



**HAL**  
open science

# Etude expérimentale et simulation numérique de propagation de fissures dans un acier inoxydable martensitique durci par précipitation sous conditions représentatives en termes de température, spectre de chargement et vieillissement

Loïc Dimithe Aboumou

## ► To cite this version:

Loïc Dimithe Aboumou. Etude expérimentale et simulation numérique de propagation de fissures dans un acier inoxydable martensitique durci par précipitation sous conditions représentatives en termes de température, spectre de chargement et vieillissement. Autre. ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique - Poitiers, 2017. Français. NNT : 2017ESMA0013 . tel-01592546

**HAL Id: tel-01592546**

**<https://theses.hal.science/tel-01592546v1>**

Submitted on 25 Sep 2017

**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'AERONAUTIQUE

*(Diplôme national – Arrêté du 25 mai 2016)*

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

**Loïc DIMITHE ABOUMOU**

\*\*\*\*\*

**Etude expérimentale et simulation de la propagation de  
fissures dans un acier inoxydable martensitique durci par  
précipitation sous conditions représentatives en termes de  
température, spectre de chargement et vieillissement**

\*\*\*\*\*

Directeur de thèse : **Gilbert HENAFF**  
Co-encadrante : **Mandana ARZAGHI**

\*\*\*\*\*

Soutenue le 28 mars 2017

Devant la Commission d'Examen

\*\*\*\*\*

JURY

**Président :**

Sylvie Pommier, Professeure, Université Paris Saclay – ENS Cachan

**Rapporteurs :**

Habibou Maitournam, Professeur, ENSTA ParisTech Palaiseau

Thierry Palin-Luc, Professeur, Arts et Métiers ParisTech

**Membres du jury :**

Eric Andrieu, Professeur, ENSIACET, Toulouse

Gilbert Henaff, Professeur, ISAE-ENSMA, Chasseneuil-du Poitou

Mandana Arzaghi, Maître de Conférences, ISAE-ENSMA, Chasseneuil-du Poitou

Bertrand Journet, Expert Fissuration par fatigue, Airbus Group Innovations, Suresnes

Didier Soria, Spécialiste Fissuration par Fatigue, Safran Aircraft Engines, Moissy-Cramayel





# Remerciements

---

Je tiens tout d'abord à remercier mon directeur de thèse, le Professeur Gilbert HENAFF, pour m'avoir accordé sa confiance et permis d'effectuer cette thèse au sein du DPMM de l'Institut P'. C'est à lui que je dois mon entrée dans le monde de la recherche, ce dont je lui suis très reconnaissant. Tous nos échanges durant toutes ses années m'ont permis de grandir intellectuellement mais aussi personnellement.

Vient ensuite le Docteur Mandana ARZAGHI, qui m'a accompagné, encadré et conseillé tout au long de ce travail de thèse et m'a véritablement, donné le goût de la recherche, lors de toutes nos discussions au tour des essais de fissuration.

Je tiens également à remercier le Professeur Habibou MAITOURNAM et le Professeur Thierry PALIN LUC, qui ont accepté d'être les rapporteurs de ma thèse.

Mes remerciements vont également à :

- Tout le personnel encadrant et formateur de l'axe « Endommagement et Durabilité » de l'Institut P' de Poitiers.
- Mes collègues de bureau : Julien SIMON, Amélie PERRIER, Giovambattista BILOTTA, OUSSEYNOU KANE DIALLO, Yacine KCHAOU, Truong DANG VAN, Mohamed BEN HOURIA, Guy TANTCHOU pour la bonne ambiance dans le bureau. Une mention spéciale à Stéphane GOURDIN, merci pour ces moments de joie et de peines qu'on a pu surmonter ensemble.
- Ma Compagne Marion LE GRAND, pour sa patience à mes côtés.
- Ma famille, pour leur encouragement permanent durant cette étape durant tout ce voyage.

A cet instant, c'est avec une grande émotion que je tiens à remercier chacune et chacun d'entre vous pour votre soutien et votre engagement sans lesquels l'aboutissement de ce travail n'aurait pas été possible. Je tiens également à vous dire combien j'ai eu plaisir à travailler avec vous dans un climat de respect, de cordialité et de fraternité tout au long de ces 3 années. Tout le mérite vous en revient de par votre patience et votre compréhension de l'imperfection humaine.



# Table des matières

---

## **Chapitre A : Introduction générale et bibliographie**

<b>A.1.PREVISIA : CONTEXTE, POSITIONNEMENT, ENJEUX ECONOMIQUES ET SOCIETAUX .....</b>	<b>13</b>
A.1.1.CONTEXTE ET POSITIONNEMENT .....	13
A.1.2.ENJEUX ECONOMIQUES ET SOCIETAUX.....	14
A.1.3.VERROUS SCIENTIFIQUES, DEMARCHE ADOPTEE ET ORGANISATION DU PROJET .....	16
<b>A.2.ORGANISATION DU MEMOIRE DE THESE .....</b>	<b>16</b>
<b>A.3.ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE .....</b>	<b>18</b>
A.3.1.LES ACIERS INOXYDABLES MARTENSITIQUES DURCIS PAR PRECIPITATION .....	18
A.3.1.1.Un bref historique.....	19
A.3.1.2.Elaboration et microstructure .....	21
A.3.1.3.Microstructure après la trempe.....	22
A.3.1.4.Microstructure après le traitement de revenu .....	22
A.3.2.FRAGILISATION DES ACIERS INOXYDABLES MARTENSITIQUES DURCIS PAR PRECIPITATION.....	25
A.3.2.1.Démixtion de la solution Fe-Cr.....	25
A.3.2.2.Précipitation de la phase G.....	27
A.3.3.PROPRIETES MECANIQUES MONOTONES DES ACIERS INOXYDABLES MARTENSITIQUES A DURCISSEMENT STRUCTURAL.....	28
A.3.3.1.Comportement en traction.....	28
A.3.3.2.Dureté.....	31
A.3.3.3.Influence du vieillissement thermique sur les propriétés mécaniques monotones .....	32
A.3.4.TENUE EN FATIGUE DES ACIERS INOXYDABLES MARTENSITIQUES A DURCISSEMENT STRUCTURAL .....	34
A.3.4.1.Comportement en fatigue endurance.....	35
A.3.4.2.Comportement en fatigue oligocyclique.....	44

A.3.5.FISSURATION PAR FATIGUE DES ACIERS INOXYDABLES MARTENSITIQUES A DURCISSEMENT STRUCTURAL.....	52
A.3.5.1.Influence de la température.....	54
A.3.5.2.Influence de la fréquence.....	55
A.3.5.3.Mécanismes gouvernant la propagation à 400°C.....	56
A.3.5.4.Mécanismes gouvernant la propagation des fissures à 500°C.....	57
A.3.5.5.Influence du rapport de charge.....	58
A.3.6.PROPAGATION DES FISSURES PAR FATIGUE SOUS AMPLITUDE CHARGEMENT VARIABLE .....	62
A.3.6.1.Approches phénoménologiques.....	63
A.3.6.2.Modélisation de la fissuration par fatigue sous amplitude de chargement variable.....	63
A.3.6.3.Modèle basée sur une description locale du comportement cyclique en pointe de fissure.....	72
<b>A.4.OBJECTIFS DE LA THESE .....</b>	<b>79</b>
<b>BIBLIOGRAPHIE .....</b>	<b>81</b>
<b><u>Chapitre B : Microstructures, propriétés mécaniques monotones et comportement cyclique de l'acier 15-5PH : influence du vieillissement et de la température d'essai</u></b>	
<b>B.1.MATERIAU ET PROPRIETES MECANIQUES MONOTONES .....</b>	<b>89</b>
B.1.1.PROPRIETES MICROSTRUCTURALES .....	89
B.1.1.1.Elaboration.....	89
B.1.1.2.Composition chimique .....	90
B.1.1.3.Structure .....	90
B.1.2.COMPORTEMENT MECANIQUE MONOTONE DE L'ACIER 15-5PH.....	103
B.1.2.1.Dureté.....	103
B.1.2.2.Traction .....	104
B.1.2.3.La température de transition ductile-fragile .....	105
B.1.2.4.Ténacité .....	106

---

**B.2.INFLUENCE DU VIEILLISSEMENT SUR LES PROPRIETES MECANIQUES EN TRACTION DE L'ACIER 15-5PH ..... 107**

B.2.1.MATRICE DE VIEILLISSEMENT ..... 107

B.2.2.MISE ŒUVRE EXPERIMENTALE ..... 108

B.2.3.RESULTATS ET DISCUSSIONS ..... 110

**B.3.COMPORTEMENT MECANIQUE CYCLIQUE DE L'ACIER 15-5PH : INFLUENCE DU VIEILLISSEMENT ET DE LA TEMPERATURE D'ESSAI..... 112**

B.3.1.MISE ŒUVRE EXPERIMENTALE ..... 113

*B.3.1.1.Eprouvettes.....113*

*B.3.1.2.Procédure de dépouillement.....114*

B.3.2.PROGRAMME D'ESSAIS ..... 115

*B.3.2.1.A l'état de référence .....115*

*B.3.2.2.Aux états vieillis et autres nuances.....116*

B.3.3.RESULTATS ET DISCUSSIONS ..... 118

*B.3.3.1.Comportement cyclique de l'acier 15-5PH à température ambiante.....119*

*B.3.3.2.Comportement cyclique à hautes températures.....132*

*B.3.3.3.Comportement cyclique des matériaux vieillis.....136*

**BIBLIOGRAPHIE ..... 150**

**Chapitre C : Fissuration par fatigue de l'acier 15-5PH : influence du vieillissement et de la température d'essai**

**C.1.MISE EN ŒUVRE EXPERIMENTALE..... 155**

C.1.1.EPROUVETTES..... 156

C.1.2.APPAREILLAGE..... 158

*C.1.2.1.Machines .....158*

*C.1.2.2.Méthode de mesure de la longueur de fissure.....158*

*C.1.2.3.Dépouillement et traitement des résultats.....161*

*C.1.2.4.Observations micro-fractographiques .....162*

**C.2.DEMARCHE ADOPTEE ET PROGRAMME D'ESSAI ..... 163**

**C.3.FISSURATION PAR FATIGUE SUR MATERIAU NON VIEILLI..... 166**

C.3.1.FISSURATION SOUS AMPLITUDE DE CHARGEMENT CONSTANT (CA)..	166
C.3.1.1.Essai de référence : $R = 0,1$ .....	166
C.3.1.2.Influence du rapport de charge .....	172
C.3.1.3.Effet d'environnement .....	175
C.3.2.FISSURATION SOUS AMPLITUDE DE CHARGEMENT VARIABLE.....	177
C.3.2.1.Essai de référence (type PREFFAS) .....	177
C.3.2.2.Variation du taux de surcharge.....	180
C.3.2.3.Influence de la périodicité des surcharges (Essai type V) .....	182
C.3.2.4.Variation du nombre de surcharges (Type III).....	182
C.3.3.COMPORTEMENT EN FISSURATION A HAUTES TEMPERATURES .....	185
C.3.3.1.Fissuration sous amplitude de chargement constant (CA).....	185
C.3.3.2.Fissuration sous amplitude de chargement variable (VA) à haute température.....	189
<b>C.4.FISSURATION PAR FATIGUE SUR MATERIAU VIEILLI .....</b>	<b>190</b>
C.4.1.COMPORTEMENT SOUS AMPLITUDE DE CHARGEMENT CONSTANT....	190
C.4.1.1.Effet du rapport de charge .....	202
C.4.1.2.Effet de la température.....	207
C.4.1.3.Fissuration sous amplitude de chargement variable.....	208
C.4.2.QUELQUES ELEMENTS DE DISCUSSION SUR L'EFFET DU VIEILLISSEMENT ET DU RAPPORT DE CHARGE SUR LA PROPAGATION DES FISSURES DE FATIGUE DE L'ACIER 15-5PH AUX ETATS VIEILLIS A TEMPERATURE AMBIANTE.....	210
C.4.3.VERS UNE COMPREHENSION DU LIEN ENTRE TENACITE ET VIEILLISSEMENT : FRAGILITE INTERGRANULAIRE DE L'ACIER 15-5PH AVEC LE VIEILLISSEMENT .....	212
C.4.4.RELATION ESSAI DE COMPORTEMENT CYCLIQUE, FISSURATION PAR FATIGUE ET VIEILLISSEMENT.....	216
<b>BIBLIOGRAPHIE .....</b>	<b>219</b>
 <b><u>Chapitre D : Simulation numérique de la propagation de fissures par fatigue dans l'acier 15-5PH</u></b>	
<b>D.1.CHOIX DU MODELE DE FISSURATION PAR FATIGUE.....</b>	<b>225</b>

