diminue, on retrouve donc la tendance mise en évidence sous vide. Toutefois, la propagation de la fissure principale ne semble pas être affectée significativement par la vitesse de déformation, comme en témoignent les essais interrompus qui indiquent une profondeur équivalente de la plus grande fissure et le fait que les durées de vie sont identiques pour les deux vitesses de sollicitation.

Qualitativement, les fissures semblent être plus « tortueuses » et posséder plus de branchements à  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup>. Afin de quantifier plus précisément ce phénomène, nous avons déterminé pour chaque fissure la longueur physique de la fissure, sans effectuer de projection dans le plan normal à l'axe de sollicitation, et en prenant en compte les branchements. Cette grandeur est appelée **longueur totale**, *cf.* Figure II-4. Nous avons ainsi pu définir un paramètre *Tort* caractérisant la tortuosité de la propagation de la fissure. Ce paramètre est défini par l'Équation III-1, il correspond au rapport entre la moyenne des longueurs totales et la moyenne des profondeurs.

$$Tort = \frac{moyenne(longueurs\_totales)}{moyenne(profondeurs)} = \frac{\frac{\sum_{i} longueur\_totale(i)}{i}}{\sum_{j} profondeurs(j)}$$
Équation III-1.

Tel que le paramètre est défini, il est forcément supérieur ou égal à l'unité. Si *Tort* est égal à un, cela signifie que les fissures se propagent de manière rectiligne, perpendiculairement à l'axe de sollicitation et sans branchement.

Différents phénomènes vont contribuer à augmenter la tortuosité (ils sont classés du moins au plus impactant) :

- si la fissure ne se propage pas macroscopiquement de manière perpendiculaire à l'axe de sollicitation,
- si la fissure change souvent d'orientation,
- si la fissure branche, et notamment quand les branchements sont longs.

Le paramètre *Tort* prend en compte 30 à 60 fissures selon les conditions de sollicitation. Il vaut **1,2 à 4.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup> et 1,4 à 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>**. L'écart n'est pas très important mais il est en accord avec les observations qui révèlent la présence de branchements plus importants (plus nombreux et/ou plus longs) à la vitesse de  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup>. Cependant, *Tort* a une valeur relativement élevée pour les deux vitesses, puisque 23 à 38 % du chemin parcouru par la fissure n'est pas lié à sa propagation en profondeur mais à des branchements ou des changements d'orientation de la fissure.

## III.2.2.d. Synthèse

Sous vide, l'effet de la vitesse de déformation se caractérise essentiellement par une augmentation de la densité ainsi que des longueurs et des profondeurs de fissures lorsque la vitesse de déformation diminue. On retrouve en partie ces tendances dans l'air, mais de manière moins marquée :

- Aux vitesses de 4.10<sup>-3</sup> et 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>, la propagation de la fissure principale n'est pas affectée par la vitesse de sollicitation, comme l'attestent les essais interrompus et les durées de vie à rupture. Malgré tout, les densités de fissure sont légèrement supérieures et les fissures secondaires observées bien plus longues à la vitesse de 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>.
- A la vitesse de 1.10<sup>-5</sup> s<sup>-1</sup>, l'endommagement en termes de densité, de longueur et de profondeur de fissures est bien plus important qu'aux autres vitesses de déformation. On peut donc s'attendre à une durée de vie plus faible qu'à 4.10<sup>-3</sup> et 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>.

On retiendra que la vitesse de déformation affecte les caractéristiques de l'endommagement dans l'air, bien que dans cet environnement on observe une atténuation de l'effet de la vitesse sur la durée de vie par rapport à ce qui est observé sous vide.

## III.2.3. En milieu REP

# *III.2.3.a. Quantification de l'endommagement en surface après 300 et 600 cycles*

Une quantification de l'endommagement en surface sur des éprouvettes dont le cyclage a été interrompu à 300 et 600 cycles a été réalisée pour les différentes vitesses de déformation [De Baglion, 2011]. Du fait de la présence de la couche d'oxyde qui se forme en milieu eau primaire REP, les observations MEB ont été réalisées en mode « électrons rétro-diffusés ». Un grossissement x 200 a été utilisé pour l'ensemble des observations effectuées sur ces éprouvettes. Cela permet donc de comparer ces résultats avec ceux obtenus après 600 cycles dans l'air. Les résultats sont rassemblés dans le Tableau III-13 pour l'arrêt après 300 cycles et dans le Tableau III-14 après 600 cycles.

300 cycles	1.10 <sup>-4</sup> s <sup>-1</sup>	1.10 <sup>-5</sup> s <sup>-1</sup>
Densité (mm <sup>-2</sup> )	7	27
Longueur cumulée (µm)	17 000	96 500
Longueur max (µm)	200	800
Longueur moyenne (µm)	64	87

Tableau III-13. Synthèse de la quantification du dommage en surface après 300 cycles en milieu REP. Poli,  $\pm$  0,6 %. [De Baglion, 2011].

Après 300 cycles, aucune information n'est disponible pour  $4.10^{-3}$  s<sup>-1</sup>. Aux autres vitesses, la densité de fissures, comme les valeurs déterminées pour les différentes longueurs, indiquent un endommagement bien plus important à  $1.10^{-5}$  s<sup>-1</sup>. Ce résultat est confirmé par la distribution des fissures suivant leur longueur présentée Figure III-19.(a) : toutes les fissures longues observées (supérieures à 300 µm) correspondent à la vitesse  $1.10^{-5}$  s<sup>-1</sup>.

600 cycles	4.10 <sup>-3</sup> s <sup>-1</sup>	1.10 <sup>-4</sup> s <sup>-1</sup>	1.10 <sup>-5</sup> s <sup>-1</sup>
Densité (mm <sup>-2</sup> )	23	21	26
Longueur cumulée (µm)	122 000	181 600	128 400
Longueur max (µm)	511	2 710	2 031
Longueur moyenne (µm)	119	167	113

Tableau III-14. Synthèse de la quantification du dommage en surface après 600 cycles en milieu REP. Poli, ± 0,6 %. [De Baglion, 2011].

Après 600 cycles en milieu REP, les densités de fissures sont relativement proches pour l'ensemble des vitesses de sollicitation, mais les valeurs caractérisant les longueurs en surface indiquent toutes des fissures plus importantes à  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup>. Plus de détails sont fournis par les distributions de longueur, *cf.* Figure III-19.(b). Pour la vitesse de  $4.10^{-3}$  s<sup>-1</sup>, les fissures sont assez nombreuses, mais restent courtes. A  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup>, les fissures sont légèrement moins nombreuses, mais elles sont bien plus longues, 32 fissures observées mesurent plus de 600 µm. A  $1.10^{-5}$  s<sup>-1</sup>, les fissures sont les plus nombreuses mais par rapport à la vitesse précédente, beaucoup d'entre elles restent courtes (inférieures à 300 µm) et seulement six fissures dépassent 600 µm de longueur en surface. Ces observations laissent à penser qu'à  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup> des coalescences ont pu avoir lieu et ont ainsi entraîné une diminution de la densité de fissures tout en augmentant leurs longueurs.



Figure III-19. Distribution des longueurs totales de fissure en surface sur les essais interrompus. (a) Après 300 cycles. (b) Après 600 cycles. Poli, REP,  $\pm$  0,6 %. [De Baglion, 2011].

En conclusion, la quantification réalisée après 300 cycles indique que de manière générale, <u>l'amorçage et la micro-propagation sont très rapides en milieu REP</u>. Ce phénomène est amplifié à la plus faible vitesse de déformation. Après 600 cycles, quelle que soit la vitesse de déformation, de nombreuses fissures sont présentes. Le nombre de fissures longues est plus important sur les éprouvettes sollicitées aux deux plus faibles vitesses de déformation  $(1.10^{-4} \text{ et } 1.10^{-5} \text{ s}^{-1})$ .

## III.2.3.b. Caractéristiques de l'endommagement en profondeur à partir d'essais interrompus

Ces résultats sont basés sur des essais réalisées par De Baglion [De Baglion, 2011] dont les analyses ont été complétées. Plusieurs essais interrompus en milieu eau primaire REP ont été poursuivis en modifiant les conditions de sollicitation afin de marquer le front de fissure. Nous allons comparer l'endommagement obtenu après 600 cycles en milieu REP pour les trois vitesses de déformation. L'endommagement sera quantifié au travers de la profondeur des fissures et de la surface fissurée. La Figure III-20 rassemble des macrographies des faciès de rupture.

Selon la vitesse considérée, l'endommagement est assez variable :

- A 4.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>: plusieurs sites d'amorçage avec des fissures relativement allongées (rapport a/b d'environ 0,5) et peu profondes (180 μm au maximum). L'essai ayant été poursuivi dans l'air à 300°C, la surface fissurée n'a pas pu être quantifiée mais elle est faible.
- A 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>: les fissures sont assez nombreuses et ont coalescé par endroits. Chaque fissure a initialement une forme presque semi-circulaire, mais les coalescences, parfois répétées, créent un front de fissure irrégulier et très allongé en surface. La profondeur maximale atteint 670 μm. La surface fissurée est assez importante : 4,4 mm<sup>2</sup>.
- A 1.10<sup>-5</sup> s<sup>-1</sup>: les fissures sont peu nombreuses par rapport aux autres vitesses de déformation, les phénomènes de coalescence ont lieu mais de manière moins importante. Les fronts de fissure sont semi-circulaires et les fissures sont relativement profondes : 600 µm. Du fait du nombre de fissures relativement faible au niveau du faciès de rupture et en dépit de la profondeur importante, la surface fissurée est assez faible : 1,55 mm<sup>2</sup>.

Grâce à ces observations, les différentes vitesses de déformation peuvent être classées en fonction de l'importance de l'endommagement *Dom* observé après 600 cycles (que ce soit en termes de profondeur ou de surface fissurée) :  $Dom(1.10^{-4} \text{ s}^{-1}) > Dom(1.10^{-5} \text{ s}^{-1}) > Dom(4.10^{-3} \text{ s}^{-1})$ 



Figure III-20. Faciès de rupture d'essais interrompus après 600 cycles en milieu REP.
(a) 4.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup> - essai poursuivi dans l'air. (b) 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>. (c) 1.10<sup>-5</sup> s<sup>-1</sup>.

D'autres essais interrompus ont été réalisés aux vitesses de  $1.10^{-4}$  et  $1.10^{-5}$  s<sup>-1</sup>. Ils confirment que la configuration des fissures est différente pour ces deux vitesses de déformation, avec à la vitesse de  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup> des fissures longues en surface et couvrant une surface assez importante, tandis qu'à  $1.10^{-5}$  s<sup>-1</sup>, le nombre de fissures est plus restreint et elles sont de forme semi-elliptique.

La Figure III-21 représente la profondeur maximale observée pour les différents essais interrompus en milieu REP aux trois vitesses de déformation. Les essais interrompus à 600 cycles

correspondent aux éprouvettes décrites précédemment. Si on regarde l'évolution du dommage entre 300 et 600 cycles pour les deux plus faibles vitesses de déformation, les courbes suivent la même tendance. L'endommagement est bien moins important à  $4.10^{-3}$  s<sup>-1</sup>.



Figure III-21. Evolution de la profondeur maximale en fonction du nombre de cycles en milieu REP pour différentes vitesses de déformation. Poli,  $\pm 0,6$  %.

Dans la première partie du chapitre, deux essais en milieu REP à  $1.10^{-5}$  s<sup>-1</sup> étaient évoqués : l'un avec une durée de vie (N<sub>5</sub>) de 535 cycles et l'autre à 1000 cycles. Les profondeurs constatées sur les différents essais interrompus en milieu REP à  $1.10^{-5}$  s<sup>-1</sup> sont incompatibles avec une durée de vie de 535 cycles. En effet, après 400 cycles, la profondeur observée est de 310 µm et après 600 cycles, de 600 µm, ce qui laisse augurer d'une durée de vie résiduelle encore conséquente. Pourtant, nous n'avons pas d'explication pour cette faible durée de vie de 535 cycles. Le comportement cyclique est semblable à celui observé sur les autres essais réalisés à cette vitesse de sollicitation et aucune anomalie n'a été identifiée sur le faciès de rupture, *c*f. Figure III-22.



Figure III-22. Macrographie des faciès de rupture. Poli, REP,  $\pm 0,6\%$ , 1.10<sup>-5</sup> s<sup>-1</sup>. (a) N<sub>5</sub>=535 cycles. (b) N<sub>5</sub>=1000 cycles

# *III.2.3.c. Quantification de l'endommagement en profondeur déterminé à rupture sur des coupes longitudinales*

Des coupes longitudinales ont été réalisées sur les éprouvettes menées à rupture en milieu REP pour les trois vitesses de déformation. Les différences de morphologie des fissures en fonction de la vitesse de déformation sont illustrées sur la Figure III-23. Les fissures apparaissent comme beaucoup moins branchées et plus droites lorsque la vitesse de déformation diminue.



Figure III-23. Morphologie des fissures à rupture selon la vitesse de déformation. Poli, REP,  $300^{\circ}C, \pm 0,6 \%$ . (a)  $4.10^{-3} s^{-1} - 2890$  cycles. (b)  $1.10^{-4} s^{-1} - 900$  cycles. (c)  $1.10^{-5} s^{-1} - 535$  cycles. (d)  $1.10^{-5} s^{-1} - 1000$  cycles.

Les distributions de la densité de fissures suivant la profondeur sont comparées sur la Figure III-24. Les fissures dont la profondeur est inférieure à 25  $\mu$ m ont été négligées. Les différentes distributions sont assez similaires. La principale différence réside dans le nombre de fissures longues (supérieures à 300  $\mu$ m) en fonction de la vitesse de déformation : 20 fissures à 4.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>, 5 fissures à 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup> et 4 fissures pour les deux essais à 1.10<sup>-5</sup> s<sup>-1</sup>.

La densité linéique des fissures est importante à 4.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup> (5,8 mm<sup>-1</sup>), assez faible à 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup> (1,2 mm<sup>-1</sup>) et intermédiaire à la vitesse de déformation la plus faible (2,4 ou 3,2 mm<sup>-1</sup> - selon que l'on considère l'essai avec une durée de vie de 535 ou de 1000 cycles). Une diminution de la vitesse de déformation conduit au travers du phénomène de vieillissement dynamique à une localisation de l'endommagement, et donc une diminution de la densité de fissures [De Baglion, 2011]. <u>Ces analyses étant réalisées sur les éprouvettes menées à rupture, les résultats peuvent également être affectés par la différence du nombre de cycles subi.</u>



Figure III-24. Distribution des profondeurs de fissure à rupture. Poli, REP,  $\pm$  0,6 %.

Les données du Tableau III-15 montrent que plus la vitesse de déformation est faible, plus la valeur de *Tort* diminue. Ce résultat est en accord avec les observations réalisées sur les coupes. Différents auteurs [Chopra, 2002 ; Huin, 2013] ont aussi constaté qu'en <u>milieu REP à faible vitesse de déformation les fissures sont plus rectilignes et avec moins de branchements.</u>

	4.10 <sup>-3</sup> s <sup>-1</sup>	1.10 <sup>-4</sup> s <sup>-1</sup>	1.10 <sup>-5</sup> s <sup>-1</sup> (535 cycles)	1.10 <sup>-5</sup> s <sup>-1</sup> (1000 cycles)
Tort	1,8	1,4	1,4	1,1

Tableau III-15. Valeurs de Tort en milieu REP. Poli, ± 0,6%.

### III.2.3.d. Synthèse

En milieu REP, les durées de vie montrent une influence de la vitesse de déformation accrue par rapport à l'effet intrinsèque de ce facteur mis en évidence sous vide. La présence du milieu REP favorise l'amorçage des fissures, cela conduit à une forte augmentation de la densité de fissures par rapport à l'air, quelle que soit la vitesse de déformation considérée.

Les longueurs et les profondeurs de fissures indiquent que l'endommagement est plus important aux vitesses de  $1.10^{-4}$  et  $1.10^{-5}$  s<sup>-1</sup> qu'à la vitesse de déformation la plus rapide. Les essais interrompus, et notamment la mesure de la surface fissurée, montrent que c'est à la vitesse de déformation de  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup> que le dommage est le plus important. Au final, si l'endommagement est noté *Dom* (que cela soit en termes de profondeur ou de surface fissurée), les vitesses de déformation se classent de la manière suivante en milieu REP :

$$Dom(1.10^{-4} \text{ s}^{-1}) > Dom(1.10^{-5} \text{ s}^{-1}) > Dom(4.10^{-3} \text{ s}^{-1})$$

En ce qui concerne la durée de vie à  $1.10^{-5}$  s<sup>-1</sup>, il apparaît que l'endommagement atteint après 300 et 600 cycles à cette vitesse de déformation, qu'il soit caractérisé par l'analyse de la population de fissures en surface ou par les profondeurs mesurées sur les faciès de rupture, est plutôt en accord avec un N<sub>5</sub>=1000 cycles et n'est en aucun cas cohérent avec un N<sub>5</sub>=535 cycles. Malgré tout, nous n'avons pas d'explication pour justifier cette faible durée de vie.

# III.2.4. Discussion sur l'endommagement selon l'environnement et la vitesse de déformation

Les paragraphes précédents ont montré que la vitesse de déformation n'affectait pas l'endommagement de la même manière selon l'environnement considéré. Sous vide, l'effet de la vitesse de déformation se caractérise par une augmentation de la densité, des longueurs, ainsi que de la profondeur des fissures lorsque la vitesse de déformation diminue. L'effet de la vitesse de déformation apparaît comme atténué dans l'air, puisque pour les vitesses de  $4.10^{-3}$  et  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup>, l'effet de la vitesse n'engendre que des modifications au sein de la population de fissures secondaires et n'affecte pas la propagation de la fissure principale. En milieu eau primaire REP, il apparaît que l'effet de vitesse est le plus important à la vitesse de déformation de  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup>, de par la profondeur et la longueur des fissures. Cependant, l'endommagement reste important pour les autres vitesses de déformation, et notamment à  $1.10^{-5}$  s<sup>-1</sup>.

Cette partie a pour but de confronter les analyses réalisées dans les différents environnements pour faire ressortir les points communs et les différences.

### III.2.4.a. Quantification de l'endommagement en surface

Les résultats des quantifications réalisées dans l'air et en milieu REP après 600 cycles ayant été établis par des observations MEB à un même grossissement, ils peuvent être comparés entre eux, *d*. Tableau III-16.

Les densités de fissures sont environ deux fois plus importantes en milieu REP que dans l'air, ce qui montre un <u>amorçage plus important dans le milieu eau primaire REP</u>. Les longueurs des fissures sont aussi plus importantes en milieu REP ce qui indique une <u>plus grande accélération de</u> la phase de propagation des fissures dans ce milieu en particulier à la vitesse de  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup>.

	Air - 600 cycles			REP - 600 cycles		
	4.10 <sup>-3</sup> s <sup>-1</sup>	4.10 <sup>-3</sup> s <sup>-1</sup> 1.10 <sup>-4</sup> s <sup>-1</sup> 1.10 <sup>-5</sup> s <sup>-1</sup>			1.10 <sup>-4</sup> s <sup>-1</sup>	1.10 <sup>-5</sup> s <sup>-1</sup>
Densité (mm <sup>-2</sup> )	12,2	13,6	14,4	23	21	26
Longueur cumulée (µm)	23 700	32 000	26 000	122 000	181 600	128 400
Longueur maximale (µm)	311	484	639	511	2 710	2 031
Longueur moyenne (µm)	74	90	69	119	167	113

Tableau III-16. Comparaison des quantifications du dommage en surface en air et en milieu REP après 600 cycles. Poli,  $\pm$  0,6 %. [De Baglion, 2011].

#### III.2.4.b. Caractéristiques de l'endommagement en profondeur

Le Tableau III-17 rassemble les valeurs de la profondeur maximale de fissure constatée sur des essais interrompus à  $4.10^{-3}$  et  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup> dans les différents environnements.

	Vide	Air	Milieu REP
4 <b>10-3</b> e-1	a = 21 μm	a = 230 μm	a = 180 μm
4.10 <sup>-5</sup> S <sup>-1</sup>	6000 cycles - $N/N_5 = 35\%$	2500 cycles - $N/N_5 = 48\%$	600 cycles - $N/N_5 = 21\%$
<b>1 10-</b> 4 e-1	a = 130 μm	a = 220 μm	a = 370 μm
1.10 5	6000 cycles - $N/N_5 = 50\%$	2440 cycles - $N/N_5 = 46\%$	$300 \text{ cycles} - N/N_5 = 33\%$

Tableau III-17. Profondeur maximale observée dans différents environnements à  $4.10^{-3}$  et  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup>. Poli,  $\pm 0.6$  %.

L'air apparaît bien comme un milieu actif par rapport au vide à cette température de 300°C et le milieu eau primaire REP comme un environnement bien plus actif que l'air. Ceci est illustré par la Figure III-25 où l'évolution de la profondeur maximale est tracée en fonction du nombre de cycles. Il apparaît que sous vide, les phases d'amorçage et de micro-propagation concernent un

nombre de cycles très important. Ces phases sont considérablement raccourcies dans l'air et surtout en milieu REP.



Figure III-25. Evolution de la profondeur en fonction du nombre de cycles pour différents environnements (vide, air, milieu REP) et différentes vitesses de déformation. Poli, ± 0,6 %.

Les résultats peuvent également être représentés en fonction de la fraction de durée de vie  $(N/N_5)$ , *cf.* Figure III-26. On constate alors une superposition des courbes par environnement. Pour un environnement donné, les cinétiques de propagation des fissures sont donc semblables à un coefficient multiplicatif près. On note aussi que la part de durée de vie liée à la formation d'une fissure de 100 µm varie fortement suivant l'environnement considéré puisqu'elle est quasiment nulle en milieu REP (environ 10 %), tandis qu'en air elle peut être estimée à 30 % de la durée de vie et sous vide à près de 50 %.



Figure III-26. Evolution de la profondeur en fonction de la fraction de durée de vie pour différents environnements (vide, air, REP) et différentes vitesses de déformation. Poli,  $\pm$  0,6 %.

### CHAPITRE III

A partir de ces constatations, le nombre de cycles nécessaire à l'amorçage et au début de la propagation d'une fissure jusqu'à 100  $\mu$ m de profondeur, noté  $N_{Amor}$ , ainsi que le nombre de cycles pour propager cette fissure de 100  $\mu$ m à 3 mm de profondeur, noté  $N_{Prop}$  peuvent être estimés. Les valeurs sont rassemblées dans le Tableau III-18 en fonction de l'environnement pour deux vitesses de déformation :  $4.10^{-3}$  et  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup>.

	N <sub>Amor</sub> [jusqu'à 100 µm] (cycles)		$N_{Prop}$ [de 100 $\mu$ m à 3 mm] (cycles)	
	4.10 <sup>-3</sup> s <sup>-1</sup>	1.10 <sup>-4</sup> s <sup>-1</sup>	4.10 <sup>-3</sup> s <sup>-1</sup>	1.10 <sup>-4</sup> s <sup>-1</sup>
Vide	8680	6015	8680	6015
Air	1575	1590	3675	3710
Milieu REP	290	90	2665	810
N(vide) / N(air)	5,5	3,8	2,4	1,6
N(vide) / N(REP)	30	67	3,3	7,4
N(air) / N(REP)	5,4	18	1,4	4,6

Tableau III-18. Détermination du nombre de cycles à l'amorçage et à la propagation pour les différents environnements et vitesses de déformation étudiés. Poli,  $\pm 0,6$  %.

Pour mettre en évidence l'influence de l'environnement, les rapports vide/air et vide/milieu REP ont été déterminés pour  $N_{Amor}$  et de  $N_{Prop}$ . On remarque que les effets d'environnement sont plus importants sur la phase d'amorçage que sur celle de propagation des fissures. Cet effet est particulièrement marqué en milieu eau primaire REP. Par ailleurs, l'influence de l'environnement air est plus marquée à la vitesse de 4.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>, tandis qu'en milieu REP c'est à la vitesse de 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup> que les effets de d'environnement sont les plus importants.

# III.3. Analyse de la phase de propagation (air et milieu REP)

Les résultats de la partie précédente ont montré que l'amorçage des fissures était extrêmement rapide dans l'air et en milieu REP, *i.e.* que la phase d'amorçage ne représente qu'une faible part de la durée de vie. Dans des conditions similaires sous vide, certains auteurs [Belamri, 1986 ; Alain, 1993] avaient constaté que la phase d'amorçage (formation des premières micro-fissures de quelques dizaines de micromètres de profondeur) n'excédait pas les 10 % de la durée de vie. Pour les aciers inoxydables austénitiques dans le domaine de la fatigue plastique, la phase d'amorçage n'a donc qu'un faible impact sur les durées de vie obtenues et peut être considérée comme négligeable.

La phase de propagation correspond donc à la part la plus importante de la durée de vie. Cette phase est assez complexe dans les conditions considérées puisque de nombreuses fissures se propagent simultanément avec des profondeurs différentes. Cette propagation est influencée à la fois par les paramètres extrinsèques globaux (environnement, amplitude de sollicitation, vitesse de déformation), locaux (taille et orientation des grains, effet de barrière microstructurale) et par la distribution spatiale des fissures (interaction avec les fissures voisines menant à des coalescences ou à des effets d'écrantage).

Nous commencerons par caractériser les faciès de rupture obtenus et examiner l'impact des différents facteurs : environnement, vitesse et amplitude de déformation sur l'aspect général des surfaces fissurées. Ensuite, pour mieux quantifier la phase de propagation, deux approches complémentaires seront détaillées :

- l'analyse quantitative des stries de fatigue, visibles dans l'air et en milieu REP, qui sont des marqueurs de la propagation de la fissure à l'échelle locale.
- l'établissement d'une loi de propagation phénoménologique macroscopique qui prend en compte l'évolution de la plus grande fissure et se base sur la taille des plus grandes fissures atteintes lors d'essais interrompus réalisés dans les différentes conditions de sollicitation.

Par la suite, des essais spécifiques avec des changements d'environnement seront utilisés pour confronter les deux approches. Enfin, nous essayerons d'étudier la propagation d'une fissure unique par un essai sur éprouvette pré-entaillée.

### III.3.1. Analyse fractographique

### III.3.1.a. Observations générales

Les observations sur le fût des éprouvettes montrent que quelles que soient les conditions de sollicitation, de nombreuses fissures secondaires sont présentes avec des longueurs en surface variées. Quelques images représentatives sont rassemblées sur la Figure III-27. Les fissures sont majoritairement transgranulaires dans les conditions considérées. On note la présence de bandes de glissement sur l'ensemble des grains traduisant une déformation assez homogène de l'ensemble de ces derniers, *cf.* Figure III-27. (b) et (c).



Figure III-27. Images MEB du fût d'une éprouvette sollicitée à rupture. (a) Longue fissure secondaire.
(b) et (c) Fissures secondaires et bandes de glissement. Poli, air, ± 0,6 %, 1.10<sup>4</sup> s<sup>-1</sup>.

Pour l'ensemble des conditions étudiées, les faciès de rupture ont fait l'objet d'observations fractographiques systématiques. La Figure III-28.(a) est un exemple représentatif. On note :

- La présence de plusieurs zones d'amorçage situées en surface sur tout le pourtour de l'éprouvette. La Figure III-28.(b) montre l'aspect assez « fragile » et cristallographique de la zone d'amorçage.
- Le caractère transgranulaire des fissures, visible sur la zone de propagation. Selon les conditions, le faciès de rupture présente soit un aspect plutôt ductile, soit un aspect plus

cristallographique avec par endroits la mise en évidence des joints de grains et des joints de macle. Dans l'air et en milieu REP, des stries de fatigue ont été mises en évidence. Des fissures secondaires sont visibles sur l'ensemble des faciès observés, mais elles sont plus nombreuses en milieu eau primaire REP.

• La zone de rupture finale est très ductile avec la présence de cupules, cf. Figure III-28.(c).



Figure III-28. Images MEB. (a) Faciès de rupture. Les flèches bleues indiquent les différentes zones d'amorçage et leur importance relative. (b) Détail d'une zone d'amorçage. (c) Détail de la rupture ductile. Poli, air,  $\pm 0,6$  %,  $1.10^4$  s<sup>-1</sup>.

Par la suite, nous allons nous concentrer sur l'aspect de la zone de propagation en caractérisant l'impact de l'environnement, de la vitesse et de l'amplitude de déformation.

### III.3.1.b. Influence de l'environnement sur l'aspect du faciès de rupture

La Figure III-29, la Figure III-30 et la Figure III-31 rassemblent des images MEB des faciès de rupture à la vitesse de 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup> respectivement sous vide, dans l'air et en milieu REP. <u>Selon</u> <u>l'environnement, le faciès de rupture présente soit un aspect plutôt ductile (vide), soit un aspect plutôt « cristallographique » avec des facettes (air et surtout milieu REP).</u> Ce changement d'aspect est à relier à la facilité de propagation qu'à la fissure. Pour le milieu eau primaire REP, les plages striées ont tendance à être plus planes et plus étendues que dans l'air.

Des stries de fatigue ont été clairement identifiées dans l'air et en milieu REP. Pour l'amplitude de  $\pm$  0,6 %, les premières stries sont souvent observées à partir de 50 µm de profondeur et jusqu'à 2-3 mm. Au-delà, l'aspect du faciès est plus ductile et les stries sont moins bien définies.



Figure III-29. Aspect du faciès de rupture à différents grossissements **sous vide**. Des détails de la zone de propagation sont donnés à environ 100 et 500  $\mu$ m de profondeur. Poli,  $\pm$  0,6 %.



Figure III-30. Aspect du faciès de rupture à différents grossissements **dans l'air**. Des détails de la zone de propagation sont donnés à environ 100 et 500  $\mu$ m de profondeur. Poli,  $\pm$  0,6 %.

## Etat de surface poli - Influence de la vitesse de déformation



Figure III-31. Aspect du faciès de rupture à différents grossissements **en milieu eau primaire REP**. Des détails de la zone de propagation sont donnés à environ 100 et 500  $\mu$ m de profondeur. Poli,  $\pm$  0,6 %.

# *III.3.1.c. Influence de la vitesse de déformation sur l'aspect du faciès de rupture*

La Figure III-32 et la Figure III-33 rassemblent des images MEB des faciès de rupture respectivement dans l'air et en milieu REP pour les trois vitesses de déformation.



Figure III-32. Détails de la zone d'amorçage dans l'air. (a) et (b)  $4.10^{-3} s^{-1}$  - interrompu à 2500 cycles. (c) et (d)  $1.10^{4} s^{-1}$  - interrompu à 2450 cycles. (e) et (f)  $1.10^{-5} s^{-1}$  - interrompu à 2570 cycles. Poli,  $\pm 0,6$  %.

#### Etat de surface poli - Influence de la vitesse de déformation



Figure III-33. Détails de la zone d'amorçage pour des essais menés à rupture. (a) et (b)  $4.10^{-3} s^{-1}$ . (c) et (d)  $1.10^{-4} s^{-1}$ . (e) et (f)  $1.10^{-5} s^{-1}$ . Poli, milieu eau primaire REP,  $\pm 0,6$  %.

Lorsque la vitesse de déformation diminue, les plages striées ont tendance à être plus grandes et l'aspect devient plus plan et facetté. Les joints de grains, de macles et les plans de glissement, déjà visibles par endroits à la vitesse de 4.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>, sont particulièrement mis en évidence lorsque la vitesse de déformation diminue. En milieu REP, la couche d'oxyde a tendance à masquer

localement l'aspect du faciès de rupture mais la même évolution est observée. Cette évolution de l'aspect du faciès de rupture est à relier à l'évolution du paramètre *Tort* et aux différences morphologiques des fissures observées sur les coupes (*cf.* partie III.2.3.c). En milieu REP, plus la vitesse de déformation diminue, plus les fissures deviennent rectilignes et peu branchées. Le faciès de rupture est aussi plus plan, la fissure a plus de facilité à se propager.

# III.3.1.d. Influence de l'amplitude de déformation sur l'aspect du faciès de rupture

La Figure III-34 et la Figure III-35 comparent l'aspect du faciès pour les deux amplitudes de déformation dans l'air à  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup>, avec des zooms à 100 µm, 500 µm et 1 mm de profondeur. Les images des faciès de rupture présentées jusqu'ici ne concernaient que l'amplitude de déformation de ± 0,6 %, pour laquelle les stries sont clairement visibles entre 50 µm et 2-3 mm de profondeur. A ± 0,3 %, leur apparition est plus tardive (entre 100 et 500 µm de profondeur) suivant les conditions de sollicitation. Pour une profondeur donnée, les stries sont plus petites à faible amplitude.

L'aspect général du faciès est « un peu plus ductile » pour l'amplitude de déformation de  $\pm$  0,3 %. Les zones comportant des stries ont tendance à être plus restreintes. Par ailleurs, étant donné le nombre important de cycles réalisés à cette amplitude, un matage plus marqué rend l'exploitation des faciès de rupture plus difficile.



Figure III-34. Aspect du faciès de rupture à différents grossissements dans l'air pour une amplitude de  $\pm 0,3$  %. Des détails de la zone de propagation sont donnés à environ 100 µm, 500 µm et 1 mm de profondeur. Poli, air, 1.10<sup>4</sup> s<sup>-1</sup>.



Figure III-35. Aspect du faciès de rupture à différents grossissements dans l'air pour une amplitude de  $\pm 0,6$  %. Des détails de la zone de propagation sont donnés à environ 100  $\mu$ m, 500  $\mu$ m et 1 mm de profondeur. Poli, air, 1.10<sup>4</sup> s<sup>-1</sup>.

### III.3.1.e. Observations complémentaires

Au cours des observations des différents faciès de rupture, certains éléments assez caractéristiques de la propagation, dans les conditions étudiées, ont été notés. L'influence de l'orientation cristallographique sur la propagation des fissures est visible sur la Figure III-36 et la Figure III-37. La direction principale de propagation correspond à l'axe vertical mais on remarque que les rivières ainsi que les stries peuvent ne pas être bien orientées par rapport à cette direction. Ces désorientations sont parfois liées à l'orientation des grains (cf. Figure III-36). Sur certains essais interrompus, il est possible de bien mettre en évidence la complexité des chemins suivis par la fissure. La Figure III-38 montre qu'au moment de l'interruption de l'essai, la fissure se propageait dans différents plans simultanément en laissant quelques ligaments de matière entre ces différents niveaux.



Figure III-36. Différentes directions de propagation en fonction de l'orientation du grain. Poli, air,  $\pm 0,6$  %,  $1.10^{-5}$  s<sup>-1</sup>. 120 µm de profondeur.



Figure III-37. Propagation dans différentes directions. Poli, air,  $\pm 0,3$  %,  $4.10^{-3}$  s<sup>-1</sup>. 350 µm de profondeur.



Figure III-38. Front de fissure après 600 cycles. Poli, milieu REP,  $\pm$  0,6 %, 1.10<sup>4</sup> s<sup>-1</sup>. 650 µm de profondeur.

Au niveau des stries de fatigue, les résultats des mesures mettent en évidence la présence d'une certaine variabilité en fonction de l'endroit où est réalisée la mesure. Ainsi, sur la Figure III-39, les stries sont plus grandes sur la partie droite de l'image que sur la partie gauche. Des différences sont aussi visibles entre la plage de stries située dans le coin en haut à droite et la plage située en bas à gauche. Dans d'autres configurations, une augmentation ou une diminution notable de la taille des stries sur une même plage a été observée. Des variations des dimensions des stries ont aussi été notées lorsque la fissure change de grain, *d*. Figure III-40.



Figure III-39. Variations de la taille des stries. Poli, air,  $\pm 0,6$  %,  $1.10^4$  s<sup>-1</sup>. 475 µm de profondeur.



Figure III-40. Variations de la taille des stries au franchissement d'un joint de grain. Poli, milieu REP,  $\pm$  0,6 %, 1.10<sup>4</sup> s<sup>-1</sup>. 500 µm de profondeur.

## III.3.2. Analyse des mesures d'interstries en fonction de la profondeur

Sur l'ensemble des essais menés à rupture, des mesures d'interstrie ont été réalisées. Chaque valeur a été moyennée sur une dizaine de stries afin de lisser les variations. Les mesures sont pratiquées pour deux à trois fissures importantes présentes sur le faciès de rupture. La procédure utilisée est détaillée dans le paragraphe II.2.2.b. Pour chaque condition, les résultats proviennent d'une seule éprouvette, mais sont souvent validés par des observations complémentaires sur les éprouvettes des essais interrompus ou d'autres essais à rupture.

Il est impossible de connaître la géométrie de la fissure à chaque instant de sa propagation. De plus, les géométries des fissures de faibles dimensions sont assez variées, comme l'attestent les observations réalisées lors des essais interrompus. Les mesures d'interstries ne sont donc identifiées que par la profondeur, qui correspond à la distance entre la zone d'amorçage en surface et le point de mesure de l'interstrie.

# *III.3.2.a.* Comparaison des mesures d'interstrie en fonction des conditions de sollicitation

Pour les données obtenues dans l'air à différentes amplitudes et vitesses de déformation, l'évolution de la distance interstrie en fonction de la profondeur est représentée sur la Figure III-41 dans un diagramme log-log. La distance interstrie augmente progressivement avec la profondeur. Plusieurs légers changements de pente ont été observés pour les différentes conditions de sollicitation.

A  $\pm$  0,6 %, la distance interstrie a tendance à légèrement augmenter lorsque la vitesse de déformation diminue, mais les courbes se croisent à plusieurs reprises. On retrouve cette tendance à  $\pm$  0,3 % avec des valeurs d'interstrie environ cinq fois plus faibles qu'à  $\pm$  0,6 % pour des profondeurs variant entre 1 et 3 mm. Cette différence de vitesse de propagation est en accord avec le rapport des durées de vie entre les deux amplitudes (qui est d'environ 5,5). Les mesures d'interstrie à la vitesse de 1.10<sup>-5</sup> s<sup>-1</sup> ont été réalisées sur une éprouvette dont l'essai a été interrompu avant rupture. La dispersion des mesures, parfois relativement importante est expliquée par les observations réalisées dans la partie III.3.1.e : variation de la distance interstrie sur une zone donnée, propagation de la fissure en zigzag, ...



Figure III-41. Evolution de la distance interstrie en fonction de la profondeur pour différentes amplitudes et vitesses de déformation dans l'air. Poli.

L'évolution de l'interstrie en milieu eau primaire REP en fonction de la profondeur est représentée sur la Figure III-42. Pour l'amplitude de  $\pm$  0,6 %, on remarque deux tendances différentes suivant la vitesse de déformation :

• à  $4.10^{-3}$  s<sup>-1</sup>, la courbe semble avoir une pente relativement constante.

 aux plus faibles vitesses de déformation, la valeur de l'interstrie semble être constante (autour de 1 μm) jusqu'à une profondeur de 350 μm, avant d'augmenter et de rejoindre progressivement la courbe obtenue à 4.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>, au-delà de 1 mm de profondeur.



Figure III-42. Evolution de la distance interstrie en fonction de la profondeur pour différentes amplitudes et vitesses de déformation en milieu REP. Poli.

Pour les résultats à  $1.10^{-5}$  s<sup>-1</sup> en milieu eau primaire REP, les distances interstries sur les deux éprouvettes menées à rupture sont indiquées sur la Figure III-42. Les valeurs sont légèrement plus importantes pour l'essai ayant une durée de vie très courte (N<sub>5</sub> = 535 cycles) mais l'écart n'est pas suffisant pour expliquer la différence de durée de vie avec l'autre essai mené à cette même vitesse de sollicitation. Concernant l'influence de l'amplitude de déformation, on trouve comme dans l'air un facteur d'environ cinq entre  $\pm$  0,3 et  $\pm$  0,6 %.