---

<b>D.2.LE MODELE INCREMENTAL POUR DE LA DUREE DE VIE EN FISSURATION PAR FATIGUE DE L'ACIER 15-5PH.....</b>	<b>225</b>
D.2.1.MODELISATION DU PROBLEME A L'AIDE DES ELEMENTS FINIS ET IDENTIFICATION DES PARAMETRES .....	226
<i>D.2.1.1. Identification de la loi d'érousement .....</i>	<i>226</i>
<i>D.2.1.2. Identification du paramètre <math>\alpha</math> de la loi de fissuration.....</i>	<i>228</i>
D.2.2.RESULTATS DES SIMULATIONS .....	228
<i>D.2.2.1. Influence du taux de surcharge.....</i>	<i>228</i>
<i>D.2.2.2. Influence de la période de surcharge.....</i>	<i>229</i>
<i>D.2.2.3. Influence du nombre de surcharge.....</i>	<i>230</i>
<i>D.2.2.4. Influence du rapport de charge du chargement de base.....</i>	<i>230</i>
D.2.3.COMPARAISON MODELE INCREMENTAL ET MODELE PREFFAS .....	231
<i>D.2.3.1. Modélisation de l'éprouvette.....</i>	<i>231</i>
<i>D.2.3.2. Identification de la loi effective pour les simulations du modèle PREFFAS .....</i>	<i>231</i>
<i>D.2.3.3. Comparaison Modèle incrémental et PREFFAS .....</i>	<i>234</i>
<b>D.3.MODELISATION DE LA FISSURATION PAR FATIGUE SUR MATERIAUX VIEILLIS .....</b>	<b>236</b>
D.3.1.UTILISATION DE L'EQUATION D'HOLLOMON-JAFFE POUR LA PREDICTION DES PROPRIETES MECANQUES MONOTONES DE L'ACIER 15-5PH APRES UN VIEILLISSEMENT THERMIQUE LONG.....	237
D.3.2.DISCUSSION.....	245
<i>D.3.2.1. Unicité du paramètre <math>C</math>.....</i>	<i>245</i>
<i>D.3.2.2. Réévaluation du paramètre <math>C</math> .....</i>	<i>246</i>
<b>BIBLIOGRAPHIE .....</b>	<b>252</b>
<b>Conclusions et perspectives .....</b>	<b>255</b>
<b>Annexes .....</b>	<b>263</b>





**Chapitre A :**  
**Introduction générale et bibliographie**



---

# Chapitre A

## Introduction générale et bibliographie

---

<b>A.1. PREVISIA : CONTEXTE, POSITIONNEMENT, ENJEUX ECONOMIQUES ET SOCIETAUX .....</b>	<b>13</b>
A.1.1. CONTEXTE ET POSITIONNEMENT .....	13
A.1.2. ENJEUX ECONOMIQUES ET SOCIETAUX .....	14
A.1.3. VEROUS SCIENTIFIQUES, DEMARCHE ADOPTEE ET ORGANISATION DU PROJET .....	16
<b>A.2. ORGANISATION DU MEMOIRE DE THESE .....</b>	<b>16</b>
<b>A.3. ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE .....</b>	<b>18</b>
A.3.1. LES ACIERS INOXYDABLES MARTENSITIQUES DURCIS PAR PRECIPITATION...18	
A.3.1.1. <i>Un bref historique</i> .....	19
A.3.1.2. <i>Elaboration et microstructure</i> .....	21
A.3.1.3. <i>Microstructure après la trempe</i> .....	22
A.3.1.4. <i>Microstructure après le traitement de revenu</i> .....	22
A.3.2. FRAGILISATION DES ACIERS INOXYDABLES MARTENSITIQUES DURCIS PAR PRECIPITATION.....	25
A.3.2.1. <i>Démixtion de la solution Fe-Cr</i> .....	25
A.3.2.2. <i>Précipitation de la phase G</i> .....	27
A.3.3. PROPRIETES MECANIQUES MONOTONES DES ACIERS INOXYDABLES MARTENSITIQUES A DURCISSEMENT STRUCTURAL .....	28
A.3.3.1. <i>Comportement en traction</i> .....	28
A.3.3.2. <i>Dureté</i> .....	31
A.3.3.3. <i>Influence du vieillissement thermique sur les propriétés mécaniques monotones</i> .....	32
A.3.4. TENUE EN FATIGUE DES ACIERS INOXYDABLES MARTENSITIQUES A DURCISSEMENT STRUCTURAL.....	34
A.3.4.1. <i>Comportement en fatigue endurance</i> .....	35

A.3.4.2. <i>Comportement en fatigue oligocyclique</i> .....	43
A.3.5. FISSURATION PAR FATIGUE DES ACIERS INOXYDABLES MARTENSITIQUES A DURCISSEMENT STRUCTURAL.....	50
A.3.5.1. <i>Influence de la température</i> .....	52
A.3.5.2. <i>Influence de la fréquence</i> .....	53
A.3.5.3. <i>Mécanismes gouvernant la propagation à 400°C</i> .....	54
A.3.5.4. <i>Mécanismes gouvernant la propagation des fissures à 500°C</i> .....	55
A.3.5.5. <i>Influence du rapport de charge</i> .....	56
A.3.6. PROPAGATION DES FISSURES PAR FATIGUE SOUS AMPLITUDE CHARGEMENT VARIABLE .....	60
A.3.6.1. <i>Approches phénoménologiques</i> .....	61
A.3.6.2. <i>Modélisation de la fissuration par fatigue sous amplitude de chargement variable</i> .....	61
A.3.6.3. <i>Modèle basée sur une description locale du comportement cyclique en pointe de fissure</i> .....	70
<b>A.4. OBJECTIFS DE LA THESE</b> .....	<b>77</b>
<b>BIBLIOGRAPHIE</b> .....	<b>79</b>

## Introduction générale et bibliographie

---

### A.1. PREVISIA (ApPRoche multiphysiquE du Vieillissement sous contrainte des aciers inoxydables martenSitiques et de ses conséquences sur la propagation des fIssures en fATigue) : **contexte, positionnement, enjeux économiques et sociétaux**

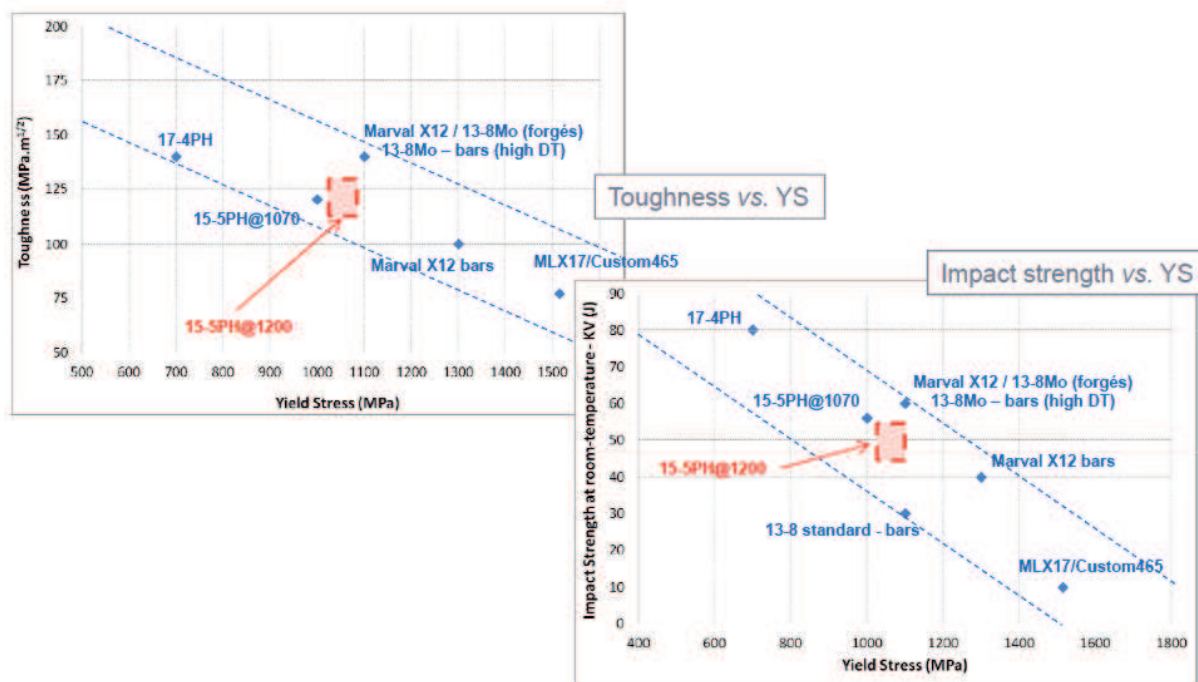
#### A.1.1. *Contexte et positionnement*

Dans sa nouvelle organisation industrielle, AIRBUS Avions civils a gardé la responsabilité de concevoir et fabriquer les mâts réacteurs pour ses avions. Des solutions fiables ont fait leurs preuves depuis la conception en aciers alliés martensitiques des premières générations d'avions, jusqu'aux dernières versions de mâts reposant sur les aciers inoxydables pour l'avion A320 et les alliages de titane des avions A380, A400M et A350. Les pièces les plus proches du moteur telles que les attaches moteurs (**Figure A-1**) ont, quant à elles, toujours été conçues en alliages de nickel du fait des conditions plus sévères de fonctionnement (températures).



**Figure A-1 – Mât-réacteur en maintenance**

Forte de ses 6000 avions livrés depuis le premier A300 (dont presque 500 en 2009), l'expérience d'AIRBUS Avions civils sur l'environnement de fonctionnement des attaches moteur a beaucoup progressé récemment. Il est ainsi reconnu que les températures initiales de conception des attaches-moteur ont été surestimées sur l'A380. Le remplacement de l'Inconel718, utilisé aujourd'hui sur ces pièces, est donc envisageable au profit d'une solution utilisant l'acier 15-5PH durci à 1200MPa ( $R_m = 1200$  MPa), sous réserve que les verrous liés aux vieillissements entre 275°C et 400°C soient levés. L'enjeu est très important puisque cet acier possède un excellent compromis coût/propriétés mécaniques (**Figure A-2**) et résistance à la corrosion.



**Figure A-2 – Positionnement du matériau de l'étude par rapport aux autres aciers inoxydables martensitiques utilisés dans l'aéronautique pour des applications de mât-réacteurs (source airbus)**

Afin d'utiliser l'acier 15-5PH sur les mâts réacteur et de garantir sa durabilité, il est indispensable de maîtriser les effets du vieillissement consécutifs à des expositions prolongés en température et en effort pendant le fonctionnement de l'appareil et d'adapter les méthodes actuelles de calculs de dimensionnement qui avaient été développées sur d'autres matériaux métalliques et pour des conditions moins sévères. Ces calculs concernent la tenue statique et en tolérance aux dommages. Cette dernière intégrant la ténacité, pour déterminer les tailles de fissures admissibles dans les pièces, et le comportement de fissure sous spectre de fatigue, pour la définition des intervalles d'inspection.

Le besoin de recherche se situe à la fois sur un plan métallurgique et sur un plan mécanique : il s'agit en effet d'améliorer les connaissances sur les mécanismes de vieillissement, d'évaluer l'impact du vieillissement sur les propriétés mécaniques, et notamment la résistance à la fissuration en conditions en service, et de modéliser ces phénomènes pour permettre des prévisions à long terme pour le dimensionnement jusqu'au seuil d'instabilité. Une démarche multi-échelle s'avère nécessaire pour une description plus réaliste à l'échelle des mécanismes et de dimensionnement à l'échelle de la structure avion.