Il est aussi possible d'analyser l'influence de l'environnement au travers des mesures d'interstries en rassemblant les courbes par vitesse de déformation, *cf.* Figure III-43. De manière générale, les valeurs d'interstries en milieu eau primaire REP sont toujours supérieures ou égales aux valeurs obtenues dans l'air. L'écart est cependant assez faible à  $4.10^{-3}$  s<sup>-1</sup>; il augmente pour les vitesses de déformation plus faibles et apparaît alors essentiellement pour les faibles profondeurs. Ainsi, à 100 microns de profondeur, l'écart entre l'air et le milieu REP est de 3 à  $4.10^{-3}$  s<sup>-1</sup>, de 7 à  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup> et entre 5 et 9 selon les données expérimentales considérées à  $1.10^{-5}$  s<sup>-1</sup>.

La question du lien entre la distance interstrie et la vitesse de propagation des fissures a déjà été abordée par De Baglion [De Baglion, 2011]. L'auteur remet en cause le fait que dans l'air, chaque strie puisse correspondre à un cycle. Nous reviendrons sur ce point par la suite (partie III.3.3.d).



Figure III-43. Comparaison entre l'air et le milieu REP de l'évolution de l'interstrie en fonction de la profondeur. (a)  $4.10^{-3} s^{-1}$ . (b)  $1.10^{-4} s^{-1}$ . (c)  $1.10^{-5} s^{-1}$ . Poli,  $\pm 0,6$  %.

### III.3.2.b. Synthèse

Dans l'air, lorsque la vitesse de déformation diminue, la distance interstrie a tendance à augmenter. En milieu eau primaire REP, la morphologie des courbes représentant la distance interstrie en fonction de la profondeur varie selon la vitesse de déformation considérée. Pour la vitesse de  $4.10^{-3}$  s<sup>-1</sup>, la courbe est semblable à celles obtenues dans l'air. Aux plus faibles vitesses de déformation, un palier apparaît pour les faibles profondeurs autour d'une distance interstrie de 1 µm. Dans ce domaine, les valeurs d'interstrie sont plus importantes en milieu REP que dans l'air.

Dans les deux environnements étudiés, une diminution de l'amplitude de déformation de  $\pm$  0,6 % à  $\pm$  0,3 % entraine une diminution de l'interstrie d'un facteur 5 pour une profondeur donnée.

## III.3.3. Utilisation du paramètre mécanique $\Delta K_{\epsilon}$

La représentation de la distance interstrie en fonction de la profondeur nous amène à faire l'hypothèse que la force motrice ne dépend pas de la géométrie de la fissure, *i.e.* que la géométrie de la fissure ne varie pas selon les conditions de sollicitation ou la profondeur considérée. Or, comme signalé plus haut, les essais interrompus qui ont été détaillés dans la partie III.2 montrent que la géométrie des fissures est assez variable, et cela quel que soit l'environnement considéré (vide : Figure III-12 et Figure III-13, air : Figure III-16, milieu REP : Figure III-20). Les fissures sont de forme semi-elliptique, parfois assez allongées avec des fronts de fissure pas toujours très réguliers et qui évoluent en fonction de la profondeur, ce qui impacte la force motrice. Par ailleurs, comme nous le verrons dans le chapitre suivant, le rôle de la géométrie des fissures sera prépondérant lorsque nous considérerons l'état de surface meulé.

Avant de comparer l'évolution de l'interstrie avec les vitesses de propagation macroscopiques, il est donc important d'introduire un paramètre mécanique intégrant la géométrie des fissures et son évolution en fonction de la profondeur pour chaque condition d'essai. Pour des conditions de sollicitation semblables, De Baglion [De Baglion, 2011] a utilisé les paramètres mécaniques  $\Delta K$  et  $\Delta J$ , sans réussir à rationaliser les résultats en fonction de l'amplitude et/ou de la vitesse de déformation. Pour des conditions de sollicitation similaires, certains auteurs [Kamaya, Kawakubo, 2012 ; Kamaya, 2013, 2015] ont proposé d'utiliser le paramètre  $\Delta K_{\varepsilon}$  comme facteur traduisant la force motrice de la propagation des fissures en fatigue oligocyclique sur les aciers inoxydables austénitiques. Plus de détails sur ce paramètre ainsi que sur sa mise en œuvre sont donnés dans la

partie I.1.2.b. La formule du paramètre  $riangle K_{\varepsilon}$  est rappelée par l'Équation III-2, avec *a* la profondeur, *F(a)* le facteur de forme et riangle to tale de déformation.

$$\Delta K_{\varepsilon} = F(a) \times \Delta \varepsilon \times \sqrt{\pi \times a} \qquad \qquad \acute{Equation III-2.}$$

# III.3.3.a. Evolution de la géométrie de la fissure en fonction de la profondeur

L'expression du paramètre mécanique  $\[tmin K_e\]$  fait intervenir la géométrie de la fissure dans le facteur de forme F(a). La géométrie de la fissure est définie par le rapport a/b, avec a la profondeur de la fissure et b la demi-longueur projetée de la fissure en surface. En fonction de la valeur du rapport a/b, différentes expressions existent pour calculer le facteur de forme. Nous avons décidé d'utiliser les équations de Carpinteri [Carpinteri, 1993] qui sont détaillée dans le tableau Tableau I-1. Les expressions du facteur de forme étant définies pour un nombre restreint de rapports a/b, les valeurs intermédiaires sont déterminées grâce à une interpolation linéaire.

Afin de déterminer la valeur de  $\[top]K_{\varepsilon}$  il est donc nécessaire d'établir l'évolution de la géométrie de la fissure en fonction de la profondeur. Les faciès de rupture des différents essais interrompus ont été analysés afin d'établir un certain nombre de données expérimentales reliant le rapport a/b à la profondeur de fissure. Il est apparu que sur un même faciès de rupture, le rapport a/b variait d'une fissure à l'autre, notamment à cause des coalescences observées pendant toute la phase de propagation, dans l'air et en milieu REP. Les données recueillies ont été représentées sur la Figure III-44 en distinguant la vitesse de déformation et l'environnement considéré.



Figure III-44. Evolution du rapport a/b en fonction de la profondeur pour l'état de surface poli.  $\pm 0,6$  %.

Au-delà de la dispersion assez importante constatée, aucune différence significative n'est observée entre les différentes vitesses de déformation. Pour une profondeur d'environ 200 µm, il
apparaît que les fissures dans l'air ont tendance à être assez allongées  $(a/b \rightarrow 0)$ , tandis qu'elles se rapprochent d'une forme semi-circulaire en milieu REP  $(a/b \rightarrow 1)$ . Cependant, les mesures réalisées sous vide montrent que l'on peut trouver les deux géométries de fissure à une même profondeur. Le choix a été fait d'établir une courbe unique représentant l'évolution du rapport a/b en fonction de la profondeur, sans tenir compte des conditions de sollicitation, il s'agit de la courbe bleue tracée sur la Figure III-44. Elle est obtenue par régression à partir de l'équation générique en utilisant le logiciel KaléidaGraph. <u>Cette dernière étant basée sur les mesures</u> expérimentales, elle intègre déjà les phénomènes d'interaction entre fissures, et notamment les coalescences puisque celles-ci ont un effet direct sur la géométrie des fissures.

Afin de valider la courbe d'évolution du rapport a/b, nous avons comparé sur la Figure III-45 :

- les filiations de mesures d'interstrie réalisées sur des éprouvettes menées à rupture (la géométrie précise de la fissure est inconnue) où la valeur du paramètre  $\Delta K_{\varepsilon}$  est calculée en utilisant la courbe précédemment déterminée ;
- des mesures d'interstrie réalisées le long du front de fissure sur des essais interrompus et où la géométrie réelle de la fissure est connue et utilisée pour le calcul du paramètre  $\Delta K_{\varepsilon}$ .



1,00E-02

1,00E-07

1,00E-04

1,00E-03

ΔK<sub>s</sub> (m<sup>0,5</sup>) - Carpinteri

La Figure III-45 montre une bonne cohérence entre les deux séries de données pour différentes conditions de sollicitation. Pour chaque condition, une seule éprouvette est analysée et les différents points correspondent aux différentes fissures présentes sur le faciès. Il faut malgré tout noter que les essais interrompus utilisés ici pour valider la courbe d'évolution du rapport a/b faisaient partie des essais pris en compte lors de l'élaboration de cette même courbe.

#### III.3.3.b. Analyse de l'influence de la multi-fissuration dans l'air

Quel que soit l'environnement considéré, plusieurs fissures, parfois très nombreuses, ont été observées sur les faciès de rupture. Cette multi-fissuration pourrait affecter les cinétiques de propagation de chacune d'entre elles, non seulement par des phénomènes de coalescence qui accélérèrent la croissance des fissures, mais également par des effets de décharge qui, au contraire, ralentissent la propagation des fissures. Ces effets ont été détaillés lors de la revue bibliographique, *cf.* I.1.4. L'objectif des travaux détaillés dans cette partie est donc d'obtenir la loi de propagation d'une fissure unique sollicitée en plasticité généralisée et de pouvoir ainsi mettre en évidence un éventuel impact de la multi-fissuration sur les cinétiques de propagation des fissures.

Pour cela, nous avons entaillé une éprouvette par électro-érosion par enfonçage. Comme le montre la Figure III-46, l'entaille réalisée est de forme semi-elliptique d'environ 200  $\mu$ m de profondeur et avec un rapport a/b de 0,9. Son épaisseur est de 120  $\mu$ m.



Figure III-46. Image MEB de l'entaille initiale réalisée par électro-érosion par enfonçage.

Cette éprouvette a été sollicitée selon le protocole suivant :

- 1000 cycles en air à 300°C à ± 0,6 % et 4.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>.
- Interruption pour examen.

- 1500 cycles dans les mêmes conditions.
- Jusqu'à rupture dans l'air à 20°C avec  $R_{\sigma}=0,2$ ;  $\Delta\sigma/2=100$  MPa. Le nombre de cycles nécessaire à la rupture de l'éprouvette dans le domaine de l'endurance a été de 382 113 cycles.

Les fronts de fissure après les arrêts à 1000 et 2500 cycles sont visibles sur la Figure III-47. La géométrie de la fissure n'a que peu évolué, le rapport a/b vaut 0,8 après les 2500 cycles dans l'air.



Figure III-47. Photo du faciès de rupture. Les pointillés rouges indiquent la position du front de fissure après 1000 cycles. Les flèches correspondent aux deux chemins où les mesures d'interstries ont été réalisées. Poli, air,  $\pm 0,6$  %,  $4.10^{-3}$  s<sup>-1</sup>.

L'arrêt après 1000 cycles permet de caractériser l'endommagement sur le fût de l'éprouvette. La présence de l'entaille a bien favorisé l'amorçage d'une fissure, *cf.* Figure III-48. La fissure issue de l'entaille mesure **1870 \mum** en longueur cumulée. D'autres fissures sont présentes sur le fût, la plus longue observée a une longueur cumulée de **800 \mum**. La présence de l'entaille ne permet donc pas d'avoir une fissure unique qui se propage mais favorise fortement la formation de la fissure principale.

Des observations MEB ainsi que des mesures d'interstrie ont principalement été réalisées selon deux chemins. Comme le montre la Figure III-47, le chemin A est perpendiculaire à la surface et correspond à la méthode habituellement utilisée pour effectuer les mesures d'interstries. Le chemin B est situé le long du bord de l'éprouvette. La Figure III-50 et la Figure III-51 montrent des images MEB des stries à différentes distances de la zone d'amorçage pour les deux chemins.



Figure III-48. Fissure issue de l'entaille après 1000 cycles. La flèche rouge indique la direction de sollicitation. Poli, air, 300°C,  $\pm$  0,6 %, 4.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>.

L'utilisation d'un deuxième chemin permet de multiplier les points de mesure, mais la notion de profondeur n'a plus vraiment de sens. Ces données peuvent être analysées en calculant les valeurs correspondantes du paramètre  $\[tmu]K_{\varepsilon}$  en tenant compte de l'angle du chemin B par rapport à la surface. Sur la Figure III-49, les distances interstries sont représentées en fonction du paramètre  $\[tmu]K_{\varepsilon}$  pour un essai à rupture et pour l'essai avec entaille. Les mesures d'interstries se superposent globalement, avec malgré tout des valeurs d'interstries légèrement plus faibles sur l'essai avec entaille pour des  $\[tmu]K_{\varepsilon}$  supérieures à  $3.10^{-4}$  m<sup>0,5</sup>. La propagation semble donc être gouvernée par le paramètre  $\[tmu]K_{\varepsilon}$ . La question de la validité de la distance interstrie comme marqueur de la vitesse de propagation sera vérifiée par la suite, *cf.* partie III.3.3.d.



Figure III-49. Comparaison des mesures d'interstrie. Poli, air, ± 0,6 %, 4.10-3 s<sup>-1</sup>.

#### Etat de surface poli - Influence de la vitesse de déformation



Figure III-50. Micrographies de l'éprouvette avec entaille avec des zooms à différentes profondeurs. **Chemin A.** Poli, air,  $300^{\circ}C$ ,  $\pm 0,6 \%$ ,  $4.10^{-3} s^{-1}$ .

#### Etat de surface poli - Influence de la vitesse de déformation



Figure III-51. Micrographies de l'éprouvette avec entaille avec des zooms à différentes profondeurs. **Chemin B.** Poli, air,  $300^{\circ}C$ ,  $\pm 0,6 \%$ ,  $4.10^{-3} s^{-1}$ .

La présence d'une multi-fissuration importante sur l'ensemble de l'éprouvette ne modifie donc pas les cinétiques de propagation des fissures.

#### III.3.3.c. Analyse des courbes représentant l'interstrie en fonction de $\Delta K_{\epsilon}$

L'évolution de l'interstrie en fonction de  $\Delta K_{\varepsilon}$  pour toutes les conditions de sollicitation étudiées dans l'air est représentée sur la Figure III-52. Les différentes courbes présentent des pentes similaires et l'ensemble des points tend à être bien mieux regroupé, en particulier aux faibles valeurs d'interstries. Les valeurs obtenues aux deux amplitudes de sollicitation étudiées sont également plus proches, l'effet de l'amplitude est presque totalement rationalisé avec l'utilisation du paramètre  $\Delta K_{\varepsilon}$ . On conserve l'influence de la vitesse de déformation : la distance interstrie augmente légèrement lorsque la vitesse de déformation diminue.



Figure III-52. Evolution de l'interstrie en fonction du paramètre  $\Delta K_{\varepsilon}$  dans l'air. Poli.

Nous allons maintenant nous intéresser à l'évolution de la distance interstrie en milieu eau primaire REP. La Figure III-53 montre que l'allure de la courbe semble fortement dépendre de la vitesse de déformation. Pour des valeurs de  $\Delta K_{\varepsilon}$  élevées, les différentes vitesses de déformation se rassemblent pour former une courbe unique qui se rapproche de ce qui a été observé dans l'air.

A plus faible valeur de  $\[top]K_{\varepsilon}$ , la propagation de la fissure apparaît comme fortement assistée par le milieu REP, notamment à faible vitesse de déformation. Cela se traduit par des distances interstries bien plus importantes en milieu REP que dans l'air pour les faibles vitesses de déformation. Pour des valeurs de  $\[top]K_{\varepsilon}$  inférieures à  $3.10^{-4}$  m<sup>0.5</sup>, un palier est présent autour d'une distance interstrie de 1 µm et il est d'autant plus marqué que la vitesse de sollicitation est réduite.

Les résultats obtenus aux deux amplitudes de déformation peuvent être comparées pour la vitesse de  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup>, l'influence de l'amplitude de déformation est presque totalement rationalisée.



Figure III-53. Evolution de l'interstrie en fonction du paramètre  $\Delta K_{\varepsilon}$  en milieu eau primaire REP. Poli.

Les résultats obtenus ont par ailleurs été comparés avec quelques données de la littérature [Kamaya, Kawakubo, 2012 ; Kamaya, 2013, 2015]. Cependant, le paramètre  $\angle JK_{\epsilon}$  utilisé dans ces travaux est exprimé à l'aide du facteur de forme de Murakami [Murakami, 1987] dont l'expression est rappelée dans la partie I.1.2.b. Cette dernière a été établie uniquement pour un rapport a/b de 1, l'information sur la géométrie de la fissure n'est donc pas prise en compte. Afin de rendre la comparaison pertinente, les mesures d'interstrie que nous avons obtenues ont donc également été exprimées avec le paramètre  $\angle JK_{\epsilon}$  en utilisant le facteur de forme de Murakami.

La Figure III-54.(a) permet de comparer nos résultats avec un essai réalisé par Kamaya [Kamaya, 2013] sur acier 316L à la vitesse de  $4.10^{-3}$  s<sup>-1</sup> et l'amplitude de  $\pm$  0,6 % dans l'air à 300°C. Les deux courbes se superposent bien et ne montrent pas de différence significative.

D'autres résultats obtenus par Kamaya [Kamaya, 2013] en milieu REP pour une amplitude de  $\pm 0,6\%$  à différentes vitesses de déformation sont comparés à nos valeurs sur la Figure III-54.(b). Pour la vitesse de déformation de  $4.10^{-3}$  s<sup>-1</sup>, la vitesse de propagation est plus importante sur l'acier 316, avec un rapport de 2 pour une valeur de  $\angle IK_{\varepsilon}$  autour de  $2.10^{-4}$  m<sup>0,5</sup> qui se réduit et disparaît à environ  $5.10^{-4}$  m<sup>0,5</sup>. Cette différence n'est visible que sur un nombre de mesures très restreint, il serait nécessaire d'avoir plus de données sur l'acier 316L pour cet intervalle de  $\angle IK_{\varepsilon}$ .



Figure III-54. Comparaison des résultats expérimentaux avec certaines données de la bibliographie. (a) Résultats dans l'air [Kamaya, 2013]. (b) Influence de la vitesse de déformation en milieu REP [Kamaya, 2013]. (c) Influence de l'amplitude en milieu REP [Huin, 2013].

Pour les vitesses de déformation les plus faibles, les essais de Kamaya ont été réalisés avec un signal en dents de scie (avec une faible vitesse de déformation dans la partie en traction du signal  $- d\epsilon/dt > 0$ ) ce qui rend les comparaisons plus complexes. On note cependant que la vitesse de propagation augmente bien lorsque la vitesse de sollicitation diminue et un léger changement de pente ainsi que le début d'un plateau sont visibles pour les faibles valeurs de  $\Delta K_{\epsilon}$ . Les résultats sont donc cohérents.

Enfin, l'analyse peut être menée plus loin en combinant à la fois l'influence de l'amplitude et de la vitesse de déformation en milieu REP en utilisant les mesures d'interstries réalisées par Huin [Huin, 2013] sur des essais à  $\pm$  0,5 % d'amplitude avec un signal triangle à 4.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup> et un signal dents de scie 4.10<sup>-5</sup> / 4.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>. Les différentes amplitudes de déformation se superposent parfaitement et on observe de nouveau un changement de pente aux faibles valeurs de  $\angle IK_e$  lorsque la vitesse de déformation diminue.

On retiendra donc que dans l'air, les courbes suivent toutes des pentes similaires. Les interstries augmentent légèrement lorsque la vitesse ou l'amplitude de déformation diminue. En milieu REP, la courbe obtenue à la vitesse de  $4.10^{-3}$  s<sup>-1</sup> est semblable aux courbes obtenues dans l'air. Lorsque la vitesse de déformation diminue, une rupture de pente apparaît autour de  $3.10^{-4}$  m<sup>-0.5</sup> et les valeurs d'interstrie sont alors plus importantes pour les faibles valeurs de  $\angle IK_e$ . Ces conclusions sont en accord avec les résultats trouvés dans la littérature.

#### III.3.3.d. Calcul du nombre de cycles consacré à la phase propagation

Dans cette partie, la phase d'amorçage est négligée et on considérera que l'ensemble de la durée de vie correspond à la phase de propagation des fissures.

#### • Méthode

Les courbes représentant l'évolution de la distance interstrie, ici assimilée à la vitesse de propagation de la fissure da/dN, en fonction du paramètre  $\Delta K_c$  vont être modélisées par des lois puissance de la forme donnée par l'Équation III-3. Les coefficients C et m vont dépendre de l'environnement, de la vitesse de déformation et de l'amplitude.

$$\frac{da}{dN} = C \times (\Delta K_{\varepsilon})^{m} \qquad \qquad \acute{Equation III-3.}$$

L'intégration de l'Équation III-3 permet d'obtenir la profondeur *a* en connaissant le nombre de cycles réalisés N et la profondeur initiale  $a_i$  avec l'Équation III-4 si m=2 et l'Équation III-5 sinon.

Si m = 2: 
$$a = a_i \times \exp(C \times F^2(a) \times \Delta \varepsilon^2 \times \pi \times N)$$
 Équation III-4.

Si m 
$$\neq 2$$
:  $a = \frac{a_0}{\frac{m}{2} - 1} \sqrt{1 - a_i^{\frac{m}{2} - 1} \times \left(\frac{m}{2} - 1\right) \times C \times F^m(a) \times \Delta \varepsilon^m \times \pi^{\frac{m}{2}} \times N}$  Équation III-5.

Les équations précitées sont utilisées pour déterminer la profondeur de la fissure tous les 5 cycles. Les détails de la procédure considérée pour déterminer le nombre de cycles calculé  $N_p$  correspondant au nombre de cycles nécessaire pour propager la fissure d'une profondeur initiale  $a_0$  à une profondeur finale de 3 mm de profondeur sont indiqués sur la Figure III-55.



Figure III-55. Schéma de calcul du nombre de cycles de propagation N<sub>b</sub>.

#### • En air

Dans cet environnement, l'évolution de l'interstrie en fonction du paramètre  $\Delta K_{\epsilon}$  suit une loi puissance d'exposant 2. Le coefficient *C* a été ajusté pour chaque vitesse de déformation à partir des mesures d'interstrie. La Figure III-56 permet de comparer la loi de propagation identifiée avec les mesures d'interstrie pour les deux vitesses de déformation.



Figure III-56. Comparaison des mesures d'interstries avec les lois déterminées. Poli, air, ± 0,6 %.

Le Tableau III-19 indique le nombre de cycles calculé  $N_p$  déterminé pour les deux vitesses de déformation en considérant une profondeur initiale  $a_0$  de 10 et 20 µm. Ces résultats sont bien plus faibles que les durées de vie obtenues expérimentalement.

$\Delta \epsilon/2$	ź	$N_5$	С	N <sub>p</sub> (c	ycles)
(%)	(s <sup>-1</sup> )	(cycles)	C	$a_0 = 10 \ \mu m \ / \ a_f = 3 \ mm$	$a_0 = 20 \ \mu m \ / \ a_f = 3 \ mm$
0.6	4.10-3	≈ <b>525</b> 0	5,35	3320	2930
•,•	1.10-4	≈ <b>53</b> 00	7,32	2430	2140

Tableau III-19. Nombre de cycles de propagation déterminé par le calcul pour les deux amplitudes de déformation. Poli, air.

La profondeur finale a été fixée à 3 mm car la fissure a alors parcouru un tiers du diamètre de l'éprouvette. Les conditions de sollicitation en pointe fissure ne correspondent alors plus à de la fatigue uniaxiale et l'endommagement généré crée forcément une chute de charge visible sur le comportement cyclique. Si on étudie l'impact d'une variation de  $\pm$  1 mm de a<sub>f</sub> sur le nombre de cycles  $N_p$ , on obtient une variation de +70 / -160 cycles à la vitesse de 4.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup> et +40 / -130 cycles à 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>, ce qui est négligeable par rapport au nombre de cycles considéré.

L'une des causes de l'écart important entre le nombre de cycles calculé et l'expérience pourrait aussi être une mauvaise représentativité des courbes utilisés pour modéliser l'évolution de la distance interstrie en fonction de  $\Box K_{\varepsilon}$ . Mais il s'avère que même avec une combinaison de lois puissance suivant au plus près les variations des mesures d'interstries, le gain en nombre de cycles est inférieur à 650, ce qui n'est pas suffisant pour compenser les différences constatées ici.

Les essais interrompus ont été utilisés afin d'identifier si la différence entre le nombre de cycles calculé  $N_{\rho}$  et la durée de vie expérimentale était plutôt liée à une mauvaise estimation de la vitesse de propagation sur un certain intervalle de profondeur ou plus généralement à la non correspondance entre la vitesse de propagation à l'échelle locale, issue des mesures d'interstries, et la vitesse macroscopique, issue des essais interrompus et de la durée de vie à rupture. La Figure III-57 montre que la vitesse de propagation déduite des valeurs d'interstrie est surestimée, et cela pour l'ensemble de la gamme de profondeur étudiée. Au final, le rapport entre la durée de vie expérimentale et le nombre de cycles calculé pour une profondeur allant de 20  $\mu$ m à 3 mm est de **1,8 à la vitesse de 4.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>** et de **2,5 à 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>**.



Figure III-57. Comparaison du nombre de cycles déterminés numériquement (en rouge) avec les données expérimentales (en bleu) sur les essais interrompus et à rupture. (a) 4.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>. (b) 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>. Poli, air, ± 0,6 %.

Il est aussi possible de calculer le nombre de cycles pour l'essai avec entaille détaillé dans le paragraphe III.3.3.b pour lequel nous disposons de la géométrie précise du front de fissure. Les résultats sont rassemblés sur la Figure III-58 et montrent que les vitesses de propagation déduites des mesures d'interstries sont trop importantes. Le rapport entre le nombre de cycles appliqué expérimentalement et le nombre de cycles calculé est **d'environ 1,8**. <u>Il s'agit du même rapport que sur l'essai à rupture pour cette vitesse de déformation :  $4.10^{-3}$  s<sup>-1</sup>.</u>



Figure III-58. Comparaison du nombre de cycles déterminés numériquement (en rouge) avec les données expérimentales (en bleu) sur l'essai avec entaille. Poli, air,  $\pm 0,6$  %,  $4.10^{-3}$  s<sup>-1</sup>.

En conclusion, <u>dans l'air, les mesures d'interstries ne permettent pas d'estimer correctement les</u> <u>vitesses de propagation des fissures</u>. Les vitesses de propagation déduites des mesures d'interstries sont environ 1,8 fois trop importantes à  $4.10^{-3}$  s<sup>-1</sup> et 2,5 fois trop importantes à la vitesse de  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup>. Ces résultats confirment les conclusions de De Baglion qui avait montré que pour les conditions de sollicitation étudiées, on ne pouvait pas considérer qu'une strie correspondait à un cycle dans l'air [De Baglion, 2011].

#### • En milieu eau primaire REP

En milieu eau primaire REP, l'hypothèse d'un coefficient *m* égal à 2 n'est plus vérifiée. Afin de représenter au mieux l'évolution de l'interstrie en fonction du paramètre  $\Delta K_{\varepsilon}$ , il est même

nécessaire de considérer deux lois puissances différentes pour chaque vitesse de déformation, comme le montre la Figure III-59.



Figure III-59. Comparaison des mesures d'interstries avec les lois déterminées. Poli, milieu REP, ± 0,6 %.

$\Delta \epsilon/2$	ź	$N_5$	Première loi		$\Delta K_{\epsilon}$ (m <sup>0,5</sup> )	Deuxie	ème loi
(%)	(s <sup>-1</sup> )	(cycles)	С	m	transition	С	m
0,3	1.10-4	5200	1,6.10-2	1,17	6,0.10-4	3600	2,83
	4.10-3	2890	3,1.10-3	1,12	3,2.10-4	3200	2,84
	1.10-4	900	8,4.10-4	0,79	3,3.10-4	4,13	1,85
0,6	1.10 <sup>-5</sup> (535 cycles)	535	2,4.10-6	0,07	2,0.10-4	0,31	1,45
	1.10 <sup>-5</sup> (1000 cycles)	1000	<b>2,4</b> .10 <sup>-6</sup>	0,07	2,9.10-4	0,18	1,45

Tableau III-20. Paramètres des lois puissances identifiées avec le paramètre  $\Delta K_{\varepsilon}$ . Poli, milieu REP.

Les durées de vie calculées  $N_p$  détaillées dans le Tableau III-21 pour des profondeurs initiales  $a_0$  de 10 et 20 µm sont dans tous les cas soit légèrement inférieures, soit égales aux durées de vie expérimentales. De manière générale, <u>l'utilisation des mesures d'interstries permet de correctement estimer la durée de vie obtenue expérimentalement en milieu eau primaire REP, quelle que soit la vitesse de déformation considérée à l'amplitude de  $\pm$  0,6 %. A  $\pm$  0,3 %, l'écart</u>

$\Delta \epsilon/2$	ė	$N_5$	N <sub>p</sub> (c	ycles)
(%)	(s <sup>-1</sup> )	(cycles)	$a_0 = 10 \ \mu m \ / \ a_f = 3 \ mm$	$a_0 = 20 \ \mu m \ / \ a_f = 3 \ mm$
0,3	1.10-4	5200	3950	3830
	4.10-3	2890	2755	2610
0.6	1.10-4	900	850	825
0,0	1.10 <sup>-5</sup> (535 cycles)	535	555	545
	1.10 <sup>-5</sup> (1000 cycles)	1000	825	820

entre la durée de vie expérimentale et le calcul est un peu plus important, tout en restant acceptable.

Tableau III-21. Nombre de cycles de propagation déterminé par le calcul pour les deux amplitudes de déformation. Poli, milieu REP.

Après avoir montré que les mesures d'interstries fournissent une bonne estimation de la durée de vie, nous allons essayer de voir avec les essais interrompus si les interstries permettent de correctement évaluer les vitesses de propagation. Il semble nécessaire de rappeler que chaque essai interrompu correspond à une éprouvette différente. La différence de taille des différents sites d'amorçage ainsi que les interactions entre fissures [Lehericy, 2007] peuvent engendrer une dispersion d'une éprouvette à l'autre en termes de longueur et de profondeur de fissure. En attestent les deux essais interrompus après 600 cycles en milieu REP à la vitesse de  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup> qui conduisent à une profondeur maximale de fissure de 670 et 760 µm.

La Figure III-60 montre que les mesures d'interstries permettent une bonne estimation de la vitesse de propagation des fissures à la vitesse de  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup>. Par contre, pour la vitesse de déformation de  $4.10^{-3}$  s<sup>-1</sup>, il apparaît que l'utilisation de l'interstrie conduit à une surestimation de la vitesse de propagation des fissures pour les faibles valeurs de  $\angle IK_c$  et une sous-estimation pour les plus fortes valeurs. Pour la vitesse de  $1.10^{-5}$  s<sup>-1</sup>, l'utilisation des interstries de l'essai avec une durée de vie à 535 cycles, *cf.* Figure III-60.(c), conduit à des vitesses de propagation bien trop importantes par rapport à celles constatées sur les essais interrompus. Ce résultat confirme que les résultats des essais interrompus sont incompatibles avec une durée de vie de 535 cycles. Cependant, si on considère l'essai avec une durée de vie de 1000 cycles, la vitesse de propagation déduite des distances interstrie est trop élevée pour les faibles valeurs de  $\angle IK_c$ .



Figure III-60. Comparaison du nombre de cycles déterminés numériquement avec les données expérimentales sur les essais interrompus et à rupture.

(a) 4.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>. (b) 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>. (c) 1.10<sup>-5</sup> s<sup>-1</sup> - 535 cycles. (d) 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup> - 1000 cycles. Poli, milieu REP, ± 0,6 %.

En conclusion, dans le milieu eau primaire REP, les mesures d'interstries permettent une bonne estimation de la durée de vie quelle que soit la vitesse de déformation. Cependant, les vitesses de propagation au cours de l'avancée des fissures ne sont pas toujours correctement estimées par les distances interstrie. Il est apparu que les cinétiques de propagation déduites des mesures d'interstries étaient surévaluées pour une certaine gamme de profondeur et sous-évaluée pour les autres. Cette dispersion autour des cinétiques de propagation est certainement provoquée par le fait de considérer différents essais. La dispersion expérimentale en milieu REP est relativement importante et les cinétiques peuvent donc être légèrement différentes d'un essai à l'autre. Les images MEB détaillées dans la partie III.3.1.e montrent bien que la vitesse d'avance des fissures varie parfois d'un grain à l'autre ou en fonction des obstacles rencontrés par la fissure.

#### • Comparaison avec l'évolution de l'endommagement

Lors de l'analyse de l'endommagement (*cf.* partie III.2.4.b), nous avions montré avec les essais interrompus que l'amorçage et la propagation d'une fissure jusqu'à 100  $\mu$ m de profondeur représentait environ 30 % de la durée de vie dans l'air et seulement 10 % en milieu REP. A partir des calculs réalisés en utilisant la distance interstrie, il est possible de distinguer d'une part le nombre de cycles correspondant à la propagation d'une fissure de la profondeur  $a_0$  jusqu'à 100  $\mu$ m de profondeur,  $N_{Amor}$ , et d'autre part le nombre de cycles  $N_{Prop}$  pour la propagation de 100  $\mu$ m à 3 mm. Le nombre de cycles nécessaire à la formation d'une fissure de profondeur  $a_0$  (de 10 ou 20  $\mu$ m) est toujours considéré comme négligeable. Les résultats sont rassemblés dans le Tableau III-22. De manière générale, le fait de considérer une valeur de  $a_0$  de 20  $\mu$ m permet de retrouver les ordres de grandeurs observés dans la partie précédente. On peut noter qu'en milieu eau primaire REP, la part de la durée de vie consacrée à l'amorçage et au début de la propagation de la fissure est moins importante lorsque la vitesse de déformation diminue.

			Air			Milieu RE	2 <b>P</b>
		N <sub>Amor</sub>	N <sub>Prop</sub>	Part de	N <sub>Amor</sub>	N <sub>Prop</sub>	Part de
		(cycles)	(cycles)	N <sub>Amor</sub>	(cycles)	(cycles)	N <sub>Amor</sub>
4 10-3 s <sup>-1</sup>	$a_0 = 10 \ \mu m$	1340	1980	40 %	735	2020	27 %
T.10 3	$a_0 = 20 \ \mu m$	950	1900	32 %	590	2020	22 %
1 10 <sup>-4</sup> s <sup>-1</sup>	$a_0 = 10 \ \mu m$	990	1440	41 %	135	715	16 %
1.10 5	$a_0 = 20 \ \mu m$	700	1110	33 %	110	, 715	13 %
1.10 <sup>-5</sup> s <sup>-1</sup>	$a_0 = 10 \ \mu m$				71	478	13 %
$N_5 = 535$ cycles	$a_0 = 20 \ \mu m$				62	170	11 %
1.10 <sup>-5</sup> s <sup>-1</sup>	$a_0 = 10 \ \mu m$				71	772	8 %
$N_5 = 1000$ cycles	$a_0 = 20 \ \mu m$				62	112	7 %

Tableau III-22. Calcul du nombre de cycles  $N_{Amor}$  pour propager une fissure d'une profondeur  $a_0$  à 100  $\mu m$  et du nombre de cycles  $N_{Prop}$  pour propager une fissure de 100  $\mu m$  à 3 mm de profondeur. Poli,  $\pm$  0,6 %.

#### III.3.3.e. Synthèse

La détermination d'une courbe d'évolution du rapport a/b en fonction de la profondeur à partir d'observations réalisées sur les essais interrompus a permis le calcul du paramètre  $\times K_{\varepsilon}$ . Les mesures d'interstries ont ainsi pu être représentées en fonction de  $\times K_{\varepsilon}$ .

Dans l'air, la pente est commune aux différentes courbes (pente 2) quelles que soient les conditions de sollicitation. On note cependant que l'interstrie est un peu plus importante lorsque l'amplitude ou la vitesse de déformation diminue. En milieu eau primaire REP, la courbe obtenue

à la vitesse de  $4.10^{-3}$  s<sup>-1</sup> est assez semblable aux courbes identifiées dans l'air. Lorsque la vitesse de déformation diminue, les mesures d'interstries augmentent pour les faibles valeurs de  $\angle IK_{\varepsilon}$  (inférieure à environ  $3.10^{-4}$  m<sup>0.5</sup>) et un palier apparaît pour une distance interstrie d'environ 1 µm.

Dans l'air, le nombre de cycles calculé à partir des mesures d'interstries est bien plus faible que les durées de vie obtenues expérimentalement. L'utilisation des mesures d'interstries comme indicateur de la vitesse de propagation des fissures conduit à considérer un nombre de cycles respectivement 1,8 et 2,5 fois trop faible pour les vitesses de  $4.10^{-3}$  et  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup>.

En revanche, en milieu eau primaire REP, les distances interstries permettent d'obtenir une bonne estimation de la durée de vie, quelle que soit la vitesse de déformation. L'estimation correcte de la vitesse de propagation tout au long de l'avancée de la fissure est pour sa part moins précise.

#### III.3.4. Etablissement de lois de propagation macroscopiques

La partie précédente a montré qu'au moins pour certaines conditions de sollicitation, et en particulier dans l'air, les mesures d'interstries ne permettaient pas d'estimer correctement les vitesses « globales » de propagation des fissures. Cette partie a pour objet d'établir des lois de propagation phénoménologiques qui soient cohérentes avec les résultats des essais interrompus et les durées de vie à rupture. Ces lois seront par la suite utilisées comme référence lors de l'analyse de l'influence de l'état de surface meulé.

L'obtention d'une fissure de 15 µm de profondeur étant extrêmement rapide dans les conditions considérées, elle n'est pas prise en compte et l'on considérera que l'ensemble de la durée de vie correspond à la phase de propagation de la fissure. Les lois macroscopiques sont construites à partir de l'Équation III-3 reliant la vitesse de propagation da/dN au paramètre  $\Delta K_{\varepsilon}$  qui donne par intégration l'Équation III-4 et l'Équation III-5. Les coefficients *m* des différentes lois de fissuration ont été approchés à partir de l'évolution de l'interstrie en fonction du paramètre  $\Delta K_{\varepsilon}$  puis optimisés.

#### • Air

Si l'hypothèse d'un coefficient m égal à 2 est conservée, il est impossible de décrire correctement à la fois les durées de vie des essais menés à rupture et la longueur maximale de fissure mesurée sur les essais interrompus. Le coefficient m a donc été laissé libre et pour une condition de sollicitation donnée, nous avons identifié deux lois différentes suivant le domaine de propagation. Les paramètres déterminés sont synthétisés dans le Tableau III-23. La transition entre les deux lois est située dans un domaine de  $\Delta K_{\varepsilon}$  où la valeur de l'interstrie varie fortement et la continuité entre les deux lois identifiées a été assurée. La profondeur initiale a<sub>0</sub> considérée est de 15 µm dans l'air.

	a <sub>0</sub> (μm)	C1	m1	$\Delta K_{e}$ (m <sup>0,5</sup> ) Transition	C2	m2
4.10 <sup>-3</sup> s <sup>-1</sup>	15	0,1	1,6	4,2.10-4	110	2,5
1.10 <sup>-4</sup> s <sup>-1</sup>	15	4,1.10-2	1,5	3,6.10-4	23,5	2,3
1.10 <sup>-5</sup> s <sup>-1</sup>	15	3,9	2			

Tableau III-23. Paramètres des lois macroscopiques dans l'air. Poli, ± 0,6 %.

L'évolution de la profondeur en fonction du nombre de cycles est représentée sur la Figure III-61 en comparant la loi de propagation macroscopique et les essais interrompus. Les différentes lois sont en accord avec les profondeurs constatées sur les essais interrompus et les essais menés à rupture.



Figure III-61. Evolution de la loi macroscopique comparée avec les essais interrompus et à rupture. Poli, air, ± 0,6 %.

Ces lois macroscopiques peuvent aussi être représentées en termes de vitesse de propagation en fonction du paramètre  $\[times]K_{\varepsilon}$  et ainsi être comparées avec les mesures d'interstries, *cf.* Figure III-62. L'intégration de l'interstrie conduit de manière générale à surestimer la vitesse de propagation macroscopique, et plus particulièrement pour les valeurs de  $\[times]K_{\varepsilon}$  les plus élevées. C'est donc sur ce domaine que l'on constate les écarts les plus importants entre la loi de propagation macroscopique et les mesures d'interstrie.



Figure III-62. Comparaison des lois de propagation macroscopiques avec les mesures d'interstries. Poli, air,  $\pm 0,6$  %.

#### • Milieu eau primaire REP

Afin de rendre compte du changement de pente observé dans cet environnement sur les mesures d'interstries, deux lois de propagations différentes ont été combinées. La transition est effectuée de manière à assurer la continuité de la vitesse de propagation. Le Tableau III-24 résume les paramètres déterminés pour les différentes vitesses de déformation. A la vitesse de déformation la plus lente, deux jeux de paramètres ont été identifiés. Le premier a été déterminé uniquement à l'aide des essais interrompus et est cohérent avec la durée de vie de 1000 cycles obtenue expérimentalement. Le deuxième jeu de paramètres est issu du premier et correspond à la durée de vie de 535 cycles. Cette loi n'est alors plus du tout en accord avec les profondeurs observées sur les essais interrompus.

	a₀ (µm)	C1	m1	$\Delta K_{\epsilon}$ (m <sup>0,5</sup> ) Transition	C2	m2
4.10 <sup>-3</sup> s <sup>-1</sup>	15	8.10-6	0,4	3,54.10-4	7500	3
1.10 <sup>-4</sup> s <sup>-1</sup>	15	1,75.10-4	0,6	3,75.10-4	3,35	1,85
1.10 <sup>-5</sup> s <sup>-1</sup>	15	1,35.10-4	0,6	3,09.10-4	3,3	1,85
1.10 <sup>-5</sup> s <sup>-1</sup> - 535 cycles	15	2,5.10-4	0,6	3,74.10-4	4,8	1,85

Tableau III-24. Paramètres des lois macroscopiques en milieu REP. Poli,  $\pm 0,6$  %.

L'évolution des lois macroscopiques est comparée aux essais interrompus et à rupture sur la Figure III-63.



Figure III-63. Evolution de la loi macroscopique comparée avec les essais interrompus et à rupture. Poli, milieu REP,  $\pm$  0,6 %.

Comme le montre la Figure III-64, la loi de propagation macroscopique à la vitesse de 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup> se superpose aux mesures d'interstrie, les vitesses de propagation déduites des mesures d'interstrie ayant montré un bon accord avec l'endommagement observé sur les essais interrompus. Pour les autres vitesses de déformation, les lois de propagation macroscopiques corrigent les écarts constatés lors de la comparaison du nombre de cycles calculé à partir des mesures d'interstrie avec le dommage observé sur les essais interrompus.



Figure III-64. Comparaison des lois de propagation macroscopiques avec les mesures d'interstries. Poli, milieu REP,  $\pm$  0,6 %.

#### III.3.5. Essais avec changement d'environnement

Afin de pouvoir valider les lois phénoménologiques précédemment obtenues, des essais avec changement d'environnement ont été réalisés. L'amorçage et le début de la propagation des fissures sont réalisés sous vide, un certain nombre de cycles est ensuite appliqué en environnement actif (air ou milieu eau primaire REP), enfin l'éprouvette est rompue soit sous vide, soit en traction répétée en fatigue à grand nombre de cycles. Ces changements d'environnement conduisent à un marquage du front de fissure à la fin de chaque séquence ce qui permet de déterminer précisément la géométrie initiale et finale des fissures lors de leur sollicitation en environnement actif. Les conditions exactes de sollicitations sont synthétisées dans le Tableau III-25.

Amplitude	Vitesse	Conditions (cycles)						
p	110000	Vide	Environnement	Vide	HCF (air, 20°C)			
	4.10 <sup>-3</sup> s <sup>-1</sup>	6000	Air - 1000	Jusqu'à rupture				
± 0,6 %	1.10 <sup>-4</sup> s <sup>-1</sup>	6000	Air - 1000	1000	Jusqu'à rupture			
		6000	REP - 300		Jusqu'à rupture			

Tableau III-25. Conditions de sollicitation des essais avec changement d'environnement. Poli, 300°C.

Pour chaque essai, des observations sont effectuées sur différentes fissures situées sur le pourtour de l'éprouvette et les informations sur la géométrie de chaque fissure avant et après la sollicitation en milieu actif (air ou milieu eau primaire REP) sont récupérées. Ces données permettent de calculer une vitesse de propagation moyenne qui peut être comparée avec les mesures d'interstries ainsi qu'avec les lois de propagation macroscopique.

#### • Essai dans l'air à 4.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>

Quelques images du faciès de rupture sont rassemblées sur la Figure III-65. Les pointillés bleus indiquent la transition entre le vide et l'air et les pointillés rouges le passage de l'air au vide. Le changement d'environnement est visible à la fois par une marque assez nette laissée sur le faciès, mais aussi par le changement d'aspect du faciès de rupture.

La géométrie des différentes fissures avant et après la sollicitation dans l'air est détaillée dans le Tableau III-26. Le paramètre *a* correspond à la profondeur maximale constatée et le paramètre 2*b* indique la longueur totale projetée en surface. Pour la fissure (c), la détermination de la longueur en surface est rendue difficile par la présence de plusieurs fissures contiguës dont les limites ne sont pas très claires. A partir de ces mesures, une vitesse de propagation moyenne, notée  $\Delta a/\Delta N$ , est déterminée dans l'air.



Figure III-65. Détails du faciès de rupture. En bleu, la transition vide / air et en rouge la transition air / vide. Poli,  $\pm 0,6$  %,  $4.10^{-3}$  s<sup>1</sup>.

	Après (	6000 cycles	sous vide	Aprè	s 1000 cyclo	es en air	Grandeurs moyennes	
	a (µm)	2b (µm)	$\Delta K_{\epsilon}$ (m <sup>0,5</sup> )	<sup>0,5</sup> ) a ( $\mu$ m) 2b ( $\mu$ m) $\Delta K_{\epsilon}$ (m <sup>0,5</sup> )	$\Delta K_{\epsilon}$ (m <sup>0,5</sup> )	$\Delta a/\Delta N$	$\Delta K_{\epsilon}$ moyen	
	~ /						(m/cycle)	$(m^{0,5})$
Fissure (a)	20	145	8,4.10-5	50	248	1,3.10-4	2,9.10-8	1,1.10-4
Fissure (b)	15	72	7,0.10-5	46	168	1,2.10-4	3,2.10-8	9,5.10-5
Fissure (c)	11	84	6,1.10-5	47	152	1,2.10-4	3,7.10-8	9,0.10-5

Tableau III-26. Géométrie des fissures avant et après la sollicitation dans l'air. Poli, vide/air/vide, ± 0,6 %, 4.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>.

On constate que les trois fissures se propagent avec une vitesse de propagation assez similaire, avec une profondeur maximale d'environ 20 µm après les 6000 cycles réalisés sous vide et une profondeur de 50 µm après le passage dans l'air. Nous n'avons pas observé de stries sur la surface fissurée sous air, la profondeur n'étant pas suffisamment importante pour qu'elles puissent être observées avec ces conditions de sollicitation.

Les vitesses de propagation moyennes sont comparées sur la Figure III-66 avec les mesures d'interstries et la loi phénoménologique identifiée précédemment. Elles permettent d'avoir une information pour les faibles valeurs de  $\Box K_{\varepsilon}$ . Les vitesses mesurées se situent dans le prolongement de la loi de propagation établie.



Figure III-66. Comparaison des mesures d'interstrie avec la loi de propagation et les vitesses de propagation moyennes. Poli, air,  $\pm 0,6$  %,  $4.10^{-3}$  s<sup>-1</sup>.

#### • Essai dans l'air à 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>

La même démarche a été appliquée à la vitesse de 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>. Les images présentées dans la Figure III-67 montrent que les fissures sont plus profondes, que ce soit après les 6000 cycles réalisés sous vide ou après la sollicitation en air. On retrouve un marquage assez net des changements d'environnement. Certaines fissures présentent des formes complexes. Par exemple, la fissure (b) a un front de fissure dont la profondeur varie de manière assez importante d'un point à l'autre. De plus, la fissure obtenue à la fin de la sollicitation en air est issue de la coalescence de deux fissures amorcées sous vide.

Les mesures des différentes fissures, les valeurs de  $\Delta K_{\epsilon}$  associées ainsi que les vitesses de propagation moyennes sont rassemblées dans le Tableau III-27. De nombreuses fissures ont été observées, elles présentent des profondeurs assez variables.

	Après 6	6000 cycles	sous vide	Après	s 1000 cycle	es en air	Grandeurs moyennes	
	a (µm)	2b (µm)	$\Delta K_{\epsilon} (m^{0,5})$	a (µm)	2b (µm)	$\Delta K_{\epsilon} (m^{0,5})$	$\Delta a/\Delta N$ (m/cycle)	$\Delta K_{\epsilon}$ moyen (m <sup>0,5</sup> )
Fissure (a)	76	305	1,6.10-4	140	538	2,1.10-4	6,3.10-8	1,9.10-4
Fissure (b)	135	850	1,8.10-4	210	1065	2,5.10-4	8,9.10-8	2,2.10-4
Fissure (c)	26	92	9,0.10-5	48	130	1,2.10-4	2,2.10-8	1,0.10-4
Fissure (d)	55	122	1,1.10-4	90	224	1,6.10-4	3,5.10-8	1,3.10-4

Tableau III-27. Géométrie des fissures avant et après la sollicitation dans l'air. Poli, vide/air/vide, ± 0,6 %, 1.10<sup>4</sup> s<sup>-1</sup>.



Figure III-67. Détails du faciès de rupture. En bleu, la transition vide / air et en rouge la transition air / vide. Poli,  $\pm 0,6$  %,  $1.10^4$  s<sup>1</sup>.

Les profondeurs des fissures étant plus importantes, des stries de fatigue ont été observées sur la partie sollicitée en air. La Figure III-68 rassemble les mesures d'interstries, la loi phénoménologique et les vitesses de propagation moyennes. Les distances interstries mesurées sur l'essai avec changement d'environnement sont cohérentes avec celles obtenues par ailleurs.



Figure III-68. Comparaison des mesures d'interstrie avec les lois de propagation. Poli, air,  $\pm 0,6$  %,  $1.10^4$  s<sup>1</sup>.

Les vitesses de propagation moyennes issues de l'essai avec changement d'environnement sont un peu plus faibles que les prédictions de la loi phénoménologique pour les faibles valeurs de  $\Delta K_e$ , mais <u>les vitesses constatées pour les fissures les plus profondes sont en accord avec la loi de</u> propagation phénoménologique et les mesures d'interstries.

#### • Essai en milieu eau primaire REP à 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>

En milieu eau primaire REP, le nombre de zones d'amorçage est bien plus important que dans l'air, avec une quinzaine de fissures différentes ; un certain nombre d'entre elles sont illustrées Figure III-69. La fissure (a) présente un cas extrême avec au moins six sites d'amorçage sous vide dont les fissures ont progressivement coalescé pour ne former qu'une seule fissure en milieu REP. Cette fissure ne sera pas analysée par la suite car il est difficile de correctement prendre en compte les interactions entre fissures dans le cadre d'une analyse avec le paramètre  $\Delta K_{e}$ . D'autres fissures ((b) et (f)) ont des fronts de fissure très irréguliers, fortement influencés par la microstructure locale.



Figure III-69. Détails du faciès de rupture. En orange, la transition vide / milieu REP et en rouge la transition milieu REP / HCF. Poli,  $\pm 0,6$  %,  $1.10^4$  s<sup>1</sup>.

La géométrie des fissures avant et après la sollicitation en milieu REP ainsi que les valeurs de  $\[tmu]K_{\varepsilon}$  correspondantes sont rassemblées dans le Tableau III-28. Les fissures se sont propagées sur une profondeur assez importante en milieu REP ; elles sont de taille assez variable. C'est la fissure qui présente la valeur de  $\[tmu]K_{\varepsilon}$  la plus importante qui se propage le plus rapidement, et non la fissure qui possède la profondeur la plus importante. Ce résultat valide l'utilisation du paramètre  $\[tmu]K_{\varepsilon}$ .

	Après	6000 cycles	sous vide	Après 30	0 cycles en	Grandeurs moyennes		
_	a (µm)	2b (µm)	$\Delta K_{\epsilon} (m^{0,5})$	a (µm)	2b (µm)	$\Delta K_{\epsilon} (m^{0,5})$	$\Delta a/\Delta N$ (m/cycle)	$\Delta K_{\epsilon}$ (m <sup>0,5</sup> )
Fissure (b)	128	623	2,1.10-4	530	1284	3,9.10-4	1,3.10-6	3,0.10-4
Fissure (c)	159	1363	2,4.10-4	796	2132	5,2.10-4	2,2.10-6	3,8.10-4
Fissure (d)	168	337	1,6.10-4	559	1277	3,8.10-4	1,3.10-6	2,7.10-4
Fissure (e)	61	238	1,4.10-4	254	695	2,8.10-4	6,4.10-7	2,1.10-4
Fissure (f)	94	414	1,8.10-4	364	883	3,2.10-4	9,0.10-7	2,5.10-4

Tableau III-28. Géométrie des fissures avant et après la sollicitation en milieu eau primaire REP.Poli, vide/milieu REP/HCF,  $\pm 0,6$  %,  $1.10^4$  s<sup>-1</sup>.

Sur la Figure III-70, les interstries mesurées sur l'essai avec changement d'environnement se superposent parfaitement avec celles obtenues sur un essai mené à rupture.



Figure III-70. Comparaison des mesures d'interstrie avec les lois de propagation. Poli, milieu REP, ± 0,6 %, 1.10<sup>4</sup> s<sup>-1</sup>.

Les vitesses de propagation moyenne issues de l'essai avec changement d'environnement sont en accord avec la loi de propagation phénoménologique et sont du même ordre de grandeur que les vitesses de propagation déduites des distances interstries.

#### • Synthèse

La réalisation des essais avec changement d'environnement permet bien d'analyser la phase de propagation pour des conditions de sollicitation données (environnement, vitesse de déformation) en ayant accès à la fois aux distances interstries et à une vitesse de propagation moyenne.

Les interstries mesurées sur les essais avec changement d'environnement se superposent parfaitement à celles obtenues sur les essais menés à rupture. Les cinétiques de propagation des

fissures ne sont pas affectées par le changement d'environnement et si la morphologie des fissures diffère d'un environnement à l'autre, cela n'impacte pas la propagation future de la fissure.

Les vitesses de propagation moyennes déduites des différentes fissures analysées sur ces essais avec changement d'environnement sont globalement en accord avec les différentes lois de propagation phénoménologiques établies précédemment et permettent de les valider.

#### III.4. Synthèse et conclusions

Afin de pouvoir correctement mettre en évidence l'influence de l'état de surface meulé ainsi que l'effet d'un signal chargement complexe, il est nécessaire de disposer d'essais de référence. Ce chapitre a permis de rappeler de nombreux résultats obtenus précédemment sur état de surface poli, notamment par De Baglion [De Baglion, 2011], et de compléter ces travaux tant sur l'influence de l'environnement, que sur l'influence de la vitesse ou de l'amplitude de déformation.

#### • Comportement cyclique et durée de vie

Avec l'utilisation du vide comme environnement de référence, les essais réalisés ont permis de montrer ou de remettre en évidence plusieurs résultats importants :

- la présence dans l'air d'un effet d'environnement important, qui est encore accentué dans le milieu eau primaire REP.
- l'existence d'un effet intrinsèque de la vitesse de déformation, lié au phénomène de vieillissement dynamique, qui se traduit principalement par une augmentation des niveaux de contrainte et une diminution de la durée de vie lorsque la vitesse de déformation diminue.
- les interactions entre les effets de l'environnement et la vitesse de déformation : par rapport à l'influence de la vitesse sur les durées de vie mise en évidence sous vide, l'effet de la vitesse de déformation est atténué dans l'air et amplifié en milieu eau primaire REP.

#### • Etude de l'endommagement

De manière générale, l'endommagement observé est en accord avec les durées de vie obtenues. L'influence intrinsèque de la vitesse de déformation se traduit pas une augmentation de la densité de fissure, des longueurs observées en surface et des profondeurs des fissures lorsque la vitesse de déformation diminue.

Dans l'air, l'endommagement général (densité, profondeur des fissures, ...) augmente lorsque la vitesse de déformation diminue. Cependant, les fissures principales aux vitesses de  $4.10^{-3}$  et  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup> semblent évoluer de manière semblable. En milieu eau primaire REP, la phase d'amorçage et de micro-propagation est extrêmement rapide. Les densités de fissure sont très importantes et dépendent peu de la vitesse de déformation considérée. L'endommagement est alors principalement piloté par la profondeur des fissures et la surface fissurée, qui sont maximales pour la vitesse de déformation de  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup>.

L'influence de l'environnement apparaît comme très importante sur les phases d'amorçage et de micro-propagation des fissures. Ainsi, la formation d'une fissure de 100  $\mu$ m de profondeur nécessite environ 50% de la durée de vie sous vide, seulement 30 % dans l'air et approximativement 10% en milieu eau primaire REP.

#### • Analyse de la phase de propagation

Le paramètre  $\[top]K_{\epsilon}$  apparaît comme un paramètre mécanique correct puisqu'il permet de rationaliser en grande partie l'influence de l'amplitude de déformation en prenant en compte la géométrie de la fissure, ce qui est nécessaire pour l'analyse future des fissures avec l'état de surface meulé. L'intégration des mesures d'interstries par le biais du paramètre  $\[top]K_{\epsilon}$  fournit une bonne estimation des durées de vie en milieu eau primaire REP et permet d'approximer les cinétiques de propagation pour les différentes amplitudes et vitesses de déformation. Cependant, il est apparu que dans l'air, les cinétiques déduites des mesures d'interstries étaient trop importantes et que les durées de vie calculées étaient bien plus faibles qu'expérimentalement (rapport 1,8 à la vitesse de 4.10<sup>-3</sup> et 2,5 à 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>).

L'évolution de la distance interstrie met en évidence un effet du milieu eau primaire REP particulièrement important à faible vitesse de déformation et pour des valeurs de  $\Delta K_{\epsilon}$  relativement peu élevées (inférieures à  $3.10^{-4}$  m<sup>0,5</sup>). Cet effet s'atténue lorsque la vitesse de déformation est plus importante, l'amplitude diminue ou que la valeur de  $\Delta K_{\epsilon}$  augmente.

A partir des courbes représentant la distance interstrie en fonction du paramètre  $\[these K_{\varepsilon}\]$  et en s'appuyant sur les essais interrompus et à rupture, des lois de propagation phénoménologiques ont pu être établies pour les différentes conditions de sollicitation. Ces lois ont été confortées par les observations réalisées sur les essais avec changement d'environnement.

Enfin, un essai avec entaille réalisé dans l'air a permis de mettre en évidence que la multifissuration observée de manière générale lors des essais en fatigue oligocyclique sur les aciers inoxydables ne modifie pas les cinétiques de propagation des fissures dans cet environnement. Ce résultat ne s'appuyant que sur un seul essai réalisé dans l'air, il serait nécessaire d'étendre cette étude à d'autres conditions de sollicitation pour confirmer cette conclusion.

### **CHAPITRE IV :**

### ETAT DE SURFACE MEULE - INFLUENCE DE LA VITESSE DE DEFORMATION

IV.1. COMPORTEMENT CYCLIQUE ET DUREE DE VIE	. 178
IV.1.1. Influence intrinsèque de la vitesse de déformation	. 178
IV.1.2. Influence de l'environnement pour différentes vitesses de déformation	. 179
IV.1.3. Influence de l'amplitude de déformation	. 182
IV.1.4. Influence de la rugosité	. 184
IV.1.5. Notion de dispersion expérimentale en milieu REP	. 187
IV.1.6. Confrontation des résultats expérimentaux et des prédictions	. 187
IV.1.7. Discussion sur les interactions entre l'environnement, la vitesse de déformation et la nature de	;
l'état de surface	. 189
IV.1.8. Synthèse	. 191
IV.2. ETUDE DE L'ENDOMMAGEMENT	. 193
IV.2.1. Sous vide	. 193
IV.2.2. Dans l'air	. 195
IV.2.2.a. Caractérisation des tout premiers stades d'endommagement en surface à la vitesse de 1.10 <sup>-4</sup> s <sup>-1</sup>	195
IV.2.2.b. Caractérisation de l'endommagement en profondeur à différents stades de la durée de vie	199
IV.2.2.c. Comparaison de l'endommagement selon l'état de surface à l'aide d'essais interrompus	203
IV.2.2.d. Quantification de l'endommagement en profondeur déterminé à rupture sur des coupes longitudinale	s 207
IV.2.2.e. Synthèse	209
IV.2.3. En milieu eau primaire REP	. 210
IV.2.3.a. Caractéristiques de l'endommagement en profondeur après 150 cycles et comparaison avec l'état de	
surface poli	210
IV.2.3.b. Morphologie des fissures à rupture	211
IV.2.3.c. Quantification de l'endommagement en profondeur déterminé à rupture sur des coupes longitudinales	s 212
IV.2.3.d. Synthèse	214
IV.3. ANALYSE DE LA PHASE DE PROPAGATION (AIR ET MILIEU REP)	. 215
IV.3.1. Analyse fractographique	. 215

IV.3.2. Analyse de l'effet de l'état de surface meulé au travers du paramètre $\Delta K_{\varepsilon}$	219
IV.3.2.a. Correction de la profondeur de la fissure	219
IV.3.2.b. Prise en compte de la géométrie des fissures	221
IV.3.2.c. Evolution de l'interstrie selon l'état de surface considéré	225
IV.3.2.d. Discussion sur l'influence de l'état de surface meulé en milieu eau primaire REP à la vitesse de	
sollicitation de 1.10 <sup>-5</sup> s <sup>-1</sup>	230
IV.3.2.e. Synthèse	231
IV.4. CONCLUSIONS	232

## CHAPITRE IV : ETAT DE SURFACE MEULE - INFLUENCE DE LA VITESSE DE DEFORMATION

L'influence d'un état de surface meulé a fait l'objet de plusieurs études sur l'acier inoxydable austénitique 304L [Petitjean, 2003 ; Lehericy, 2007] qui ont montré son effet néfaste sur les durées de vie dans le domaine de la fatigue endurance à température ambiante. La réduction de durée de vie est expliquée par la diminution du nombre de cycles nécessaire à l'amorçage des fissures. Par ailleurs, une étude a également montré l'effet néfaste de l'état de surface meulé sur les durées de vie dans l'air à 300°C et en milieu eau primaire REP en fatigue oligocyclique, domaine où la phase d'amorçage est pourtant moins prépondérante [Le Duff et al., 2008, 2009].

Afin de mieux prendre en compte le rôle de l'état de surface dans les règles de dimensionnement en fatigue oligocyclique des composants de centrale nucléaire en acier inoxydable, il est nécessaire de mieux comprendre comment un état de surface dégradé tel que l'état de surface meulé modifie les conditions d'amorçage et de propagation des fissures. Dans le chapitre précédent, différentes interactions entre l'influence de la vitesse de déformation, les effets d'environnement et l'amplitude de déformation ont été mises en évidence pour un état de surface poli. Un état de surface dégradé peut venir interagir avec ces différents facteurs. Il est donc nécessaire d'étudier l'impact d'un état de surface meulé en découplant le rôle de l'environnement, de l'amplitude et de la vitesse de déformation.

Dans un premier temps, l'impact de l'état de surface meulé sera évalué en termes de comportement cyclique et de durée de vie en comparant les résultats obtenus sur les éprouvettes meulées avec ceux rapportés dans le chapitre précédent pour l'état poli. Par la suite, l'endommagement observé au cours de la durée de vie ainsi qu'à rupture sera détaillé. Enfin, nous analyserons de manière plus détaillée la phase de propagation, notamment en reprenant les lois de propagation macroscopiques établies précédemment sur l'état de surface poli auxquelles nous apporterons des corrections pour tenir compte des spécificités de l'endommagement sur l'état de surface meulé.

#### IV.1. Comportement cyclique et durée de vie

Sauf indication contraire, les résultats sur état de surface meulé ont été obtenus sur des éprouvettes présentant une rugosité moyenne ( $R_i$  moyen) comprise entre 35 et 50  $\mu$ m.

#### IV.1.1. Influence intrinsèque de la vitesse de déformation

L'influence de l'état de surface meulé est tout d'abord étudiée sous vide à 4.10<sup>-3</sup> et 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup> pour s'affranchir des effets d'environnement et évaluer l'influence de la vitesse de déformation. Le comportement cyclique des essais avec un état de surface meulé est comparé avec celui des essais avec un état de surface poli sur la Figure IV-1.



Figure IV-1. Evolution du comportement cyclique sous vide pour différentes vitesses de déformation sur état de surface poli et meulé. Vide, ± 0,6 %.

Le comportement cyclique n'est pas affecté par l'état de surface, mais l'état meulé provoque une diminution de la durée de vie. On retrouve sur l'état meulé la manifestation du phénomène de vieillissement dynamique à la fois sur le comportement cyclique, avec la sensibilité négative des contraintes à la vitesse de déformation, et sur la durée de vie.

Le Tableau IV-1 rassemble les durées de vie pour les différents états de surface et vitesses de déformation sous vide. L'impact de l'état de surface meulé sur la durée de vie est mis en évidence au travers du rapport  $N_5(\text{poli})/N_5(\text{meulé})$ . Les résultats montrent <u>une interaction entre l'influence</u> de l'état de surface et la vitesse de déformation, le meulage ayant un effet plus néfaste à la vitesse de  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup> qu'à la vitesse de  $4.10^{-3}$  s<sup>-1</sup>.

Environnement	Vitesse de	$N_5$	$N_5$	N5 (poli) /
	déformation (s <sup>-1</sup> )	(poli)	(meulé)	N₅ (meulé)
Vide	4.10-3	17 360	11 850	1,5
300°C	1.10-4	12 030	6 140	2,0

Tableau IV-1. Comparaison des durées de vie sous vide pour différentes vitesses de déformation et différents états de surface. Vide,  $\pm 0.6$  %.

# IV.1.2. Influence de l'environnement pour différentes vitesses de déformation

La Figure IV-2 rassemble les courbes de comportement cyclique dans les différents environnements avec l'état de surface poli et meulé pour les trois vitesses de déformation étudiées. Les valeurs de contraintes et de durées de vie pour l'état meulé sont synthétisées dans le Tableau IV-2. Les différentes tendances observées précédemment se confirment. Ni l'environnement, ni l'état de surface ne modifient le comportement cyclique dans la partie de durée de vie commune. L'état de surface meulé induit une réduction de durée de vie, même en présence d'un environnement actif comme le milieu REP qui tend déjà fortement à réduire la phase d'amorçage et les tout premiers stades de croissance des fissures même pour l'état poli.

Vitesse de	Environnement	σρις	σstab	$N_5$
déformation (s <sup>-1</sup> )		(MPa)	(MPa)	(cycles)
4.10-3	Vide	255	222	11 850
	Air	259	224	4 620
	REP	244	-	2 460
1.10-4	Vide	272	230	6 140
	Air	282	240	3 205
	REP	281	255	560
1.10-5	Air	292	-	Non déterminé (Arrêt à 150)
	REP	309	-	260

Tableau IV-2. Valeurs des contraintes et durées de vie pour différents environnements et différentes vitesses de déformation.Meulé,  $\pm 0,6 %$ .


Figure IV-2. Influence de l'environnement et de l'état de surface aux différentes vitesses de déformation. (a)  $4.10^{-3} s^{-1}$ . (b)  $1.10^{-4} s^{-1}$ . (c)  $1.10^{-5} s^{-1}$ .  $\pm 0,6\%$ .

On retrouve comme sur l'état de surface poli, un effet de la vitesse de déformation sur les durées de vie atténué en air et amplifié en milieu REP par rapport à l'effet intrinsèque mis en évidence sous vide. La Figure IV-3 illustre cette tendance.



Figure IV-3. Evolution de la durée de vie en fonction de la vitesse de déformation pour les trois environnements étudiés et les deux états de surface. ± 0,6 %.

La Figure IV-4 rassemble les durées de vie pour les deux états de surface, poli et meulé, en fonction de l'environnement et de la vitesse de sollicitation. Les rapports  $N_5(\text{poli})/N_5(\text{meulé})$  sont reportés dans le Tableau IV-3.



Figure IV-4. Evolution des durées de vie en fonction de l'environnement, de l'état de surface et de la vitesse de déformation.

N₅(poli) / N₅(meulé)	Vide	Air	Milieu REP
4.10 <sup>-3</sup> s <sup>-1</sup>	1,5	1,2	1,2
<b>1.10</b> <sup>-4</sup> s <sup>-1</sup>	2,0	1,7	1,6
1.10 <sup>-5</sup> s <sup>-1</sup>			2,1 – 3,8

Tableau IV-3. Rapport N<sub>5</sub>(poli)/N<sub>5</sub>(meulé) en fonction de l'environnement et de la vitesse de déformation. ± 0,6 %.

L'effet du meulage sur les durées de vie est globalement du même ordre dans les trois environnements, avec une légère atténuation lorsque le milieu devient plus actif. Par ailleurs, <u>la</u> diminution de la vitesse de déformation dans un environnement donné conduit à une augmentation de l'effet du meulage.

### IV.1.3. Influence de l'amplitude de déformation

La Figure IV-5 rassemble les courbes de comportement cycliques pour les essais réalisés à  $\pm 0,3$  % sur état de surface poli et meulé à deux vitesses de déformation (4.10<sup>-3</sup> et 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>).



Figure IV-5. Influence de l'environnement et de l'état de surface à différentes vitesses de déformation. (a)  $4.10^{-3} s^{-1}$ . (b)  $1.10^4 s^{-1} \pm 0.3$  %.

On retrouve à l'amplitude de  $\pm$  0,3 % l'effet néfaste de l'état de surface meulé sur les durées de vie. En milieu REP à la vitesse de 4.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup> les durées de vie sont similaires pour les deux états de surface. Cependant il faut noter que l'essai avec l'état de surface poli présente une augmentation anormale des niveaux de contrainte en fin d'essai qui pourrait avoir légèrement accéléré la rupture de l'éprouvette.

Le Tableau IV-4 rassemble les durées de vie obtenues avec les éprouvettes meulées. Si l'on compare les rapports de durées de vie montrant l'influence de l'environnement, on retrouve un effet plus important de l'environnement à  $\pm$  0,3 % qu'à  $\pm$  0,6 %, que la référence utilisée soit le vide ou l'air. Ceci confirme les conclusions déjà énoncées sur l'état de surface poli.

Amplitude	Vitesse de	$N_5$	$N_5$	$N_5$	N <sub>5</sub> (vide)	N <sub>5</sub> (vide) /	N5 (air) /
mphtude	déformation (s <sup>-1</sup> )	(vide)	(air)	(REP)	/ N5 (air)	N <sub>5</sub> (REP)	N <sub>5</sub> (REP)
+03%	4.10-3	182 700	20 870	10 000	8,8	18,3	2,1
_ 0,5 70	1.10-4		20 225	2 210			9,2
± 0.6 %	4.10-3	11 850	4 620	2 460	2,6	4,8	1,9
_ 0,0 / 0	1.10-4	6 140	3 205	560	1,9	11,0	5,7

 Tableau IV-4. Durées de vie pour différentes amplitudes et vitesses de déformation dans les trois environnements.

 Détermination de l'influence de l'environnement. Meulé.

L'influence de l'état de surface est soulignée par le Tableau IV-5, où sont comparés les rapports des durées de vie en fonction de l'état de surface. L'influence intrinsèque de l'état de surface meulé est plus marquée à l'amplitude de  $\pm$  0,3 %. Lorsque l'on ajoute l'effet de l'environnement, il semble que le meulage reste plus néfaste à faible amplitude de déformation. Cette observation est cependant à confirmer car certains résultats (air -  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup> et milieu REP -  $4.10^{-3}$  s<sup>-1</sup>) ne vont pas dans ce sens.

N5(poli) /	N₅(meulé)	Vide	Air	Milieu REP
+ 0.3 %	4.10 <sup>-3</sup> s <sup>-1</sup>	3,2	1,5	1,0
_ 0,0 /0	1.10 <sup>-4</sup> s <sup>-1</sup>		1,4	2,35
+ 0.6 %	4.10 <sup>-3</sup> s <sup>-1</sup>	1,5	1,2	1,2
_ 0,0 / 0	1.10 <sup>-4</sup> s <sup>-1</sup>	2,0	1,7	1,6

Tableau IV-5. Rapport N<sub>5</sub>(poli)/N<sub>5</sub>(meulé) en fonction de l'environnement, de la vitesse de déformation et de l'amplitude.

Les courbes résumant l'ensemble des effets abordés dans ce chapitre sont rassemblées Figure IV-6. On y retrouve pour chaque environnement les effets liés à l'état de surface, à l'amplitude et à la vitesse de déformation.



Figure IV-6. Evolution de la durée de vie en fonction de l'amplitude, la vitesse de déformation, l'environnement et l'état de surface.

### IV.1.4. Influence de la rugosité

Les essais présentés précédemment ont été réalisés avec des éprouvettes ayant un  $R_t$  moyen compris entre 35 et 50  $\mu$ m. Le même procédé de meulage a été utilisé pour obtenir des

éprouvettes avec une rugosité plus importante ( $R_r$  moyen entre 60 et 80 µm) afin de déterminer l'importance de ce paramètre.

La Figure IV-7 ainsi que le Tableau IV-6 montrent que le fait d'augmenter le  $R_i$  moyen de 20  $\mu$ m a un impact non négligeable sur la durée de vie. Ainsi, sous vide, l'abattement de durée de vie entre l'état de surface poli et l'état de surface meulé passe de **1,35 à 2,2** et dans l'air de **1,2 à 1,5** du fait de l'augmentation de la rugosité moyenne sur les éprouvettes meulées.



Figure IV-7. Evolution du comportement cyclique et de la durée de vie en fonction de l'état de surface et de la rugosité. (a) Sous vide. (b) En air.  $\pm 0,6$  %,  $4.10^{-3}$  s<sup>-1</sup>.

	V	Vide – 300°C – 4.1	0 <sup>-3</sup> s <sup>-1</sup>		$Air - 300^{\circ}C - 4.10^{-3} s^{-1}$			
	Poli	Meulé	Meulé	Poli	Meulé	Meulé		
	101	(R <sub>t</sub> ≈ 39 µm)	$(\mathbf{R}_{t} \approx 62 \ \mu m)$	101	(R <sub>t</sub> ≈ 36 µm)	(R <sub>t</sub> ≈ 79 µm)		
N <sub>5</sub> (cycles)	16 000	11 850	7 200	5 500	4 620	3 580		

Tableau IV-6. Durées de vie en fonction de l'état de surface et de l'environnement. ± 0,6 %, 4.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>.

Pour compléter cette analyse, des essais avec différentes rugosités ont été réalisés dans l'air à  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup>. Les courbes obtenues sont rassemblées dans la Figure IV-8 et les durées de vie sont synthétisées dans le Tableau IV-7. Ces résultats montrent que <u>plus la rugosité de l'état meulé</u> augmente, plus la durée de vie diminue. Le classement des différents essais est identique que l'on considère le paramètre de rugosité  $R_t$  moyen ou le  $R_a$  moyen.



Figure IV-8. Evolution du comportement cyclique et de la durée de vie en fonction de l'état de surface et de la rugosité.  $Air, \pm 0.6 \%, 4.10^{-3} s^{-1}.$ 

Parmi les quatre essais sur état meulé présentés dans le Tableau IV-7, deux essais concernent une valeur de  $R_t$  moyen comprise entre 35 et 50 µm, ce qui correspond à l'intervalle de rugosité toléré pour l'ensemble des essais à rupture présentés précédemment. On constate qu'une variation de 10 µm du  $R_t$  moyen entraîne une variation d'environ 10 % de la durée de vie. Il est malheureusement impossible d'obtenir un état de surface strictement identique d'une éprouvette à l'autre et cette variabilité peut légèrement impacter les résultats et les tendances détaillés précédemment.

	Poli	Meulé (Rt ≈ 35 µm)	Meulé (Rt ≈ 44 µm)	Meulé (Rt ≈ 53 µm)	Meulé (Rt ≈ 67 µm)
N <sub>5</sub> (cycles)	5 320	3 600	3 205	2 720	2 245

Tableau IV-7. Durées de vie en fonction de l'état de surface. Air,  $\pm 0,6$  %,  $1.10^4$  s<sup>-1</sup>.

La sensibilité des durées de vie aux variations de rugosité n'a pas pu être étudiée en milieu eau primaire REP. Par ailleurs, la dépendance des cinétiques d'amorçage et de propagation aux variations de  $R_t$  dans les différents environnements n'a pas été spécifiquement analysée. Nous ne reviendrons donc pas sur l'influence de la valeur de la rugosité dans la suite du manuscrit. Ce point constitue un prolongement possible à ces travaux.

### IV.1.5. Notion de dispersion expérimentale en milieu REP

Le nombre important de variables considérées n'a pas permis de doubler les essais dans toutes les conditions étudiées. Pour certaines conditions, les essais interrompus, qui seront détaillés par la suite, permettent d'évaluer la pertinence de la durée de vie obtenue. En milieu REP à la vitesse de 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>, un essai a été doublé sur des éprouvettes présentant une rugosité comparable. La Figure IV-9 montre que le comportement cyclique observé est globalement semblable (sauf dans les 100 premiers cycles) entre les deux essais. La dispersion sur les durées de vie est de 14%.



Figure IV-9. Comparaison de deux essais réalisés dans les mêmes conditions. Meulé, milieu REP, ± 0,6 %, 1.10<sup>4</sup> s<sup>1</sup>.

#### IV.1.6. Confrontation des résultats expérimentaux et des prédictions

Les résultats de durées de vie obtenus sur état poli et meulé en air sont comparés avec la courbe moyenne en air sur la Figure IV-10. La zone grisée ou colorée correspond à la prise en compte de l'effet d'état de surface selon le NUREG/CR-6909 [Chopra, Shack, 2007]. Un facteur d'abattement compris entre 2 et 3,5 est alors appliqué à la courbe moyenne en air.

Les résultats montrent qu'un facteur d'abattement de 2 est largement suffisant en air pour assurer un certain conservatisme en considérant un état de surface meulé avec une rugosité d'environ 40 µm. Pour les essais réalisés avec des rugosités supérieures (indiqués par des petits triangles), un facteur deux reste suffisant. On peut souligner que ces états de surface sont bien plus sévères que ceux qui sont tolérés dans la pratique au niveau des circuits primaires des centrales nucléaires.



Figure IV-10. Comparaison des durées de vie obtenues avec les courbes de dimensionnement en air en fonction de l'amplitude.

Pour le milieu eau primaire REP, la Figure IV-11 et la Figure IV-12 représentent les résultats sur état poli et meulé en fonction de l'amplitude et de la vitesse de déformation. Les courbes prenant en compte l'effet du milieu REP ainsi que les abattements liés à la prise en compte de l'état de surface ont été ajoutés. Dans la grande majorité des cas, un facteur 2 pour tenir compte de l'état de surface est suffisant. Seul l'essai à l'amplitude de  $\pm$  0,3 % et la vitesse de sollicitation de 1.10<sup>4</sup> s<sup>-1</sup> possède une durée de vie légèrement inférieure à la durée de vie théorique moyenne avec un facteur d'abattement de deux.



Figure IV-11. Comparaison des durées de vie obtenues avec les courbes de dimensionnement en milieu eau primaire REP en fonction de l'amplitude.



Figure IV-12. Comparaison des durées de vie obtenues avec les courbes de dimensionnement en milieu eau primaire REP en fonction de la vitesse de déformation.

# IV.1.7. Discussion sur les interactions entre l'environnement, la vitesse de déformation et la nature de l'état de surface

Dans un premier temps, nous considérerons le vide comme milieu de référence. Par ailleurs, nous utiliserons les essais réalisés sur état poli et à la vitesse de 4.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup> comme origine pour notre analyse. Différentes représentations 2D ainsi qu'une représentation 3D peuvent être réalisées afin d'analyser les interactions entre les différents paramètres, *cf.* Figure IV-13. A partir de cette origine, il est possible de déterminer les rapports des durées de vie liés à chacun des paramètres (environnement, vitesse de déformation et nature de l'état de surface) en fonction des autres (en gris et rouge). En calculant le produit des rapports de durées de vie en considérant l'influence de chaque paramètre individuellement avec les autres paramètres dans leurs conditions de référence, il est possible d'obtenir un « rapport théorique » (résultat en bleu) et de mettre ainsi en évidence les couplages qui interviennent par comparaison avec les données expérimentales (en rouge).