### **A.1.2. Enjeux économiques et sociétaux**

Ce projet ambitionne de démontrer que l'amélioration des outils prévisionnels appliqués à des aciers inoxydables martensitiques de type « Precipitation Hardening », permettra de dimensionner tout ou partie des futurs mâts-réacteurs de manière très compétitive en masse et coût, tout en conservant des marges suffisantes en présence d'une fissure pour le fonctionnement des avions.

---

Le retour à une solution « acier », pour de très nombreuses pièces de mât-réacteur (bielle de reprise de poussée, longerons, nervures de caisson, attaches de voilure et moteur) confèrera une plus grande indépendance de la France et de l'Europe dans ses approvisionnement de matériaux métalliques aéronautiques. En effet l'acier 15-5PH est produit en France par Aubert&Duval et en Europe par d'autres élaborateurs, alors que par exemple les alliages de titane et de nickel sont disponibles sous licence ou produits en dehors de l'Union Européenne et peuvent être sous la menace de décision stratégique des états producteurs.

Le chiffre d'affaire global de cet alliage est de l'ordre de 100M€, soit un équivalent d'emploi en France d'environ 300 personnes. Il risque de décliner progressivement si ces aciers sont systématiquement remplacés par les alliages de titane. Dans les alliages de titane, Aubert&Duval conservera une part d'activité puisqu'il réalise le forgeage et le matriçage des pièces, mais il est contraint d'approvisionner les lingots en dehors de l'Europe, alors que, dans le cas des aciers à durcissement structural, l'élaboration de l'acier à partir des matières brutes et la refusion des électrodes consommables sont réalisés dans son usine principale des Ancizes, en Auvergne. Si l'utilisation des alliages de titane devenait exclusive, la perte d'emploi associé serait de l'ordre de 80 à 100 personnes pour Aubert&Duval en France. Aubert&Duval développe aussi des nouvelles nuances d'aciers inoxydables à durcissement structural dont la résistance mécanique monte actuellement entre 1500 et 1900 MPa (MLX17 et MLX19).

La connaissance fine des mécanismes de vieillissement de cette famille d'alliages, pour le dimensionnement en statique et en tolérance aux dommages, contribuerait à leur développement futur pour des applications de pièces de structure aéronautiques.

Pour Airbus, il s'agit de contribuer à pérenniser les compétences et aussi l'activité de toute l'usine de Saint-Eloi, en charge de fabriquer les mâts-réacteurs, à Toulouse avec 1040 employés et plus de 1000 mâts livrés en 2009. La compétitivité liée aux solutions proposées par cette usine sera soutenue par le projet puisqu'il vise à doter les bureaux de calcul d'un outil de dimensionnement évolué et fiable, s'inscrivant dans la continuité (garantie aspects sécuritaires et règlementaires) mais permettant l'amélioration des performances technico-économiques des pièces visées.

A titre d'exemple, une tonne d'Inconel718 est approvisionnée pour les quatre attaches-moteur de chaque appareil A380. Suivant les pièces concernées, des gains par pièce de 3 à 30k€ par avion sont réalisables en utilisant de l'acier 15-5PH traité à 1200 MPa. Dans le cadre d'un nouveau monocouloir, les cadences de production sont telles que les gains mensuels seraient au moins de même ordre. Enfin la connaissance de la ténacité et la prévision de la propagation des fissures de fatigue impactent directement la maintenance des pièces par les compagnies utilisatrices, et donc les coûts récurrents d'utilisation des produits. Les résultats du projet doivent permettre de répondre au mieux à la demande d'allongement de ces intervalles d'inspection par les clients des constructeurs aéronautiques.



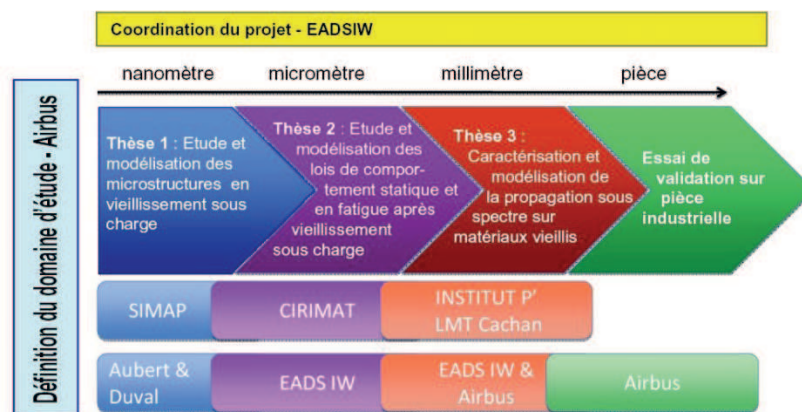
### A.1.3. *Verrous scientifiques, démarche adoptée et organisation du projet*

Les verrous scientifiques et techniques que le projet se propose de lever concernent le vieillissement thermique sans et sous contrainte de l'acier 15-5PH, pour des températures comprises entre 275°C et 400°C, et pour des longues durées de service et le comportement en fissuration par fatigue de ces matériaux en relation avec le vieillissement et la température. La démarche adoptée consiste donc à étudier les mécanismes de vieillissement et à les modéliser afin de prévoir l'évolution en service des propriétés statiques et en fissuration par fatigue de cet acier.

L'organisation envisagée pour mener à bien cette démarche a été de mettre en place successivement des étapes de compréhension depuis l'échelle nanométrique en passant par les échelles microscopiques et macroscopique jusqu'aux essais sous spectres sur élément représentatif.

- Echelle nanométrique pour caractériser le vieillissement à partir d'observation des mécanismes métallurgiques
- Echelle microscopique pour caractériser et modéliser l'évolution de lois de comportement en fonction de la température et du vieillissement et pour décrire les mécanismes de fissuration
- Echelle macroscopique pour caractériser les effets de spectre en fissuration en relation avec les lois de comportement, le vieillissement, la température et les mécanismes de fissuration
- Echelle de la pièce pour validation des outils prévisionnels.

La **Figure A-3** schématise l'organisation du projet en indiquant le partenariat. Ce travail de thèse correspond à la tâche 3 du projet PREVISIA.



**Figure A-3 – Organisation du projet PREVISIA**

### A.2. Organisation du mémoire de thèse

Le présent mémoire présente les résultats des investigations menées dans le cadre de la thèse 3 de la **Figure A-4**, avec pour objectif principal de caractériser et modéliser la propagation affectée par le vieillissement.

---

Ce mémoire de thèse est organisé en 5 chapitres.

Après la partie introductive et bibliographique (**Chapitre A**) qui a été consacrée à une présentation du contexte et des enjeux une revue des travaux antérieurs relativement aux mots clés de cette étude à savoir : aciers inoxydables martensitiques durcis par précipitation, vieillissement, hautes températures, fissuration et enfin amplitude de chargement variable. En deuxième partie (**Chapitre B**) nous présenterons l'acier 15-5PH utilisé dans cette étude à son état de livraison, en termes de composition chimique, de microstructure et des propriétés mécaniques statiques ou monotones à l'ambiante et à hautes températures. Ensuite une étude plus détaillée du comportement cyclique de l'acier 15-5PH sera exposée. L'accent sera mis sur l'influence de la température d'essai et du vieillissement thermique. Cette partie a pour but d'aider à la compréhension du comportement en fissuration de l'acier 15-5PH qui l'objet de la partie suivante.

En troisième partie (**Chapitre C**), nous étudierons le comportement en fissuration de l'acier 15-5PH. Tout comme en comportement cyclique les paramètres d'influence ici seront la température et le vieillissement. A cela nous avons rajouté l'influence de la nature du chargement et l'environnement. L'idée dans ce chapitre est d'identifier les paramètres influençant le comportement en fissuration par fatigue. On s'intéressera principalement aux vitesses de propagation et aux mécanismes de rupture.

La quatrième partie (**Chapitre D**) sera consacrée à la simulation du comportement en fissuration de l'acier avec prise en compte des paramètres d'influence préalablement identifiés. Le choix du modèle sera tout d'abord justifié puis les résultats de simulations numériques sur l'état non vieilli seront présentés. Au terme de cette partie, nous proposerons une démarche pour la prévision de la durée de vie en propagation de l'acier 15-5PH vieilli.

Enfin, nous finirons par quelques conclusions et perspectives.

### **A.3. Etude bibliographique**

L'entreprise Aubert&Duval a mis au point la nuance d'acier 15-5PH, durci à 1200 MPa, afin qu'elle puisse être utilisée en tant que matériau constitutif de certains composants de mât-réacteur. Le mât-réacteur est une structure qui relie le réacteur à la voilure de l'avion. Elle est quasi invisible pour les passagers puisque les mâts sont enfermés dans différents capots aérodynamiques sous l'aile. C'est pourtant une véritable «pièce maitresse» de l'avion. Près de 4000 fixations permettent à cette structure de résister aux contraintes auxquelles elle est soumise. En effet, les mâts qui transmettent tous les efforts de l'avion, sont traversés par tous les flux-hydrauliques, carburant, énergie électrique, conditionnement d'air. Ils subissent des changements de températures allant de -40°C en croisière à 200°C voir 400°C lors du démarrage des réacteurs et sont à la merci de contraintes vibratoires très élevés. Le mât représente également une composante aérodynamique majeure pour le flux d'air du réacteur.

Au vu de l'environnement de service du mât-réacteur, la certification en tolérances aux dommages de ses composants s'avère donc extrêmement délicate. Elle peut être gouvernée à la fois par la température, par la nature du chargement mécanique, mais aussi par de possibles évolutions microstructurales du matériau en service (vieillessement). Utiliser l'acier 15-5PH pour cette application implique donc de connaître l'influence de ces paramètres sur la cinétique de fissuration.

Nous faisons un point ici sur les études antérieures réalisées sur les aciers inoxydables martensitiques à durcissement structural en relation avec les paramètres mentionnés au paragraphe précédent. Nous ferons premièrement un bref historique sur ces alliages et nous examinerons leurs microstructures. Nous analyserons ensuite comment les relations microstructures et propriétés mécaniques (dureté – traction – résilience - ténacité) peuvent être influencées par la température d'utilisation et le vieillissement de l'alliage. Nous présenterons également un bilan des connaissances sur la fatigue grand nombre de cycle et la fatigue oligocyclique de ces alliages, avec une attention particulière portée à l'influence des facteurs intrinsèques au matériau (microstructure en lien avec le procédé et les traitements thermiques) ou extrinsèques (température - fréquence - vitesse de déformation - amplitude de déformation). Dans la même logique, nous intéresserons à leur comportement en fissuration. L'un des objectifs de cette thèse étant de prédire les vitesses la fissuration par fatigue sur ces alliages dans leur environnement de service, nous nous sommes aussi intéressés aux aspects phénoménologiques et aux modèles de simulation de la fissuration par fatigue sous amplitude de chargement variable car c'est à ce type de chargement que sont confrontés les composants de mâts-réacteur en service.

#### ***A.3.1. Les aciers inoxydables martensitiques durcis par précipitation***

Les aciers inoxydables durcis par précipitation ont été développés au cours des années 1940 et ont, depuis lors, pris une importance croissante pour diverses applications, aussi bien dans l'industrie nucléaire, chimique, aéronautique, que dans les industries navales, où leurs propriétés peuvent être utilisées [1]. Les plus importantes de ces propriétés résident dans leur

facilité d'usinage, leur haute résistance mécanique, leur bonne ductilité et leur excellente résistance à la corrosion [1]. Ils sont semblables aux alliages Cr-Ni, mais possèdent un ou plusieurs types d'éléments d'addition. Parmi ceux-ci, on peut citer Cu, Mo, Al, Nb, Ti, etc., pour le durcissement par précipitation [1, 2]. En fonction de la stabilité de l'austénite à la température ambiante, ils peuvent être classés en trois classes, à savoir austénitique, semi-austénitique, et martensitique durcis par précipitation [3]. Les aciers inoxydables martensitiques durcis par précipitation sont parmi les plus utilisés et feront l'objet des paragraphes suivants.

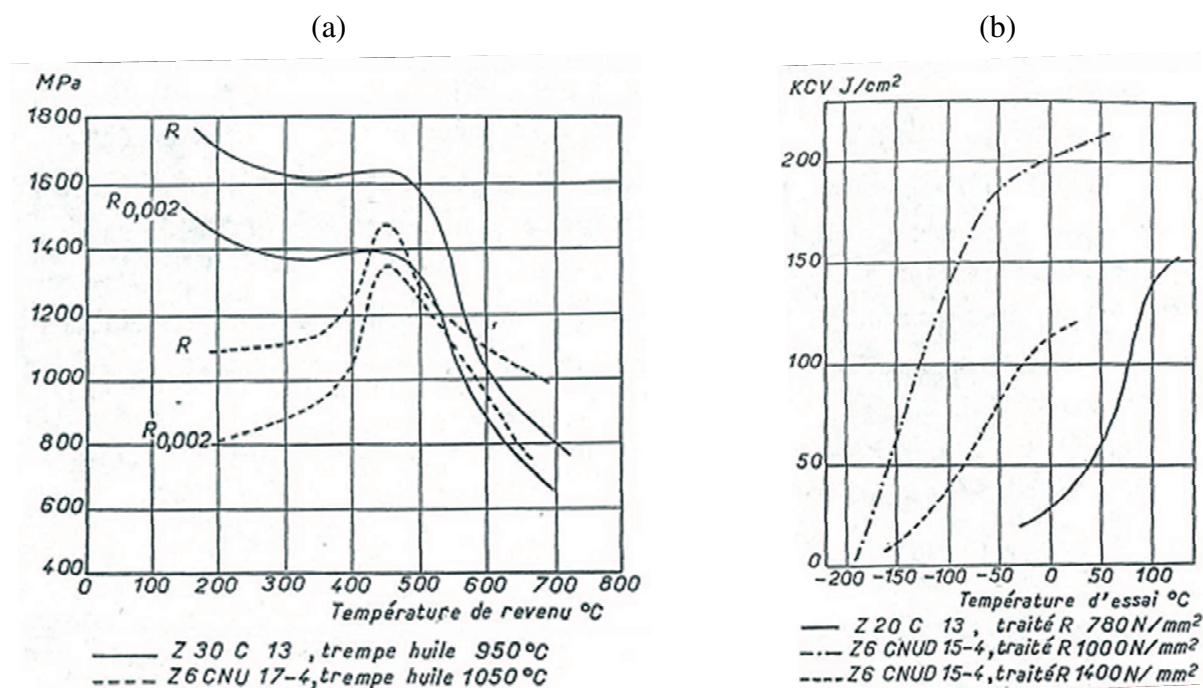
#### A.3.1.1. Un bref historique

Un historique complet des aciers inoxydables martensitiques durcis par précipitation a été réalisé par Habibi Bajguirani [4]. Celui-ci fait état de l'existence de quatre générations d'aciers inoxydables martensitiques à durcissement structural, différenciées selon leur composition de base et leur structure. Le **Tableau A-1** dresse un récapitulatif de ces différentes générations qui sont décrites à la suite.

Nuances	C	Cr	Ni	Mo	Nb	Ta	Ti	Cu	Al
X 16 Cr Ni 17-2	0,16	17	2						
X 15 Cr Ni Mo 16-4	0,15	16	4	3	0,1	0,1	0,1		
X 7 Cr Ni Mo 16-4	0,07	16	4	1					
X 5 Cr Ni Cu Nb 16-4	0,05	17	4		0,4	0,4		4	
X 5 Cr Ni Cu Nb 15-5	0,05	15	5		0,3	0,3		3	
X 3 Cr Ni Mo Al 13-8	0,03	13	8	2					1,1
X 2 Cr Ni Mo 12-9	0,02	12	9	2			0,3		0,7

**Tableau A-1 – Différentes nuances inoxydables martensitiques à durcissement structural**

La première génération concerne principalement la nuance X5CrNiCuNb 16-4 (17-4PH). Celle-ci présente des propriétés mécaniques comparables à celles des aciers martensitiques classiques à 13% de chrome (X30Cr13). Devor [5] a comparé les comportements mécaniques ces deux aciers. Il a constaté que l'alliage X5CrNiCuNb 16-4 se distinguait par une réponse originale aux traitements thermiques. Ainsi, à l'état trempé, les aciers inoxydables martensitiques du type X30Cr13, possèdent une dureté très élevée, largement supérieure à celle des alliages 17-4PH. Tout revenu ultérieur se traduit majoritairement par un adoucissement, toutefois perturbé par un certain durcissement secondaire entre 350°C et 550°C. Par contre les alliages du type 17-4PH, initialement trempés peuvent acquérir, par simple revenu pour température comprise entre 450°C et 500°C, un niveau de caractéristiques mécaniques nettement supérieur à celui observé après trempe. Un tel durcissement a été attribué à la formation de fins précipités de cuivre dispersés au sein de la matrice martensitique [6]. Ces alliages possèdent également des caractéristiques de résilience nettement plus élevées que celles des aciers martensitiques à 13% de chrome. Il faut noter que la structure des aciers 17-4PH est biphasée, contenant 10% de ferrite  $\delta$  dans la matrice martensitique [7], ce qui réduit ses propriétés mécaniques en traction ( $R_m$  et  $R_{e0,2\%}$ ) (**Figure A-5**).



**Figure A-5 – Comparaison des propriétés mécaniques de l'acier 17-4PH après une trempe et un traitement de revenu de 2h et d'un acier martensitique avec 13% de chrome. (a) Propriétés de traction, (b) courbe de transition ductile fragile [5]**

Pour pallier cette limitation en résistance, d'autres nuances similaires ont été développées. Il s'agit principalement des nuances X7CrNiAl 17-7(17-7PH), X8CrNiMoAl 15-7-2 (PH15-7Mo), X3CrNiMoAl 13-8-2 (PH15-8Mo) constituant la seconde famille d'aciers inoxydables martensitiques à durcissement structural. Lors du traitement thermique de revenu à chaud ( $\theta = 800^\circ\text{C}$ ) des alliages X7CrNiAl 17-7 et X8CrNiMoAl 15-7-2 [6], des précipités intergranulaires de type carbure de chrome  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  se forment; ceux-ci provoquent une augmentation de la température du point  $M_s$ . Par ailleurs, dans cette famille d'alliages on note la présence d'une quantité important, de l'ordre de 15 à 25%, de ferrite  $\delta$  [6]. Outre les alliages du type PH (Precipitation Hardening), un autre type de matériau dénommé « maraging », comprenant notamment la nuance X12CrNiD 16-04, permet de disposer d'une gamme étendue de caractéristiques mécaniques pouvant atteindre 1700 MPa [8]. Par ailleurs, la société ARMCO a mis au point une troisième famille d'alliages martensitiques inoxydables ne contenant que 13% de chrome, identifiée sous la référence PH 13-8 Mo. Les autres éléments d'additions principales étant le nickel 8% et le molybdène 2%. A la température ambiante, leur structure est entièrement martensitique (le point  $M_s$  se situant à  $120^\circ\text{C}$  [9]). Du fait de sa faible teneur en carbone (0,05% masse) la formation de précipités de type carbure est notamment réduite. Ce type de matériau présente un durcissement comparable à celui du 17-7PH, la dureté maximale étant obtenue après un revenu à  $\theta_R = 500^\circ\text{C}$ . Cependant, sa ductilité est plus élevée que celle de l'alliage 17-7PH. Les précipités durcissant dans ces trois alliages 17-7PH, X3CrNiMoAl 13-8, X2CrNiMo12-9 sont du type (Ni, Al). Bonnin et Cizeron [10] ont étudié l'influence de la teneur en aluminium sur les propriétés mécaniques d'alliages du type PH13-08. Ils ont constaté que le fait d'accroître la teneur en aluminium de 0,90 à 1,21% massique, entraînait une augmentation de la limite d'élasticité ( $R_{e0,2\%}$ ) de 1450 à

---

1550 MPa et la résistance maximale à la traction ( $R_m$ ) de 1500 à 1700 MPa et ce après quatre heures de maintien à 500°C.

La dernière génération de ces alliages, est connue sous la référence X5CrNiCu 15-5 (15-5PH). Cet alliage contient 3% masse de cuivre et une teneur intermédiaire en nickel de 5%, de plus sa structure est entièrement martensitique. Le coût de cet alliage est moindre que celui du PH 13-8Mo en raison de sa teneur plus faible en nickel. Tout comme l'alliage de type 17-4PH, le durcissement ici est obtenu à l'aide de la précipitation de cuivre. C'est à cette famille qu'appartient l'alliage étudié dans cette étude.

#### A.3.1.2. Élaboration et microstructure

Les nuances de type 15-5PH peuvent être élaborées sous deux environnements distincts, donc l'un sous vide notamment grâce au four à induction sous vide (VIM = Vacuum Induction Melting) et au procédé de refusion à arc sous vide (VAR = Vacuum Arc Remelting) et l'autre sous air grâce à la technique AOD (Argon Oxygen Decarburisation) et au procédé de refusion sous laitier électro-conducteur (ESR = Electro Slag Remelting). Le choix de l'une ou l'autre de ces techniques repose principalement sur des raisons économiques. En effet, les techniques sous vide sont plus coûteuses mais plus abouties car elles permettent de réduire la contamination inclusionnaire. Les techniques sous air sont néanmoins les plus utilisées.

Dans le cas d'une élaboration à l'air, du niobium peut être ajouté afin de limiter la formation de carbures de chrome qui appauvriraient la matrice en chrome et diminueraient donc sa résistance à la corrosion. Le carbone, présent en faible quantité, est piégé par le niobium qui est plus carburigène que le chrome. Kuzucu et al. [11] ont étudié l'effet du niobium sur la microstructure d'un acier inoxydable ferritique et ont remarqué que la fraction volumique de carbures de chrome diminue (ainsi que la dureté du matériau) lorsque le pourcentage en niobium augmente. Les carbures de niobium ne semblent pas avoir d'effet sur la dureté du matériau, contrairement aux carbures de chrome. Cette observation a aussi été faite par J. E. Ramirez et al. [12] pour un acier à haute résistance. Par ailleurs, la présence de nickel dans ces aciers permet d'abaisser la température de transformation  $\gamma \rightarrow \alpha$  et d'augmenter la taille du domaine austénitique. Concernant les aciers martensitiques, il est nécessaire que l'austénite soit entièrement transformée en martensite à la température ambiante. Les températures de début et de fin de transformation martensitique ( $M_s$  et  $M_f$ ) dépendent de la nature et de la teneur en éléments d'alliage. La connaissance précise de ces températures est par conséquent importante. Pour déterminer  $M_s$ , il existe de nombreuses relations empiriques. H. R. Habibi Bajguirani [4] a répertorié ces relations. Ainsi, si l'on prend celle proposée par Steven et Haynes, nous pouvons remarquer que la majorité des éléments d'alliage, qu'ils soient alphas ou gammagènes, abaissent la température  $M_s$ . Le carbone exerce toutefois l'effet le plus marqué.

$$M_s = 561 - 474(\%C) - 17(\%Cr) - 17(\%Ni) - 33(\%Mn) - 21(\%Mo) + 10(\%Co) - 7.5(\%Si) \quad (1)$$

La température  $M_s$  dépend à la fois de la vitesse de trempe, qui suit le traitement thermique de mise en solution, de la présence d'inclusions ou de défauts dans le cristal, mais

aussi de la taille des grains et des transformations microstructurales [4]. La température  $M_s$  reste constante tant que la vitesse de refroidissement est suffisamment grande pour éviter la précipitation des carbures. La conception de ces alliages se produit en deux étapes :

- La première consiste en une mise en solution suivie d'un refroidissement à l'air, ce qui donne naissance à une première microstructure que nous qualifierons de « microstructure après trempe » ;
- Elle est suivie d'un revenu + refroidissement à l'air, la microstructure ici sera qualifiée de « microstructure après revenu ».