Ces résultats permettent de mettre en évidence d'une part le couplage entre les effets d'environnement et d'état de surface (Figure IV-13.(a)) et d'autre part les synergies entre la vitesse de déformation et l'état de surface (Figure IV-13.(b)) ainsi qu'entre la vitesse de déformation et les effets d'environnement (Figure IV-13.(c)). La représentation 3D (Figure IV-13.(d)) montre l'écart très important qui existe entre le « rapport théorique » (12,6) que l'on peut déterminer en analysant chaque effet individuellement et le rapport des durées de vie réelles (35,3). Cet écart est principalement lié aux fortes interactions entre la vitesse de déformation et l'environnement.



Figure IV-13. Analyse des durées de vie obtenues et des effets de l'état de surface, de l'environnement et de la vitesse de déformation en utilisant **le vide** comme milieu de référence. ± 0,6 %.

L'environnement habituellement utilisé dans l'industrie en tant que milieu de référence est l'air. L'analyse précédente a donc aussi été reproduite sur la Figure IV-14 en considérant l'air comme référence. Les mêmes tendances sont observées qu'en utilisant le vide comme milieu de référence. Cependant, les interactions entre la vitesse de déformation et les effets d'environnement apparaissent comme plus importantes, notamment car dans l'air, aucun effet de la vitesse de déformation n'est observé entre 4.10<sup>-3</sup> et 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup> alors que cet effet est assez important en milieu REP.

Au final, l'écart entre le « rapport théorique » (2,0) et le rapport des durées de vie réelles (10,7) est plus important en utilisant l'air comme milieu de référence, *cf.* Figure IV-14.(d).



Figure IV-14. Analyse des durées de vie obtenues et des effets de l'état de surface, de l'environnement et de la vitesse de déformation en utilisant **l'air** comme milieu de référence. ± 0,6 %.

### IV.1.8. Synthèse

Un certain nombre de résultats obtenus sur l'état de surface poli sont confirmés sur l'état meulé :

- effet intrinsèque de la vitesse de déformation aussi bien au niveau du comportement cyclique que des durées de vie.
- effet de la vitesse de déformation réduit dans l'air et amplifié en milieu REP par rapport à l'effet intrinsèque mis en évidence sous vide.
- effets d'environnement amplifiés à  $\pm$  0,3 %.

Par ailleurs, l'analyse des essais avec un état de surface meulé a mis en évidence plusieurs résultats :

- l'état de surface meulé n'influence pas la réponse en contrainte du matériau mais induit une réduction de la durée de vie par rapport à l'état de surface poli, quelles que soient les conditions de sollicitation.
- la rugosité, au travers du paramètre R<sub>4</sub>, apparaît comme un paramètre important puisqu'elle impacte la durée de vie de manière non négligeable sous vide et dans l'air.
- Différents couplages entre l'état de surface et d'autres paramètres ont été mis en évidence :

   → état de surface et environnement : l'effet néfaste de l'état de surface meulé sur la durée de vie est légèrement moins important lorsque l'activité du milieu augmente.

 $\rightarrow$  *état de surface et vitesse de déformation* : l'effet néfaste du meulage sur la durée de vie augmente lorsque la vitesse de déformation diminue.

 $\rightarrow$  *état de surface et amplitude de déformation :* l'effet néfaste de l'état de surface meulé sur la durée de vie est plus accentué à faible amplitude de sollicitation sous vide. La tendance semble similaire en présence d'effets d'environnement, mais cela est toutefois à confirmer.

La prise en compte de la nature de l'état de surface est incluse dans un facteur d'abattement dont la valeur est comprise entre 2 et 3,5. Le facteur 2 est suffisant dans la grande majorité des cas pour prédire une durée de vie inférieure ou égale à la durée de vie expérimentale. La seule exception observée (milieu eau primaire REP,  $\pm$  0,3 %, 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>) présente un rapport de 2,2 avec la durée de vie « théorique », ce qui reste éloigné du facteur 3,5.

Les interactions entre l'environnement, la vitesse de déformation et la nature de l'état de surface sont complexes et mènent tantôt à des effets de synergie, tantôt à des effets de compétition. Cependant, la prise en compte de l'ensemble des paramètres montre que l'on arrive à un effet de synergie assez important. Le fait de considérer le vide ou l'air comme environnement de référence ne modifie pas les interactions qui sont observées.

### IV.2. Etude de l'endommagement

Dans la partie précédente, l'évolution de la durée de vie en fonction des différents paramètres (environnement, vitesse, amplitude et état de surface) a montré la complexité des interactions qui peuvent exister. Pour mieux comprendre ces interactions, il paraît important de déterminer dans quelle mesure les différentes phases de la durée de vie (amorçage, micro-propagation, propagation) sont impactées par l'état de surface meulé.

L'état de surface meulé est avant tout caractérisé par sa rugosité, mais l'une de ses spécificités est la présence en surface de facettes et de rayures générées par le passage de la meule dont les dimensions jouent un rôle important. Nous allons analyser le rôle de ces éléments sur l'amorçage et la propagation des fissures à différents stades de l'endommagement et à rupture. L'étude sera dans un premier temps réalisée sous vide, puis elle sera complétée dans l'air et en milieu REP.

### IV.2.1. Sous vide

Afin de bien comprendre l'effet de l'état de surface meulé en l'absence d'effet d'environnement, un essai interrompu à 3000 cycles a été réalisé pour l'amplitude de  $\pm$  0,6 % et la vitesse de 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>. L'éprouvette a ensuite été rompue en traction répétée dans le domaine de l'endurance (air, 20°C, 10 Hz,  $\Delta\sigma/2 = 100$  MPa, R<sub> $\sigma$ </sub>=0,2) après 330 000 cycles. Une dizaine de sites d'amorçage ont été identifiés, certains sont représentés sur la Figure IV-15.



Figure IV-15. Détail de différentes zones d'amorçage après 3000 cycles sous vide. Meulé,  $\pm$  0,6 %, 1.10<sup>4</sup> s<sup>-1</sup>. Les pointillés indiquent la position du front de fissure.

La Figure IV-16 révèle qu'à un même grossissement les surfaces de rupture ne présentent pas de différences marquées en dehors de l'effet de surface.



Figure IV-16. Aspect du faciès de rupture sons vide avec (a) l'état de surface poli et (b) l'état de surface meulé. Vide,  $\pm 0,6 \%, 1.10^4 s^1$ .

Les différentes fissures observées sur l'état de surface meulé présentent un front de fissure assez régulier de forme semi-elliptique. La longueur des fissures est en outre influencée par la dimension des facettes en surface. A titre d'exemple, la fissure la plus longue, *cf.* Figure IV-15.(a), s'étend sur trois facettes et présente une forme semi-elliptique très allongée, le rapport a/b étant de 0,25. La géométrie des différentes fissures de la Figure IV-15 est synthétisée dans le Tableau IV-8, l'ensemble des fissures possède une forme allongée en surface.

Fissure	a (µm)	2b (µm)	a/b
(a)	234	1875	0,25
(b)	151	845	0,36
(c)	117	588	0,40
(d)	174	954	0,36
(e)	132	612	0,43

Tableau IV-8. Paramètres géométriques des fissures observées après 3000 cycles sous vide. Meulé, ± 0,6 %, 1.10<sup>4</sup> s<sup>-1</sup>.

Des comparaisons peuvent par ailleurs être effectuées avec l'essai interrompu à 6000 cycles sur l'état de surface poli, *cf.* partie III.2.1.b. Dans les deux cas, l'arrêt est effectué à environ 50 % de la durée de vie. Alors que les fissures observées sur l'éprouvette polie avaient une forme moins allongée avec un rapport a/b moyen de **0,53**, ce rapport est de **0,36** sur l'état meulé. Par ailleurs, la profondeur des fissures est plus importante sur l'état meulé, avec une valeur maximale de **234 \mum**, tandis que la fissure la plus longue atteignait seulement **130 \mum** sur l'état poli. La Figure IV-17 représente l'évolution de la profondeur en fonction du nombre de cycles pour les deux états de surface. Les courbes pointillées correspondent à une extrapolation de l'évolution de la profondeur à partir des données expérimentales. Il apparaît clairement que l'état de surface meulé réduit à la fois les phases d'amorçage et les premiers stades de propagation, mais conduit aussi à

accélérer la phase de propagation. Cette tendance explique la réduction de durée de vie constatée sur les essais menés à rupture.



Figure IV-17. Evolution de la profondeur en fonction du nombre de cycles pour l'état de surface poli et meulé. Vide,  $\pm 0,6$  %,  $1.10^4$  s<sup>-1</sup>.

En résumé, l'état de surface meulé modifie la géométrie des fissures et conduit à une accélération de l'endommagement, particulièrement des phases d'amorçage et de micro-propagation, par rapport à l'état de surface poli. L'aspect du faciès de rupture n'est en revanche pas modifié.

### IV.2.2. Dans l'air

Cette analyse de l'influence de l'état de surface a été approfondie dans le cas des essais effectués dans l'air, notamment par la réalisation de plusieurs essais interrompus à différentes fractions de la durée de vie. L'objectif est de suivre l'évolution des fissures, à la fois en surface et en profondeur et ainsi de mieux comprendre les spécificités de l'état de surface meulé et son impact sur les phases d'amorçage et de propagation. Par ailleurs, les durées de vie montrent que l'effet du meulage dépend de la vitesse de déformation. L'endommagement obtenu sur certains essais interrompus et à rupture pour les vitesses de  $4.10^{-3}$  et  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup> sera comparé.

### *IV.2.2.a.* Caractérisation des tout premiers stades d'endommagement en surface à la vitesse de 1.10<sup>4</sup> s<sup>-1</sup>

Un essai interrompu à 150 cycles a été réalisé dans l'air à 300°C,  $\pm 0,6$  % et  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup>. L'endommagement en surface permet d'avoir des informations sur le déroulement de l'amorçage et des premiers stades de propagation avec l'état de surface meulé. L'endommagement n'a cependant pas pu être quantifié comme cela a été fait sur l'état poli car les fissures peuvent difficilement être distinguées des rayures dues au processus de meulage. Une photo représentative de la surface de l'éprouvette est montrée Figure IV-18. La flèche rouge indique la direction de sollicitation et les flèches bleues signalent la position d'un certain nombre de fissures. Les facettes de meulage sont clairement visibles et on peut remarquer que l'amorçage de la majorité des fissures a lieu soit sur des rayures de meulage, soit au niveau de plis de matière, soit au niveau de certains arrachements de matière.



Figure IV-18. Image MEB du fût de l'éprouvette après 150 cycles sur état meulé. Les flèches bleues indiquent les fissures observées et la flèche rouge signale la direction de sollicitation. Meulé, air,  $\pm 0,6$  %, 1.10<sup>4</sup> s<sup>1</sup>.

L'endommagement observé après les 150 cycles, *i.e.* après **4 à 4,5** % de la durée de vie, est déjà très important en surface. Les observations MEB d'une bande circonférentielle de l'éprouvette à un grossissement de x 500 ont révélé la présence d'une vingtaine de fissures dépassant 200 µm de longueur en surface. Deux fissures particulièrement longues (470 µm, *cf.* Figure IV-19.(f), et **590 µm** en surface) ont été identifiées. Dans ces mêmes conditions sur l'état de surface poli, après 300 cycles - soit **5,5** % de la durée de vie - la fissure la plus longue atteignait **300 µm** et après 600 cycles (**11**% de la durée de vie) elle mesurait **480 µm** de long. L'amorçage et les premiers stades de propagation des fissures à partir d'une surface meulée sont donc accélérés par rapport à l'état poli.

Les observations sur le fût de l'éprouvette ont permis de mieux comprendre comment de longues fissures en surface peuvent se former aussi rapidement. Différents stades ont été observés, ils sont illustrés sur la Figure IV-19.



Figure IV-19 : Images MEB de la surface de l'éprouvette meulée après 150 cycles (Air -  $300^{\circ}C - \pm 0,6 \% - 1.10^{4} s^{1}$ ). Les flèches bleues indiquent les fissures présentes et la flèche rouge signale la direction de sollicitation.

Les différents stades de formation d'une fissure avec un état de surface meulé sont schématisés sur la Figure IV-20 :

- A : l'état initial est une rayure de meulage, dont la longueur est fixée par la longueur de la facette qui la contient. Elle a été créée par le passage de la meule.
- B (cf. Figure IV-19.(a)) : plusieurs fissures courtes s'amorcent sur des sites privilégiés tels que les arrachements de matière, les défauts géométriques, ...
- C : les premières fissures se propagent tandis que d'autres s'amorcent. La Figure IV-19.(b) montre plusieurs fissures courtes ayant amorcé en amont de la pointe d'une fissure plus longue. Les premières coalescences ont lieu.
- D : la propagation et les coalescences conduisent à la croissance des fissures qui dépassent alors 100 µm en surface. La Figure IV-19.(c) montre un réseau de fissures sur le point de coalescer pour former une fissure unique. Cela conduit à avoir plusieurs fissures longues au sein d'une même rayure, comme l'illustre la Figure IV-19.(d).
- E (cf. Figure IV-19.(e)) : les coalescences successives finissent par générer quelques fissures très longues qui occupent la quasi-totalité de la longueur de la rayure de meulage.





Figure IV-20 : Schéma de l'évolution de la fissuration à l'intérieur d'une rayure de meulage.

Les observations ont montré que les fissures les plus longues occupaient toute la longueur des rayures de meulage dès une faible fraction de la durée de vie. Par contre aucune fissure n'occupe plusieurs facettes de meulage. <u>Ces résultats traduisent une accélération de l'amorçage ainsi que des premiers stades de propagation des fissures sur l'état meulé et le rôle important des facettes présentes en surface</u>. La forme et l'orientation des rayures de meulage ainsi que les coalescences favorisent la création de fissures longues en surface par rapport à l'état de surface poli. Il convient toutefois d'examiner également le développement de ces fissures en profondeur.

### IV.2.2.b. Caractérisation de l'endommagement en profondeur à différents stades de la durée de vie

Afin de déterminer l'évolution des fissures en profondeur avec l'état de surface meulé, des essais interrompus à différents stades de la durée de vie ont été réalisés dans l'air à 300°C,  $\pm$  0,6 % et  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup>. Les éprouvettes ont été rompues par la suite en fatigue endurance sous un chargement en contrainte imposée dans les conditions suivantes : air, 20°C, 10 Hz,  $\Delta\sigma/2 = 100$  MPa, R<sub> $\sigma$ </sub>=0,2. Les paramètres des différents essais sont rassemblés dans le Tableau IV-9.

Arrêt (cycles)	$N_{Arr \hat{e}t}/N_5$ (%)	R <sub>t</sub> moyen (μm)	N <sub>endurance</sub> (cycles)
150	4,5	59	8 232 000
300	9	46	2 274 000
600	18	54	1 251 500
1 000	30	59	510 500
1 500	45	58	120 000

Tableau IV-9. Conditions des essais interrompus.

Meulé, air, 300°C,  $\pm 0.6$  %, 1.10<sup>4</sup> s<sup>1</sup> suivi de : air, 20°C, 10 Hz,  $\Delta\sigma/2 = 100$  MPa, R<sub> $\sigma$ </sub>=0,2.

Le paramètre N<sub>endurance</sub>, correspond au nombre de cycles nécessaire à la rupture de l'éprouvette en fatigue endurance. Lorsque le nombre de cycles réalisés en fatigue oligocyclique augmente, N<sub>endurance</sub> diminue de manière importante, ce qui traduit un accroissement de l'endommagement.

Des images en microscopie optique pour les différents essais interrompus sont rassemblées Figure IV-21. Le dommage observé pour chacun des essais interrompus se caractérise ainsi :

- Après 150 cycles (cf. Figure IV-21.(a)) : présence de plusieurs sites d'amorçage avec, dans la majorité des cas, des fissures ne dépassant pas quelques microns de profondeur. La fissure la plus profonde observée atteint 17 μm. En surface, comme indiqué précédemment, les fissures sont déjà très longues et atteignent plusieurs centaines de microns. La longueur en surface est essentiellement guidée par la longueur des facettes.
- Après 300 cycles (cf. Figure IV-21.(b)) : le nombre de sites d'amorçage est plus important. Les fissures se sont propagées jusqu'à une profondeur maximale de 48 μm. Elles restent confinées en surface à l'intérieur des rayures de meulage. Le front de fissure est donc long et peu profond, la fissure n'avance pas de manière uniforme sur toute la longueur du front. Après 600 cycles (cf. Figure IV-21.(c)) : les fissures continuent à se propager en profondeur et atteignent au maximum 77 μm. Des fissures coplanaires, situées sur des facettes adjacentes, ont tendance à se rapprocher et sont sur le point de coalescer. Par endroits, des coalescences ont eu lieu entre des fissures situées dans des plans différents



Figure IV-21. Faciès de rupture et détails de différentes zones d'amorçage pour les essais interrompus sur état meulé. Meulé, air,  $\pm$  0,6 %, 1.10<sup>4</sup> s<sup>1</sup>. (a) 150 cycles. (b) 300 cycles. (c) 600 cycles. (d) 1000 cycles. (e) 1500 cycles.



par rupture de ponts de matière. Les fissures ne restent donc plus dans un seul plan. Certains fronts de fissure deviennent plus réguliers et se rapprochent d'une forme semielliptique, même si les fissures gardent cette forme très allongée.

- Après 1000 cycles (cf. Figure IV-21.(d)) : le nombre de sites d'amorçage est très important et les fissures coalescent entre elles. Un certain relief apparaît avec des fissures se propageant dans différents plans. Ainsi, se forment des fissures pouvant mesurer plusieurs millimètres en surface mai qui atteignent une profondeur de seulement 148 μm.
- Après 1500 cycles (cf. Figure IV-21.(e)) : la quasi-totalité de la circonférence de l'éprouvette est fissurée. Les fissures formées traversent plusieurs facettes de meulage et ne restent pas dans un plan unique, mais ont tendance à être constituées de fissures ayant amorcé dans différents plans. Le front de fissure est de nouveau irrégulier, à cause des coalescences entre fissures de différentes facettes, avec des profondeurs assez inégales le long du front. La fissure la plus profonde atteint 243 μm.

Les longueurs et profondeurs maximales relevées sur les différents essais interrompus sont rassemblées sur la Figure IV-22. Dès 150 cycles certaines fissures occupent toute la longueur de la rayure de meulage et vont y rester confinées entre 300 et 600 cycles. La fissure est alors épinglée à ses extrémités et se propage en profondeur. Des coalescences se produisent, d'abord entre des fissures situées sur des plans proches, puis entre des fissures coplanaires. La longueur en surface ainsi que la profondeur augmentent alors rapidement.



Figure IV-22. Evolution de la profondeur et de la longueur en surface en fonction du nombre de cycles réalisés. Meulé, air,  $\pm 0,6\%$ ,  $1.10^4$  s<sup>-1</sup>.

La fissure ne va s'étendre en surface quasiment que par coalescences successives. A ce niveau, il faut distinguer deux échelles différentes pour lesquelles des coalescences ont lieu :

- à l'échelle des facettes : à l'intérieur des rayures de meulage, les fissures tout juste amorcées ou issues de précédentes coalescences interagissent (*cf.* partie *IV.2.2.a*).
- à l'échelle millimétrique : les fissures situées sur des facettes différentes, parfois coplanaires mais aussi parfois assez éloignées dans la direction de sollicitation, coalescent.

La deuxième échelle de coalescence est bien visible sur les fissures observées à rupture, comme le montre la Figure IV-23. En effet, la fissure est alors composée :

- de segments très rectilignes, perpendiculaires à l'axe de sollicitation cela correspond à la propagation de la fissure dans une ou plusieurs rayures de meulage coplanaires.
- de fissures quasi-verticales, créées par cisaillement, qui peuvent mesurer jusqu'à 300 μm de dénivellation et permettent de réunir des fissures situées dans des plans différents.



Figure IV-23. Fissure principale à rupture sur état de surface meulé. Air, 300°C, ± 0,6 %, 1.104 s<sup>-1</sup>.

Sur l'état de surface poli, *d*. Figure III-27, l'orientation des fissures en surface est très influencée par l'orientation des grains traversés. Pour l'état meulé, ce sont avant tout les facettes et les entailles liées au meulage qui guident le chemin de la fissure, indépendamment semble-t-il de la cristallographie locale.

## *IV.2.2.c.* Comparaison de l'endommagement selon l'état de surface à l'aide d'essais interrompus

A partir des essais interrompus et des essais à rupture que nous possédons pour les deux états de surface, il est possible de tracer l'évolution de la profondeur maximale des fissures en fonction du nombre de cycles. Comme le montre la Figure IV-24, <u>l'état de surface meulé réduit</u>

considérablement la phase d'amorçage et les premiers stades de propagation des fissures. A la vitesse de déformation la plus rapide, les cinétiques de propagation au-delà de 300  $\mu$ m de profondeur sont semblables pour les deux états de surface, alors qu'à la vitesse de 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>, la vitesse de propagation de la fissure la plus profonde est plus importante sur l'état de surface meulé que sur l'état poli quelle que soit la profondeur considérée. On retrouve dans l'air la tendance déjà observée sous vide.



Figure IV-24. Evolution de la profondeur en fonction du nombre de cycles pour l'état de surface poli et meulé. (a)  $4.10^3 s^1$ . (b)  $1.10^4 s^1$ . Air,  $\pm 0,6$  %.

Les essais interrompus après 1500 cycles avec l'état de surface meulé présentent un endommagement assez similaire à celui observé sur l'état de surface poli après 2500 cycles. Cependant pour l'état de surface poli, les fissures sont très nombreuses mais leur longueur en surface ne dépasse guère le millimètre, tandis que sur l'état de surface meulé elles sont moins nombreuses mais beaucoup plus longues en surface, *f.* Figure IV-25.



Figure IV-25. Faciès de rupture des essais interrompus (a) sur état de surface poli après 2500 cycles et (b) sur état de surface meulé après 1500 cycles. Air,  $\pm 0,6$  %,  $4.10^{-3}$  s<sup>-1</sup>.

Sur ces essais interrompus, l'endommagement a été quantifié de manière précise au travers de plusieurs grandeurs : la profondeur maximale des fissures, notée *a*, la surface fissurée totale, notée  $S_{fissurée}$  totale (qui correspond à l'ensemble de la surface oxydée sur le faciès de rupture suite à la sollicitation en fatigue oligocyclique), et la surface fissurée de la fissure principale, notée  $S_{fissurée}$  (surface de la plus grande fissure). Le dernier paramètre considéré est  $N_{endurance}$  : il correspond au nombre de cycles nécessaire à la rupture des éprouvettes en fatigue endurance, (air, 20°C,  $R_{\sigma} = 0.2, \Delta\sigma/2 = 100$  MPa). Les valeurs sont rassemblées dans le Tableau IV-10.

	Etat de surface poli					Etat de surface meulé				
	N <sub>arrêt</sub> (cycles)	a (µm)	S <sub>fissurée</sub> totale (mm <sup>2</sup> )	S <sub>fissurée</sub> fissure (mm <sup>2</sup> )	N <sub>endurance</sub> (cycles)	N <sub>arrêt</sub> (cycles)	a (µm)	S <sub>fissurée</sub> totale (mm <sup>2</sup> )	S <sub>fissurée</sub> fissure (mm <sup>2</sup> )	N <sub>endurance</sub> (cycles)
4.10 <sup>-3</sup> s <sup>-1</sup>	2 500	230	1,10	0,172	828 000	1 500	290	1,58	0,40	423 000
1.10 <sup>-4</sup> s <sup>-1</sup>	2 440	220	0,97	0,13	-	1 500	240	1,29	0,49	120 000

Tableau IV-10. Profondeur et surface fissurée sur les essais interrompus pour l'état de surface poli et meulé. Air, ± 0,6 %.

Malgré les **1000 cycles supplémentaires** réalisés sur l'état de surface poli, les valeurs de la profondeur maximale et de la surface fissurée montrent un dommage plus important sur l'état de surface meulé. <u>Ces observations confirment l'accélération de l'endommagement sur l'état de surface meulé</u>.

Par ailleurs, si on compare l'endommagement entre les deux vitesses de déformation sur l'état de surface meulé, les différents paramètres utilisés pour quantifier le dommage évoluent de manière contradictoire. La profondeur ainsi que la surface fissurée totale signalent un endommagement plus important à la vitesse de déformation la plus rapide, tandis que la surface fissurée de la plus grande fissure ainsi que le nombre de cycles réalisé en fatigue endurance indiquent l'inverse. Cette seconde tendance est confirmée par les durées de vie, qui sont respectivement de 4620 et 3205 cycles aux vitesses de 4.10<sup>-3</sup> et 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>. Pour mieux comprendre les différences entre les deux vitesses de déformation, il est nécessaire de s'intéresser à la géométrie des fissures. La Figure IV-26 présente des images de la fissure la plus longue et la plus profonde observée sur les essais interrompus à 1500 cycles sur l'état de surface meulé.



Figure IV-26. Fissure la plus profonde (a), (b) et la plus longue (c), (d) observée sur les essais interrompus à 1500 cycles dans l'air avec un état de surface meulé. (a), (c) 4.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>. (b), (d) 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>.

A la vitesse la plus rapide, la fissure la plus profonde est relativement courte en surface. La fissure la plus longue quant à elle est issue de la coalescence de fissures occupant 3 facettes de meulage. Pour la vitesse de  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup> en revanche, c'est la même fissure qui est à la fois la plus longue et la plus profonde. La profondeur maximale (240 µm) n'est atteinte que très localement et la fissure est par contre beaucoup plus longue (3 mm) et occupe 5 facettes de meulage. Elle présente une configuration particulière puisque son front de fissure est de forme concave. Cette forme a été observée sur d'autres fissures dans les mêmes conditions.

La rupture à la vitesse de  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup> est certainement facilitée par la disposition des fissures qui croissent sur toute la circonférence de l'éprouvette et cette géométrie de fissure permet à la fissure d'avoir, à profondeur équivalente, une force motrice plus importante (nous détaillerons ce point par la suite). Par ailleurs, le phénomène de vieillissement dynamique conduit à une localisation de la déformation à plus faible vitesse de déformation, qui est certainement accentué sur l'état de surface meulé par la présence des rayures et des facettes. A la vitesse de  $4.10^{-3}$  s<sup>-1</sup>, les fissures sont plus profondes mais ont une plus faible longueur en surface.

### *IV.2.2.d. Quantification de l'endommagement en profondeur déterminé à rupture sur des coupes longitudinales*

Comme sur l'état de surface poli, des coupes longitudinales ont été réalisées sur les éprouvettes meulées sollicitées jusqu'à rupture. La morphologie des fissures en profondeur en fonction de la vitesse de déformation est illustrée Figure IV-27. Peu de différences sont visibles entre les deux vitesses de déformation. On retrouve les multiples changements d'orientation de la fissure ainsi que des branchements. Ces derniers semblent malgré tout un peu plus nombreux à 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>.



Figure IV-27. Morphologie des fissures à rupture selon la vitesse de déformation. Meulé, air,  $300^{\circ}C$ ,  $\pm 0,6$  %. (a)  $4.10^{-3}$  s<sup>-1</sup>. (b)  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup>.

Comme sur l'état de surface poli, les profondeurs relevées ici ne correspondent pas forcément à la profondeur maximale des fissures. De plus, étant donné que l'observation des essais interrompus a mis en évidence des fissures dont la géométrie était plus allongée que sur l'état de surface poli, les distributions de profondeurs apparentes détaillées dans cette partie ne sont pas directement comparables avec les résultats obtenus sur l'état de surface poli.

La distribution des profondeurs pour les deux vitesses de déformation est présentée Figure IV-28. Les densités de fissures sont identiques pour les deux vitesses de déformation, mais le nombre de fissures longues est plus important à la vitesse de déformation la plus élevée. La profondeur maximale des fissures secondaire est aussi plus élevée à cette vitesse : **3,8 mm** à  $4.10^{-3}$  et **415 µm** à  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup>. L'endommagement général est donc plus important à la vitesse de déformation rapide,

l'inverse ayant été observé sur l'état de surface poli. Cette différence s'explique par une localisation de l'endommagement plus importante liée à la fois à la vitesse de déformation de  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup> et à l'état de surface meulé. L'éprouvette sollicitée à la vitesse de  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup> a d'ailleurs subi **1400 cycles de moins** que celle cyclée à  $4.10^{-3}$  s<sup>-1</sup>.



Figure IV-28. Distribution des profondeurs de fissure à rupture. Meulé, air,  $\pm 0,6$  %.

Le paramètre *Tort*, caractérisant la tortuosité des fissures, prend respectivement les valeurs de **1,27** et **1,40** à 4.10<sup>-3</sup> et 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>. Ces valeurs confirment l'évolution observée sur l'état de surface poli : une diminution de la vitesse de déformation dans l'air conduit à une augmentation de la tortuosité des fissures, notamment avec un nombre de branchements plus importants.



Figure IV-29. Amorçage de fissures sur état de surface meulé. Air,  $\pm 0,6$  %,  $1.10^4$  s<sup>1</sup>.

Une étude plus qualitative a été menée afin de caractériser les sites d'amorçage pour un état de surface meulé. Dans l'air, il en ressort que la grande majorité des fissures a amorcé sur des défauts géométriques (entailles, copeaux, arrachements, ...) comme le montre la Figure IV-29.

Tous les défauts n'ont pas mené à l'amorçage d'une fissure, mais les défauts dépassant 15 µm de profondeur ont tous conduit à la formation d'une fissure. Cependant, les fissures les plus profondes n'ont pas forcément amorcé sur les défauts les plus profonds.

### IV.2.2.e. Synthèse

Les observations sur les essais interrompus avant rupture à différents stades de la durée de vie ont permis d'établir un certain nombre de caractéristiques de l'endommagement dans l'air de l'acier 304L présentant un état de surface meulé :

- alors que la géométrie des fissures sur l'état de surface poli est essentiellement liée à l'orientation cristallographique des grains, les facettes de meulage, ainsi que les entailles qui les traversent, jouent un rôle crucial puisque ce sont elles qui vont imposer la géométrie des fissures et les sites sur lesquels les fissures vont s'amorcer.
- les **phénomènes de coalescence** sont nombreux et jouent un rôle important dans l'extension de la fissure à deux échelles : d'une part au sein des facettes en permettant la rapide formation d'une fissure de plusieurs centaines de microns de longueur en surface et d'autre part entre les fissures situées dans des facettes différentes, parfois dans des plans assez éloignés

Quelles que soient les conditions, la phase d'amorçage et les premiers stades de propagation sont fortement accélérés avec l'état de surface meulé. Pour la vitesse de déformation de  $4.10^{-3}$  s<sup>-1</sup>, l'effet de l'état de surface est limité aux premiers stades de propagation, tandis qu'à la vitesse de  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup>, l'influence du meulage semble également modifier certains stades d'endommagement plus avancés. Une diminution de la vitesse de déformation conduit à une localisation de l'endommagement qui est accentuée par l'état de surface meulé. Ces interactions entre la nature de l'état de surface et la vitesse de propagation semblent se répercuter sur la géométrie des fissures. En effet, au cours de la propagation à la vitesse de  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup> les fissures ont tendance à être très longues en surface et à avoir une forme concave assez marquée, alors qu'à la vitesse de déformation la plus rapide les fissures sont plus courtes et de forme semi-elliptique.

On retiendra aussi que tous les grands défauts (supérieurs à 15 µm de profondeur) créés par le meulage conduisent à l'amorçage d'une fissure.

### IV.2.3. En milieu eau primaire REP

La partie précédente a permis de mettre en évidence un effet de la vitesse de déformation sur l'accélération des cinétiques de propagation dans l'air. Nous ne disposons pas d'essais interrompus équivalents en milieu eau primaire REP pour les différentes vitesses de déformation. Malgré tout, les durées de vie indiquent la même tendance que dans l'air, à savoir, un effet de l'état de surface accentué lorsque la vitesse de déformation diminue.

### *IV.2.3.a. Caractéristiques de l'endommagement en profondeur après 150 cycles et comparaison avec l'état de surface poli*

Un essai réalisé en milieu eau primaire REP à  $\pm 0,6$  % et  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup> avec l'état de surface meulé a été interrompu à 150 cycles. Cela correspond à environ 25 % de la durée de vie. L'éprouvette a ensuite été rompue en traction répétée avec des conditions de sollicitation en fatigue endurance différentes de celles appliquées dans les autres environnements : air, 20°C, 10 Hz,  $\Delta\sigma/2 = 110$ MPa, R<sub> $\sigma$ </sub>=0,1 pendant 800 000 cycles puis  $\Delta\sigma/2 = 115$  MPa, R<sub> $\sigma$ </sub>=0,1 pendant 15 200 cycles. Des images du faciès de rupture sont présentées Figure IV-30. On observe de nombreux sites d'amorçage avec des fissures ayant coalescé. Les fronts de fissure sont assez réguliers et souvent proches d'une forme semi-elliptique. La profondeur maximale observée est de **330 µm**.



Figure IV-30. Faciès de rupture et détails de différentes zones d'amorçage. Essai interrompu à 150 cycles. Milieu eau primaire REP,  $\pm 0,6$  %, 1.10<sup>4</sup> s<sup>-1</sup>.

Par rapport aux observations réalisées dans l'air après 1500 cycles (soit 10 fois plus de cycles), les fissures sont plus profondes mais moins longues en surface. En effet, la fissure la plus longue

occupe seulement trois facettes et mesure 2,4 mm de long avec une profondeur de 330  $\mu$ m, tandis que dans l'air elle s'étend sur 5 facettes et mesure 3,2 mm de long pour seulement 243  $\mu$ m de profondeur. L'assistance du milieu eau primaire REP semble réduire l'influence de l'état de surface sur la géométrie des fissures.

L'évolution de la profondeur de fissure en fonction du nombre de cycles dérivée de ces essais interrompus est tracée Figure IV-31. <u>On constate que les cinétiques d'endommagement sont plus</u> élevées avec l'état de surface meulé, à la fois sur la phase d'amorçage, mais aussi sur l'ensemble de <u>la propagation.</u>



Figure IV-31. Evolution de la profondeur en fonction du nombre de cycles pour l'état de surface poli et meulé. Milieu eau primaire REP,  $\pm 0,6$  %,  $1.10^4$  s<sup>-1</sup>.

### IV.2.3.b. Morphologie des fissures à rupture

Un exemple de fissure secondaire observée à rupture est présenté Figure IV-32. On retrouve, comme dans l'air, des portions de fissure très rectilignes délimitées par les facettes, ainsi que des ligaments de matière fissurés par cisaillement. La fissure possède par ailleurs de nombreuses ramifications dans différents plans. Par rapport à l'air, la présence du milieu REP n'influence donc pas notablement la morphologie des fissures obtenues à rupture.



Figure IV-32. Fissure secondaire à rupture sur état de surface meulé. Milieu eau primaire REP, ± 0,6 %, 1.10<sup>-5</sup> s<sup>-1</sup>.

### *IV.2.3.c. Quantification de l'endommagement en profondeur déterminé à rupture sur des coupes longitudinales*

Des coupes ont été réalisées sur les éprouvettes à rupture en milieu eau primaire REP avec l'état de surface meulé. Quelques images représentatives des fissures observées aux différentes vitesses de déformation sont rassemblées dans la Figure IV-33. Les fissures présentent un nombre de branchements relativement important et assez variable d'une fissure à l'autre. La présence de l'état de surface meulé contribue à créer des ramifications à proximité de la surface. Les trois vitesses de déformation présentent peu de différences.



Figure IV-33. Morphologie des fissures à rupture selon la vitesse de déformation. Meulé, milieu eau primaire REP,  $\pm 0,6$  %. (a)  $4.10^{-3}$  s<sup>-1</sup>. (b)  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup>. (c)  $1.10^{-5}$  s<sup>-1</sup>.

Les distributions de profondeur apparente pour les différentes vitesses de déformation sont données par la Figure IV-34. Le nombre de fissures longues (supérieure à 300 µm) est un peu plus important à la vitesse la plus rapide, mais plusieurs fissures longues sont aussi observées aux autres vitesses de déformation. Cette évolution est à relier à une localisation plus importante du dommage à faible vitesse de déformation. Au final, l'endommagement est assez important pour les trois vitesses de déformation, mais particulièrement marqué à 4.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>. Malgré des durées de vie très courtes pour les faibles vitesses de déformation, le nombre de fissures secondaires et leurs profondeurs sont déjà très importants avec l'état de surface meulé.



Figure IV-34. Distribution des profondeurs de fissure à rupture. Meulé, milieu eau primaire REP, ± 0,6 %.

Les densités de fissures sont similaires à  $1.10^{-4}$  et à  $1.10^{-5}$  s<sup>-1</sup> (respectivement 2,4 et 2,3 mm<sup>-1</sup>), mais deux fois plus importantes à  $4.10^{-3}$  s<sup>-1</sup> (4,8 mm<sup>-1</sup>). Par rapport à l'état de surface poli, la densité en milieu REP suit la même évolution, mais les valeurs de densité sont un peu plus faibles, *cf.* Tableau IV-11.

Densité	Poli Meulé Tort		Poli		Meulé				
Denoite	Air	REP	Air	REP	1011	Air	REP	Air	REP
4.10 <sup>-3</sup> s <sup>-1</sup>	4,6	5,8	3,8	4,8	4.10 <sup>-3</sup> s <sup>-1</sup>	1,2	1,8	1,3	1,7
1.10 <sup>-4</sup> s <sup>-1</sup>	4,9	1,2	3,8	2,4	1.10 <sup>-4</sup> s <sup>-1</sup>	1,4	1,4	1,4	1,5
1.10 <sup>-5</sup> s <sup>-1</sup>		2,4 / 3,2		2,3	1.10 <sup>-5</sup> s <sup>-1</sup>		1,4/1,1		1,5

Tableau IV-11. Evolution de la densité de fissure (à gauche) et du paramètre Tort (à droite) en fonction de l'état de surface, la nature de l'environnement et la vitesse de déformation. ± 0,6 %.

Le paramètre *Tort* est assez important à  $4.10^{-3}$  s<sup>-1</sup> (1,7) et diminue aux autres vitesses de déformation pour valoir 1,5 à  $1.10^{-4}$  et à  $1.10^{-5}$  s<sup>-1</sup>. Cette évolution de la tortuosité des fissures est assez similaire pour les deux états de surface. Cependant, on ne retrouve pas avec l'état de surface meulé les fissures très rectilignes observées sur état poli en milieu REP à faible vitesse de déformation [Chopra, 2002 ; Huin, 2013] et constaté sur l'un de nos essais à  $1.10^{-5}$  s<sup>-1</sup> ( $N_5$ =1000 cycles).

En milieu REP, l'importance de l'état de surface sur l'amorçage des fissures est réduite par rapport à l'air. L'observation des coupes montre que :

- Certaines fissures supérieures à 100 µm n'ont pas amorcé sur des défauts.
- Certains défauts très importants, profonds de plus de 15 μm, n'ont pas servi de site d'amorçage, *cf.* Figure IV-35.



Figure IV-35. Défauts de surface importants sans fissures amorcées. Meulé, milieu eau primaire REP, ± 0,6 %.

Les observations réalisées dans l'air montraient l'importance des défauts issus du meulage sur l'amorçage des fissures. En milieu REP, les effets d'environnement semblent en partie concurrencer l'influence de l'état de surface et ainsi favoriser l'amorçage de fissures importantes hors des défauts présents en surface. Ces constatations pourraient expliquer pourquoi les durées de vie montrent un effet légèrement moins important de l'état de surface meulé en milieu REP.

#### IV.2.3.d. Synthèse

Un certain nombre de constats établis dans l'air prévalent également en milieu eau primaire REP, à savoir :

- le rôle des facettes de meulage sur la géométrie des fissures au cours de la propagation.
- l'importance des coalescences dans la propagation des fissures, notamment entre fissures situées sur des facettes différentes.
- l'augmentation globale des cinétiques d'endommagement avec l'état de surface meulé à la vitesse de 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>. Les phases d'amorçage et de propagation sont toutes les deux réduites.

On retrouve une certaine localisation de l'endommagement à faible vitesse de déformation. Par ailleurs, l'état de surface meulé conduit à une densité de fissures moins importante. La présence d'un milieu très actif favorise l'amorçage et la propagation des fissures sur l'ensemble de la surface de l'éprouvette et réduit l'impact de l'état de surface, en accord avec l'évolution de l'effet de l'état de surface constaté sur les durées de vie. Cela se traduit par une géométrie de fissure un peu moins allongée et par une moindre influence de la rugosité sur l'amorçage des fissures.

### IV.3. Analyse de la phase de propagation (air et milieu REP)

Sur l'état de surface poli, la phase d'amorçage (formation d'une fissure d'une dizaine de microns) avait été considérée comme négligeable pour les conditions de sollicitation étudiées. Avec l'état meulé, l'analyse de l'endommagement a montré que l'amorçage et les premiers stades de propagation étaient encore plus accélérés par rapport à l'état de surface poli. L'hypothèse d'une phase d'amorçage négligeable par rapport à la durée de vie totale est donc d'autant plus valide.

Par ailleurs, l'étude de l'endommagement a mis en évidence le rôle prépondérant joué par les facettes et les entailles de meulage sur la géométrie des fissures et leur évolution au cours de la durée de vie. L'importance des coalescences dans la croissance des fissures en surface a aussi été soulignée.

Dans un premier temps, des comparaisons des faciès de rupture pour les deux états de surface seront réalisées. Par la suite, à partir des lois de propagation macroscopiques établies sur l'état de surface poli et en prenant en compte les différents mécanismes spécifiques identifiés avec l'état de surface meulé, nous tenterons de rendre compte des effets de l'état de surface meulé sur la phase de propagation des fissures et donc sur la durée de vie.

### IV.3.1. Analyse fractographique

### • Macrographies

La Figure IV-36 rassemble les faciès de rupture obtenus dans l'air pour l'état de surface poli et meulé à différentes vitesses de déformation. <u>Aucune différence majeure n'est constatée au niveau macroscopique entre les deux états de surface</u>. Le nombre de sites d'amorçage est important et on note la présence de nombreuses fissures secondaires qui ont contribué à la rupture finale dans les deux cas. Cette multi-fissuration se développe dans différents plans contigus, ce qui engendre des variations de hauteur entre les diverses parties du faciès de rupture.


Figure IV-36. Faciès de rupture pour différentes conditions de sollicitation dans l'air à  $\pm 0,6$  % d'amplitude. (a) Poli - 4.10<sup>-3</sup> s<sup>1</sup>. (b) Meulé - 4.10<sup>-3</sup> s<sup>1</sup>. (c) Poli - 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>. (b) Meulé - 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>.

#### • Micrographies

On retrouve les observations faites sur l'état de surface poli, avec un aspect plus ou moins ductile en fonction de l'environnement considéré et un aspect plus ou moins « cristallographique » selon la vitesse de déformation.

L'aspect général des faciès de rupture ne dépend pas de l'état de surface. Cependant, des différences entre les deux états de surface sont visibles sur le bord des éprouvettes. La Figure IV-37 et la Figure IV-38 rassemblent des images des faciès de rupture respectivement dans l'air à  $4.10^{-3}$  s<sup>-1</sup> et en milieu REP à  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup> pour les deux états de surface.



Figure IV-37. Aspect du faciès de rupture avec l'état de surface meulé dans l'air à  $\pm 0,6$  % et  $4.10^3$  s<sup>-1</sup>.



Figure IV-38. Aspect du faciès de rupture en milieu REP à  $1.10^4$  s<sup>-1</sup>. (a) et (b) Etat poli. (c) et (d) Etat meulé.  $\pm 0,6$  %.

Sur l'état de surface poli, la propagation a lieu de manière concentrique autour du point d'amorçage, tandis qu'avec l'état de surface meulé, l'amorçage a lieu sur toute la longueur de l'entaille, la fissure se propage alors avec un front globalement parallèle au bord de l'entaille.

Avec l'état de surface meulé, des stries ont été observées sur l'ensemble des faciès de rupture des éprouvettes sollicitées dans l'air et en milieu eau primaire REP. Leurs caractéristiques sont semblables aux stries observées avec l'état de surface poli.

#### • Facettes et entailles

L'état de surface obtenu après le processus de meulage est assez complexe et est constitué de plusieurs éléments. La Figure IV-39 en montre les principaux constituants :

- des facettes aux bords relativement rectilignes générés par les grains constituant la meule.
- des entailles, plus ou moins profondes, qui constituent la principale source de rugosité en surface. Les profils de rugosité de la Figure II-16 montrent que l'on a quelques entailles assez profondes sur chaque génératrice. On retrouve les bords de ces entailles lorsque l'on observe les faciès de rupture. Leur profondeur est estimée en moyenne à 15  $\mu$ m pour des éprouvettes avec une mesure de  $R_t$  moyen proche de 40  $\mu$ m et la profondeur des entailles atteint 25  $\mu$ m sur les éprouvettes avec une forte rugosité ( $R_t$  moyen supérieur à 60  $\mu$ m).
- un fond d'entaille relativement rectiligne à partir duquel les fissures vont s'amorcer.
- une zone affectée en extrême surface, observée sur l'ensemble des éprouvettes meulées analysées. Cette zone mesure entre 5 et 8 µm de profondeur et à le même aspect quelles que soient les conditions de sollicitation. Elle est associée à la préparation de l'état de surface meulé et correspond à une couche très fortement écrouie [Petitjean, 2003].



Figure IV-39. Détail d'une zone d'amorçage sur l'état de surface meulé. Meulé, milieu REP, ± 0,6 %, 1.10<sup>4</sup> s<sup>-1</sup>.

# IV.3.2. Analyse de l'effet de l'état de surface meulé au travers du paramètre $\Delta K_{\epsilon}$

L'analyse de l'endommagement a montré que la géométrie des fissures était fortement impactée par l'état de surface meulé, et notamment par deux effets distincts :

- les facettes de meulage : elles imposent la géométrie initiale des fissures et jouent un rôle important dans l'extension en surface de ces dernières.
- les coalescences : deux échelles de coalescence ont été mises en évidence lors de l'étude des différentes phases d'endommagement. Dans cette partie, la première échelle est négligée puisque l'on considèrera une fissure initiale de la taille de la facette en surface. Mais la deuxième échelle de coalescence, entre des fissures situées sur des facettes différentes, va jouer un rôle crucial puisque les coalescences impactent fortement la géométrie des fissures obtenues, et modifient donc la valeur du paramètre ∠lK<sub>ε</sub>.

Afin d'expliquer les différences observées sur les cinétiques de propagation entre les deux états de surface, nous allons reprendre les lois de propagation macroscopiques établies sur l'état de surface poli et introduire les effets de l'état de surface meulé à travers la différence de géométrie des fissures. Nous utiliserons deux paramètres : la profondeur initiale des fissures et l'évolution du rapport a/b en fonction de la profondeur.

#### IV.3.2.a. Correction de la profondeur de la fissure

#### • Définition de la profondeur

Une difficulté sur l'état meulé est la définition de la notion de profondeur. La Figure IV-40.(a) et la Figure IV-40.(b) représentent une coupe de la partie utile pour chacun des états de surface considérés. La réalisation du meulage conduit à une légère diminution de la section de l'éprouvette (passage de 9,00 à environ 8,85 mm en moyenne) et la formation en surface de facettes.



Figure IV-40. Schéma représentant l'évolution de la partie utile entre l'état de surface poli et l'état de surface meulé.

Comme le montre la Figure IV-40.(c), la position des facettes varie en fonction de la section de l'éprouvette que l'on considère et au final, le cumul des différentes sections avec les facettes donne une forme circulaire que nous appellerons cercle circonscrit. <u>C'est ce dernier que nous prendrons comme origine pour nos mesures de profondeur</u>.

Les mesures de profondeur de fissure données dans ce chapitre ont été réalisées avec pour origine le fond de l'entaille. Les mesures d'interstries sont effectuées dans leur grande majorité au milieu des facettes. Afin de prendre en compte l'écart entre le fond de l'entaille et le cercle circonscrit, il est nécessaire de considérer la profondeur de l'entaille et l'écart entre la facette et le cercle circonscrit, noté *f* sur la Figure IV-41.



Figure IV-41. Schéma représentant le bord d'une éprouvette meulé ainsi que le cercle circonscrit.

f peut être exprimé en fonction de la longueur de la facette et du rayon de l'éprouvette. Pour une facette de 600 µm de long (taille moyenne des facettes observées), le paramètre f vaut 10 µm. Pour une valeur de  $R_f$  moyen autour de 40 µm, les facettes mesurent en moyenne 600 µm de long, la correction à appliquer sur les profondeurs sera donc de 25 µm. Ces différences affecteront pour l'essentiel les calculs effectués sur les tout premiers stades de croissance des fissures.

#### • Correction de la profondeur initiale

Dans cette partie, nous considérerons les mêmes hypothèses que sur l'état de surface poli, *i.e.* que la durée de vie est conditionnée par la propagation des fissures à partir d'une fissure de profondeur initiale  $a_0$  dont le nombre de cycles à l'amorçage est négligeable. Cependant, la présence des facettes ainsi que des entailles générées par le passage de la meule se traduit physiquement par une profondeur initiale de fissure plus importante que sur l'état poli. Pour tenir compte de la géométrie de l'entaille et de la facette à l'origine de la fissure, la profondeur initiale  $a_0$  telle qu'elle avait été déterminée doit être corrigée de la profondeur de l'entaille et de la valeur de f (*cf.* Figure IV-41). Ainsi, si la même profondeur de matière fissurée est considérée, on aura  $a_0 = 40 \,\mu\text{m}$  pour les éprouvettes meulées au lieu de 15  $\mu\text{m}$  sur les échantillons polis.

Le Tableau IV-12 contient le nombre de cycles calculé par intégration de la loi de fissuration établie pour les échantillons polis, noté  $N_p$ , en fonction de la profondeur initiale  $a_0$  prise en

compte. La modification du paramètre  $a_0$  affecte surtout le nombre de cycles obtenu dans l'air et a un effet beaucoup moins marqué en milieu REP. En milieu REP à la vitesse de  $1.10^{-5}$  s<sup>-1</sup>, les lois de fissurations déterminées pour les essais avec une durée de vie de 535 et de 1000 cycles sont utilisées.

		$N_p$ calculé [de $a_0$ à 3 mm] (cycles)		N <sub>5</sub> (cycles)	
		Etat poli $(a_0 = 15 \mu m)$	Etat meulé ( $a_0 = 40 \ \mu m$ )	Poli	Meulé
Air	4.10 <sup>-3</sup> s <sup>-1</sup>	5475	4750	<b>≈ 525</b> 0	4620
7111	1.10 <sup>-4</sup> s <sup>-1</sup>	5675	4980	≈ <b>5</b> 300	3200
	4.10 <sup>-3</sup> s <sup>-1</sup>	2860	2730	2890	2460
Milieu REP	1.10 <sup>-4</sup> s <sup>-1</sup>	930	890	900	560
	1 10 <sup>-5</sup> s <sup>-1</sup>	650	620	535	260
		1040	990	1000	200

Tableau IV-12. Influence du paramètre  $a_0$  sur le nombre de cycles calculé et comparaison avec les durées de vie expérimentales.

La correction de la profondeur initiale n'est pas suffisante pour rendre compte de la diminution de la durée de vie constatée expérimentalement sur les éprouvettes meulées, sauf dans le cas de l'essai effectué dans l'air à la vitesse de déformation la plus rapide où le nombre de cycles calculé est très proche de la durée de vie expérimentale. Cela tend à montrer, notamment pour les faibles vitesses de déformation, l'importance des phénomènes de coalescence et de la géométrie des fissures dans le cas des éprouvettes meulées.

#### IV.3.2.b. Prise en compte de la géométrie des fissures

Le deuxième facteur qui peut impacter les cinétiques de propagation est la géométrie des fissures, définie par le rapport a/b. Il est important de rappeler que la grandeur b que nous utilisons ici correspond à la définition donnée par Carpinteri [Carpinteri, 1993], *i.e.* au grand rayon de l'ellipse formée par la fissure (*cf.* partie I.1.2.b).

Cette géométrie est d'une part contrainte par la longueur des facettes en surface. En effet, les observations sur les essais interrompus n'ont révélé que très peu de fissures n'occupant pas toute la longueur des facettes et il s'agit alors de cas particuliers où la fissure a changé de plan de propagation. D'autre part, les coalescences constituent le principale mode de propagation de ces fissures en surface, l'augmentation de la longueur est alors brutale et entraîne une soudaine chute du rapport a/b sur ces fissures.

#### • Etablissement de l'évolution du rapport a/b en fonction de la profondeur a

La Figure IV-42 rassemble l'évolution du rapport a/b en fonction de la profondeur pour les fissures les plus longues obtenues lors des essais interrompus avec l'état de surface meulé. La géométrie des fissures varie selon la vitesse de déformation considérée : pour une profondeur donnée, le rapport a/b est en général plus faible, *i.e.* les fissures sont plus longues en surface, pour les essais réalisés à la vitesse de déformation de  $1.10^{-4}$  que pour les essais réalisés à  $4.10^{-3}$  s<sup>-1</sup>. A partir de ces mesures, deux scénarios de coalescence ont été construits, un pour chaque vitesse de déformation étudiée.



Figure IV-42. Comparaison des scénarios de coalescence avec les mesures réalisées sur les essais interrompus.

Les coalescences n'ayant pas toujours lieu pour la même profondeur, les courbes ont été lissés pour les faibles profondeurs et extrapolées jusqu'à 3 mm de profondeur, *cf.* Figure IV-43. On obtient ainsi pour la vitesse de déformation la plus rapide la relation « meulé n°1 » et pour les essais à la vitesse de  $1.10^{-4}$  la relation « meulé n°2 ». Etant donné que nous ne disposons d'aucun essai interrompu à la vitesse de sollicitation de  $1.10^{-5}$  s<sup>-1</sup>, la relation « meulé n°2 » sera aussi appliquée pour cette vitesse de sollicitation.

Le rapport a/b est plus faible sur l'état de surface meulé que sur l'état poli surtout pour les essais à faible vitesse de déformation. Cette différence entre les deux états de surface induit un écart de valeur pour le facteur de forme F(a), et donc une différence de  $\Delta K_{\varepsilon}$ . Pour une même profondeur de fissure, la différence de géométrie va induire une valeur de  $\Delta K_{\varepsilon}$  plus importante sur l'état de surface meulé que sur l'état de surface poli, particulièrement pour les plus faibles vitesses de déformation. Le manque de données expérimentales ne permet de faire une éventuelle distinction entre les différents environnements étudiés.



Figure IV-43. Evolution du rapport a/b en fonction de la profondeur pour les deux états de surface.

#### • Influence du rapport a/b sur le nombre de cycles calculé

L'établissement des scénarios de coalescence a permis de fixer les évolutions du rapport a/b en fonction de la profondeur que l'on considère avec l'état de surface meulé. La relation « meulé n°1 » est destinée aux essais à la vitesse de déformation la plus rapide (4.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>). L'évolution du rapport a/b est relativement proche de celle utilisée pour l'état de surface poli, la réduction de durée de vie liée à la modification de la géométrie des fissures est donc dans ce cas relativement faible. La relation « meulé n°2 » sera appliquée aux vitesses de déformation de 1.10<sup>-4</sup> et 1.10<sup>-5</sup> s<sup>-1</sup>. Le rapport a/b étant plus faible que dans le cas précédent, la réduction de durée de vie sera plus importante par rapport à l'état de surface poli.

Les durées de vie ont été calculées pour l'état de surface meulé en considérant les relations précédemment déterminées : les résultats sont rassemblés dans le Tableau IV-13. De manière générale, <u>le nombre de cycles calculé est en accord avec les durées de vie expérimentales pour les vitesses de  $4.10^{-3}$  et  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup>. Pour la vitesse de déformation la plus lente, le nombre de cycles calculé est bien plus grand que la durée de vie expérimentale quelle que soit la loi de fissuration considérée.</u>

		-	N <sub>p</sub> calculé (cycles	N <sub>5</sub> (cycles)		
		Etat poli ( $a_0 = 15 \ \mu m$ )	Etat meulé $a_0 = 40 \ \mu m$	$a_0 = 40 \ \mu m \ et$ a/b = 0	Poli	Meulé
Air	4.10 <sup>-3</sup> s <sup>-1</sup>	5475	4210	3050	≈ 5250	4620
	1.10 <sup>-4</sup> s <sup>-1</sup>	5675	3360	3250	≈ 5300	3200
	4.10 <sup>-3</sup> s <sup>-1</sup>	2860	2410	1755	2890	2460
Milieu	1.10 <sup>-4</sup> s <sup>-1</sup>	930	685	620	900	560
REP	1.10 <sup>-5</sup> s <sup>-1</sup>	650	480	338	535	260
		1040	760	685	1000	200

Tableau IV-13. Comparaison des durées de vie expérimentales avec le nombre de cycles calculé pour les deux scénarios.

Pour certaines conditions de sollicitation, les essais interrompus permettent d'analyser les lois de propagation ainsi obtenues pour l'état de surface meulé sur des intervalles de profondeur plus restreints, *cf.* Figure IV-44. Tandis que sur certains intervalles, le nombre de cycles apparaît comme très bien estimé par le calcul, des écarts importants sont observés sur d'autres intervalles de profondeur. Ces constatations sont valables pour les trois conditions de sollicitations détaillées et l'écart est tantôt observé pour les faibles profondeurs, tantôt pour les profondeurs plus importantes.



Figure IV-44. Comparaison du nombre de cycles déterminés numériquement à partir des lois phénoménologiques (en vert) avec les données expérimentales (en bleu) sur les essais interrompus et à rupture.
(a) Air - 4.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>. (b) Air - 1.10<sup>4</sup> s<sup>-1</sup>. (c) REP - 1.10<sup>4</sup> s<sup>-1</sup>. Meulé, ± 0,6 %.

Avant de remettre en cause la relation entre le rapport a/b et la profondeur pour la vitesse de déformation la plus lente, nous avons évalué la durée de vie obtenue dans le cas extrême d'un

#### IV.3.2.c. Evolution de l'interstrie selon l'état de surface considéré

Avec l'état de surface poli, nous avons montré que l'analyse de la distance interstrie ne permettait pas de remonter au nombre de cycles réalisé dans l'air. L'interstrie reste cependant un indicateur locale de la vitesse de propagation des fissures dans l'air, et donc ainsi permettre de mettre en évidence des différences de cinétique de propagation.

La Figure IV-45 permet de comparer l'évolution de l'interstrie en fonction du paramètre  $\[tabel{lk_e}]$ entre les deux états de surface étudiés pour différentes conditions de sollicitation. Il apparaît que les interstries se superposent globalement dans l'air et en milieu eau primaire REP pour les vitesses de déformation de 4.10<sup>-3</sup> et 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>. Les observations présentées ici ont été réalisées à l'amplitude de déformation de  $\pm$  0,6 % mais elles restent valables à  $\pm$  0,3 % d'amplitude.



 $\underbrace{\mathfrak{S}}_{\textbf{Figure IV-45. Evolution de la distance interstrie en fonction du paramètre } \Delta K_{\varepsilon} pour l'état de surface poli et meulé.$  $(a) Air - 4.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>. (b) Air - 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>. (c) Milieu REP - 4.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>. (d) Milieu REP - 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>. <math>\pm$  0,6 %.

La nature de l'état de surface initial n'affecte donc pas les lois de propagation. Pour une même valeur de  $\[top]K_{e}$ , du fait de la différence de géométrie, les fissures sont moins profondes sur l'état de surface meulé que sur l'état de surface poli. Ainsi, lors de la propagation d'une fissure avec l'état de surface meulé, l'intervalle de  $\[top]K_{e}$  balayé correspond à des valeurs de  $\[top]K_{e}$  plus importantes que pour l'état de surface poli.

Par contre, <u>en milieu eau primaire REP à la vitesse de 1.10<sup>-5</sup> s<sup>-1</sup>, un écart important est observé</u> <u>entre les distances interstrie mesurées sur l'état de surface poli et sur l'état de surface meulé</u>. Comme le montre la Figure IV-46, l'allure même des courbes est modifiée puisque les mesures d'interstrie sur l'état meulé ne présentent pas de palier comme sur l'état de surface poli. Pourtant, l'aspect des faciès de rupture ne présente pas de différence marquée entre l'éprouvette polie et l'éprouvette meulée, comme en attestent la Figure IV-47 et la Figure IV-48.



Figure IV-46. Evolution de la distance interstrie en fonction du paramètre  $\Delta K_{\varepsilon}$  pour l'état de surface poli et meulé. Milieu REP,  $\pm 0,6$  %, 1.10<sup>-5</sup> s<sup>-1</sup>.



Figure IV-47. Détails du faciès de rupture avec l'état de surface poli en milieu eau primaire REP à la vitesse de  $1.10^{-5} s^{-1}$ (N<sub>5</sub>=1000 cycles).



Figure IV-48. Détails du faciès de rupture avec l'état de surface meulé en milieu eau primaire REP à la vitesse de 1.10<sup>-5</sup> s<sup>-1</sup>.

# *IV.3.2.d. Discussion sur l'influence de l'état de surface meulé en milieu eau primaire REP à la vitesse de sollicitation de 1.10<sup>5</sup> s<sup>-1</sup>*

L'ensemble des essais réalisés en milieu eau primaire REP à la vitesse de  $1.10^{-5}$  s<sup>-1</sup> présente un comportement mécanique identique. Cependant, l'évolution de la distance interstrie en fonction du paramètre  $\top K_{\epsilon}$  est différente entre l'état de surface poli et l'état meulé. En outre, le calcul de la durée de vie pour l'état de surface meulé réalisé à partir des lois phénoménologiques, corrigées avec la relation « meulé n°2 » pour prendre en compte l'influence de la géométrie des fissures, ne permet pas de retrouver la faible durée de vie obtenue expérimentalement. Dès lors, il existe deux possibilités :

- soit l'évolution du rapport a/b n'est pas correctement évaluée à cette vitesse de sollicitation : nous ne disposons d'aucun essai interrompu qui pourrait nous permettre d'avoir plus d'informations sur la géométrie des fissures à cette vitesse de déformation. Cependant, par rapport aux résultats obtenus avec la relation « meulé n°2 », il faudrait avoir un rapport a/b moins important. Or, le calcul réalisé avec un front de fissure droit (a/b=0), qui constitue le cas le plus extrême qui puisse être considéré, montre que même dans cette configuration la chute de durée de vie observée sur l'état de surface meulé ne peut pas totalement être expliquée. Par ailleurs, pour une distance interstrie donnée, la différence en termes de *LK* entre les deux états de surface est supérieure à un facteur 2. Les variations du facteur de forme, permettant la prise en compte de la géométrie des fissures, ne peut pas varier avec une telle amplitude Il n'est donc pas possible de réussir à superposer les deux courbes simplement en modifiant la géométrie considérée.
- soit la réduction de durée de vie observée dans ces conditions de sollicitation ne serait qu'en partie liée à l'état de surface meulé et le milieu eau primaire REP aurait aussi un effet : les différents résultats tendent à montrer que la différence de géométrie des fissures ne suffit pas à expliquer l'abattement de durée de vie lié à l'état de surface meulé. Aucune différence significative n'a été observée sur le faciès de rupture à cette vitesse de déformation. L'augmentation de la vitesse de propagation aurait donc une autre origine et le milieu eau primaire apparaît comme la source la plus probable.

Nous disposons de très peu de résultats expérimentaux à cette vitesse de déformation. Afin de pouvoir conclure, il serait tout d'abord nécessaire de réaliser des essais complémentaires à rupture avec l'état de surface poli et l'état meulé pour évaluer la variabilité des durées de vie obtenues. Des essais interrompus seraient ensuite utiles pour correctement analyser la géométrie des fissures à cette vitesse de déformation et son évolution en fonction de la profondeur.

#### IV.3.2.e. Synthèse

L'influence de l'état de surface meulé sur la vitesse de propagation des fissures et les durées de vie peut être prise en compte au travers de deux paramètres : **la profondeur initiale**  $a_0$  liée aux entailles de meulage et **l'évolution du rapport** a/b en fonction de la profondeur qui rend compte de la géométrie de la fissure. Pour rendre compte des différences d'endommagement constatées entre les vitesses de  $4.10^{-3}$  et  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup>, il a été nécessaire de construire deux lois d'évolution du rapport a/b en fonction de la vitesse de déformation considérée. L'utilisation des deux paramètres (profondeur initiale et géométrie de la fissure) est satisfaisante pour les vitesses de déformation de  $4.10^{-3}$  et  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup> mais ne permet pas d'expliquer les très faibles durées de vie observées pour la plus faible des vitesses de déformation.

Les vitesses de propagation plus importantes en milieu REP que dans l'air pour les faibles valeurs de  $\[these de these de these de text]$  de  $\[these de text]$  rendent le nombre de cycles calculé avec les lois de propagation macroscopiques moins sensible aux variations de  $a_0$  entre les deux états de surface en milieu eau primaire REP. L'environnement assiste la propagation des fissures et diminue donc l'influence de l'état de surface.

## **IV.4.** Conclusions

L'objectif de ce chapitre a été d'analyser l'influence d'un état de surface meulé sur la tenue en fatigue oligocyclique à 300°C d'un acier inoxydable austénitique. Nous avons donc investigué l'influence de l'état de surface meulé sur les durées de vie en fonction de différents paramètres (environnement, vitesse et amplitude de déformation), mais aussi détaillé l'effet de l'état de surface meulé sur les différentes phases d'endommagement : amorçage, micro-propagation, propagation.

#### • Durée de vie

Quelles que soient les conditions étudiées, il est apparu que les durées de vie obtenues avec un état de surface meulé étaient plus faibles que pour l'état de surface poli. De plus, un certain nombre d'interactions ont été identifiées :

- un effet de synergie entre la vitesse de déformation et l'état de surface.
- des compétitions entre d'une part l'influence de l'environnement et de l'état de surface et d'autre part entre l'état de surface et l'amplitude de déformation.
- une synergie globale lorsque l'on cumule un état de surface dégradé en milieu eau primaire REP avec une faible vitesse de déformation. Cette synergie est en grande partie causée par les interactions très importantes qui existent entre les effets de l'environnement et l'influence de la vitesse de déformation.

Par ailleurs, une augmentation de la rugosité, caractérisée par le paramètre  $R_t$ , a un effet néfaste sur les durées de vie sous vide et dans l'air pour des valeurs de  $R_t$  compris entre 35 et 80  $\mu$ m.

#### • Etude de l'endommagement

L'aspect général du faciès de rupture n'est pas modifié par l'état de surface meulé. Malgré tout, l'endommagement sur l'état meulé est assez spécifique, notamment par la géométrie des fissures qui est beaucoup plus allongée en surface (rapport a/b plus faible que sur l'état poli). Cette géométrie est en fait influencée par deux paramètres différents :

- la présence des facettes de meulage en surface : elles constituent les sites d'amorçage privilégiés des fissures et leur géométrie va directement impacter la longueur des fissures en surface.
- les coalescences de fissures : il s'agit du principal mode de propagation des fissures en surface et elles interviennent à deux échelles différentes. D'une part, au sein d'une facette

de meulage, les micro-fissures venant tout juste d'amorcer coalescent très rapidement pour former une fissure de plusieurs centaines de micron de long. D'autre part, entre les fissures situées sur des facettes différentes, les coalescences interviennent à la fois entre des fissures contiguës et coplanaires, mais aussi entre des fissures situées sur des plans plus éloignés.

Ainsi, la réduction de durée de vie constatée sur l'état de surface meulé est expliquée de manière générale par une accélération des phases d'amorçage et de micro-propagation. Pour la vitesse de 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>, une accélération de l'ensemble de la propagation des fissures a aussi été observée. L'analyse des essais interrompus a mis en évidence des fissures plus influencées par la nature de l'état de surface à la vitesse de 1.10<sup>-4</sup> qu'à 4.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>. Par ailleurs, la propagation en milieu eau primaire REP étant assistée par les effets d'environnement, il apparaît que l'influence de l'état de surface meulé est légèrement amoindrie.

#### • Analyse de la phase de propagation

Les lois de propagation phénoménologiques établies avec l'état de surface poli ont été reprises et corrigées pour tenir compte des spécificités de l'état de surface meulé. Ainsi, la profondeur initiale considérée est plus importante. De plus, la géométrie des fissures a été prise en compte au travers de l'évolution du rapport a/b en fonction de la profondeur. Il a cependant été nécessaire à ce stade de différencier les vitesses de déformation de  $4.10^{-3}$  et de  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup>. Au final, les lois de propagation phénoménologiques permettent de retrouver les durées de vie expérimentales obtenues avec l'état meulé.

Pour la vitesse de déformation de 1.10<sup>-5</sup> s<sup>-1</sup> en milieu eau primaire REP, il n'a toutefois pas été possible de rendre compte de l'ensemble de la réduction de durée de vie liée à l'effet de l'état de surface. De plus, les mesures d'interstrie montrent pour cette condition d'essai des différences de vitesse de propagation entre l'état de surface poli et meulé. Il est nécessaire de réaliser des essais complémentaires à cette vitesse de déformation pour confirmer l'analyse précédente.

# **CHAPITRE V :**

# SIGNAUX DE CHARGEMENT COMPLEXES

V.1. Essais conduits dans l'air	. 240
V.1.1. Comportement cyclique	240
V.1.2. Caractérisation de l'endommagement après 1350 cycles	243
V.1.3. Synthèse	250
V.2. EN MILIEU EAU PRIMAIRE REP	. 251
V.2.1. Comportement cyclique et durée de vie	251
V.2.1.a. Comparaison du comportement cyclique	. 251
V.2.1.b. Analyse des durées de vie	. 253
V.2.1.c. Comparaison avec la littérature	. 254
V.2.1.d. Comparaison avec les facteurs d'abattement théorique	255
V.2.1.e. Synthèse	256
V.2.2. Quantification de l'endommagement	. 257
V.2.2.a. Quantification de l'endommagement sur les essais interrompus	. 257
V.2.2.b. Quantification de l'endommagement en profondeur déterminé à rupture sur des coupes longitudinales	. 260
V.2.2.c. Synthèse	. 262
V.2.3. Analyse de la phase de propagation	262
V.2.3.a. Analyse fractographique	. 262
V.2.3.b. Analyse des mesures d'interstrie en fonction du paramètre $\Delta K_{\epsilon}$	. 265
V.2.3.c. Synthèse	267
V.3. DISCUSSION GENERALE SUR L'INFLUENCE DE LA FORME DU SIGNAL EN MILIEU EAU PRIMAIRE REP	. 268
V.3.1. Influence du temps d'exposition en milieu eau primaire REP	268
V.3.1.a. Comparaison des cinétiques de propagation dans l'air et en milieu eau primaire REP	. 268
V.3.1.b. Définition et identification d'un temps caractéristique T*	. 271
V.3.1.c. Analyse des cinétiques de propagation et de la durée de vie en fonction du temps T*	. 273
V.3.1.d. Confrontation du temps caractéristique T* avec certains résultats de la littérature	. 278
V.3.1.e. Synthèse	279
V.3.2. Discussion du temps caractéristique T* par rapport aux modèles de corrosion	279
V.4. CONCLUSION	. 282

# CHAPITRE V : Signaux de chargement complexes

La grande majorité des essais réalisés pour établir le comportement en fatigue sont réalisés à partir de signaux de forme triangulaire ou en dents de scie. L'étude de signaux complexes, plus représentatifs des conditions de sollicitations industrielles, est toutefois nécessaire afin de vérifier la pertinence des données utilisées pour le dimensionnement, mais également pour mieux comprendre les mécanismes d'endommagement et leurs interactions avec les effets d'environnement.

En effet, les sollicitations avec des signaux complexes vont à la fois influencer les modes de déformation, en lien avec le phénomène de vieillissement dynamique, et impacter le temps d'exposition du matériau à l'environnement actif, tout particulièrement en pointe de fissure. En outre, ces effets sont en partie couplés puisque certaines conséquences du vieillissement dynamique, comme une localisation de la déformation, peuvent modifier l'influence du milieu.

Pour faciliter la compréhension de la suite du manuscrit, quelques termes utilisés pour désigner différentes parties du signal sont illustrés sur la Figure V-1 et sont ainsi définis :

- partie en **traction :** partie du signal où  $d\varepsilon/dt>0$ .
- partie en **compression :** partie du signal où  $d\varepsilon/dt < 0$ .
- partie en traction positive : partie du signal où  $d\varepsilon/dt > 0$  et  $\Box \varepsilon > 0$ .
- partie en **compression négative :** partie du signal où  $d\varepsilon/dt < 0$  et  $\Box \varepsilon < 0$ .



Figure V-1. Définition des termes utilisés pour caractériser les différentes parties du signal de chargement

Dans les réacteurs de centrales nucléaires, le circuit RIS (circuit d'injection de sécurité) permet en cas d'accident (fuite importante du circuit primaire) d'introduire de l'eau borée sous haute pression afin de modérer la réaction nucléaire et d'assurer le refroidissement du cœur. Le signal RIS A représenté Figure V-2 correspond à la sollicitation mécanique imposée aux tuyauteries du circuit primaire lors de l'utilisation du circuit RIS.



Figure V-2. Evolution de la contrainte et de la déformation en fonction du temps pour le signal RIS A.

La première partie du signal correspond à l'injection de l'eau froide (20°C) dans le circuit primaire, le composant est sollicité en traction car le matériau se rétracte. Par la suite, l'eau chaude (300°C) circulant normalement dans le circuit primaire entraîne une nouvelle dilatation qui se traduit par une déformation en compression. Enfin, progressivement, la température s'homogénéise et on revient à des conditions d'équilibre. L'évolution de la déformation mécanique résultant des sollicitations thermiques est donc utilisée comme signal de chargement lors d'essais isothermes en milieu REP.

Le signal RIS A peut se décomposer en différents segments qui sont répertoriés dans le Tableau V-1. Afin d'étudier plus précisément l'influence du signal de chargement (notamment de la partie à faible vitesse de déformation) sur l'endommagement et les durées de vie, différentes combinaisons des segments du signal RIS A ont été réalisées pour former les signaux RIS B, RIS C et RIS D. L'ensemble de ces signaux est représenté sur la Figure V-3.





	1	2	Compression	3	4
Durée (s)	10	10	40	160	620
Vitesse de déformation moyenne (s <sup>-1</sup> )	3.10-4	3.10-4	3.10-4	2.10-5	5.10-6

Tableau V-1. Décomposition du signal RIS A en différents segments.

La comparaison des durées de vie obtenues en milieu eau primaire REP avec un signal RIS A et avec un signal triangle à la vitesse de déformation de  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup> montre un effet nul voir légèrement bénéfique du signal complexe selon les conditions de sollicitation (amplitude et état de surface) [Le Duff et al., 2008, 2009]. Ces résultats ont par la suite été complétés à  $\pm$  0,6 % par des essais avec d'autres signaux RIS [Le Duff et al., 2010 ; De Baglion et al., 2012]. Il s'avère qu'en fonction de la position de la partie lente du signal au sein du cycle, les durées de vies sont plus ou moins importantes. Les signaux RIS A et RIS D, avec la partie lente en traction négative, présentent des durées de vie plus importantes que les signaux RIS B et RIS C, lorsque la partie lente du signal est en traction positive. L'objectif est ici de mieux comprendre l'influence du signal sur l'endommagement ainsi que son interaction avec les effets d'environnement.

Devant le nombre important de paramètres, la présente étude a été limitée à l'amplitude de  $\pm$  0,6 % de déformation avec les deux états de surface (poli et meulé) et nous nous sommes concentrés sur l'influence des signaux RIS A et RIS B. Le premier correspond à la sollicitation représentative des conditions industrielles, il est donc important de le considérer. Le second permet d'évaluer l'importance du positionnement de la partie lente du signal. Cependant, les signaux RIS n'ont pas pu être analysés lors d'essais sous vide car leur période est longue (840 s) et le temps nécessaire à l'obtention d'un endommagement conséquent dans cet environnement aurait été trop important.

Dans un premier temps, les résultats obtenus en termes de comportement cyclique et d'endommagement dans l'air avec les signaux RIS seront détaillés et comparés avec ce qui a été observé pour les signaux triangle. Par la suite, l'analyse sera réitérée en milieu eau primaire REP et complétée par l'obtention des durées de vie ainsi que par l'étude de l'évolution de la distance interstrie. Pour terminer, l'influence du temps sur l'exposition du matériau à l'environnement sera caractérisée par l'évolution des durées de vie et des vitesses de propagation des fissures obtenues avec les signaux triangulaires et les signaux RIS.

## V.1. Essais conduits dans l'air

#### V.1.1. Comportement cyclique

Des essais interrompus ont été réalisés dans l'air avec les signaux RIS A et RIS B pour les deux états de surface étudiés, poli et meulé. La durée trop importante de ces essais n'a pas permis d'aller jusqu'à la rupture des éprouvettes. En effet, la durée de vie sur éprouvette polie avec le signal RIS A est estimée entre 4000 et 4500 cycles dans l'air, ce qui représente entre 39 et 45 jours d'essai. Les essais ont donc été arrêtés à 1350 cycles.

L'évolution de la contrainte et de la déformation au cours du temps est illustrée Figure V-4. La principale différence entre les deux signaux est la position de la partie à faible vitesse de déformation qui se situe dans la partie en déformation négative pour le signal RIS A et en déformation positive pour le RIS B. On notera cependant que la réponse en contrainte qui en découle est finalement relativement similaire pour les deux signaux, en ce sens que les niveaux de contrainte restent positifs pendant la majeure partie du cycle. Les boucles d'hystérésis sont semblables pour les deux signaux.



Figure V-4. Evolution de la contrainte et de la déformation au cours du temps pour les signaux RIS A et RIS B. Cycle 10.

La Figure V-5 rassemble le comportement cyclique des essais interrompus réalisés dans l'air avec les signaux RIS. Les légers décalages de contrainte présents sur les essais avec l'état de surface poli sont liés aux divers arrêts effectués sur ces éprouvettes (à 150, 300 et 600 cycles) afin d'observer l'évolution du dommage en surface. Les deux états de surface ont une réponse en contrainte similaire et mettent en évidence <u>des niveaux de contrainte plus importants avec le signal RIS B qu'avec le signal RIS A</u>. L'écart d'une vingtaine de MPa au niveau du pic de durcissement primaire perdure lors de l'adoucissement cyclique.



Figure V-5. Evolution du comportement cyclique avec les signaux RIS A et RIS B pour les deux états de surface dans l'air.

L'analyse de la réponse en contrainte fait aussi ressortir un léger décalage du pic de durcissement primaire vers les plus grands nombres de cycles sur le signal RIS B. En outre, l'effet Portevin - Le Chatelier est observé sur les parties à faible vitesse de déformation des signaux RIS. Il est particulièrement visible sur les boucles d'hystérésis enregistrées sur table traçante, comme le montre la Figure V-6. Ces observations correspondent à <u>différentes expressions du phénomène de vieillissement dynamique</u> qui est particulièrement présent à faible vitesse de déformation, *cf.* partie I.1.3.d.



Figure V-6. Boucles d'hystérésis obtenues avec le signal (a) RIS A et (b) RIS B lors du début des essais (environ 15 cycles). La zone en rouge indique la partie du signal pour laquelle l'effet Portevin - Le Chatelier a été observé.

Au premier cycle, la contrainte moyenne ( $\Delta \sigma_{tot}/2$ ) est d'environ -10 MPa, puis cette valeur va diminuer et se stabiliser après une centaine de cycles autour de -5 MPa avec le signal RIS A et

autour de 0 MPa pour le RIS B, *f*. Figure V-7. Les essais avec les signaux triangle présentent une évolution semblable à celle observée avec le signal RIS A, avec une stabilisation à environ -5 MPa.



Nombre de cycles

Figure V-7. Evolution de la contrainte moyenne avec les signaux RIS A et RIS B pour les états de surface poli et meulé.  $Air, \pm 0,6\%$ .