#### A.3.1.3. Microstructure après la trempe

Après la trempe, La microstructure est généralement constituée de martensite de faible teneur en carbone, donc peu dure, équiaxe et contenant quelques % en volume de ferrite- $\delta$  dans le cas du 17-4PH [3]. Elle présente une structure en lattes avec une très forte densité de dislocations [13, 14]. Viswanathan et al. [13] ont souligné que dans le cas de l'acier 17-4PH, les lattes de martensite se forment le long des plans d'habitat à proximité des plans [15], qui sont normalement observés dans les alliages de fer à bas carbone. Par ailleurs, cette martensite présente des carbures de niobium (NbC) globulaires de taille moyenne 40 nm, mais pouvant atteindre 200 nm. Ils ont une structure cubique à faces centrées et contiennent soit 87% at de Nb pour les carbures de type 1, soit 53% at de Nb pour les carbures de type 2. Les carbures de type 1 sont les plus couramment observées et ont été mis en évidence par Habibi Bajguirani [16] dans le 15-5PH, ces carbures ne contribuant pas au durcissement du matériau. La microstructure après trempe peut parfois comporter de la ferrite  $\delta$ , cela a été observé sur le PH 13-8Mo par Hochanadel et al. [17] ainsi que Cieslak et al. [18] et par Murayama et al. [19] sur le 17-4PH. Par contre, la nuance 15-5PH ne présente pas cette phase du fait de sa teneur plus élevée en nickel. Suivant la température de fin de transformation martensitique, de l'austénite résiduelle peut être présente dans la microstructure. Cette austénite provient d'une non-transformation de l'austénite en martensite. Cette phase n'est pas été observée dans le 15-5PH à la différence de nuances possédant une température  $M_s$  basse, comme le PH 13-8Mo.

#### A.3.1.4. Microstructure après le traitement de revenu

Le traitement de revenu vise à faire précipiter la phase durcissante, mais aussi à adoucir le matériau en éliminant en partie les dislocations générées par la trempe. Cette étape dépend de la vitesse de montée en température lors du traitement thermique. La difficulté pour les aciers inoxydables martensitiques est de chauffer le matériau suffisamment lentement pour réduire le niveau des contraintes résiduelles avant la précipitation de la phase durcissante qui ferait alors obstacle au déplacement des dislocations. Dans le cas du 15-5PH et du 17-4PH, la phase durcissante est constituée de fins précipités de cuivre. Une large gamme de propriétés mécaniques peut être obtenue par revenu pour une plage de température comprise entre 482 et 621°C [3].

---

#### A.3.1.4.1. La précipitation de cuivre

Le mécanisme du processus de précipitation du cuivre dans ces matériaux n'est pas encore très clair. Dans le cas de l'acier 17-4PH, les études sur ce mécanisme ont été basées sur l'hypothèse que le processus de précipitation dans cet alliage est essentiellement le même que celui des alliages Fe-Cu et Cu-Fe-X [3], dans laquelle la précipitation commence par la formation d'amas cohérents riches en cuivre de structure cubique centrée (cc) suivi d'une transformation en précipités de cuivre de structure cubique face centrée (cfc).

La littérature renferme plusieurs travaux sur la précipitation de cuivre dans le système binaire Fe-Cu [3]. Dans l'acier 17-4PH, les atomes de cuivre se développent d'abord sous la forme d'agrégats sphériques cohérents, de structure cubique centrée (cc), jusqu'à atteindre une taille critique, laissant ensuite place à des précipités de cuivre de structure cubique face centrée (cfc) [3]. Les précipités de cuivre de structure (cfc) vont croître sous forme de sphère puis prendre la forme de tiges après avoir atteint un diamètre d'environ 30 nm. Cette croissance se fait suivant la direction [110] du fait d'une différence d'énergie interfaciale anisotrope [20]. Le passage de la structure (cc) de précipitation de cuivre à une structure (cfc) a d'abord été considéré comme étant directe avec une relation d'orientation Kurdjumov-Sachs avec la matrice cubique centrée (cc), c'est-à-dire  $(111)_{\text{Fe}} // (111)_{\text{Cu}}$ ,  $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_{\text{Fe}} // [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_{\text{Cu}}$  [21]. Plus récemment, des études au microscope électronique en transmission à haute résolution (METHR) ont montré que la transformation (cc)  $\rightarrow$  (cfc) n'avait pas lieu directement, mais que les précipités de cuivre (cc) se transforment premièrement en précipité de cuivre de structure 9R jumelée d'une taille d'environ 4 nm, puis croissent avec cette même structure jusqu'à atteindre une taille de l'ordre de 15~20 nm avant de se transformer en une structure (cfc) [22, 23]. Cette évolution a aussi été observé par Habibi-Bajguirani et Jenkins [24] sur la séquence de précipitation du cuivre de l'acier 15-5PH. La séquence de transformation de précipités riches en cuivre est donc a priori la suivante : cc  $\rightarrow$  9R  $\rightarrow$  cfc ; la structure 9R ayant une relation d'orientation de type  $(011)_{\text{cc}} // (11\bar{4})_{9\text{R}}$ ,  $[11\bar{1}]_{\text{cc}} // [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_{9\text{R}}$  avec la matrice (cc) [24].

Par ailleurs, toujours pour l'acier 17-4PH, les valeurs maximales de résistance et de dureté sont obtenues après vieillissement entre 450 et 510°C, température à laquelle les agrégats sphériques cohérents, riches en précipité de cuivre, de structure cubique centrée se produisent (cc) [3]. Cependant, la précipitation de cuivre attendue à ce stade est difficile à détecter par microscopie électronique en transmission conventionnelle (MET). En général, la résolution d'un précipité dans une matrice par MET dépend des facteurs suivants : (i) la moyenne des amplitudes de diffusion atomique des précipités et de la matrice; (ii) la déformation du réseau produit dans la matrice par les précipités; (iii) la cohérence/discordance entre les précipités et la matrice [25]. La similitude de l'amplitude de diffusion atomique entre le fer et le cuivre, la déformation du réseau négligeable engendrée par la précipitation en raison d'une faible différence de taille entre les atomes de cuivre et de fer, et la cohérence entre la phase riche en cuivre et la matrice rendent les précipités difficilement observables par MET au premier stade de la précipitation [13, 25]. Murayama et al. [19] ont apporté une



preuve directe de la présence de précipités riches en cuivre à l'aide d'une analyse en sonde atomique en trois dimensions.

Viswanathan et al. [25] ont par ailleurs estimé l'énergie d'activation  $Q$  de la précipitation de cuivre dans l'alliage 17-4PH à environ  $112,2 \pm 3.6 \text{ KJ.mol}^{-1}$ . Cette valeur est beaucoup plus faible que l'énergie d'activation de la diffusion d'éléments de substitution dans la ferrite [32]. Il a été suggéré qu'une diffusion accrue de cuivre dans la matrice assistée d'une forte densité de dislocations était responsable de cette faible valeur d'énergie d'activation [25]. De faibles valeurs de l'énergie d'activation ont aussi été notées sur les aciers maraging et expliquées par la présence de canaux de diffusion à travers les dislocations présentes dans la matrice martensitique [26, 27].

Le traitement de revenu à des températures élevées ( $>540^\circ\text{C}$ ) se traduit par la précipitation de précipités incohérents riches en cuivre, de structure cubique face centrée (cfc) moins durs. Il s'ensuit notamment une amélioration de la ténacité et de la résistance à la fissuration en corrosion sous contrainte [1-4]. Zang [28] a montré que les précipités riches en cuivre de structure (cfc) formés lors des revenus à des températures supérieures à  $540^\circ\text{C}$  sont en forme de bâtonnets et sont incohérents avec la matrice (cc) par une relation d'orientation Kurdjumov-Sachs, similaires à ceux observés dans les alliages Fe-Cu. Par ailleurs, pour un alliage 17-4PH revenu à  $650^\circ\text{C}$ , la matrice martensitique est complètement recristallisée [28]. Lorsque cet alliage est revenu à  $600^\circ\text{C}$  une certaine quantité d'austénite de réversion a été observée au niveau des joints de lattes [3], et ce bien que cette température de traitement soit beaucoup plus basse que la température de  $A_{C1}$  (environ  $725^\circ\text{C}$ ) [29].

#### A.3.1.4.2. Austénite de réversion

Théoriquement, si le traitement de revenu se fait à une température supérieure à la température de formation de l'austénite au cours du chauffage,  $A_{C1}$ , la matrice martensitique se transforme partiellement en austénite. Cette transformation progressive est contrôlée par la diffusion, elle dépend donc de la température et de la composition de l'alliage. L'austénite ainsi formée est appelée austénite de réversion par opposition à l'austénite résiduelle qui provient d'une transformation seulement partielle de l'austénite en martensite lors du refroidissement.

L'austénite de réversion est une phase stable à température ambiante et est enrichie en éléments d'addition tels que le nickel, le cuivre et le molybdène [25]. Cette abondance en éléments d'addition la distingue de l'austénite résiduelle. Hsiao et al. [29] ont montré que l'austénite de réversion peut se former à des températures inférieures à  $A_{C1}$ , autour des précipités de cuivre qui sont des sites favorables à la germination hétérogène. En effet, dans ces régions enrichies en cuivre, la température  $A_{C1}$ , qui dépend de la composition, est localement plus basse. La transformation inverse s'effectue donc à plus basse température. Viswanathan et al. [25] ont observé les mêmes résultats pour les aciers maraging. Les lattes de martensite sont appauvries en cuivre suite à la formation des précipités et les joints de lattes, enrichis en cuivre, servent de site de germination à l'austénite de réversion, dès  $546^\circ\text{C}$ . Les températures de début et de fin de transformation de l'austénite au cours du chauffage,  $A_{C1}$  et  $A_{C3}$ , dépendent de la composition de l'acier mais aussi de la vitesse de chauffe. Plus la

---

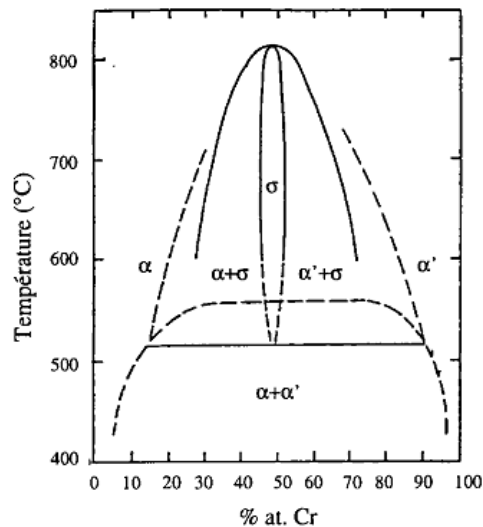
température de revenu est supérieure à  $Ac_1$ , plus la quantité d'austénite de réversion sera grande, mais ceci au détriment de sa stabilité. En effet la stabilité de l'austénite de réversion peut être évaluée en considérant sa teneur en éléments d'alliage. Or dans le cas des traitements à hautes températures, la teneur en nickel est moins importante que dans le cas des plus faibles températures. L'austénite de réversion peut alors se retransformer en martensite [30]. Une fois que la réaction de réversion a progressé de façon suffisamment importante, la structure de l'austénite formée a une apparence lamellaire avec des rubans allongés le long des joints de lattes de martensite [31] ou au niveau des anciens joints de grains austénitiques. Sa fraction volumique augmente avec la température de revenu.

### ***A.3.2. Fragilisation des aciers inoxydables martensitiques durcis par précipitation***

Les transformations microstructurales dans la martensite ne sont visibles ni en microscopie optique (MO), ni en microscopie électronique à balayage (MEB), ni même aux rayons X. Les phases résultantes étant de taille nanométrique et de cristallographie très proches, elles ne peuvent être étudiées que par des techniques plus fines comme la microscopie électronique en transmission ou la microsonde atomique. Dans les aciers inoxydables martensitiques à durcissement structural, ces transformations sont principalement la démixtion  $\alpha/\alpha'$  et la précipitation d'une phase intermétallique la phase G.