Cette différence de contrainte moyenne pourrait s'expliquer par la variation de vitesse de déformation lorsque les extrema de déformation sont atteints. En effet, comme le montre la Figure V-8, la vitesse de déformation est similaire en traction et en compression lorsque l'on atteint les extrema de déformation avec le signal RIS A, comme avec les signaux triangle. La contrainte moyenne observée est alors liée à l'effet Bauschinger. Avec le signal RIS B, la vitesse de déformation est très faible (1,5.10<sup>-6</sup> s<sup>-1</sup>) lorsque le maximum de déformation est atteint, tandis qu'elle est beaucoup plus importante (environ 1.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>) lorsque le minimum de déformation est atteint est atteint. Des interactions entre le phénomène de vieillissement dynamique et l'effet Bauschinger ont alors probablement lieu.



Figure V-8. Evolution de la déformation en fonction du temps pour les signaux RIS A et B. Les cercles rouges indiquent les extrema atteints avec une vitesse de déformation importante et le cercle vert l'extremum atteint avec une faible vitesse.

La vitesse de déformation moyenne (amplitude de déformation divisée par la période du signal) est de  $2,9.10^{-5}$  s<sup>-1</sup> avec les signaux RIS. La Figure V-9 montre que les niveaux de contrainte obtenus avec le signal RIS A sont équivalents à ceux associés à un signal triangle à la vitesse de  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup> et que le signal RIS B conduit à un comportement cyclique proche de celui obtenu avec le signal triangle à  $1.10^{-5}$  s<sup>-1</sup>.



Figure V-9. Comparaison du comportement cyclique entre les signaux RIS A et RIS B et les signaux triangles à différentes vitesses de déformation. Poli, air,  $\pm 0,6$  %.

La revue bibliographique (partie I.2.3.e) a montré que les niveaux de contrainte sont dépendants de la vitesse de déformation, mais aussi du positionnement au sein du cycle des portions du signal à faible vitesse de déformation (essais avec signal en dents de scie). <u>Il apparaît que réaliser la portion lente du signal sur la partie du cycle en traction positive (*i.e.* RIS B) conduit à des niveaux de contrainte plus importants qu'en traction négative (*i.e.* RIS A). Ce résultat est en désaccord avec les observations des autorités de sûreté nucléaire japonaises [Higuchi, Sakaguchi, et al., 2007] qui ne montrent pas de différences de réponse en contrainte lors de sollicitation en milieu REB avec des signaux SFF et FSF (signaux à vitesse de déformation rapide avec une partie lente soit au début de la phase de traction, soit à la fin – plutôt en traction négative ou en traction positive).</u>

#### V.1.2. Caractérisation de l'endommagement après 1350 cycles

Pour les deux états de surface, les essais interrompus à 1350 cycles avec les signaux RIS ont été utilisés afin de caractériser l'endommagement. Les éprouvettes ont été rompues en fatigue endurance dans les conditions suivantes : air, 20°C, 10 Hz,  $\Delta\sigma/2 = 100$  MPa,  $R_{\sigma}=0,2$ . Les différents faciès de rupture ont fait l'objet d'observations détaillées. La Figure V-10 rassemble des photos des différentes éprouvettes en fonction du signal (RIS A ou RIS B) et de l'état de surface considéré (poli ou meulé).





Figure V-10. Faciès de rupture et détail des différentes zones d'amorçage pour les différents essais interrompus à 1350 cycles réalisés dans l'air avec les signaux RIS. (a) RIS A - Poli. (b) RIS B - Poli. (c) RIS A - Meulé. (d) RIS B - Meulé. Air, ± 0,6 %.

De manière générale, l'endommagement paraît plus important avec le signal RIS B qu'avec le signal RIS A et la différence est accentuée sur l'état de surface meulé par rapport à l'état poli. On retrouve le rôle important des facettes de meulage sur l'amorçage, la géométrie des fissures et leur disposition sur la circonférence de l'éprouvette ; les fissures ont une forme plus allongée, *i.e.* un rapport a/b plus faible.

La géométrie des fissures obtenues avec les signaux RIS se rapproche de ce qui avait été observé avec les signaux triangle aux vitesses de  $1.10^{-4}$  et  $1.10^{-5}$  s<sup>-1</sup>. En raison du manque de données détaillées sur la variation du rapport a/b avec la profondeur des fissures, on utilisera pour le calcul du paramètre  $\top K_{\varepsilon}$  les relations donnant l'évolution du rapport a/b en fonction de la profondeur établies pour les signaux triangulaires. Pour l'état de surface meulé, la relation déterminée à faible vitesse de déformation ( $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup>) sera utilisée. L'endommagement a ensuite été évalué en considérant : le nombre de cycles réalisé en fatigue endurance pour rompre l'éprouvette (*N*<sub>endurance</sub>), la profondeur maximale des fissures, la longueur totale en surface de la fissure la plus profonde et la surface fissurée totale sur le faciès de rupture. L'ensemble des valeurs est détaillé dans le Tableau V-2. Les différents paramètres considérés pour quantifier l'endommagement montrent un dommage plus important avec le signal RIS B qu'avec le signal RIS A.

Etat de	Signal	Nendurance	Profondeur max	Longueur totale 2b	Surface fissurée
surface	oigilai	(cycles)	(µm)	(µm)	totale (mm <sup>2</sup> )
Poli	RIS A	2 163 000	92	305	0,20
101	RIS B	654 600	129	580	0,26
Meulé	RIS A	909 400	232	980	0,87
	RIS B	471 100	270	1710	1,72

Tableau V-2. Quantification de l'endommagement par différentes méthodes pour les essais dans l'air interrompu à 1350 cycles avec les signaux RIS A et RIS B, pour l'état de surface poli et meulé. Air, ± 0,6 %.

Pour l'état de surface poli, étant donné que nous ne disposons pas d'essais interrompus avec un signal triangulaire à environ 1350 cycles, les comparaisons de l'endommagement obtenu avec les différents signaux sont menées en utilisant les lois macroscopiques, *cf.* Figure V-11. Le signal RIS A possède une profondeur maximale de fissure assez proche de celle obtenue avec les différents signaux triangulaires ; le signal RIS B indique un dommage plus important qui laisse présager une durée de vie plus faible.



Figure V-11. Evolution de la profondeur maximale observée en fonction du nombre de cycles pour différents signaux.

*Poli, air,* ± 0,6 %.

Pour l'état de surface meulé, l'endommagement sur les essais avec les signaux RIS interrompus à 1350 cycles peut être comparé avec celui des essais interrompus à 1500 cycles pour les signaux triangulaires *cf.* Tableau V-3. L'endommagement observé avec le signal RIS A est bien inférieur à ce qui a été constaté par ailleurs. Pour le signal RIS B il est bien plus difficile de conclure car les tendances sont contradictoires entre les différents paramètres utilisés pour quantifier le dommage.

Signal	Rt moyen	Narrêt	Nendurance	Profondeur	Surface fissurée	Surface fissurée de la
Signal	(µm)	(cycles)	(cycles)	max (µm)	totale (mm <sup>2</sup> )	fissure principale (mm <sup>2</sup> )
Triangle - 4.10 <sup>-3</sup> s <sup>-1</sup>	63,3	1 500	423 000	290	1,58	0,40
Triangle - 1.10 <sup>-4</sup> s <sup>-1</sup>	58,4	1 500	120 000	240	1,29	0,49
RIS A	49,0	1 350	909 400	232	0,87	0,19
RIS B	56,4	1 350	471 100	270	1,72	0,35

Tableau V-3. Comparaison de l'endommagement avec différents signaux de chargement. Meulé, air, ± 0,6 %.

La comparaison du signal RIS B avec les signaux triangles donne en effet des classements différents selon le paramètre considéré, ne permettant donc pas de conclure définitivement sur le degré de criticité du signal RIS B dans l'air par rapport aux différents signaux triangulaires. <u>En conclusion, le signal RIS A apparaît finalement comme étant bien moins endommageant que les signaux triangulaires à  $4.10^{-3}$  et  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup>, que ce soit en termes de surface fissurée ou de nombres de cycles réalisés en fatigue endurance pour conduire à la rupture.</u>

Des observations MEB ont été réalisées sur les parties des faciès de rupture sollicitées en fatigue oligocyclique. Différentes images représentatives des surfaces observées avec les signaux RIS A et RIS B sont rassemblées sur la Figure V-12, la Figure V-13, la Figure V-14 et la Figure V-15.



Figure V-12. Images MEB des faciès de rupture à différents grossissements. Poli, air, ± 0,6 %, RIS A.



Figure V-13. Images MEB des faciès de rupture à différents grossissements. Poli, air,  $\pm$  0,6 %, RIS B.



Figure V-14. Images MEB des faciès de rupture à différents grossissements. Meulé, air, ± 0,6 %, RIS A.



Figure V-15. Images MEB des faciès de rupture à différents grossissements. Meulé, air, ± 0,6 %, RIS B

De manière générale, <u>l'aspect du faciès entre les différents signaux de chargement est assez</u> <u>similaire</u>. Sur l'état de surface poli, on retrouve dans les deux cas l'aspect « plus planaire » constaté sur les signaux triangulaire à la vitesse de  $1.10^{-5}$  s<sup>-1</sup>, les facettes liées aux différentes orientations cristallographiques sont clairement visibles. Cependant, les stries de fatigue sont visibles pour des profondeurs plus faibles que pour les signaux triangulaires et les plages striées sont plus vastes. Pour l'état de surface meulé, l'aspect planaire est moins visible.

On notera que dans la suite de ce chapitre, l'évolution de la distance interstrie dans l'air ne sera pas analysée car les essais interrompus ne permettent pas d'avoir des informations sur une gamme importante de valeurs de  $\Delta K_{\epsilon}$ .

### V.1.3. Synthèse

Le comportement cyclique est différent entre les deux signaux étudiés : les niveaux de contrainte obtenus avec le signal RIS A se superposent à ceux d'un signal triangle à la vitesse de déformation de 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup> et les niveaux de contrainte du signal RIS B se rapprochent d'un signal triangle à 1.10<sup>-5</sup> s<sup>-1</sup>. Un effet du signal de chargement sur la réponse mécanique cyclique est mis en évidence : la position de la partie lente du signal impacte directement les mécanismes de déformation du matériau. La présence du phénomène de vieillissement dynamique est également confirmée par l'effet Portevin - Le Chatelier observé sur les parties à faible vitesse de déformation des signaux RIS.

L'endommagement observé sur les essais interrompus est de nature similaire à ce qui avait été observé avec les signaux triangulaires. Le signal RIS A est moins endommageant que le signal RIS B, que ce soit en termes de profondeur de fissure ou de surface fissurée. Le signal RIS A apparaît comme aussi endommageant (état de surface poli), voir même un peu moins endommageant (état de surface meulé), que les signaux triangulaires aux vitesses de 4.10<sup>-3</sup> et 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>. Le signal RIS B est quand à lui plus endommageant que les signaux triangle précédemment évoqués (état de surface poli).

L'aspect du faciès de rupture est semblable pour les deux signaux complexes étudiés. Il se rapproche de ce qui a été observé avec un signal triangle à la vitesse de déformation de  $1.10^{-5}$  s<sup>-1</sup> (aspect très planaire) ; les stries sont visibles pour de plus faibles profondeurs et les zones striées sont plus vastes.

## V.2. En milieu eau primaire REP

Les essais avec les signaux triangulaires en milieu eau primaire REP ont montré la forte dépendance de l'endommagement et de la durée de vie à la vitesse de déformation dans cet environnement. Cependant, les sollicitations industrielles n'ont pas lieu à une vitesse de déformation constante. Il est donc important de précisément caractériser l'influence de signaux tels que les signaux RIS en présence du milieu eau primaire REP.

Après avoir détaillé le comportement cyclique et les durées de vie obtenues en milieu REP avec les signaux RIS, nous analyserons l'endommagement généré à l'aide d'essais interrompus et de coupes longitudinales réalisées sur les échantillons menés à rupture. Enfin, les mesures d'interstries réalisées sur les essais avec les signaux RIS seront étudiées et comparées aux résultats obtenus avec les signaux triangle.

### V.2.1. Comportement cyclique et durée de vie

#### V.2.1.a. Comparaison du comportement cyclique

La Figure V-16 présente l'évolution de la contrainte en fonction du nombre de cycles pour l'ensemble des essais réalisés en milieu eau primaire REP avec les signaux de type RIS. Le comportement cyclique observé dans l'air est utilisé ici comme référence. Pour le signal RIS B, les différents essais fournissent des réponses en contrainte très proche de celles obtenues lors des essais dans l'air. Par contre, pour le signal RIS A, des écarts importants sont constatés entre les différents essais.

La mesure de la charge est assez complexe en milieu eau primaire REP (cellule de charge à l'extérieur de l'enceinte, présence de frottements) ce qui explique que la réponse en contrainte peut présenter une dispersion assez importante, notamment à faible vitesse de déformation. Cependant, il faut noter que les niveaux de déformation imposés ne sont pas affectés par ces frottements puisque les capteurs se trouvent à l'intérieur de l'enceinte.


Figure V-16. Evolution de la contrainte en fonction du nombre de cycles. (a) Signal RIS A. (b) Signal RIS B.

Le comportement cyclique des essais menés à rupture avec les signaux RIS a été comparé avec les résultats obtenus pour les signaux triangulaires sur la Figure V-17. Au-delà de la dispersion précédemment évoquée, <u>le comportement cyclique des essais avec les signaux RIS se trouve</u> globalement compris entre les signaux triangle aux vitesses de  $1.10^{-4}$  et de  $1.10^{-5}$  s<sup>-1</sup>. La tendance constatée dans l'air est confirmée.



Figure V-17. Comparaison du comportement cyclique entre les RIS A et RIS B et les signaux triangle.
(a) Etat poli. (b) Etat meulé. Milieu eau primaire REP, ± 0,6 %.

#### V.2.1.b. Analyse des durées de vie

Les durées de vie obtenues en milieu eau primaire REP sont rassemblées dans le Tableau V-4. L'essai sur éprouvette meulée avec le signal RIS A qui présente des problèmes de mesure de la contrainte apparente fournit une durée de vie cohérente avec celles obtenues pour les autres essais. Cependant, la durée de vie obtenue pour le signal RIS B avec l'état de surface poli semble trop faible. D'ailleurs, ce résultat conduirait à une absence d'effet de l'état de surface meulé avec le signal RIS B, ce qui est contraire à l'ensemble des résultats obtenus aussi bien au cours de cette thèse que lors des précédent travaux conduits sur une autre nuance d'acier 304L. Il s'avère donc nécessaire de multiplier les essais à rupture avec les signaux RIS pour vérifier la variabilité des résultats. Cependant, le nombre relativement limité d'essais possibles en milieu eau primaire REP n'a pas permis de le faire.

Les résultats montrent que les durées de vie sont plus importantes avec le signal RIS A qu'avec le signal RIS B, ce qui est cohérent avec les résultats obtenus sur l'endommagement dans l'air. Le rapport  $N_5^{Poli}/N_5^{Meulé}$  qui permet de quantifier l'influence de l'état de surface vaut 1,7 avec le signal RIS A. Cette valeur est cohérente avec la tendance observée pour les signaux triangulaires, *i.e.* rapport 1,6 à la vitesse de  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup> et de 2,1-3,8 à  $1.10^{-5}$  s<sup>-1</sup>. La même analyse n'a pas été réalisée avec le signal RIS B au vu du doute sur la durée de vie obtenue avec l'état de surface poli.

	RIS A	RIS B
Poli	N <sub>5</sub> =1200 cycles	$N_5=440$ cycles
Meulé	$N_5 \approx 700$ cycles	N <sub>5</sub> =430 cycles

Tableau V-4. Durées de vie pour les signaux RIS A et B avec les états de surface poli et meulé. Milieu eau primaire REP,  $\pm$  0,6 %.

#### V.2.1.c. Comparaison avec la littérature

Plusieurs essais ont été réalisés par AREVA avec les signaux RIS sur des éprouvettes prélevées dans une tôle d'acier 304L provenant d'Industeel [Le Duff et al., 2009, 2010 ; De Baglion et al., 2012]. Les durées de vie rassemblées dans le Tableau V-5 sont toutes supérieures à celle obtenues dans le cadre de notre étude sur la tôle CLI. Cet écart également observé dans l'air avec des signaux triangulaires est attribué à la différence de composition chimique entre les deux coulées. On retrouve toutefois des durées de vie plus faibles avec le signal RIS B qu'avec le signal RIS A (tendance ici accentuée par la différence d'amplitude imposée entre les deux signaux pour l'état de surface poli) et un effet de l'état de surface meulé pour le signal RIS A similaire à ce que nous avons observé. A l'inverse de ce que nous avons obtenu, <u>l'effet de l'état de surface apparaît plus important avec le signal RIS B qu'avec le RIS A</u>.

	RIS A	RIS B
Poli	(±0,57%) N <sub>25</sub> =1588 cycles (±0,57%) N <sub>25</sub> =1936 cycles	(±0,61%) N <sub>25</sub> =1080 cycles (±0,61%) N <sub>25</sub> =1350 cycles
Meulé	$(\pm 0,57\%)$ N <sub>25</sub> =875 cycles (plusieurs essais entre 700 et 950 cycles)	(±0,57%) N <sub>25</sub> =510 cycles

Tableau V-5. Durées de vie pour les signaux RIS A et B avec les états de surface poli et meulé. Milieu eau primaire REP, ± 0,6 %. [Le Duff et al., 2009, 2010]

#### V.2.1.d. Comparaison avec les facteurs d'abattement théorique

Comme évoqué précédemment, le NUREG/CR-6909 prend en compte les effets d'environnement au travers du facteur Fen. La détermination de ce facteur pour des signaux avec une vitesse de déformation variable au cours du cycle se fait en utilisant « l'approche des vitesses modifiées ». Le principe ainsi que son utilisation sont détaillés dans la partie I.2.4. Pour les signaux RIS (que ce soit le signal RIS A, B, C ou D), cette méthode conduit à une valeur de 5,9. Le facteur d'abattement pour la prise en compte de l'état de surface est toujours de 1 pour l'état poli et compris entre 2 et 3,5 pour l'état meulé [Chopra, Shack, 2007].

Nous proposons ici de calculer les durées de vie théoriques en milieu REP  $N_R^{REP}$  à partir de la durée de vie théorique en air  $N_R^{Air}$  (issue de la courbe ANL - [Chopra, Shack, 2007] ) à laquelle les facteurs d'abattement prenant en compte l'influence de l'environnement et de l'état de surface sont appliqués. Le Tableau V-6 permet la comparaison de cette durée de vie calculée  $N_R^{REP}$  avec les résultats expérimentaux. De manière générale, <u>la différence entre les durées de vie expérimentales et celles issues du calcul est plus importante avec le signal RIS A qu'avec le signal RIS B, ce qui est logique compte tenu du fait que la méthode de calcul du Fen ne distingue pas les deux signaux RIS alors qu'expérimentalement les durées de vie sont plus faibles avec le signal RIS B. <u>Pour l'état de surface meulé, il apparaît qu'un facteur 2 est amplement suffisant pour tenir compte de l'effet de l'état de surface.</u> Par ailleurs, pour l'un des essais (signal RIS B avec l'état de surface poli), la durée de vie calculée est supérieure à la durée de vie expérimentale, mais il s'agit de l'essai pour lequel il y a des doutes sur la durée de vie obtenue.</u>

		N <sub>5</sub> (cycles)	N <sub>R</sub> <sup>Air</sup> (cycles)	Effet de l'état de surface	Fen	N <sub>R</sub> <sup>REP</sup> théorique (cycles)	$N_5/N_R^{REP}$
Poli	RIS A	1200		1		661	1,8
101	RIS B	440	3899	1	5,9	001	0,7
Meulé	RIS A	700	0077	2 - 3,5		190 - 330	2,1 - 3,7
	RIS B	430					1,3 - 2,3

Tableau V-6. Comparaison de la durée de vie expérimentale avec les durées de vie prédites par la codification.

#### V.2.1.e. Synthèse

Le comportement cyclique et les durées de vie obtenus avec les signaux RIS en milieu REP sont cohérents avec les conclusions issues des essais effectués dans l'air. Les durées de vie montrent un effet plus néfaste du signal RIS B que du signal RIS A, et cela pour les deux états de surface. Cette tendance est en accord avec les résultats de la littérature, mais reste malgré tout à conforter avec des essais complémentaires.

La détermination du facteur Fen en utilisant « l'approche des vitesses modifiées » ne permet pas de distinguer les deux signaux RIS, alors que les durées de vie obtenues sont assez différentes. La prise en compte de l'état de surface meulé par un facteur d'abattement de 2 est suffisante pour être conservatif.

#### V.2.2. Quantification de l'endommagement

Afin de mieux comprendre l'influence des signaux RIS en milieu eau primaire REP, des essais interrompus ont été réalisés pour connaître l'évolution de l'endommagement en cours d'essai et pouvoir le comparer avec des signaux triangulaires. Des observations sur des coupes longitudinales réalisées à rupture complètent cette analyse.

#### V.2.2.a. Quantification de l'endommagement sur les essais interrompus

Plusieurs essais réalisés avec les signaux RIS en milieu eau primaire REP ont été interrompus avant rupture afin d'obtenir des données sur la cinétique et les caractéristiques de l'endommagement. Les conditions investiguées sont détaillées dans le Tableau V-7. Une fois l'essai interrompu en fatigue oligocyclique, la rupture des éprouvettes a été menée en fatigue endurance dans les mêmes conditions que précédemment : air, 20°C, 10 Hz,  $\Delta\sigma/2 = 100$  MPa,  $R_{\sigma}=0,2$ . Pour l'essai interrompu à 300 cycles concernant l'état de surface poli et le signal RIS A, ce niveau de contrainte a du être augmenté de 100 à 120 MPa (*cf.* \*), ce qui révèle le faible niveau d'endommagement atteint.

Etat de	011	Arrêt N <sub>endurance</sub> Profondeur Surface f		Surface fissurée	Surface fissurée de la	
surface	Signal	(cycles)	(cycles)	max (µm)	totale (mm <sup>2</sup> )	fissure principale (mm <sup>2</sup> )
	RIS A	300	6 858 800	69	0,10	0,02
Poli			(+ 1 045 800 *)			
		600	472 400	360	0,75	0,23
	RIS B	300	483 200	362	0,59	0,18
Meulé	RIS A	300	111 000	570	3,54	1,71

Tableau V-7. Endommagement mesuré sur les essais interrompus en milieu REP avec les signaux RIS. Milieu eau primaire REP,  $\pm 0.6$  %.

Des vues générales des différents faciès de rupture sont rassemblées sur la Figure V-18. Le nombre de sites d'amorçage semble moins important avec les signaux RIS qu'avec les signaux triangulaires, que ce soit sur l'état de surface poli ou sur l'état meulé. On observe de nouveau l'effet de l'état de surface meulé sur la géométrie des fissures : nombreuses coalescences conduisant à des longueurs en surface importantes par rapport à la profondeur.

L'endommagement a été quantifié en considérant la profondeur maximale des fissures, la surface fissurée totale sur le faciès de rupture et la surface de la fissure principale, *cf.* Tableau V-7. La comparaison des essais interrompus à 300 cycles montre que <u>le signal RIS B conduit à un endommagement beaucoup plus important que le signal RIS A</u>.



Figure V-18. Faciès de rupture et détail des différentes zones d'amorçage pour les différents essais interrompus en milieu
REP avec les signaux RIS. (a) Poli - RIS A - 300 cycles. (b) Poli - RIS A - 600 cycles. (c) Poli - RIS B - 300 cycles.
(d) Meulé - RIS A - 300 cycles. Milieu eau primaire REP, ± 0,6 %.

Au final, <u>l'endommagement constaté après 300 cycles avec le signal RIS B est comparable, bien</u> <u>que légèrement moins important en termes de surface fissurée, à ce que l'on observe après 600</u> <u>cycles avec le signal RIS A</u>. Par ailleurs, la présence de l'état de surface meulé favorise un endommagement encore plus important. On peut d'ailleurs constater que certains de ces résultats confirment les doutes exprimés sur certaines durées de vie. En effet, la comparaison de l'essai sur éprouvette polie avec le signal RIS B et de l'essai sur éprouvette meulée avec le signal RIS A montre un endommagement bien plus important avec le signal RIS A, ce qui n'est pas cohérent avec les durées de vie qui sont respectivement de 440 et de 700. De plus, l'endommagement observé sur l'éprouvette sollicitée avec le signal RIS B est encore trop limité pour être compatible avec une rupture à 440 cycles.

Lorsque l'on compare sur la Figure V-19 les profondeurs constatées avec les différents signaux de chargement pour l'état de surface poli, on constate que les sollicitations avec le signal RIS A génèrent un dommage qui se situe entre les signaux triangulaires aux vitesses de  $4.10^{-3}$  et  $1.10^{-5}$  s<sup>-1</sup>. L'endommagement observé avec le signal RIS B est similaire à ce qui est observé avec un signal triangle à la vitesse de déformation de  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup>. La comparaison de la surface fissurée avec le signal RIS A après 600 cycles avec celle constatée sur les signaux triangulaires (*d*. partie III.2.3b.) fournit un classement de la sévérité des signaux similaire.



Figure V-19. Comparaison des profondeurs constatées sur les essais interrompus avec un état de surface poli pour les signaux RIS et triangulaires. Milieu REP,  $\pm 0,6$  %.

L'ensemble de ces analyses confirme qu'en milieu eau primaire REP, <u>l'endommagement est plus</u> <u>important avec le signal RIS B qu'avec le signal RIS A</u>. Il apparaît donc qu'au-delà de la vitesse de déformation moyenne du signal imposé, la position et la vitesse de déformation des différents segments ont un impact important sur l'endommagement. <u>Les comparaisons avec les signaux</u> <u>triangulaires permettent de montrer qu'en milieu REP le classement suivant des signaux par ordre</u> <u>décroissant d'endommagement (quel que soit le paramètre choisi - noté *Dom*) est :</u>

#### $Dom(RIS B) \approx Dom(1.10^{-4} s^{-1}) > Dom(1.10^{-5} s^{-1}) > Dom(RIS A) > Dom(4.10^{-3} s^{-1}).$

## V.2.2.b. Quantification de l'endommagement en profondeur déterminé à rupture sur des coupes longitudinales

Des coupes longitudinales ont été réalisées sur les essais menés à rupture afin de quantifier l'endommagement dans le volume. Quelques exemples des fissures observées sont donnés sur la Figure V-20.



Figure V-20. Morphologie des fissures à rupture en fonction du signal et de l'état de surface. Milieu eau primaire REP, 300°C, ± 0,6 %. (a) RIS A - Poli. (b) RIS B - Poli. (c) RIS A - Meulé. (d) RIS B - Meulé.

De manière générale, les fissures sont relativement droites et peu branchées avec l'état de surface poli, elles sont un peu plus tortueuses avec l'état meulé. Les fissures n'atteignant pas 25 µm de profondeur ne sont pas prises en compte pour l'analyse de la distribution des fissures. Pour les signaux RIS en milieu REP, cela représente environ la moitié des fissures (proportion plus importante que sur les signaux triangulaires).

La distribution des profondeurs ainsi que les densités linéiques de fissures sont données sur Figure V-21. Comme précédemment évoqué, les distributions de « profondeur apparente » mesurées sur des coupes longitudinales ne sont pas directement comparables entre les deux états de surface car la géométrie des fissures est différente.



Figure V-21. Distribution des profondeurs de fissure à rupture en fonction du signal et de l'état de surface. (a) Etat poli. (b) Etat meulé. Milieu REP,  $\pm 0.6$  %.

Les densités de fissures déterminées avec le signal RIS A sont plus importantes qu'avec le signal RIS B et les valeurs sont similaires pour les deux états de surface. Par ailleurs, pour les faibles profondeurs (jusqu'à 300 µm), la densité linéique de fissures est plus importante avec le signal RIS A, tandis que pour les fissures de plus de 500 µm, les densités sont assez proches pour les deux signaux RIS. Les durées de vie plus longues obtenues avec le signal RIS A peuvent expliquer ces différences.

Par rapport aux signaux triangulaires, l'aspect des fissures est assez similaire à ce qui avait été observé à la vitesse de  $1.10^{-5}$  s<sup>-1</sup>: des fissures très rectilignes et peu branchées avec l'état de surface poli et des fissures qui s'éloignent un peu d'une trajectoire rectiligne sur l'état de surface meulé. Les densités de fissures sont du même ordre de grandeur qu'avec les signaux triangulaires.

#### V.2.2.c. Synthèse

L'ensemble des paramètres utilisés pour quantifier l'endommagement confirme que le signal RIS B est plus endommageant que le signal RIS A. Par rapport aux signaux triangulaires, l'endommagement observé en milieu REP, noté *Dom*, permet le classement suivant des signaux :

 $Dom(RIS B) \approx Dom(1.10^{-4} s^{-1}) > Dom(1.10^{-5} s^{-1}) > Dom(RIS A) > Dom(4.10^{-3} s^{-1})$ 

L'aspect des fissures observées sur les coupes longitudinales avec les signaux RIS correspond à ce qui avait été observé à la vitesse de déformation de 1.10<sup>-5</sup> s<sup>-1</sup> : des fissures très rectilignes et peu branchées sur l'état de surface poli, un peu plus tortueuses avec l'état meulé. Les densités linéiques de fissures pour les profondeurs les plus importantes sont similaires pour les deux signaux RIS.

#### V.2.3. Analyse de la phase de propagation

#### V.2.3.a. Analyse fractographique

L'aspect des différents faciès de rupture est illustré Figure V-22. On retrouve les observations réalisées dans l'air : l'aspect est semblable pour les signaux RIS A et RIS B et se rapproche de ce qui a été observé avec un signal triangle à la vitesse de 1.10<sup>-5</sup> s<sup>-1</sup> (aspect très planaire en dehors du bord de l'éprouvette ou l'état de surface joue un rôle). Les stries sont cependant visibles pour des profondeurs plus faibles et les plages striées sont plus vastes avec les signaux RIS.





Figure V-22. Images MEB du faciès de rupture après sollicitation en milieu eau primaire REP avec un signal RIS à ± 0,6 % d'amplitude. Etat de surface poli et meulé. Les pointillés orange indiquent la limite entre la sollicitation en fatigue oligocyclique et en fatigue endurance.

#### V.2.3.b. Analyse des mesures d'interstrie en fonction du paramètre $\Delta K_{\varepsilon}$

L'évolution de la distance interstrie pour les signaux RIS A et RIS B est représentée sur la Figure V-23. On constate que les mesures réalisées sur l'état de surface poli et meulé ne sont pas aussi bien superposées que dans le cas des signaux triangulaires. La relation a/b=f(a) décrivant l'évolution de la géométrie des fissures nécessiterait d'être vérifiée. Toutefois, cela requiert un nombre important d'essais interrompus. <u>On peut cependant retenir que la distance interstrie est toujours plus importante avec le signal RIS B qu'avec le signal RIS A</u>.



Figure V-23. Evolution de la distance interstrie en fonction du paramètre  $\Delta K_{\varepsilon}$  pour les signaux RIS A et RIS B. Milieu REP,  $\pm 0,6$  %.

Sur la Figure V-24, les distances interstries relevées sur les essais avec les signaux RIS ont été comparées aux mesures réalisées sur les éprouvettes sollicitées avec les signaux triangulaires pour les deux états de surface considérés. Il en ressort que l'évolution de la distance interstrie avec le signal RIS A est globalement comparable à ce que l'on obtient avec le signal triangle à la vitesse de  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup>. Par contre, les mesures d'interstries issues de l'essai avec le signal RIS B sont bien supérieures à ce qui a été observé avec les différents signaux triangles pour des valeurs de  $\angle IK_e$  supérieures à  $2.10^{-4}$  m<sup>0,5</sup>. On peut en outre noter que la forme des courbes est assez différente puisque les changements de pentes observés avec les signaux triangulaires ne se retrouvent pas avec les signaux RIS, particulièrement pour l'état de surface poli.

La démarche de calcul du nombre de cycles de propagation  $N_p$  décrite dans la partie III.3.3.d a été reprise. Les paramètres des régressions utilisés ainsi que les résultats sont rassemblés dans le Tableau V-8.



Figure V-24. Comparaison de l'évolution de la distance interstrie selon le signal de chargement en fonction du paramètre  $\Delta K_e$ .

(a) Etat poli. (b) Etat meulé. Milieu REP,  $\pm$  0,6 %.

L'estimation de la durée de vie à partir des mesures d'interstrie est tout à fait correcte. La confrontation du calcul avec les essais interrompus montre en outre que <u>la détermination de la vitesse de propagation des fissures par le biais de la distance interstrie fournit des valeurs cohérentes pour les signaux RIS en milieu REP.</u>

Etat de	Signal	Paramètres des	régressions	$N_p$ [20 $\mu$ m à 3 mm]	$N_5$
surface	Sigilai	С	m	(cycles)	(cycles)
Poli	RIS A	12	1,96	952	1200
1 011	RIS B	8,4.10-1	1,54	452	440
Meulé	RIS A	3,4.10-2	1,18	660	700
	RIS B	7,3.10-4 / 9,8.10-1	0,67 / 1,61	518	430

Tableau V-8. Paramètres déterminés et durées de vie calculées pour les essais avec signal RIS. Milieu REP, ± 0,6 %.

#### V.2.3.c. Synthèse

L'analyse des mesures d'interstrie et leur confrontation avec le calcul a confirmé qu'en milieu eau primaire avec les signaux RIS, la distance interstrie est un marqueur de la vitesse de propagation des fissures. L'évolution de la distance interstrie montre que les vitesses de propagation sont plus importantes avec le signal RIS B qu'avec le signal RIS A, ce qui est cohérent avec les durées de vie et l'endommagement constaté. Les vitesses de propagation des fissures avec les signaux RIS sont proches de celles obtenues avec les signaux triangles aux vitesses de 1.10<sup>-5</sup> et 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup> respectivement.

# V.3. Discussion générale sur l'influence de la forme du signal en milieu eau primaire REP

Les résultats obtenus sous vide ont clairement mis en évidence la présence d'un effet intrinsèque de la vitesse de déformation qui se traduit par une augmentation des vitesses de propagation des fissures et une diminution de la durée de vie lorsque la vitesse de déformation diminue. En milieu eau primaire REP, l'influence de l'environnement vient s'ajouter à cet effet intrinsèque. Ainsi, la diminution de la vitesse de déformation de  $4.10^{-3}$  à  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup> se traduit sous vide par une diminution des durées de vie d'un rapport 1,2, tandis que ce rapport atteint 3,2 en milieu REP.

Il apparaît ainsi que la propagation de la fissure dépend fortement du temps d'exposition à l'environnement. On peut considérer que l'avance de la fissure se décompose en deux termes : l'un correspondant à l'avance intrinsèque de la fissure qui dépend simplement du chargement mécanique ; et l'autre terme lié à l'avance de la fissure sous l'effet d'un environnement actif. Cette décomposition n'est pas aisée car la modification de certains paramètres mécaniques comme l'amplitude ou la vitesse de déformation affectent à la fois l'avance intrinsèque de la fissure, mais modifient aussi le temps d'exposition du matériau à l'environnement.

#### V.3.1. Influence du temps d'exposition en milieu eau primaire REP

#### V.3.1.a. Comparaison des cinétiques de propagation dans l'air et en milieu eau primaire REP

Pour mettre en évidence l'existence de processus de propagation dépendants du temps, plusieurs auteurs [Shoji et al., 1981 ; Gilman, 1985 ; Tice, 1991] ont proposé de représenter l'avance de la fissure en rationalisant la vitesse de propagation des fissures par le temps passé en traction  $T_R$ (*Rise Time*, en anglais), *cf.* Équation V-1. Ils représentent l'évolution de  $[da/dt_R]_{env}$  (en milieu REP) en fonction de  $[da/dt_R]_{air}$  pour différentes valeurs du paramètre mécanique gouvernant la propagation de la fissure (dans la majorité des cas,  $\Box K$ ). L'air est donc utilisé comme référence pour mettre en évidence les effets liés au milieu REP.

$$\left[\frac{da}{dt_{R}}\right]_{air} = \left[\frac{da}{dN}\right]_{air} \times \frac{1}{T_{R}} \qquad \left[\frac{da}{dt_{R}}\right]_{env} = \left[\frac{da}{dN}\right]_{env} \times \frac{1}{T_{R}} \qquad \acute{Equation V-1}.$$

Cette représentation en  $da/dt_R$  a pour la première fois été appliquée aux aciers inoxydables sollicités en milieu REB et REP par Shack et Kassner [Shack, Kassner, 1994]. L'utilisation du

paramètre  $T_R$  est justifiée par le fait que les auteurs considèrent que les effets d'environnement n'influencent la propagation des fissures que lors de la partie en traction du signal ( $d\varepsilon/dt>0$ ). Cette hypothèse a été vérifiée en milieu REB avec des signaux en dents de scie [JNES, 2007], la partie en compression du signal n'a alors quasiment aucun effet sur les niveaux de contrainte et les durées de vie, *cf.* I.2.3.e.

Les résultats obtenus lors d'essais de fissuration sur différentes nuances d'aciers inoxydables austénitiques sont représentés sur la Figure V-25. Les auteurs [Tice et al., 2005 ; Wire et al., 2005] utilisent le paramètre  $\angle K$  comme paramètre mécanique gouvernant la propagation des fissures.



Figure V-25. Evolution du paramètre da/dt en milieu eau primaire REP en fonction de da/dt dans l'air. Données de la littérature : (a) [Tice et al., 2005]- acier 304L si ce n'est pas précisé. (b) [Wire et al., 2005]- attention, unités en mm/s.

Les résultats mettent en évidence deux domaines avec une transition à une valeur de  $[da/dt_R]_{air}$ autour de **1.10<sup>-8</sup> m/s**. Au-dessus de cette valeur, l'évolution du paramètre  $[da/dt_R]_{env}$  est globalement proportionnelle au paramètre  $[da/dt_R]_{air}$ , et l'avance de la fissure est entre 1 et 2,5 plus importante en milieu REP que dans l'air. Pour des valeurs de  $[da/dt_R]_{air}$  inférieures à 1.10<sup>-8</sup> m/s, la présence d'effets du milieu REP dépendant du temps est mise en évidence.

La même démarche a été appliquée à nos résultats. Il faut cependant préciser que d'une part ils sont obtenus en plasticité généralisée et que d'autre part le paramètre mécanique que nous utilisons est le  $\angle IK_c$ . Par ailleurs, comme dans l'air, l'évolution de la distance interstrie ne permet pas de retrouver le nombre de cycles réalisé, les mesures d'interstrie ne peuvent donc pas être utilisées directement pour calculer  $[da/dt_R]_{air}$ . Nous avons donc fait le choix de nous baser sur les lois de propagation phénoménologiques établies dans l'air et en milieu REP. Ceci explique pourquoi les résultats se superposent pour les deux états de surface (les lois macroscopiques considérées sont identiques), mais aussi pourquoi les résultats présentés ne concernent pas l'amplitude de  $\pm$  0,3 % de déformation (nous ne disposons pas de loi macroscopique à cette amplitude).

<u>On voit que nos résultats</u>, représentés sur la Figure V-26 <u>suivent la même tendance que les</u> <u>résultats de la littérature</u>. La transition correspondant à l'apparition d'effets du milieu eau primaire REP dépendant du temps est cependant moins franche et semble plutôt se situer vers 4.10<sup>-8</sup> m/s. La courbe noire constitue la courbe d'iso-vitesse de propagation dans les deux environnements.



Figure V-26. Evolution du paramètre da/dt<sub>R</sub> en milieu REP en fonction de da/dt<sub>R</sub> dans l'air.  $\pm$  0,6 %.

Cependant, au-delà de ces observations, cette représentation ne permet pas forcément de mettre en évidence la totalité de l'influence du milieu eau primaire REP. Il est important de rappeler que la référence ici utilisée est l'air, qui est un milieu où les cinétiques de propagation sont déjà bien plus importantes que sous vide.