#### **A.3.2.1. Démixtion de la solution Fe-Cr**

L'étude de la fragilisation à 475°C des aciers ferritiques est très utile pour la compréhension de la fragilisation des aciers inoxydables martensitiques à durcissement structural. En effet, on retrouve lors du vieillissement de ces aciers une précipitation de la phase  $\alpha'$  dans la martensite. Entre 250°C et 516°C, la ferrite, solution instable se décompose en une phase riche en chrome  $\alpha$  et une pauvre en chrome  $\alpha'$ , selon deux mécanismes variant en fonction de la température de vieillissement et de la composition de la ferrite : la germination et croissance et la décomposition spinodale (**Figure A-6**).



**Figure A-6 – Limite entre la décomposition spinodale et la germination/croissance en fonction de la température et la teneur en chrome de la ferrite**

Dans le cas de la germination et croissance, les précipités possèdent, dès leur apparition, leur composition finale. Lors de la décomposition spinodale, les phases ont une composition qui évolue avec le temps vers une composition d'équilibre. La différence entre les phases obtenues par décomposition spinodale et celles apparues par germination et croissance se fait en observant leur formation. Il est possible par exemple grâce à la spectroscopie Mössbauer, de suivre le spectre de pic correspondant à  $\alpha'$  et de comparer son apparition avec la simultanéité ou non de la formation d'une nouvelle phase. S'il y a simultanéité, il s'agit de germination, sinon il s'agit de décomposition spinodale. Dans la littérature, la décomposition spinodale est cependant le mécanisme plus fréquemment avancé.

La fragilisation causée par le vieillissement thermique des aciers inoxydables martensitiques à durcissement entre 300°C à 400°C a fait l'objet de quelques études [3], celles-ci étant principalement concentrées sur l'impact du vieillissement sur la microstructure et les propriétés mécaniques. Ces études ont montré que les aciers inoxydables à durcissement structural sont fragilisés lorsque la phase  $\alpha'$  précipite par décomposition spinodale [3]. Puisque la concentration de chrome, dans la plupart des aciers inoxydables martensitiques durcis par précipitation est dans la ligne spinodale, la martensite est susceptible de se décomposer en une phase riche en fer  $\alpha$  et une autre phase enrichie en chrome  $\alpha'$ . Les premiers travaux d'Antony [32] faisaient déjà allusion à l'influence de la précipitation de la phase  $\alpha'$  sur les propriétés mécaniques d'un acier 17-4PH. Yrieix et Guttmann [33] ont à leur tour rapporté que les aciers inoxydables 17-4PH présentent une forte sensibilité au vieillissement à 400°C en raison de la précipitations de la phase  $\alpha'$ . Cependant, dans les deux études citées ci-dessus [32, 33], aucune preuve directe pour la précipitation  $\alpha'$  n'est présentée. Murayama et al. [19] et Miller et Burke [34] ont montré des preuves directes de précipitation de la phase  $\alpha'$  après des vieillissements thermiques prolongés à 400 et 482°C en utilisant la sonde atomique tomographique (APFIM) et la microscopie électronique à transition (MET).

---

### A.3.2.2. Précipitation de la phase G

Alors que dans les aciers purement ferritiques la phase G ne précipite pas au cours du vieillissement, elle est susceptible d'apparaître dans la martensite. Cette phase, de structure cubique à face centrée, a pour formule  $Ni_{16}Ti_6Si_7$ , Ni et Ti pouvant être substituée par Cr, Fe, Mo, Mn, V, Nb. Les plus grosses particules se développent sur les dislocations, les autres se forment aux interfaces  $\alpha/\alpha'$  car le nickel et le silicium sont rejetés dans des zones riches en chrome et en fer. La précipitation de la phase G est donc pilotée par la décomposition spinodale. Sa cinétique de précipitation en fonction du vieillissement est caractérisée par la taille des particules, leur densité et leur fraction volumique.

La participation de la phase G dans la fragilisation de la martensite est très controversée. Cependant, il semble difficile d'admettre qu'une précipitation aussi intense de petites particules soit sans effet. Afin de mettre en évidence plus facilement le rôle propre de la phase G dans le processus de fragilisation des aciers duplex, un traitement thermique de restauration partielle a été effectué par Danoix et al. [35]. Ce traitement thermique de 30 minutes à 600°C permet de supprimer la décomposition spinodale mais pas la phase G dans des matériaux vieillis 30000 h à 350°C et 400°C. Les mesures de résilience et de dureté ont permis de montrer que la restauration des propriétés mécaniques est intégrale pour les matériaux préalablement vieillis à 350°C. En revanche, pour les matériaux vieillis à 400°C, il subsiste une dureté résiduelle dans la ferrite, les auteurs n'expliquent cependant pas cette différence d'interaction entre les différents phénomènes.

Dans la littérature, les auteurs sont unanimes pour dire qu'il existe une interaction entre la précipitation de la phase G et la démixtion  $\alpha/\alpha'$ . Cependant le sens de l'interaction reste controversé : la phase G agit-elle sur la démixtion ou est-ce la démixtion qui agit sur la précipitation de la phase G ?

Selon Danoix et al. [36], la décomposition spinodale peut-être observée sans qu'il y ait pour autant précipitation de la phase G. En revanche, la phase G n'apparaît que s'il y a déjà une démixtion  $\alpha/\alpha'$ .

Selon Chung et Leax [3], la cinétique de démixtion de la ferrite résulte de deux facteurs essentiels : de la présence d'éléments d'alliage ou d'impuretés au sein de la ferrite qui sont susceptibles de modifier cette cinétique, mais aussi de la formation simultanée de la phase G. Certains éléments comme le nickel, le molybdène et le carbone accélèrent le durcissement par la formation de la phase  $\alpha'$ . Or la phase G est riche en carbone, silicium, manganèse, molybdène et nickel. Donc la précipitation de la phase G provoque une diminution du nombre d'atomes libres de ces éléments dans la matrice de ferrite. Par conséquent, la cinétique de décomposition spinodale serait ralentie par la formation de phase G.

### A.3.3. *Propriétés mécaniques monotones des aciers inoxydables martensitiques à durcissement structural*

Dans ce paragraphe, nous abordons les études relatives au comportement mécanique sous sollicitation monotone des aciers inoxydables martensitiques à durcissement structural, à température ambiante et à hautes températures. Ces études sont très limitées en nombre et concernent principalement la dureté, les propriétés en traction et la température de transition ductile fragile. Nous avons choisi de nous intéresser dans cette synthèse, uniquement aux nuances d'aciers inoxydables martensitiques à durcissement structural dont la principale phase durcissante est le cuivre : les résultats cités ci-dessous concerneront donc en majeure partie les nuances 17-4PH et 15-5PH. Ces travaux étant plus aboutis sur la nuance 17-4PH, nous nous sommes beaucoup plus concentrés sur celle-ci. Néanmoins, les résultats observés sur l'acier 17-4PH permettront d'entrevoir le comportement de l'acier 15-5PH, pour les mêmes conditions d'essai. Il est important de souligner que, malgré les différences entre ces deux alliages (teneurs en chrome et nickel différentes et la présence de la phase ferritique- $\delta$  dans le 17-4PH), leur teneur en cuivre est quasiment la même.

#### A.3.3.1. Comportement en traction

Wu et Lin [37] ont étudié l'évolution des propriétés mécaniques en traction à hautes températures (200°C, 300°C, 400°C et 500°C) de l'acier 17-4PH en fonction du temps d'exposition en température, lors du traitement de revenu. L'étude a été réalisée sur trois conditions, à savoir : la condition A (il s'agit de l'état obtenu après trempe) et deux conditions de revenus dont H900 et H1150. Les propriétés mécaniques et les traitements thermiques réalisés pour chacune de ces conditions sont consignés dans le **Tableau A-2** et le **Tableau A-3**.

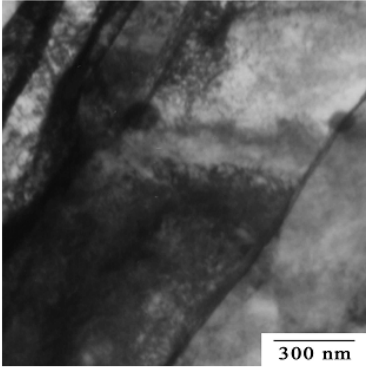
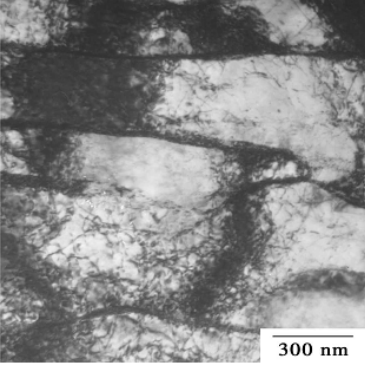
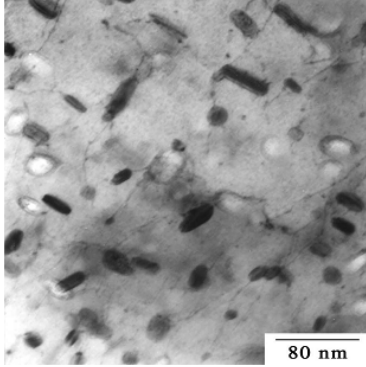
Condition	Treatment
Condition A	1038 °C (1900 °F) × 0.5 h → air cool
H900	Condition A → 482 °C (900 °F) × 1 h → air cool
H1150	Condition A → 621 °C (1150 °F) × 4 h → air cool

**Tableau A-2 – Traitements thermiques réalisés sur l'acier 17-4PH [37]**

Condition	Ultimate tensile strength (MPa)	Yield strength (MPa)	Elastic modulus (GPa)	Elongation (in 25 mm) (%)	Hardness (HRc)	V-Notch impact toughness (J)
Condition A	1018	992	199	13.4	32	67
H900	1409	1381	208	12.7	44.5	21
H1150	966	880	196	18.4	31.5	75

**Tableau A-3 – Propriétés mécaniques correspondants aux différents traitements de revenu [37]**

Les microstructures correspondantes à ces différentes conditions de traitements thermiques sont présentées sur la **Figure A-7**.

État trempé	État revenu H900	État revenu H1150
<i>Lattes de martensite parallèles avec une très forte densité de dislocations.</i>	<i>Réduction de la densité de dislocations et apparition d'un réseau de dislocations régulier à l'intérieur des lattes de martensite.</i>	<i>Matrice composée de grands précipités riches en cuivre en forme de tige et une très faible densité de dislocations.</i>
		

**Figure A-7 – Structures de dislocations correspondantes aux différentes conditions de traitements thermiques [17]**

Nous invitons les lecteurs à garder ces informations en mémoire car l'ensemble des résultats aussi bien en traction, en fatigue et en fissuration seront discutés suivant ces trois conditions [37].

#### A.3.3.1.1. A l'état trempé : condition A

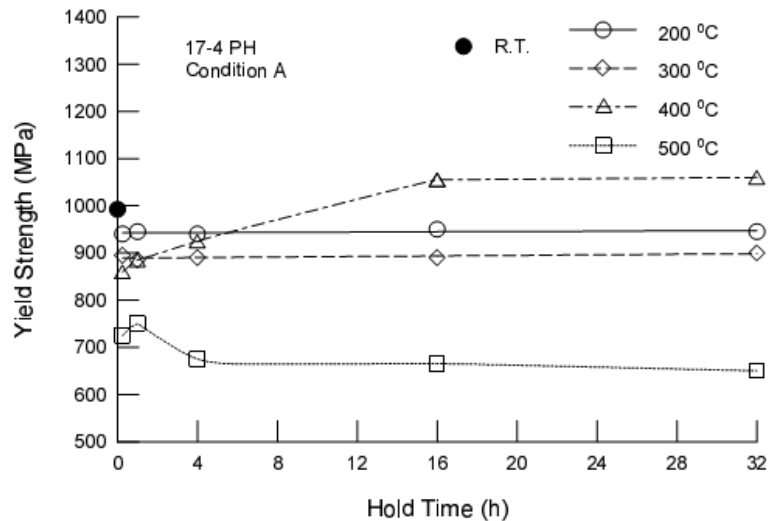
Les températures considérées ici sont des températures d'essai.

- **De la température ambiante à 400°C**

Wu et Lin [37] ont étudié l'évolution de la limite d'élasticité en fonction du temps d'exposition à différentes températures d'essai. Le résultat obtenu est celui de la **Figure A-8**. La limite d'élasticité diminue avec la température d'essai à 200°C et à 300°C. Mais, elle reste constante quelque que soit le temps d'exposition. Par contre à 400°C, la limite d'élasticité augmente avec le temps d'exposition jusqu'à devenir supérieure à la limite d'élasticité à température ambiante. Wu et Lin [37] attribuent cette augmentation à la précipitation durcissante des phases riches en cuivre qui est active à 400°C. L'invariance sur la limite d'élasticité observée à 200°C et 300°C étant quant à elle lié à une stabilité microstructurale. En effet, Wu et Lin [37] n'ont pas trouvé de modifications significatives de la microstructure à 200°C et 300°C pour des temps d'exposition de 0,25 h à 32 h. Des travaux antérieurs [25, 28] avaient déjà montré qu'il faut un temps d'exposition important pour compléter le processus de précipitation des phases riches en cuivre à l'état trempé pour des températures inférieures à 400°C.

- A 500°C

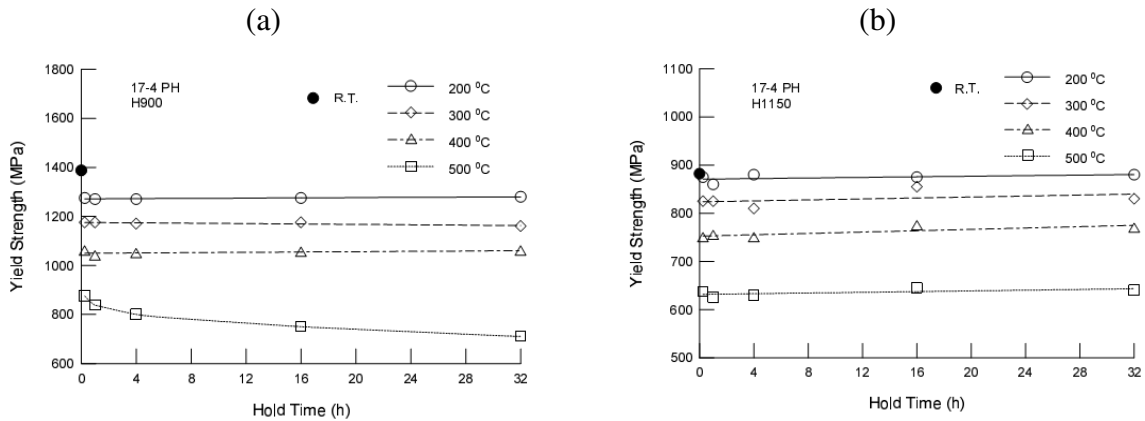
Wu et Lin [37] ont constaté une augmentation rapide suivie d'une diminution progressive de la limite d'élasticité avec le temps d'exposition. Ils attribuent cette augmentation à l'effet durcissant de la précipitation des phases riches en cuivre. La diminution progressive qui la succède est quant à elle attribuée au grossissement progressif avec le temps d'exposition des précipités riches en cuivre.



**Figure A-8 – Variation de la limite d'élasticité à température ambiante pour différentes températures d'essai de l'acier 17-4PH à l'état trempé [37]**

A.3.3.1.2. Aux états revenus : H900 et H1150

Dans la même logique, Wu et Lin [37] ont étudié l'influence des hautes températures sur la limite d'élasticité des états revenus. Les résultats sont présentés sur la **Figure A-9**. Tout comme à l'état trempé, la limite d'élasticité des deux états revenus diminue avec la température 200°C et 300°C, indépendamment du temps d'exposition. Cette conclusion est aussi valable à 400°C, contrairement à l'observation faite à l'état trempé. Les analyses DSC réalisées sur les états revenus n'ont mis en évidence aucun pic exothermique de la température ambiante à 500°C. La précipitation observée sur l'état trempé à 400°C n'est donc pas susceptible d'apparaître sur les états revenus. De plus, les états revenus H900 et H1150 sont initialement traités à 482°C et 621°C respectivement avant traction à hautes températures. La microstructure de ces deux conditions n'est donc pas susceptible d'évoluer pour des températures inférieures à leur température de revenu d'origine. Néanmoins, dans le cas d'un maintien à 500°C de la condition H900, les auteurs ont noté une diminution progressive de la limite d'élasticité avec le temps d'exposition. La température initiale de revenu de cet alliage est inférieure à 500°C. Les auteurs associent donc cette diminution au grossissement des précipités riches en cuivre.

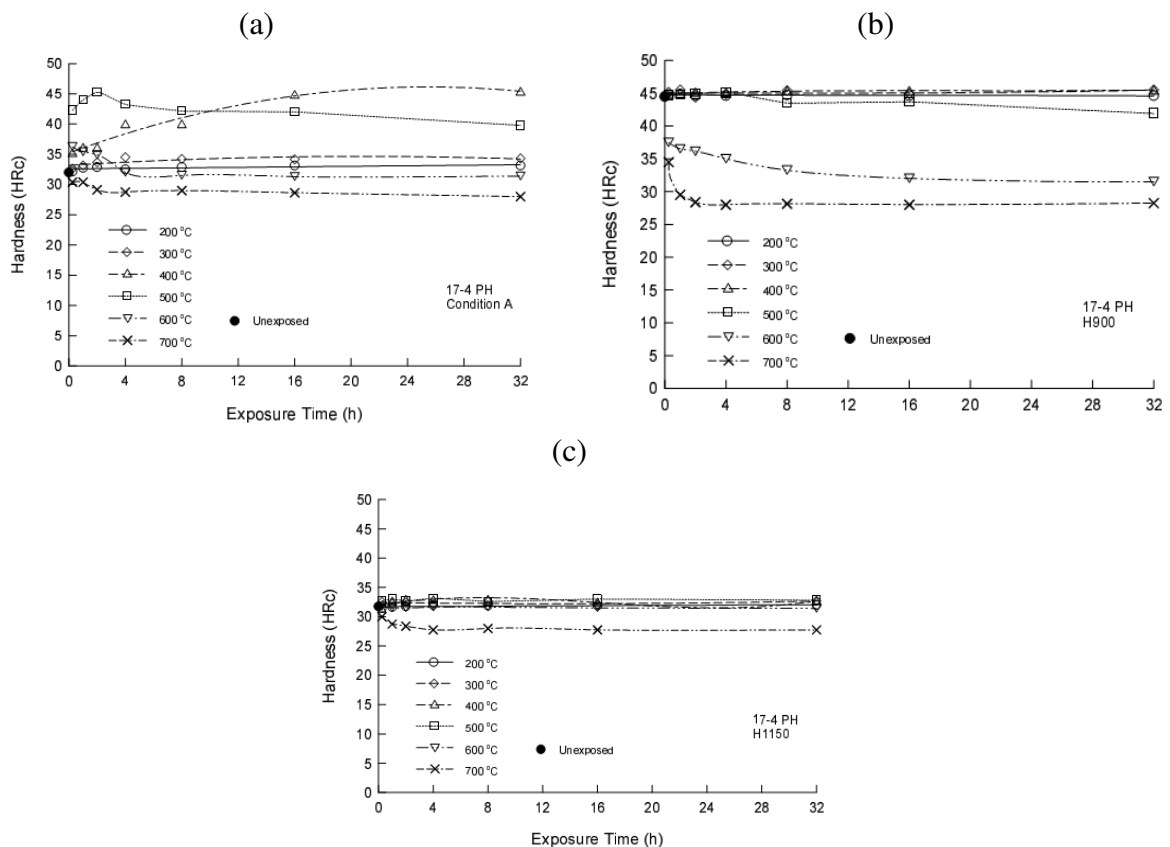


**Figure A-9 – Variation de la limite d'élasticité à hautes températures de l'acier 17-4PH à l'état revenu. (a) Etat revenu H900, (b) état revenu H1150 [37]**

#### A.3.3.2. Dureté

Dans la même veine, Wu et Lin [37] ont étudié la dureté de l'alliage en fonction du temps d'exposition de l'acier 17-4PH à hautes températures. Les auteurs ont observé une tendance similaire entre les évolutions de limite d'élasticité et les évolutions de dureté. Plus précisément, la dureté est indépendante du temps d'exposition (0,25 h à 32 h) à 200°C et 500°C pour l'ensemble des conditions de traitement thermique. Excepté pour l'état trempé à 400°C et 500°C et l'état revenu H900 à 500°C, comme nous pouvons le voir sur la **Figure A-10**. Par conséquent, la réduction de limite d'élasticité observée lors de l'augmentation de la température de 200°C à 400°C pour chacun des traitements thermiques pourrait être attribuée principalement à un effet sur la mobilité des dislocations plutôt qu'à la modification de microstructure. De plus, ces résultats indiquent que la variation de résistance à la traction après un maintien à hautes températures (200°C à 500°C) pour l'alliage 17-4PH pourrait être estimée par une simple mesure de la dureté après un temps d'exposition.

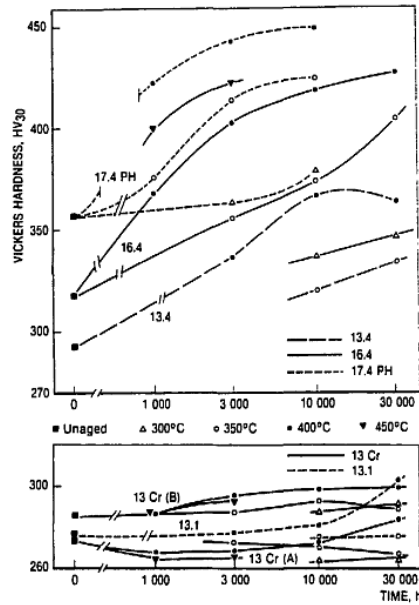




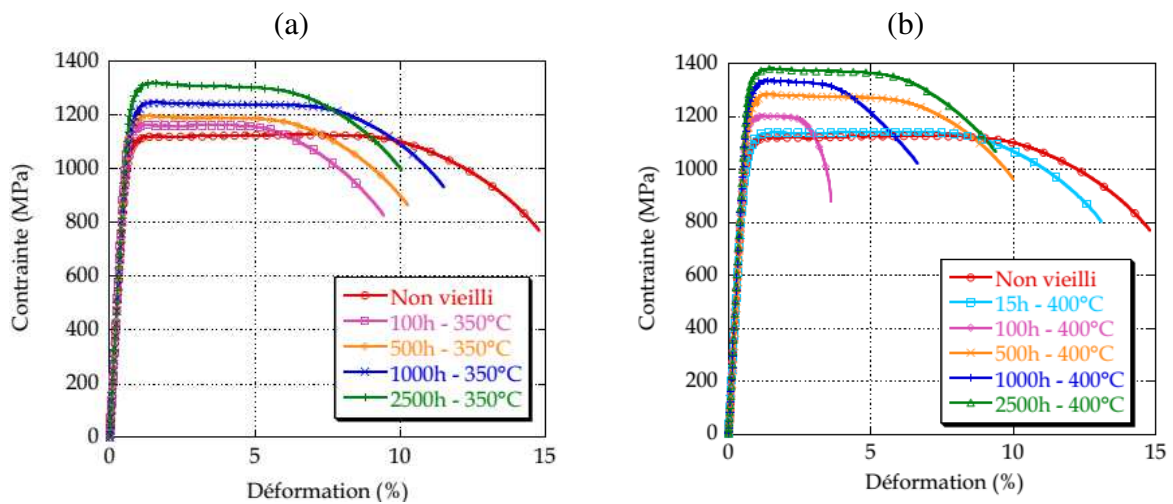
**Figure A-10 – Variation de la dureté après maintien à hautes températures de l’acier en fonction de la durée de ce maintien pour l’acier 17-4PH à l’état revenu. (a) Etat trempé, (b) état revenu H900, (c) état revenu H1150 [37]**

#### A.3.3.3. Influence du vieillissement thermique sur les propriétés mécaniques monotones

Le vieillissement s’accompagne d’une augmentation de la dureté et des propriétés de résistance en traction, ainsi que d’une diminution de la ductilité [33, 38], comme le montrent les **Figure A-11** et **Figure A-12**. En effet, sur la **Figure A-11** nous observons une augmentation de la dureté avec le vieillissement 5 nuances d’aciers inoxydables martensitiques durcis par précipitation. La **Figure A-12** quant-à-elle met en évidence l’augmentation de la limite d’élasticité  $R_{e0,2\%}$ , de la résistance à la traction  $R_m$  et la chute de l’allongement avec le vieillissement pour le cas de l’acier 15-5PH vieilli à 350°C et 400°C pour des temps de vieillissement allant jusqu’à 2500 h.