#### V.3.1.b. Définition et identification d'un temps caractéristique T\*

Afin de mieux expliciter l'influence du milieu eau primaire REP et de définir un paramètre permettant l'analyse des signaux complexes, nous avons cherché à définir un temps caractéristique, noté *T\**, qui correspondrait au « temps efficace » pendant lequel ce milieu assiste l'avancée de la fissure. Nous supposons que l'influence du milieu n'intervient que dans la phase de traction du signal. En s'appuyant sur les travaux de Tsutsumi *et al.* [Tsutsumi et al., 2001], ce temps caractéristique est basé sur un seuil de déformation qui détermine les conditions d'interaction entre la déformation plastique et l'environnement en pointe de fissure, *i.e.* pour une déformation inférieure au seuil, il n'y a pas d'influence du milieu sur l'avance de la fissure ; au-dessus de ce seuil la propagation de la fissure est assistée par le milieu REP.

L'un des moyens permettant de mettre en évidence l'influence du temps consiste à tracer l'évolution de la vitesse de propagation da/dN en fonction du temps. Sur la Figure V-27, les mesures d'interstrie ici assimilées à la vitesse de propagation sont représentées pour différentes valeurs de  $\Delta K_{\varepsilon}$  (associées aux différentes couleurs) en fonction du temps passé en traction  $T_{\rm R}$ . Les différents signaux triangulaires étudiés à  $\pm$  0,3 et  $\pm$  0,6 % correspondent chacun à une colonne de points. Pour les fortes valeurs de  $\Delta K_{\varepsilon}$  (supérieures à 6.10<sup>-4</sup> m<sup>0.5</sup>), la vitesse de propagation est globalement constante et ne dépend pas du temps. Par contre, pour les faibles valeurs de  $\Delta K_{\varepsilon}$ , la vitesse de déformation dépend du temps de manière assez marquée, notamment pour les cycles de courte durée : une augmentation du temps  $T_{\rm R}$  conduit à des vitesses de propagation plus importantes.



Figure V-27. Evolution de la vitesse de propagation des fissures en fonction du temps passé en traction  $T_R$  pour différents signaux triangulaires avec différentes valeurs du paramètre  $\Delta K_{\varepsilon}$ . Poli, milieu REP,  $\pm 0,3$  et  $\pm 0,6$  %.

Cela ne veut pas dire pour autant que le temps caractéristique  $T^*$  puisse être identifié à  $T_R$ . En effet, lorsque cette analyse est réalisée <u>avec des signaux triangulaires</u>, <u>le choix du temps</u> <u>caractéristique a peu d'importance car les différents temps sont homothétiques</u>, *i.e.* proportionnels les uns par rapport aux autres, et le classement ainsi que le positionnement relatif des différents signaux n'est donc pas modifié. Par ailleurs, l'utilisation du paramètre  $T_R$  ne permet en aucun cas de rendre compte des différences de vitesse de propagation observées en milieu REP entre les signaux RIS A et RIS B, puisque les signaux RIS ont tous la même valeur de  $T_R$ .

Dans la revue bibliographique (partie I.2.3.e), nous avons détaillé des essais de Tsutsumi *et al.* [Tsutsumi et al., 2001] réalisés en milieu REP avec des signaux SFF et FSF sur un acier 316NG. Les résultats mettaient en évidence que sous un certain seuil de déformation, réaliser cette partie du signal à faible ou à forte vitesse de déformation n'avait plus d'effet sur les vitesses de propagation des fissures ainsi que sur les durées de vie obtenues. Pour une amplitude de déformation de  $\pm$  0,6 %, ce seuil est à - 0,2 % d'amplitude. Une formule proposée par les auteurs, *cf.* Équation I-5, permet d'estimer ce seuil à 0% pour une amplitude de déformation imposée de  $\pm$  0,3 %. Si l'on applique ces données à nos résultats, nous pouvons déterminer le temps caractéristique noté  $T_{\varepsilon>0,2\%}$  et l'appliquer à la représentation précédente pour les signaux triangulaires et les signaux RIS.



Figure V-28. Evolution de la vitesse de propagation des fissures en fonction du  $T_{\varepsilon >-0,2\%}$  pour les signaux triangles et RIS avec différentes valeurs du paramètre  $\Delta K_{\varepsilon}$ . Poli, milieu REP,  $\pm 0,3$  et  $\pm 0,6$  %.

Ce temps  $T_{\varepsilon>0,2\%}$  sépare les signaux RIS A et RIS B, mais ne permet pas de positionner les signaux RIS au mieux par rapport aux signaux triangle : en effet, pour une valeur de  $\Delta K_{\varepsilon}$  donnée,

les vitesses de propagation pour le signal RIS B apparaissent comme plus élevées que pour le signal triangle à la vitesse de  $1.10^{-5}$  s<sup>-1</sup> (situé ici à 792 s) et pour les faibles valeurs de  $\Delta K_{\varepsilon}$ , les vitesse de propagation avec le signal RIS A semble bien plus faibles que ce qui a été obtenu avec le signal triangle à  $\pm$  0,6 % et  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup> (situé à 79 s).

Une méthode inverse a été utilisée pour calculer ce temps  $T^*$  en déterminant la valeur optimale du seuil de déformation permettant d'obtenir la meilleure cohérence des valeurs de da/dN en fonction de  $T^*$  à  $\Delta K_{\varepsilon}$  donné. Selon le seuil de déformation choisi, le temps caractéristique  $T^*$ pour les signaux RIS variera de manière très importante et modifiera le positionnement des signaux RIS par rapport aux signaux triangulaires. On postule que la vitesse de propagation da/dN croit linéairement avec  $T^*$  jusqu'à une valeur critique au-delà de laquelle elle se stabilise, traduisant ainsi une saturation des effets du milieu.

La valeur optimale du seuil de déformation obtenue est de - 0,0065 %. Elle sera désormais associée au temps  $T^*$ . Cette valeur peut sembler extrêmement précise et finalement très proche de 0%. En réalité, une légère variation du seuil de déformation a immédiatement un impact de plusieurs secondes sur le temps  $T^*$ , et peut rapidement amener à modifier le classement des différents signaux triangles par rapport au signal RIS A. Pour bien visualiser ce que ce temps représente pour les signaux RIS, il a été matérialisé sur la Figure V-29.



Figure V-29. Temps caractéristique T\* par rapport à l'évolution temporelle des signaux RIS A et RIS B. Cycle 10.

### V.3.1.c. Analyse des cinétiques de propagation et de la durée de vie en fonction du temps T\*

La représentation de la vitesse de propagation en fonction de ce temps  $T^*$ , cf. Figure V-30, permet de globalement retrouver la tendance observée sur les signaux triangulaires précédemment, les vitesses de propagation obtenues avec les signaux RIS sont alors cohérentes

avec les tendances constatées pour les signaux triangles. Cette analyse temporelle montre clairement que les vitesses de propagation de fissure pour une valeur de  $\[top]K_e$  donnée sont plus importantes avec le signal RIS B qu'avec le signal RIS A, ce qui corrobore les durées de vie déterminées ainsi que les conclusions obtenues lors de l'analyse de l'endommagement. De plus, l'évolution de la vitesse de propagation des fissures pour les faibles valeurs de  $\[top]K_e$  permet de considérer que l'influence du milieu eau primaire REP est proportionnelle au temps  $T^*$  jusqu'à atteindre une saturation lorsque l'extrémité de la fissure est exposée à l'environnement pour un **temps supérieur à environ 50s**. Les observations sont semblables pour les deux états de surface, aucune différence importante n'est observée.



Figure V-30. Evolution de la vitesse de propagation des fissures en fonction de la période pour les signaux triangulaires et les signaux RIS à différentes valeurs du paramètre  $\Box K_{s}$ . (a) Poli. (b) Meulé. Milieu REP,  $\pm$  0,3 et  $\pm$  0,6 %.

Ce temps caractéristique  $T^*$  peut aussi être utilisé pour analyser l'évolution de la durée de vie en milieu eau primaire REP à ± 0,6 %. La Figure V-31 montre que les résultats obtenus pour les signaux triangles et RIS sont tout à fait cohérents. On obtient une tendance pour l'état de surface poli et une pour l'état de surface meulé. Les signaux RIS A et RIS B s'intègrent bien à ces tendances, malgré une dispersion assez importante, notamment observée pour les valeurs élevées de  $T^*$ . Cette courbe met une fois de plus en évidence la nécessité de réaliser de nouveaux essais à rupture avec le signal RIS B.



Figure V-31. Evolution de la durée de vie en fonction tu temps caractéristique T\*. Milieu REP, ± 0,6 %.

Nous pouvons aussi reprendre le paramètre da/dt en considérant le temps caractéristique  $T^*$  pour obtenir le paramètre  $da/dt^*$  selon l'Équation V-2. La vitesse de propagation da/dN ici utilisée est issue des mesures d'interstrie.

$$\frac{da}{dt^*} = \frac{da}{dN} \times \frac{1}{T^*}$$
Equation
V-2.

La Figure V-32.(a) et la Figure V-32.(b) représentent l'évolution de la grandeur  $da/dt^*$  en fonction de  $\times K_{\varepsilon}$  pour les deux états de surface étudiés. On constate un éclatement des courbes pour les différentes vitesses de déformation. Cette évolution traduit le fait que c'est <u>avant tout le</u> chargement cyclique qui contrôle la propagation des fissures. Si des mécanismes liés au temps étaient prédominants (comme en corrosion sous contrainte), les courbes seraient alors superposées.



Figure V-32. Evolution du paramètre da/dt\* en fonction de  $\Delta K_{\varepsilon}$ . (a) Etat poli. (b) Etat meulé. (c) Comparaison avec les mesures d'interstries issues de [Huin, 2013] - utilisation des paramètres de Murakami. Milieu REP.

Cependant, à une vitesse de déformation donnée, les courbes obtenues pour les différentes amplitudes de déformation se superposent. Ce résultat est aussi observé lorsque l'on considère les mesures d'interstries obtenues par Huin [Huin, 2013], cf. Figure V-32.(c). Cette observation provient du fait que les conditions pour lesquelles nous disposons d'essais à différentes amplitudes sont dans le domaine pour lequel nous n'avons pas atteint la saturation ( $T^* < 50$ s). Nous avons alors une relation linéaire entre le temps  $T^*$  et la vitesse de propagation des fissures et l'utilisation du paramètre  $da/dt^*$  normalise cet effet du temps.

Le calcul du paramètre  $da/dt^*$  permet de rationaliser l'influence du temps et conduit à la superposition des courbes aux différentes amplitudes de déformation pour une vitesse de déformation donnée. L'influence mécanique de l'amplitude de déformation est prise en compte au travers du paramètre  $\angle IK_s$ . La modification du temps d'exposition du matériau à l'environnement lorsque l'amplitude varie est pour sa part intégrée dans le paramètre  $da/dt^*$ .

Les signaux RIS ont ensuite été comparés avec les signaux triangles à  $\pm$  0,3 et  $\pm$  0,6 % sur la Figure V-33. Les signaux RIS viennent se positionner par rapport aux signaux triangulaires selon le même ordre que précédemment. On retrouve alors le classement des signaux établis avec les durées de vie.



Figure V-33. Evolution du paramètre da/dt\* en fonction de  $\Delta K_{\varepsilon}$ . Milieu REP.  $\pm$  0,3 et  $\pm$  0,6 %.

#### V.3.1.d. Confrontation du temps caractéristique T\* avec certains résultats de la littérature

L'utilisation du temps  $T^*$  a permis d'expliquer les différences de cinétique de propagation des fissures et de durée de vie entre les signaux RIS A et RIS B, ce que ne permettait pas d'autres temps caractéristiques comme la période ou le temps passé en traction  $T_R$ , qui sont identiques pour les différents signaux RIS. L'analyse réalisée avec le temps  $T^*$  peut être élargie aux signaux RIS C et D définis sur la Figure V-3. Le Tableau V-9 rassemble les durées de vie obtenues sur un acier 304L (tôle Industeel) sollicité en milieu eau primaire REP avec un état de surface poli et un état meulé [Le Duff et al., 2010 ; De Baglion et al., 2012]. Les signaux RIS sont classés par temps  $T^*$  croissant, <u>l'utilisation du temps  $T^*$  permet de correctement classer les différents signaux RIS en fonction de leurs durées de vie.</u>

_	RIS D	RIS A	RIS C	RIS B
Temps $T^*(s)$	29	36	782	782
N <sub>25</sub> Poli (cycles)	2230	1588	1233	1080
[Le Duff et al., 2010]	2771	1936	1255	1350
N <sub>25</sub> Meulé (cycles) [De Baglion et al., 2012]	955	875		510

Tableau V-9. Comparaison d'essais réalisés en milieu REP avec différents signaux RIS. ±0,6 %, acier 304L (tôle Industeel).

Tel qu'il a été défini, le temps caractéristique *T*\* est similaire dans sa construction à celui proposé par Tsutsumi *et al.* [Tsutsumi et al., 2001] avec les signaux SFF et FSF sur un acier 316NG. Il en diffère cependant par la valeur du seuil de déformation à partir de laquelle le milieu eau primaire REP agirait en pointe de fissure. Par ailleurs, nous supposons pour notre part que ce seuil ne dépend pas de l'amplitude de déformation imposée car nous ne disposons pas des données nécessaires à son évaluation à d'autres amplitudes. La différence de valeur du seuil de déformation pourrait être liée à la différence de composition chimique entre les alliages étudiés. En effet, une influence de la composition chimique de l'alliage a déjà été mise en évidence sur le seuil sous lequel la durée de vie devenait indépendante de la vitesse de déformation en milieu REP, *f*. paragraphe I.2.3.e.

Enfin, il faut préciser que le paramètre  $T^*$  ne prend probablement pas en compte tous les effets de l'environnement. Ainsi, la partie du signal en compression ( $d\varepsilon/dt>0$ ) est ici totalement négligée. Pourtant, les résultats disponibles en milieu REB []NES, 2007] montrent qu'entre un signal en

dents de scie FS conduit à des durées de vie plus faibles qu'un signal triangle à la vitesse rapide (FF).

#### V.3.1.e. Synthèse

L'utilisation des signaux RIS et leur confrontation avec les signaux triangulaire a permis de déterminer par méthode inverse un temps caractéristique  $T^*$  qui correspond au « temps efficace » pendant lequel l'environnement influence l'avance de la fissure. Ce temps  $T^*$  est relié à un seuil de déformation déterminé comme étant égal à -0,0065% en milieu REP pour nos conditions d'essais. Ce temps caractéristique permet d'expliquer les différences de cinétiques de propagation et de durées de vie entre les signaux RIS A et RIS B, mais aussi entre les signaux RIS et les signaux triangles.

L'utilisation du paramètre T\* permet également de bien prendre en compte l'influence de l'environnement observée dans la littérature pour d'autres signaux RIS (C et D). Il ne permet cependant pas de rendre compte de certains résultats de la littérature montrant une influence des faibles vitesses de déformation dans la phase de compression du signal.

## V.3.2. Discussion du temps caractéristique T\* par rapport aux modèles de corrosion

Sous vide, l'avance de la fissure a lieu principalement par émoussement plastique de la pointe de la fissure. En air et en milieu REP, la propagation est assistée par les effets d'environnement. Les modes d'endommagement ainsi que la propagation des fissures ne montrent pas de différence franche entre ces deux milieux pour les différentes vitesses de déformation. L'action de l'environnement semble essentiellement augmenter la densité de fissures et accélérer les phases d'amorçage et de micro-propagation. Ces résultats tendent à montrer que ce sont les mêmes mécanismes d'endommagement qui interviennent dans l'air et en milieu eau primaire REP. La différence entre ces deux environnements réside alors dans des différences de cinétique d'endommagement elles-mêmes étant contrôlées par des cinétiques de réaction, de transport ou de quantité d'espèces produites.

Lors de la revue bibliographique, les principaux modèles de corrosion pouvant s'appliquer aux aciers inoxydables sollicités en fatigue en milieu eau primaire REP ont été cités, *cf.* partie I.2.6. Il apparaît que le modèle de dissolution anodique semble en accord avec certaines observations réalisées lors des tout premiers stades de propagation (jusqu'à une dizaine de microns). Au-delà

des mécanismes incluant des interactions entre l'hydrogène et la plasticité (modèle de Lynch, modèle de Magnin et modèle de plasticité induite par l'hydrogène) apparaissent comme les plus probables.

A partir de ce constat, quel que soit le ou les modèles considérés, un certain nombre d'étapes élémentaires interviennent :

- l'exposition du matériau à l'environnement : cette phase est influencée d'une part par les ruptures du film passif, qui interviennent en fond de fissure lors de la déformation du matériau, et d'autre part par les cinétiques de repassivation.
- l'adsorption d'espèces à la surface du matériau.
- les réactions superficielles qui peuvent mener à l'absorption de certaines espèces (la réaction cathodique en milieu aqueux peut entraîner l'absorption d'hydrogène).
- le transport des espèces au sein du matériau, notamment par diffusion ou par transport par les dislocations.
- l'action fragilisante de l'hydrogène

Lors de l'analyse de la vitesse de propagation des fissures en fonction du temps  $T^*$  (*f*. Figure V-30), il est apparu que le milieu eau primaire REP influençait les cinétiques de propagation pour un temps  $T^*$  inférieur à 50 secondes. Au-delà, une saturation de l'effet d'environnement sur la vitesse de propagation apparait. Cette évolution est liée à la saturation d'une (ou plusieurs) des étapes élémentaires sus citées. Ainsi, les 50 secondes peuvent par exemple correspondre à la durée de la repassivation du matériau ou au temps nécessaire pour atteindre une quantité critique d'hydrogène au sein du matériau au-delà de laquelle augmenter la concentration d'hydrogène n'induit pas de dommage supplémentaire.

Le temps effectif  $T^*$  pendant lequel le matériau est exposé aux effets d'environnement a été défini à partir d'un seuil en déformation  $\varepsilon^*$  qui a été identifié à -0,0065 % de déformation. Les travaux de Vormwald *et al.* [Vormwald, Seeger, 1991] ont montré que l'ouverture de la fissure pouvait effectivement être reliée à un seuil de déformation. De plus, les auteurs situent ce seuil en déformation élasto-plastique pour une déformation négative. Il serait intéressant d'utiliser la méthode développée lors de ces travaux (installation d'une jauge en pointe de fissure afin d'obtenir le comportement cyclique localement et le comparer au comportement cyclique macroscopique) et de voir si le seuil de déformation identifié  $\varepsilon^*$  correspond effectivement à l'ouverture de la fissure.

En outre, l'absence d'effets d'environnement considéré lors de la phase de compression du signal peut être expliquée par un nombre de rupture du film passif moins important que lors de la phase de traction ainsi qu'une moindre activité plastique lors du retour élastique du matériau au début de la phase de compression du signal. La présence d'une activité plastique semble en effet essentielle à l'activité du milieu eau primaire REP (pas d'effet sur l'endommagement et la durée de vie d'une pré-oxydation des éprouvettes ou de la réalisation d'un maintien à déformation maximale).

Enfin, les travaux précédemment présentés ont montré l'importance des interactions qui existent entre les effets d'environnement et la vitesse de déformation. Mais l'analyse en pointe de fissure est encore plus complexe car la vitesse de déformation macroscopique est plus faible que celle réellement exercée en pointe de fissure. En effet, la période considérée reste la même mais la présence de la fissure engendre localement des niveaux de déformation beaucoup plus importants. Il serait donc nécessaire d'évaluer cette vitesse de déformation en pointe de fissure.

Les différences rapportées ici permettent de mieux caractériser les effets de la corrosion dans le cadre de sollicitations en fatigue oligocyclique sur les aciers inoxydables en milieu eau primaire REP, mais elles ne permettent pas de conclure plus précisément sur les mécanismes les plus à même de décrire ces effets. Afin de pouvoir départager les différents modèles, il serait nécessaire d'effectuer des observations et des analyses en pointe de fissure à la fois en milieu neutre (vide) et en environnement actif (air et/ou milieu REP) à une même valeur de  $\top{LK}_{e}$ , afin d'identifier clairement les mécanismes intrinsèques de la propagation de la fissure de l'assistance de l'environnement. Pour cela des observations MEB sur des coupes permettraient de caractériser l'endommagement en pointe de fissure et par exemple voir si des micro-cavités sont présentes en avant de la pointe de la fissure. Des observations MET indiqueraient les mécanismes de déformation en pointe de fissure. Des analyses chimiques pourraient compléter cette approche pour repérer d'éventuelles ségrégations d'espèces ainsi que de possibles trajets de migration.

#### V.4. Conclusion

L'analyse des signaux RIS a mis en évidence des différences de comportement cyclique entre les deux signaux RIS étudiés. En effet, le phénomène de vieillissement dynamique, notamment visible par l'effet Portevin - Le Chatelier intervient sur les parties à faible vitesse de déformation, et impacte la réponse en contrainte obtenue avec les deux signaux RIS. Les durées de vie obtenues en milieu eau primaire REP montrent que le signal RIS B est plus néfaste que le signal RIS A, quel que soit l'état de surface considéré.

L'analyse du dommage a montré que le signal RIS A était moins endommageant que le signal RIS B dans l'air et en milieu eau primaire REP. La comparaison du dommage, noté *Dom*, observé pour les différents signaux de chargement en milieu REP permet le classement suivant :

 $Dom(RIS B) \approx Dom(1.10^{-4} \text{ s}^{-1}) > Dom(1.10^{-5} \text{ s}^{-1}) > Dom(RIS A) > Dom(4.10^{-3} \text{ s}^{-1})$ 

L'aspect de la fissuration, tant au niveau du faciès de rupture que des coupes longitudinales est comparable à ce qui avait été observé par ailleurs à la vitesse de déformation de  $1.10^{-5}$  s<sup>-1</sup> avec un aspect très planaire et de larges plages striées.

La détermination d'un seuil de déformation (à - 0,0065 %) sous lequel l'environnement n'influence plus les cinétiques de propagation des fissures a permis de définir un temps caractéristique  $T^*$  correspondant au « temps efficace » pendant lequel l'environnement influence l'avance de la fissure. La comparaison des signaux RIS et triangulaires à l'aide de ce temps caractéristique a permis d'expliquer les différences de durées de vie et d'endommagement observées. **CONCLUSION ET PERSPECTIVES** 

### **CONCLUSION ET PERSPECTIVES :**

Ce travail de thèse a porté sur le comportement et la résistance d'un acier inoxydable austénitique 304L sollicité en fatigue oligocyclique dans des conditions proches de conditions de sollicitation réelles observées dans les centrales nucléaires. Ainsi, l'influence de l'environnement (air à 300°C et milieu eau primaire REP) est analysée selon la nature de l'état de surface et du signal de chargement.

Sur l'état de surface poli, des travaux complémentaires à ceux de De Baglion [De Baglion, 2011] ont confirmé que l'environnement (air et surtout milieu REP) augmente les cinétiques d'endommagement et réduit les durées de vie. Les mécanismes de propagation ne sont pas modifiés par l'environnement, les fissures sont essentiellement transgranulaires. L'influence intrinsèque de la vitesse de déformation, qui lorsque qu'elle diminue conduit à abaisser les durées de vie, apparaît comme atténuée dans l'air et amplifiée en milieu eau primaire REP. La réalisation d'essais interrompus à différentes fractions de la durée de vie a permis d'établir l'évolution du dommage selon l'environnement et la vitesse de déformation.

La mesure des interstries qui couvrent l'essentiel de la zone de propagation dans l'air et surtout en milieu REP a été effectuée sur les faciès de rupture. L'analyse de la distance interstrie a été réalisée au travers du paramètre mécanique  $\Box K_{\epsilon}$ . Ce dernier a été calculé en prenant en compte la géométrie réelle des fissures au travers de l'évolution du rapport de la profondeur sur la demilongueur en surface. Pour l'état de surface poli, ce rapport est considéré comme indépendant de l'environnement ou de la vitesse de déformation. Il a été confirmé au travers de ces analyses que, dans l'air, bien que la distance interstrie soit un marqueur de l'avancée locale des fissures, elle ne peut être utilisée pour évaluer la vitesse globale de la fissure principale en considérant qu'une « strie est égale à un cycle ». Cette hypothèse est par contre validée en milieu REP. Dans ce dernier cas, l'intégration de la courbe donnant l'évolution de la courbe interstrie en fonction de la profondeur permet d'évaluer correctement la durée de vie. Par ailleurs, l'utilisation du paramètre  $\Box K_{\epsilon}$  permet de rendre compte de l'effet de l'amplitude de déformation sur les vitesses de propagation déduite des mesures d'interstrie.

La diminution de la durée de vie en présence d'un état de surface meulé a été démontrée dans les différents environnements à 300°C, elle est amplifiée à plus faible amplitude de déformation  $(\pm 0,3 \%)$ . Les interactions entre les différents paramètres conduisent tantôt à une synergie, comme l'influence de l'état de surface et de la vitesse de déformation, tantôt à une atténuation des effets, comme lorsque l'influence de l'état de surface a lieu en environnement actif. Il est donc difficile de prédire la durée de vie lorsque l'ensemble des paramètres vitesse de déformation / état de surface / environnement interagissent ensemble.

L'effet néfaste de l'état de surface meulé (quelles que soient les conditions d'amplitude, de vitesse de déformation ou d'environnement) est expliqué par une accélération des phases d'amorçage, de micro-propagation (jusqu'à 250 µm de profondeur) et même dans certains cas, comme à faible vitesse de déformation, de la phase de propagation. L'analyse de l'endommagement à différents stades de la durée de vie a démontré l'importance des rayures et des facettes générées par le procédé de meulage dans l'amorçage et la formation extrêmement rapide de fissures longues en surface. Des phénomènes de coalescence à l'échelle millimétrique interviennent ensuite entre des fissures situées sur des facettes de meulage contiguës pour permette l'extension de la fissure en surface.

La géométrie particulière des fissures avec l'état de surface meulé, caractérisées par une longueur en surface bien plus importante que leur profondeur, est prise en compte dans le paramètre  $\times K_{\varepsilon}$ via le facteur de forme. Les interactions entre l'état de surface et la vitesse de déformation ont nécessité de considérer des scénarios de croissance des fissures différents, conduisant à des géométries de fissure dépendantes de la vitesse de déformation. Cette intégration de la géométrie des fissures fournit des cinétiques de propagation en  $\times K_{\varepsilon}$  qui sont similaires pour les deux états de surface. A partir des lois phénoménologiques établies sur l'état poli à différentes vitesses de déformation dans l'air et en milieu REP, il a été possible de retrouver les durées de vie obtenues avec l'état de surface meulé en prenant en compte d'une part l'influence de l'état meulé sur la profondeur initiale des fissures et d'autre part les différences de géométrie des fissures entre les deux états de surface.

Afin d'analyser l'influence du signal de chargement, le signal représentatif RIS A a été sélectionné et dérivé en un second signal appelé RIS B. Ces signaux présentent une vitesse déformation instantanée variable (de  $1.10^{-3}$  à  $5.10^{-6}$  s<sup>-1</sup>) et diffèrent par le positionnement de la partie réalisée à la plus faible vitesse de déformation au sein du cycle. Il est apparu que ce positionnement de la partie à faible vitesse de déformation modifie la réponse mécanique du matériau. Des différences en termes d'endommagement et de durée de vie ont en outre été constatées. La définition d'un temps caractéristique correspondant au temps effectif pendant lequel la pointe de la fissure est exposée à l'environnement a permis d'expliquer ces résultats. Le temps d'exposition à l'environnement, dépendant à la fois de l'amplitude et de la vitesse de déformation, influence les cinétiques de propagation pour les temps caractéristiques relativement courts (environ 50 secondes) ; au-delà un effet de saturation est constaté. Cette évolution est reliée à la saturation d'un (ou plusieurs) mécanisme(s) participant à l'assistance de l'environnement sur la propagation des fissures.

Au final, ces travaux ont permis de répondre à certaines des questions portant sur les interactions entre le milieu eau primaire REP, la nature de l'état de surface et le signal de chargement considéré. Certains points mériteraient cependant une étude plus approfondie. Tout d'abord, la grande majorité des travaux réalisés concerne l'amplitude de  $\pm$  0,6 % de déformation. Afin de comprendre pleinement l'influence de l'amplitude vis-à-vis des autres paramètres (environnement, vitesse de déformation, nature du signal) une nouvelle campagne expérimentale intégrant des essais à rupture et des essais interrompus serait nécessaire à une autre amplitude. Ces résultats permettraient de plus le développement de lois de propagation phénoménologiques à d'autres amplitudes et consolideraient l'approche en  $\Box K_e$  développée dans ce manuscrit. Ils permettraient par ailleurs de déterminer si le temps caractéristique considéré est dépendant de l'amplitude.

Les résultats obtenus en milieu eau primaire REP présentent une dispersion importante à faible vitesse de déformation. Il serait nécessaire de multiplier les essais à rupture, aussi bien avec l'état
de surface poli qu'avec l'état de surface meulé, pour le signal triangle à la vitesse de  $1.10^{-5}$  s<sup>-1</sup> et pour les signaux RIS, afin de confirmer les durées de vie obtenues ainsi que les cinétiques de propagation des fissures déduites des mesures d'interstries. En complément, des essais interrompus à différents stades de la durée de vie avec l'état de surface meulé permettraient d'avoir des données expérimentales précises pour établir l'évolution de la géométrie des fissures à la vitesse de  $1.10^{-5}$  s<sup>-1</sup> et avec les signaux RIS et ainsi mieux connaître l'effet de la vitesse de déformation sur la géométrie des fissure.

Pour terminer, l'étude de l'influence intrinsèque de signaux complexes est un domaine où il existe actuellement peu de résultats, mais qui constitue une base essentielle si l'on veut pouvoir comprendre correctement l'influence de l'environnement lors de sollicitations avec des signaux complexes. Il est nécessaire de bien cibler les signaux étudiés car les temps d'essais peuvent rapidement être de plusieurs mois sous vide. Par ailleurs, nous avons proposé une définition d'un temps caractéristique qui permettrait d'interpréter l'influence de signaux complexes en milieu eau primaire REP. Ce concept nécessite d'être validé et étendu à d'autres amplitudes de déformation. L'utilisation d'un signal spécifique serait intéressante en milieu eau primaire REP afin de valider la notion de temps caractéristique que nous avons défini.

# ANNEXE

<u>Annexe A</u> : Evolution de la distance interstrie en fonction de la profondeur pour l'état de surface meulé

L'ensemble des résultats détaillés dans cette annexe prend en compte les corrections de profondeur évoquées dans la partie IV.3.2.a.

# • Evolution de la distance interstrie en fonction de la profondeur

Les résultats de l'évolution de la distance interstrie en fonction de la profondeur avec l'état de surface meulé permettent de faire une comparaison directe avec les résultats obtenus sur l'état de surface poli sans prise en compte de la géométrie de la fissure.

# • Dans l'air

L'évolution de la distance interstrie en fonction de la profondeur pour l'état de surface meulé est globalement similaire aux résultats obtenus avec l'état poli, *cf.* Figure A-1



Figure A-1. Evolution de la distance interstrie en fonction de la profondeur. Meulé, air.

Les comparaisons entre les deux états de surface montrent peu de différences quelle que soit la vitesse de déformation et l'amplitude, *f*. Figure A-2.



Figure A-2. Evolution de la distance interstrie en fonction de la profondeur pour l'état de surface poli et meulé. (a)  $\pm 0,6\% - 4.10^{-3} s^{-1}$ . (b)  $\pm 0,6\% - 1.10^{-4} s^{-1}$ . (c)  $\pm 0,3\% - 4.10^{-3}$  et  $1.10^{-4} s^{-1}$ . Air.

# • En milieu eau primaire REP

En milieu REP, on retrouve les paliers observés à faible profondeur lorsque la vitesse de déformation est réduite, *f.* Figure A-3.



Figure A-3. Evolution de la distance interstrie en fonction de la profondeur. Meulé, milieu REP.

Les comparaisons entre l'état de surface poli et meulé montrent que notamment à faible profondeur, la distance interstrie est plus importante sur l'état meulé que sur l'état poli, *cf.* Figure A-4. De plus, lorsque la vitesse de déformation diminue, les écarts entre les deux états de surface augmentent.



Figure A-4. Evolution de la distance interstrie en fonction de la profondeur pour l'état de surface poli et meulé. (a)  $\pm 0,6 \% - 4.10^{-3} s^{-1}$ . (b)  $\pm 0,6 \% - 1.10^{-4} s^{-1}$ . (c)  $\pm 0,6 \% - 1.10^{-5} s^{-1}$ . (d)  $\pm 0,3 \%$ . Milieu REP.

# • Evolution de la distance interstrie en fonction du paramètre $\Delta K_{\epsilon}$

Le calcul du paramètre  $\[the]K_{\varepsilon}$  pour l'état de surface meulé intègre les évolutions du rapport a/b en fonction de la profondeur décrites dans la partie IV.3.2.b.

#### • Dans l'air

Pour l'état de surface meulé, comme sur l'état de surface poli, les mesures d'interstrie présentent une pente similaire pour les différentes vitesses et amplitudes de déformation investiguées, *cf.* Figure A-5.



Figure A-5. Evolution de la distance interstrie en fonction du paramètre  $\Delta K_{\varepsilon}$ . Meulé, air.

La comparaison sur la Figure A-6 de la distance interstrie entre les deux états de surface dans l'air en fonction du paramètre  $\Delta K_{\varepsilon}$  sont similaires. Les quelques différences visibles lorsque les interstries étaient représentées en fonction de la profondeur sont atténuées avec le paramètre  $\Delta K_{\varepsilon}$ .

Les courbes d'interstries ont été modélisées par des lois puissances, *cf.* Figure A-7 et un nombre de cycles  $N_p$  a été calculé. En considérant une fissure se propageant d'une profondeur de 40 µm à 3 mm,  $N_p$  vaut respectivement 3480 et 2240 cycles pour les vitesses de déformation de 4.10<sup>-3</sup> et 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>. Par rapport aux durées de vie expérimentales respectivement de 4620 et 3200 cycles, nous obtenons un rapport de 1,3 et de 1,4 entre les durées de vie calculées et expérimentales. Une comparaison de la vitesse de propagation estimée avec les essais interrompus montre une sous-estimation du nombre de cycles réalisé lorsque l'interstrie est utilisée comme indicateur de la vitesse de propagation des fissures, *cf.* Figure A-8.



Figure A-6. Evolution de la distance interstrie en fonction du paramètre  $\Delta K_{\varepsilon}$  pour l'état de surface poli et meulé. (a)  $\pm 0,6\% - 4.10^3 s^{-1}$ . (b)  $\pm 0,6\% - 1.10^4 s^{-1}$ . (c)  $\pm 0,3\% - 4.10^3$  et  $1.10^4 s^{-1}$ . Air.



Figure A-7. Comparaison des mesures d'interstrie avec les lois puissances identifiées. Meulé, air, ± 0,6 %.



Figure A-8. Comparaison du nombre de cycles déterminés numériquement (en rouge) avec les données expérimentales (en bleu) sur les essais interrompus et à rupture. (a)  $4.10^{-3} s^{-1}$ . (b)  $1.10^{-4} s^{-1}$ . Meulé, air,  $\pm 0,6$  %.

Pour conclure, l'évolution de l'interstrie est semblable pour les deux états de surface en fonction du paramètre  $\[top]K_{\varepsilon}$ . L'évaluation du nombre de cycles réalisé par le calcul n'est pas satisfaisante pour les deux vitesses de déformation investiguées. Ce résultat confirme que dans l'air, il est impossible de relier directement la distance interstrie avec les vitesses de propagation des fissures.

#### • En milieu eau primaire REP

L'évolution de la distance interstrie en milieu REP ne fait pas apparaître clairement de plateau pour les faibles valeurs de  $\Delta K_{e}$ , *cf.* Figure A-10. On retrouve des distances interstries plus importantes lorsque la vitesse de déformation diminue.

La comparaison entre l'état de surface poli et meulé, *cf.* Figure A-9, montre une bonne superposition des mesures d'interstrie pour les vitesses de déformation de  $4.10^{-3}$  et  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup>.



<sup>(3)</sup> Figure A-9. Evolution de la distance interstrie en fonction du paramètre ∠K<sub>ε</sub> pour l'état de surface poli et meulé. (a) ± 0,6 % - 4.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>. (b) ± 0,6 % - 1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>. (c) ± 0,6 % - 1.10<sup>-5</sup> s<sup>-1</sup>. (d) ± 0,3 % - 4.10<sup>-3</sup>/1.10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>. Milieu REP.

Les écarts entre les deux états de surface constatés lorsque la profondeur était tracée en abscisse disparaissent totalement avec l'utilisation du paramètre  $\Delta K_{e}$ . Pour la plus faible vitesse de déformation, des différences importantes (rapport 2 à 3) sont observées pour des valeurs de  $\Delta K_{e}$  entre 2.10<sup>-4</sup> et 5.10<sup>-4</sup> m<sup>0,5</sup>.



Figure A-10. Evolution de la distance interstrie en fonction du paramètre  $riangle K_{\varepsilon}$ . Meulé, milieu REP.

Les mesures d'interstries ont été approchés à l'aide de lois puissances et le nombre de cycles pour propager une fissure de 45  $\mu$ m à 3 mm de profondeur a été calculé, *cf.* Tableau A-1. Pour la vitesse de déformation la plus rapide, aux deux amplitudes de déformation étudiées, le calcul fournit un nombre de cycles significativement inférieur à la durée de vie obtenue. Les vitesses de propagation de fissures estimées à partir des mesures d'interstries sont trop importantes. <u>Pour les autres vitesses de sollicitation, le nombre de cycles calculé est tout à fait en accord avec les durées de vie.</u>

$\Delta \epsilon/2$	ź	$N_5$	N <sub>p</sub> [45 μm - 3 mm]	Première régression		$\Delta K_{\epsilon} (m^{0,5})$	Deuxième régression	
(%)	(s <sup>-1</sup> )	(cycles)	(cycles)	С	m	transition	С	m
0,6	4.10-3	2460	1410	3,0.104	0,78	4,1.10-4	336000	3,45
	1.10-4	560	630	3,9.10-3	0,94	6,3.10-4	55,2	2,23
	1.10-5	260	298	2,9.10-2	1,08			
0,3	4.10-3	10000	7090	4,8.10-3	1,12	4,0.10-4	130000	3,31
	1.10-4	2210	2275	5,5.10-4	0,76	2,6.10-4	1,5.10-2	1.15

Tableau A-1. Paramètres des lois puissances identifiées et nombre de cycles calculé. Meulé, milieu eau primaire REP.

La comparaison des cinétiques estimées à partir des mesures d'interstrie avec un essai interrompu à la vitesse de  $1.10^{-4}$  s<sup>-1</sup> montre que les vitesses de propagation déduites de la distance interstrie sont en accord avec les essais, *cf.* Figure A-11.



Figure A-11. Comparaison du nombre de cycles déterminés numériquement (en rouge) avec les données expérimentales (en bleu) sur les essais interrompus et à rupture. Meulé, milieu eau primaire REP,  $\pm$  0,6 %, 1.10<sup>4</sup> s<sup>1</sup>.

Les mesures d'interstrie permettent de correctement estimer les vitesses de propagation pour les vitesses de déformation de  $1.10^{-4}$  et  $1.10^{-5}$  s<sup>-1</sup>, quelle que soit l'amplitude. A la vitesse de déformation la plus rapide, un écart significatif est observé.

# • Discussion et synthèse

La méthode consistant à utiliser les mesures d'interstrie afin d'estimer les vitesses de propagation des fissures a été appliquée à un certain nombre de conditions. La réalisation de ces calculs a permis de montrer que la profondeur finale considérée n'avait qu'un faible impact sur le nombre de cycles calculé puisque les fissures ont alors des vitesses de propagation importantes. Le paramètre  $a_0$  fixant la profondeur initiale a plus d'importance. En effet, selon les conditions de sollicitations, les vitesses de propagation peuvent être très faibles (environ 4.10<sup>-8</sup> m/cycle) lors des premiers microns de la propagation et une légère variation de la valeur de  $a_0$  impacte alors le nombre de cycles calculé. Malgré tout, une profondeur de matière fissurée comprise entre 10 et 20 µm semble correcte pour les conditions étudiées.

Dans l'environnement air, quelles que soient les conditions de sollicitations, les mesures d'interstries ne permettent pas de correctement estimer les vitesses de propagation. L'utilisation des stries comme indicateur de la vitesse de propagation conduit à surestimer la vitesse de propagation d'un facteur compris entre 1,3 et 2,2 pour les conditions étudiées (état de surface et vitesse de déformation).

En milieu eau primaire REP, les mesures d'interstries permettent une bonne évaluation des durées de vie pour les vitesses de déformation de 1.10<sup>-4</sup> et 1.10<sup>-5</sup> s<sup>-1</sup>. Les vitesses de propagation des fissures sont correctement évaluées sur l'ensemble des profondeurs concernées. A la vitesse de déformation la plus rapide, le nombre de cycles calculé est trop faible, les vitesses de propagation déduites des mesures d'interstries sont trop importantes. Ce résultat avait déjà été observé avec l'état de surface poli.

**R**EFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

# **REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES :**

AKAMATSU, M. et CHEVALIER, E., 2001. Caractérisation chimique et mécanique des matériaux approvisionnés pour l'étude du comportement cyclique des aciers inoxydables austénitiques.

ALAIN, R., 1993. Comportement en fatigue plastique d'un acier inoxydable austénitique type 316L entre 20 et 600°C; Etude des facteurs gouvernant la durée de vie. Thèse de l'Université de Poitiers.

ALAIN, R., VIOLAN, P. et MENDEZ, J., 1997. Low cycle fatigue behavior in vacuum of a 316L type austenitic stainless steel between 20 and 600 ° C Part I : fatigue resistance and cyclic behavior. Dans : *Materials Science and Engineering: A* [en ligne]. 1997. Vol. 229, n° 1-2, p. 87-94.

ALTENBERGER, I. et SCHOLTES, B., 1999. Improvement of fatigue behaviour of mechanically surface treated materials by annealing. Dans : *Scripta Materialia*. 1999. Vol. 41, n° 8, p. 873-881.

BASTIEN, P. et AZOU, P., 1951. Influence de l'amplitude et de la vitesse des déformations plastiques sur la ségrégation de l'hydrogène dans le fer et les aciers. Dans : *Compte rendu de l'Académie des Sciences*. 1951. Vol. 232, p. 69-71.

BATHIAS, C. et BAÏLON, J.P., 1997. La fatigue des matériaux et des structures. 2ème éditi. Hermès.

BATHIAS, C. et PELLOUX, R.M., 1973. Fatigue crack propagation in martensitic and austenitic steels. Dans : *Metallurgical Transactions* [en ligne]. 1973. Vol. 4, n° 5, p. 1265-1273.

BAUDRY, G. et PINEAU, A., 1977. Influence of strain-induced martensitic transformation on the low-cycle fatigue behavior of a stainless steel. Dans : *Materials Science and Engineering* [en ligne]. 1977. Vol. 28, n° 2, p. 229-242.

BEACHEM, C.D., 1972. A new model for hydrogen-assisted cracking (hydrogen « embrittlement »). Dans : *Metallurgical Transactions* [en ligne]. 1972. Vol. 3, n° 2, p. 441-455.

BELAMRI, C., 1986. 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). Thèse de l'Université de Poitiers.

BELO, M.D., WALLS, M., HAKIKI, N.E., CORSET, J., PICQUENARD, E., SAGON, G. et NOEL, D., 1998. Composition, structure and properties of the oxide films formed on the stainless steel 316L in a primary type PWR environment. Dans : *Corrosion Science* [en ligne]. 1998. Vol. 40, p. 447-463.

BELOTTEAU, J., 2009. Prévision de la déchirure ductile des aciers au C-Mn en présence de vieillissement statique et dynamique. Thèse de l'Ecole Centrale Paris.

BEN FREDJ, N., SIDHOM, H. et BRAHAM, C., 2006. Ground surface improvement of the austenitic stainless steel AISI 304 using cryogenic cooling. Dans : *Surface and Coatings Technology* [en ligne]. avril 2006. Vol. 200, n° 16-17, p. 4846-4860.

BIRNBAUM, H.K. et SOFRONIS, P., 1994. Hydrogen-enhanced localized plasticity - A mechanism for hydrogen-related fracture. Dans : *Materials Science and Engineering:* A [en ligne]. 1994. Vol. 176, n° 1, p. 191-202.

BRESSERS, J., 1987. Fatigue and microstructure. Dans : MARRIOTT, J B, MERZ, M, NIHOUL, J et WARD, J (éd.), *High Temperature Alloys, Their Exploitable Potential*. Elsevier Applied Science, Amsterdam. 1987. p. 385-410.

CARPINTERI, A., 1993. Shape change of surface cracks in round bars under cyclic axial loading. Dans : *International Journal of Fatigue* [en ligne]. 1993. Vol. 15, p. 21-26.

CASSAGNE, T., 1990. Le modèle de clivage induit par un film. Dans : LES EDITIONS DE PHYSIQUE (éd.), *Corrosion sous contrainte-phénoménologie et mécanismes*. Ecole d'automne. Bombannes : D. Desjardins et R.Oltra. 1990. p. 373-396.

CHOPRA, O.K., 1998. Effects of LWR Coolant Environments on Fatigue Design Curves of Austenitic Stainless Steels. Dans : NUREG/CR-5704, ANL-98/31. 1998.

CHOPRA, O.K., 2002. Mechanism and estimation of fatigue crack initiation in austenitic stainless steels in LWR environments. Washington DC.

CHOPRA, O.K., GARUD, Y. et STEVENS, G.L., 2012. Update of NUREG/CR-6909 Methodology for Environmentally Assisted Fatigue (EAF) - Revised Fen Expressions.

CHOPRA, O.K. et GAVENDA, D.J., 1997. Effects of LWR coolant environments on fatigue lives of austenitic stainless steels. Dans : *Pressure Vessel and Piping Codes and Standards - ASME* [en ligne]. New York : American Society of Mechanical Engineers. 1997. p. 87–97.

CHOPRA, O.K. et SHACK, W.J., 2007. Effect of LWR Coolant Environments on the Fatigue Life of Reactor Materials. Dans : *NUREG/CR-6909, ANL-06/08.* 2007.

CHOPRA, O.K. et SMITH, J.L., 1998. Estimation of Fatigue Strain–Life Curves for Austenitic Stainless Steels in Light Water Reactor Environments; Fatigue Environmental Factors and New Materials. Dans : H. S. MEHTA J. A. TODD, S. YUKAWA, M. ZAKO, W. H. BAMFORD, M. HIGUCHI, E. JONES, H. NICKEL AND S. RAHMAN, R W Swindeman (éd.), *Pressure Vessel and Piping Codes and Standards - ASME*. New York : American Society of Mechanical Engineers. 1998. p. 249–259.

CHOPRA, O.K. et STEVENS, G.L., 2014. Effect of LWR coolant environments on the fatigue life of reactor materials. Dans : NUREG/CR-6909, Rev. 1, ANL-12/60. 2014.

COFFIN, L.F., 1973. Fatigue at high temperature. Dans : *Fatigue at elevated temperatures*. American S. American Society for Testing and Materials. p. 5-34.

COFFIN, L.F., CARDEN, A.E., MANSON, S., SEVERUD, L.K. et GREENSTREET, W.L., 1977. *Time dependent fatigue of structural alloys. A general assessement.* Oak Ridge.

COUDREUSE, L., 1990. Fragilisation par l'hydrogène et corrosion sous contrainte, , Bombannes, 397, 423. Dans : LES EDITIONS DE PHYSIQUE (éd.), *Corrosion sous contrainte-Phénoménologies et Mécanismes*. Ecole d'automne. Bombannes : D. Desjardins et R.Oltra. 1990. p. 397-424.

DE ALMEIDA, L.H. et MONTEIRO, S.N., 1976. The significance of Dynamic Strain Aging in Austenitic Stainless Steel. Dans : *Second International Conference on Mechanical Behavior of Materials*. Boston : s.n. 1976. p. 1697-1701.

DE BAGLION, L., 2011. 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 [en ligne]. Thèse de doctorat ENSMA - Poitiers.

DE BAGLION, L. et MENDEZ, J., 2010. Low cycle fatigue behavior of a type 304L austenitic stainless steel in air or in vacuum, at 20 degrees C or at 300 degrees C: relative effect of strain rate and environment. Dans : LUKAS, P (éd.), *Procedia Engineering* [en ligne]. 2010. Vol. 2, n° 1, p. 2171-2179.

DE BAGLION, L., MENDEZ, J., LE DUFF, J.-A. et LEFRANÇOIS, A., 2012. Influence of PWR primary water on LCF behavior of type 304L austenitic stainless steel at 300°C - Comparison with results obtained in vacuum or in air. Dans : *Pressure Vessels and Piping Conference - ASME*. Toronto, Canada : s.n. 2012.

DE LOS RIOS, E.R., WALLEY, A., MILAN, M.T. et HAMMERSLEY, G., 1995. Fatigue crack initiation and propagation on shot-peened surfaces in A316 stainless steel. Dans : *International Journal of Fatigue*. 1995. Vol. 17, n° 7, p. 493-499.

FORD, F.P., 1984. Current understanding of the mechanisms of stress corrosion and corrosion fatigue. Dans : *Environment-sensitive fracture: evaluation and comparison of test methods.* ASTM STP 821. p. 32-51.

FORD, F.P., 1996. Quantitative prediction of environmentally assisted cracking. Dans : *Corrosion* [en ligne]. 1996. Vol. 52, n° 5, p. 375-395.

GALVELE, J.R., 1993. Surface mobility mechanism of stress-corrosion cracking. Dans : *Corrosion science*. 1993. Vol. 35, n° 1, p. 419-434.

GARCIA, A., 2009. Caractérisation microstructurale d'aciers inoxydables austénitiques de type AISI 304L sollicités en fatigue. Institut Polytechnique de Grenoble.

GARNIER, J., 2007. Déformation sous flux des aciers austénitiques des structures internes des réacteurs à eau pressurisée. Thèse de doctorat de l'Institut National Polytechnique de Grenoble.

GERLAND, M., ALAIN, R., AIT SAADI, B. et MENDEZ, J., 1997. Low cycle fatigue behaviour in vacuum of a 316L-type austenitic stainless steel between 20 and 600°C—Part II: Dislocation structure evolution and correlation with cyclic behaviour. Dans : *Materials Science and Engineering: A* [en ligne]. 1997. Vol. 229, n° 1, p. 68-86.

GERLAND, M., MENDEZ, J., LEPINOUX, J. et VIOLAN, P., 1993. Dislocation-structure and corduroy contrast in a 316L alloy fatigued at (0.3-0.5) T(m). Dans : *Materials Science and Engineering:* A [en ligne]. 1993. Vol. 164, p. 226-229.

GERLAND, M., MENDEZ, J., VIOLAN, P. et SAADI, B.A., 1989. Evolution of dislocationstructures and cyclic behavior of a 316L-type austenitic stainless-steel cycled in vacuum at roomtemperature. Dans : *Materials Science and Engineering: A* [en ligne]. 1989. Vol. 118, p. 83-95.

GILMAN, J.D., 1985. Application of a model for predicting corrosion fatigue crack growth in reactor pressure vessel steels in LWR environments. Dans : *Predictive capabilities in environmentally assisted cracking*. Sendai, Japan : s.n. 1985.

GUO, Y.B., WARREN, A.W. et HASHIMOTO, F., 2010. The basic relationships between residual stress, white layer, and fatigue life of hard turned and ground surfaces in rolling contact. Dans : *CIRP Journal of Manufacturing Science and Technology* [en ligne]. janvier 2010. Vol. 2, n° 2, p. 129-134.

GUTMAN, E.M., 2003. Notes on the discussion concerning the « surface mobility mechanism » of stress corrosion cracking. Dans : *Corrosion science*. 2003. Vol. 45, n° 9, p. 2105-2117.

HAMDI, F. et ASGARI, S., 2008. Evaluation of the role of deformation twinning in work hardening behavior of face-centered-cubic polycrystals. Dans : *Metallurgical and Materials Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science* [en ligne]. 2008. Vol. 39A, p. 294-303 ST - Evaluation of the role of deformatio.

HASHIMOTO, F., GUO, Y.B. et WARREN, A.W., 2006. Surface integrity difference between hard turned and ground surfaces and its impact on fatigue life. Dans : *Annals of the CIRP*. 2006. Vol. 55, n° 2, p. 5-8.

HENAFF, G., MARCHAL, K. et PETIT, J., 1995. On fatigue crack propagation enhancement by a gaseous atmosphere: experimental and theoretical aspects. Dans : *Acta metallurgica et materialia* [en ligne]. 1995. Vol. 43, n° 8, p. 2931-2942.

HÉNAFF, G. et MOREL, F., 2005. Fatigue des structures: endurance, critères de dimensionnement, propagation des fissures, rupture. Ellipses.

HENNESSY, D., STECKEL, G. et ALTSTETTER, C., 1976. Phase transformation of stainless steel during fatigue. Dans : *Metallurgical Transactions A* [en ligne]. 1976. Vol. 7, n° 3, p. 415-424.

HIGUCHI, M. et IIDA, K., 1991. Fatigue strength correction factors for carbon and low-alloy steels in oxygen-containing high-temperature water. Dans : *Nuclear Engineering and Design* [en ligne]. 1991. Vol. 129, n° 3, p. 293-306.

HIGUCHI, M., NAKAMURA, T. et SUGIE, Y., 2009. Updated knowledge implemented to the revision of environmnetal evaluation method for nuclear power plants in JSME code. Dans : *Pressure Vessels and Piping Conference - ASME*. Prague, Czech Republic : ASME. 2009. p. 1-10.

HIGUCHI, M., NOMURA, Y., SAKAGUCHI, K. et HIRANO, A., 2007. Final proposal of environmental fatigue life correction factor (Fen) for structural materials in LWR water environment. Dans : HASEGAWA, K et SCARTH, D A (éd.), *Pressure Vessels and Piping Conference - ASME* [en ligne]. s.n. 2007. p. 111-122.

HIGUCHI, M., SAKAGUCHI, K. et NOMURA, Y., 2007. Effects of strain holding and continuously changing strain rate on fatigue life reduction of structural materials in simulated

LWR water. Dans : HASEGAWA, K et SCARTH, D A (éd.), Pressure Vessels and Piping Conference - ASME [en ligne]. s.n. 2007. p. 1-9.

HOLZAPFEL, H., SCHULZE, V., VOHRINGER, O. et MACHERAUCH, E., 1998. Residual stress relaxation in an AISI 4140 steel due to quasistatic and cyclic loading at higher temperatures. Dans : *Materials Science and Engineering: A* [en ligne]. 1998. Vol. 248, p. 9-18.

HONG, S.G., LEE, K.O. et LEE, S.B., 2005. Dynamic strain aging effect on the fatigue resistance of type 316L stainless steel. Dans : *International Journal of Fatigue*. 2005. Vol. 27, n° 10, p. 1420-1424.

HONG, S.G. et LEE, S.B., 2004. Dynamic strain aging under tensile and LCF loading conditions, and their comparison in cold worked 316L stainless steel. Dans : *Journal of Nuclear Materials*. 2004. Vol. 328, n° 2, p. 232-242.

HORNBOGEN, E., 1978. Martensitic transformation at a propagating crack. Dans : *Acta Metallurgica* [en ligne]. 1978. Vol. 26, n° 1, p. 147-152.

HUIN, N., 2013. Environmental effect on cracking of a 304L austenitic stainless steel in PWR primary environment under cyclic loading. Thèse de doctorat ENSMA - Poitiers.

IRWIN, G.R., 1957. Analysis of stresses and strains near the end of a crack traversing a plate. Dans : *Journal of Applied Mechanics*. 1957.

JENKINS, C.F. et SMITH, G. V, 1969. Serrated plastic flow in stable austenitic stainless steels based on Fe/Ni, showing strength dependence on C and/or Cr presence. Dans : *Transactions of the Metallurgical Society of Aime*. 1969. Vol. 245, n° 10, p. 2149-2156.

JNES, 2007. Final report of EFT project.

JONES, D.A., 1996. Localized surface plasticity during stress corrosion cracking. Dans : *Corrosion* [en ligne]. 1996. Vol. 52, p. 356-362 ST - Localized surface plasticity during .

KACHANOV, M. et LAURES, J.-P., 1989. Three-dimensional problems of strongly interacting arbitrarily located penny-shaped cracks. Dans : *International Journal of Fracture*. 1989. Vol. 41, p. 289-313.

KAMAYA, M., 2006. Stress Intensity Factors of Surface Crack with Undulated Front. Dans : *JSME International Journal Series A Solid Mechanics and Material Engineering*. 2006. Vol. 49, n° 4, p. 529-535.

KAMAYA, M., 2008. Influence of the interaction on stress intensity factor of semielliptical surface cracks. Dans : *Journal of Pressure Vessel Technology*. 2008. Vol. 130, n° 1.

KAMAYA, M., 2013. Environmental effect on fatigue strength of stainless steel in PWR primary water – Role of crack growth acceleration in fatigue life reduction. Dans : *International Journal of Fatigue* [en ligne]. octobre 2013. Vol. 55, p. 102-111.

KAMAYA, M., 2015. Low-cycle fatigue crack growth prediction by strain intensity factor. Dans : *International Journal of Fatigue* [en ligne]. mars 2015. Vol. 72, p. 80-89.

KAMAYA, M. et HARUNA, T., 2006. Crack initiation model for sensitized 304 stainless steel in high temperature water. Dans : *Corrosion Science* [en ligne]. 2006. Vol. 48, n° 9, p. 2442-2456.

KAMAYA, M. et KAWAKUBO, M., 2012. Strain-based modeling of fatigue crack growth – An experimental approach for stainless steel. Dans : *International Journal of Fatigue* [en ligne]. novembre 2012. Vol. 44, p. 131-140.

KANASAKI, H., UMEHARA, R., MIZUTA, H. et SUYAMA, T., 1997. Effects of Strain Rate and Temperature Change on the Fatigue Life of Stainless Steel in PWR Primary Water. Dans : *14th International Conference on Structural Mechanics in Reactor Technology*. Lyon, France : s.n. 1997. p. 485 – 493.

KIM, Y.J., 1995. Characterization of the oxide film formed on type 316 stainless steel in 288 C water in cyclic normal and hydrogen water chemistries. Dans : *Corrosion* [en ligne]. 1995. Vol. 51, n° 11, p. 849-860.

KIM, Y.J., 1999. Analysis of oxide film formed on type 304 stainless steel in 288 degrees C water containing oxygen, hydrogen, and hydrogen peroxide. Dans : *Corrosion* [en ligne]. 1999. Vol. 55, p. 81-88.

KODAMA, S., 1972. The behavior of residual stress during fatigue stress cycles. Dans : *Proceedings of the International Conference on Mechanical Behavior of Metals II*. Kyoto : Society of Material Science. 1972. p. 111-118.

KOJIMA, M., FUNAI, M., DOZAKI, T., WATANABE, O. et MATSUDA, A., 2013. Effect of strain rate and hold time in creep-fatigue test. Dans : *Pressure Vessels and Piping Conference - ASME*. Paris, France : s.n. 2013. p. 1-9.

LAAMOURI, A., SIDHOM, H. et BRAHAM, C., 2013. Evaluation of residual stress relaxation and its effect on fatigue strength of AISI 316L stainless steel ground surfaces: Experimental and numerical approaches. Dans : *International Journal of Fatigue* [en ligne]. mars 2013. Vol. 48, p. 109-121.

LACOMBE, P., 1985. L'effet Portevin-Le Chatelier: ses caractéristiques et ses conséquences sur les hétérogénéités de déformation plastique. Dans : *Matériaux et techniques*. 1985. Vol. 73, n° 8-9, p. E5-E15.

LE DUFF, J.-A., LEFRANÇOIS, A. et VERNOT, J.P., 2008. Effects of surface finish and loading conditions on the low cycle fatigue behavior of austenitic stainless steel in PWR environment - comparison of LCF test results with NUREG / CR-6909 life estimations. Dans : *Pressure Vessels and Piping Conference - ASME* [en ligne]. Chicago, Illinois, USA : ASME. 2008. p. 1-10.

LE DUFF, J.-A., LEFRANÇOIS, A. et VERNOT, J.P., 2009. Effects of Surface Finish and Loading Conditions on the Low Cycle Fatigue Behavior of Austenitic Stainless Steel in PWR Environment for Various Strain Amplitude Levels. Dans : *Pressure Vessels and Piping Conference -ASME*. Prague, Czech Republic : ASME. 2009. p. 1-8.

LE DUFF, J.-A., LEFRANÇOIS, A., VERNOT, J.P. et BOSSU, D., 2010. Effect of loading signal shape and of surface finish on the low cycle fatigue behavior of 304L stainless steel in

PWR environment. Dans : *Pressure Vessels and Piping Conference - ASME* [en ligne]. Bellevue, Washington, USA : Amer Soc Mechanical Engineers. 2010. p. 1-9.

LE PÉCHEUR, A., 2008. Fatigue thermique d'un acier inoxydable austénitique : influence de l'état de surface par une approche multi-échelles. Thèse de l'Ecole Centrale de Paris.

LE ROUX, J.-C., 2004. Influence des paramètres métallurgiques et d'essai sur l'amorçage des fissures de fatigue en déformation imposée des aciers inoxydables austénitiques.

LE ROUX, J.-C., TAHERI, S., SERMAGE, J.P., COLIN, J. et FATEMI, A., 2008. Cyclic Deformation and Fatigue Behaviors of Stainless Steel 304L Including Mean Stress and Pre-Straining Effects. Dans : *Pressure Vessels and Piping Conference - ASME*. Chicago : s.n. 2008.

LEAX, T.R., 1998. Statistical models of mean stress and water environment effects on the fatigue behavior of 304 stainless steel.

LECROISEY, F. et PINEAU, A., 1972. Martensitic transformations induced by plastic deformation in the Fe-Ni-Cr-C system. Dans : *Metallurgical Transactions* [en ligne]. 1972. Vol. 3, n° 2, p. 391-400.

LEE, J.M. et NAM, S.W., 1990. Effect of crack initiation mode on low cycle fatigue life of type 304 stainless steel with surface roughness. Dans : *Materials letters*. 1990. Vol. 10, n° 6, p. 223-230.

LEE, W.S. et LIN, C.F., 2000. The morphologies and characteristics of impact-induced martensite in 304L stainless steel. Dans : *Scripta Materialia* [en ligne]. 2000. Vol. 43, n° 8, p. 777-782.

LEHERICY, Y., 2007. Endommagement et cumul de dommage en fatigue dans le domaine de l'endurance limitée d'un acier inoxydable austénitique 304L. Thèse de l'Université de Poitiers.

LEVAILLANT, C., PINEAU, A. et REZGUI, B., 1979. Effets de l'environnement et du temps de maintien sur le comportement en fatigue oligocyclique de l'acier inoxydable 316L à haute température. Dans : *International conference on mechanical behaviour of materials.* s.n. 1979.

LOGAN, H.L., 1952. Film-rupture mechanism of stress corrosion. Dans : Journal of Research of the National Bureau of Standards [en ligne]. 1952. Vol. 48, n° 2, p. 99-105.

LYNCH, S.P., 1988. Environmentally assisted cracking: overview of evidence for an adsorptioninduced localised-slip process. Dans : *Acta Metallurgica* [en ligne]. 1988. Vol. 36, n° 10, p. 2639-2661.

MAGNIN, T., 1992. A unified model for trans and intergranular stress corrosion cracking. Dans : *Corrosion-Deformation Interactions*. s.n. 1992. p. 27-41.

MAGNIN, T., CHAMBREUIL, A. et BAYLE, B., 1996. The corrosion-enhanced plasticity model for stress corrosion cracking in ductile fcc alloys. Dans : *Acta Materialia* [en ligne]. 1996. Vol. 44, p. 1457-1470.

MAIYA, P.S., 1981. Effects of wave shape and ultrahigh vacuum on elevated-temperature low cycle fatigue in type 304 stainless steel. Dans : *Materials Science and Engineering*. 1981. Vol. 47, p. 13-21.

MAIYA, P.S. et MAJUMDAR, S., 1977. Elevated-temperature low-cycle fatigue behavior of different heats of type 304 stainless steel. Dans : *Metallurgical Transactions A*. 1977. Vol. 8, n° A, p. 1651-1660.

MAJUMDAR, S. et MAIYA, P.S., 1978. Wave-shape effects in elevated-temperature low-cycle fatigue of type 304 stainless steel. Dans : *Pressure Vessel and Piping Codes and Standards - ASME*. Montreal : s.n. 1978. p. 43-54.

MCCORMICK, P.G., 1986. Dynamic strain ageing. Dans : Transactions of the Indian Institute of Metals [en ligne]. 1986. Vol. 39, n° 2, p. 98-106.

MCCORMICK, P.G., 1988. Theory of flow localization due to dynamic strain ageing. Dans : *Acta Metallurgica* [en ligne]. 1988. Vol. 36, p. 3061-3067.

MCEVILY, A.J. et VELAZQUEZ, J.L.G., 1992. Fatigue crack tip deformation - Processes as influenced by the environment. Dans : *Metallurgical Transactions A* [en ligne]. 1992. Vol. 23, n° 8, p. 2211-2221.

MENDEZ, J., 1999. On the effects of temperature and environment on fatigue damage processes in Ti alloys and in stainless steel. Dans : *Materials Science and Engineering:* A [en ligne]. 1999. Vol. 263, p. 187-192.

MEYERS, M.A., VOHRINGER, O. et LUBARDA, V.A., 2001. The onset of twinning in metals: A constitutive description. Dans : *Acta Materialia* [en ligne]. 2001. Vol. 49, p. 4025-4039 ST - The onset of twinning in metals: A.

MILLER, K.J., 1995. Damage in Fatigue: A New Outlook. Dans : *Pressure Vessel and Piping Codes and Standards - ASME*. New York : American Society of Mechanical Engineers. 1995. p. 191–192.

MINEUR, M., VILLECHAISE, P. et MENDEZ, J., 2000. Influence of the crystalline texture on the fatigue behavior of a 316L austenitic stainless steel. Dans : *Materials Science and Engineering: A* [en ligne]. 2000. Vol. 286, n° 2, p. 257-268.

MURAKAMI, Y., 1987. Stress intensity factor handbook. vol. 2. Pergamon Press.

MURR, L.E., STAUDHAMMER, K.P. et HECKER, S.S., 1982. Effects of strain state and strain rate on deformation-induced transformation in 304 stainless steel: Part II. Microstructural study. Dans : *Metallurgical Transactions A* [en ligne]. 1982. Vol. 13, n° 4, p. 627-635.

NEWMAN, R.C., 1994. Developments in the slip-dissolution model of stress corrosion cracking. Dans : *Corrosion* [en ligne]. 1994. Vol. 50, n° 9, p. 682-686.

NIKITIN, I. et BESEL, M., 2008. Correlation between residual stress and plastic strain amplitude during low cycle fatigue of mechanically surface treated austenitic stainless steel AISI 304 and ferritic–pearlitic steel SAE 1045. Dans : *Materials Science and Engineering: A* [en ligne]. septembre 2008. Vol. 491, n° 1-2, p. 297-303.

NODA, N.A., KOBAYASHI, K. et OOHASHI, T., 2001. Variation of the stress intensity factor along the crack front of interacting semi-elliptical surface cracks. Dans : *Archive of Applied Mechanics* [en ligne]. 2001. Vol. 71, p. 43-52.

NOMURA, Y., ASADA, S., NAKAMURA, T. et TANAKA, M., 2010. Effects of continuous strain rate changing on environmental fatigue for stainless steels in PWR environment. Dans : *Pressure Vessels and Piping Conference - ASME* [en ligne]. Bellevue, Washington, USA : s.n. 2010. p. 1-6.

OBRTLIK, K., KRUML, T. et POLAK, J., 1994. Dislocation-structures in 316L stainless-steel cycled with plastic strain amplitudes over a wide interval. Dans : *Materials Science and Engineering: A* [en ligne]. 1994. Vol. 187, p. 1-9.

OBRTLIK, K., POLAK, J., HAJEK, M. et VASEK, A., 1997. Short fatigue crack behaviour in 316L stainless steel. Dans : *International Journal of Fatigue* [en ligne]. 1997. Vol. 19, n° 6, p. 471-475.

OKAZAKI, M., HATTORI, I., SHIRAIWA, F. et KOIZUMI, T., 1983. Effect of strain wave shape on low-cycle fatigue crack propagation of SUS 304 stainless steel at elevated temperatures. Dans : *Metallurgical Transactions A*. 1983. Vol. 14A, n° August, p. 1649-1659.

ORIANI, R.A. et JOSEPHIC, P.H., 1974. Equilibrium aspects of hydrogen-induced cracking of steels. Dans : *Acta Metallurgica* [en ligne]. 1974. Vol. 22, n° 9, p. 1065-1074.

PETCH, N.J., 1956. The lowering of fracture-stress due to surface adsorption. Dans : *Philosophical Magazine* [en ligne]. 1956. Vol. 1, n° 4, p. 331-337.

PETITJEAN, S., 2003. Influence de l'état de surface sur le comportement en fatigue à grand nombre de cycles de l'acier inoxydable austénitique 304L. Thèse de l'Université de Poitiers.

PICKERING, F.B., 1978. *Physical metallurgy and the design of steels*. Londres : Applied Science Publishers.

PICKERING, F.B., 1984. Physical metallurgical development of stainless steel. Dans : *Proceedings of the Stainless Steels Conference*. Göteborg : s.n. 1984. p. 2-28.

PORTEVIN, A. et LE CHATELIER, F., 1923. Sur un phénomène observé lors de l'essai de traction d'alliages en cours de transformation. Dans : *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences*. 1923. Vol. 176, p. 507-510.

RAJASEKARAN, B., GANESHSUNDARARAMAN, S., JOSHI, S. et SUNDARARAJAN, G., 2009. Effect of grinding on plain fatigue and fretting fatigue behaviour of detonation gun sprayed Cu–Ni–In coating on Al–Mg–Si alloy. Dans : *International Journal of Fatigue* [en ligne]. avril 2009. Vol. 31, n° 4, p. 791-796.

RAMAN, S.G.S. et PADMANABHAN, K.A., 1995. Effect of electropolishing on the room-temperature low-cycle fatigue behaviour of AISI 304LN stainless steel. Dans : *International Journal of Fatigue* [en ligne]. 1995. Vol. 17, n° 3, p. 179-182.

RAPHET, B., 2008. États de surface - Caractérisation. s.n.

RENAULT, A., GARNIER, J., JAILLET, A., BARCELO, F., TOURNIÉ, I. et GUILBERT, T., 2006. *Identification des mécanismes de déformation plastique dans l'acier austénitique inoxydable 304L.* 

SCOTT, T.E. et TROIANO, A.R., 1960. Interstitials and fracture of metals. Dans : *Nature* [en ligne]. 1960. Vol. 185, p. 372-373.

SHACK, W.J. et KASSNER, T.F., 1994. Review of environmental effects on fatigue crack growth of austenitic stainless steels.

SHOJI, T., TAKAHASHI, H., SUZUKI, M. et KONDO, T., 1981. A new parameter for characterizing corrosion fatigue crack-growth. Dans : *Journal of Engineering Materials and Technology-Transactions of the Asme* [en ligne]. 1981. Vol. 103, n° 4, p. 298-304.

SIERADZKI, K. et FRIEDERSDORF, F.J., 1994. Notes on the surface mobility mechanism of stress-corrosion cracking. Dans : *Corrosion science*. 1994. Vol. 36, n° 4, p. 669-675.

SIERADZKI, K. et NEWMAN, R.C., 1985. Brittle behaviour of ductile metals during stress corrosion cracking. Dans : *Philosophical Magazine A*. 1985. Vol. 51, p. 95-132.

SMITH, D.J., FARRAHI, G.H., ZHU, W.X. et MCMAHON, C.A., 2001. Experimental measurement and finite element simulation of the interaction between residual stresses and mechanical loading. Dans : *International Journal of Fatigue* [en ligne]. 2001. Vol. 23, p. 293-302 ST - Experimental measurement and finite .

SMITH, J.L. et CHOPRA, O.K., 1999. Crack initiation in smooth fatigue specimens of austenitic stainless steel in Light Water Reactor environments. Dans : *Operations, Applications, and Components* – *PVP*. 1999. Vol. 395, p. 235–242.

SOCIÉTÉ STIL, 2015. STIL SA - Principe de l'imagerie confocale chromatique. Dans : [en ligne]. 2015.

SOULAS, R., CHEYNET, M., RAUCH, E., NEISIUS, T., LEGRAS, L., DOMAIN, C. et BRECHET, Y., 2013. TEM investigations of the oxide layers formed on a 316L alloy in simulated PWR environment. Dans : *Journal of Materials Science*. 2013. Vol. 48, n° 7, p. 2861-2871.

SRINIVASAN, V.S., NAGESHA, A., VALSAN, M., BHANU SANKARA RAO, K., MANNAN, S.L. et SASTRY, D.H., 1999. Effect of hold-time on low cycle fatigue behaviour of nitrogen bearing 316L stainless steel. Dans : *International Journal of Pressure Vessels and Piping*. 1999. Vol. 76, p. 863-870.

SRINIVASAN, V.S., VALSAN, M., SANDHYA, R., RAO, K.B.S., MANNAN, S.L. et SASTRY, D.H., 1999. High temperature time-dependent low cycle fatigue behaviour of a type 316L(N) stainless steel. Dans : *International Journal of Fatigue*. 1999. Vol. 21, n° 1, p. 11-21.

STELLWAG, B., 1998. The mechanism of oxide film formation on austenitic stainless steels in high temperature water. Dans : *Corrosion Science* [en ligne]. 1998. Vol. 40, p. 337-370.

STOLARZ, J., BAFFIE, N. et MAGNIN, T., 2001. Fatigue short crack behaviour in metastable austenitic stainless steels with different grain sizes. Dans : *Materials Science and Engineering: A* [en ligne]. 2001. Vol. 319, p. 521-526.

STROH, A.N., 1954. The formation of cracks as a result of plastic flow. Dans : *Proceedings of the Royal Society of London A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences.* 1954. Vol. 223, n° 1154, p. 404-414.

TALONEN, J., ASPEGREN, P. et HANNINEN, H., 2004. Comparison of different methods for measuring strain induced alpha '-martensite content in austenitic steels. Dans : *Materials Science and Technology* [en ligne]. 2004. Vol. 20, p. 1506-1512 ST - Comparison of different methods fo.

TICE, D., 1991. Assessment of environmentally assisted cracking in PWR pressure-vessel steels. Dans : *International Journal of Pressure Vessels and Piping* [en ligne]. 1991. Vol. 47, p. 113-126.

TICE, D., PLATTS, N., RIGBY, K., STAIRMAND, J. et SWAN, D., 2005. Influence of PWR primary coolant environment on corrosion fatigue crack growth of austenitic stainless steel. Dans : *Pressure Vessels and Piping Conference - ASME* [en ligne]. s.n. 2005. p. 1-13.

TSUTSUMI, K., DODO, T., KANASAKI, H., NOMOTO, S., MINAMI, Y. et NAKAMURA, T., 2001. Fatigue behavior of stainless steel under conditions of changing strain rate in PWR primary water. Dans : *Pressure Vessel and Piping Codes and Standards - ASME*. New York : ASME. 2001. p. 135–141.

U.S. NUCLEAR REGULATORY COMMISSION, 2007. 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. Washington, DC.

U.S. NUCLEAR REGULATORY COMMISSION, 2014. Guidelines for evaluating the effects of lightwater reactor coolant environments in fatigue analyses of metal components.

VORMWALD, M. et SEEGER, T., 1991. The consequences of short crack closure on fatigue crack growth under variable amplitude loading. Dans : *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*. 1991. Vol. 14, n° 213, p. 205-225.

WAGNER, L. et LÜTJERING, G., 1990. Influence of surface condition on fatigue strength. Dans : *Proceedings of the 4th Int. Conf. on Fatigue and Fatigue Thresholds, FATIGUE 90*. Honolulu : s.n. 1990. p. 323-328.

WAS, G.S., 2011. Materials degradation course for engineers in the nuclear industry : *The reactor envrionment and material degradation modes*. Moret-sur-Loing, France.

WIRE, G.L., EVANS, W.M. et MILLS, W.J., 2005. Fatigue crack propagation of 304 stainless steel in high temperature water-additional tests and data correlation. Dans : *Pressure Vessels and Piping Conference - ASME* [en ligne]. s.n. 2005. p. 207-222.

YAMAGUCHI, K. et KANAZAWA, K., 1980. Effect of strain wave shape on high temperature fatigue life of a type 316 steel and application of the strain range partitioning method. Dans : *Metallurgical Transactions A*. 1980. Vol. 11A, n° December, p. 2019-2027.

#### Résumé :

Le dimensionnement en fatigue des composants de centrales nucléaires prend en compte l'influence de nombreux paramètres tels que l'état de surface, les effets d'échelle, la variabilité du matériau, ... Afin d'optimiser ce dimensionnement, il est nécessaire de comprendre le rôle joué par ces différents facteurs et d'identifier leurs interactions potentielles avec le milieu eau primaire REP (Réacteur à Eau Pressurisée).

Dans cette étude, l'influence de l'environnement sur un acier inoxydable austénitique 304L en fatigue oligocyclique, mise en évidence par des essais conduits sous vide, dans l'air et en milieu eau primaire REP, est analysée en fonction de l'état de surface initial (état poli ou meulé) et de la nature du signal de chargement considéré (signaux triangulaires à différentes vitesses de déformation ou signaux complexes représentatifs de chocs thermiques successifs rencontrés en service).

Une diminution de la durée de vie et l'accélération de l'endommagement provoquées par le milieu eau primaire REP ont été constatées quels que soient l'état de surface ou le signal de chargement considérés. L'influence néfaste de l'état de surface meulé sur les durées de vie en fatigue est mise en évidence puis expliquée par des essais interrompus à l'aide d'analyses qualitatives et quantitatives de l'endommagement. L'importance de la géométrie des fissures est révélée par des observations fractographiques et sa prise en compte au sein de lois de propagation permet d'expliquer la réduction de durée de vie liée à l'état de surface meulé. Enfin, l'influence de la forme du signal sur le comportement cyclique, l'endommagement du matériau et les durées de vie est détaillée. L'influence du positionnement des parties à faible vitesse de déformation au sein des cycles de chargement complexes est analysée en prenant en compte le temps d'exposition des fissures à l'environnement.

#### Mots-clés :

- Acier inoxydable austénitique
- Acier inoxydable--Fatigue
  - Durée de vie (ingénierie)

- Signal de chargement
- Milieu eau primaire REP
- Endommagement

### Abstract :

The fatigue design of Pressurized Water Reactor (PWR) components takes into account many parameters such as the surface finish, the scale effects, the material variability, etc. To optimise this design, it is necessary to understand the role of those parameters and to identify their possible interactions with PWR water environment.

Meulage

Rugosité

Fissuration

This work is focused on the low cycle fatigue behaviour of a 304L austenitic stainless steel in three environments, namely vacuum, air and PWR water, through fatigue lifetimes, cracking mechanisms and crack growth characterisations. In addition, the roles of both surface finish (polished or ground) and load signal form (triangular signals with different strain rates or complex signals representative of successive thermal shocks) were investigated.

The PWR water environment causes a fatigue life reduction and a crack propagation rate enhancement, regardless of surface finish or load signal shape. The deleterious effect of ground surface finish observed on fatigue life is explained by means of interrupted tests through qualitative and quantitative damage analysis. The importance of the crack geometry is revealed by fractographic characterisations and its integration in propagation laws is used to account for fatigue life reductions induced by ground surface finish. Finally the signal shape effects on cyclic behaviour, damage kinetics and fatigue life are discussed. The influence of the position of the low strain rate parts within a complex cycle is analysed taking into account the time of crack exposure to the environment.

#### Key words :

- Austenitic stainless steel
- Steel, Stainless--Fatigue
- Service life engineering
- Grinding and polishing
- Roughness
- Cracking

- Load signal
- PWR water environment
- Damage