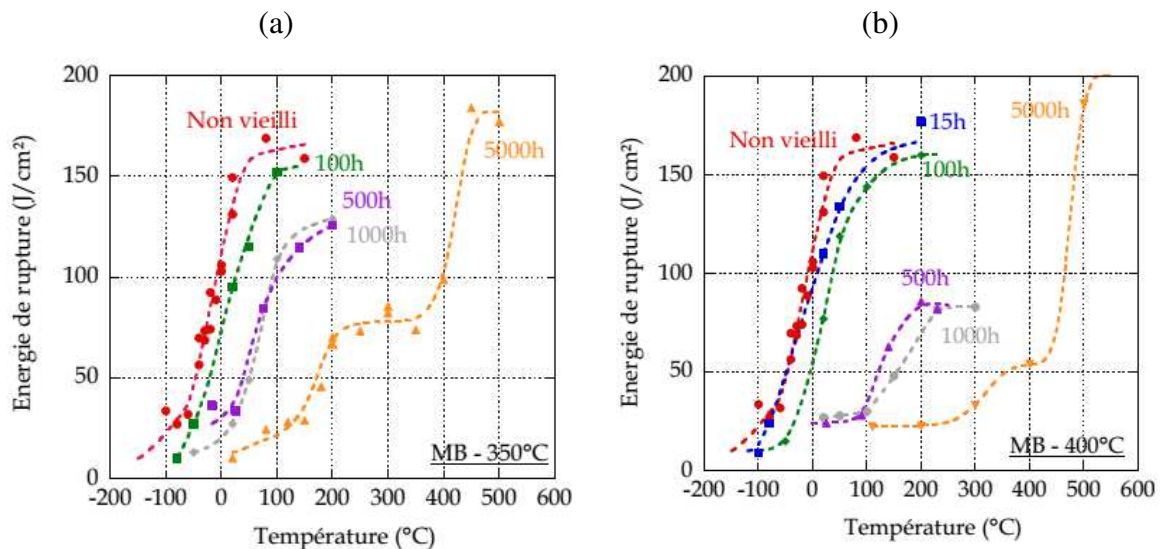


**Figure A-11 – Evolution de la dureté avec le vieillissement [33]**



**Figure A-12 – Evolution de la courbe de traction de l'acier 15-5PH (durci à 1070 MPa) avec le vieillissement à température ambiante. (a) Vieillissement à 350°C, (b) vieillissement à 400°C[38]**

Par ailleurs, la résilience des aciers inoxydables martensitique est également affectée par le vieillissement. On assiste à une augmentation de la température de transition ductile fragile (TTDF), **Figure A-13**, au fur et à mesure que les conditions de vieillissement sont sévères. Ainsi, pour des durées de vieillissement de l'ordre de 5000 h, la transition intervient à des températures voisines des températures d'usage. On notera également une réduction de la valeur de la résilience atteinte sur le plateau ductile pour les durées de vieillissement les plus courtes. La situation est toutefois plus complexe après 5000 h de vieillissement.



**Figure A-13 – Evolution de la température de transition ductile-fragile (TTDF) de l'acier 15-5PH (durci à 1070 MPa) avec le vieillissement. (a) Vieillissement à 350°C, (b) vieillissement à 400°C [38]**

**Synthèse :**

*On distingue 4 générations d'aciers inoxydables à durcissement structural. Dans la première et la quatrième génération, la précipitation du cuivre est responsable du durcissement par précipitation. Ce durcissement par précipitation a un impact considérable sur la microstructure et les propriétés mécaniques de ces alliages, en ce sens, que l'on passe d'une microstructure en lattes de martensite à fortes densités de dislocations (à l'état trempé) à une microstructure plus adoucie (états revenus). La limite d'élasticité de ces aciers est réduite avec une augmentation de température d'essai variant de 200°C à 500°C pour l'état trempé et les états revenus. Ces travaux font échos de l'importance de la précipitation du cuivre sur le comportement mécanique de ces alliages.*

*Lors d'une exposition prolongée pour des températures allant de 290°C à 400°C, on assiste à une fragilisation de ces aciers causée par la décomposition spinodale de la martensite en deux phases, dont l'une riche en chrome  $\alpha$  et l'autre appauvrie  $\alpha'$ . Toutefois, la phase G pourrait aussi contribuer à cette fragilisation. Les propriétés mécaniques monotones de ces alliages sont clairement affectées par cette exposition : on assiste à une augmentation de la dureté et de la résistance à la traction, à une baisse de ductilité et à l'augmentation de la température de transition ductile fragile.*

**A.3.4. Tenue en fatigue des aciers inoxydables martensitiques à durcissement structural**

Les travaux portant sur la fatigue en endurance et la fatigue oligocyclique des aciers inoxydables martensitiques à durcissement sont très limités. Ils sont pour la plupart concentrés sur l'alliage 17-4PH, l'acier 15-5PH n'ayant à notre connaissance quasiment pas été étudié. Sur l'acier 17-4PH, les investigations les plus conséquentes ont été menées par Wu et Lin [3].

Tout comme leurs travaux effectués sur le comportement monotone, les études en fatigue portent à la fois sur l'état trempé et les états revenus. La température, la fréquence, la vitesse de déformation, mais aussi le niveau de déformation sont autant de paramètres extrinsèques pouvant modifier le comportement cyclique et la résistance à la fatigue. Ces effets seront décrits dans le paragraphe suivant.

#### A.3.4.1. Comportement en fatigue endurance

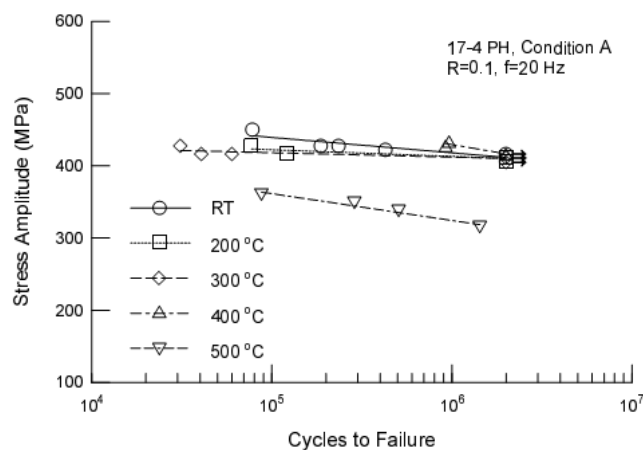
##### A.3.4.1.1. Influence de la température

##### A.3.4.1.1.1. A l'état trempé

Wu et Lin [37] ont tout d'abord étudié l'influence de la température sur l'endurance de l'alliage 17-4PH à l'état trempé. La plage de température s'étendait de la température ambiante à 500°C, les essais ont été menés à 20 Hz, pour un rapport de charge  $R = 0,1$ .

- **De la température ambiante à 400°C**

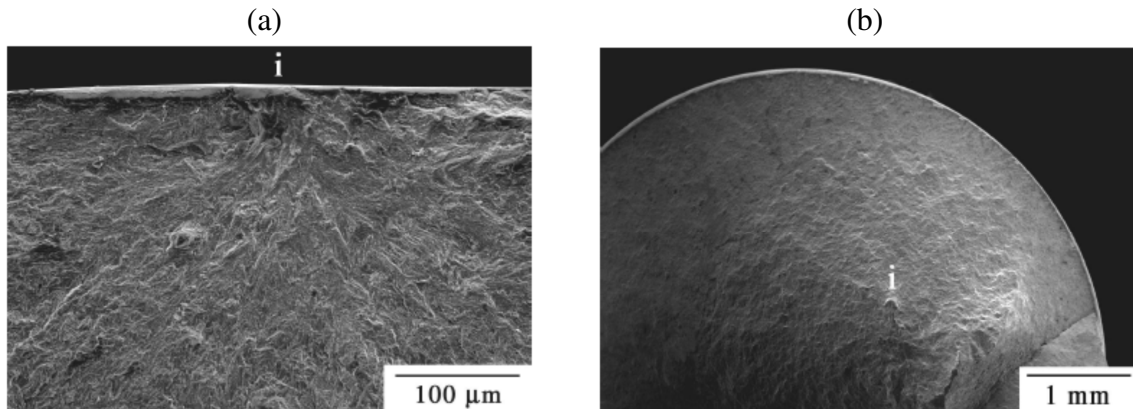
La résistance à la fatigue de l'acier 17-4PH diminue avec l'augmentation de température, comme le montre la courbe S-N de la **Figure A-14**. Une exception est notée à 400°C pour des durées de vie supérieures à  $2 \cdot 10^5$  cycles (endurance illimitée), où la résistance à la fatigue est supérieure à celle des autres températures. Avant 400°C, l'augmentation de température génère un effet similaire sur la résistance à la fatigue que sur la limite d'élasticité (cf. **A.3.3.1**). A 400°C, on assiste à une augmentation de la résistance à la fatigue attribuée à une précipitation de cuivre in-situ. Elle pourrait aussi être causée, selon Wu et Lin [37], par un changement de sites d'amorçage.



**Figure A-14 – Evolution de l'endurance de l'acier 17-4PH à l'état trempé en fonction la température [37]**

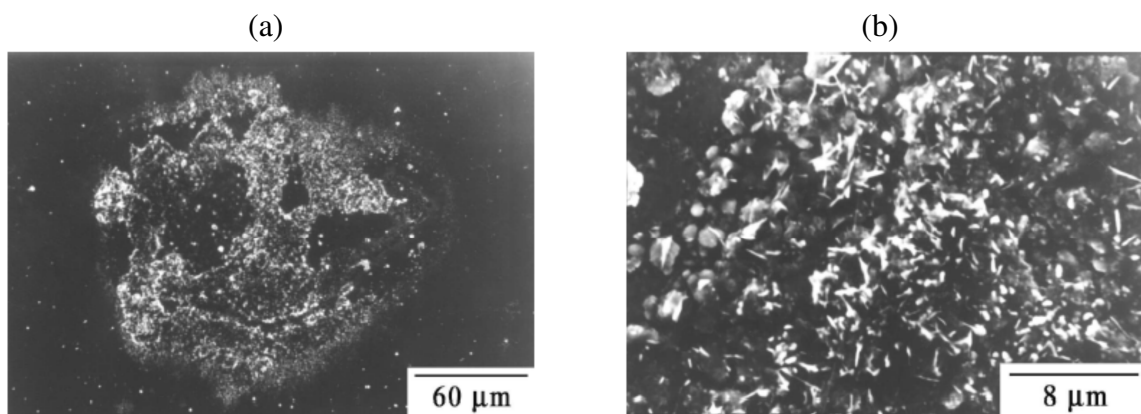
Wu et Lin [37] ont donc mené des analyses fractographiques sur les éprouvettes rompues en endurance limitée aussi bien à basses températures (température ambiante et 200°C) qu'à hautes températures (300°C et 400°C), pour identifier le mécanisme responsable de cette différence, **Figure A-15**. Pour les éprouvettes rompues testées à basses températures, l'amorçage a lieu en surface et est suivi d'une région de propagation plane ayant un motif en

lignes de rivière. A contrario, à hautes températures, l'amorçage de la fissure intervient à cœur.

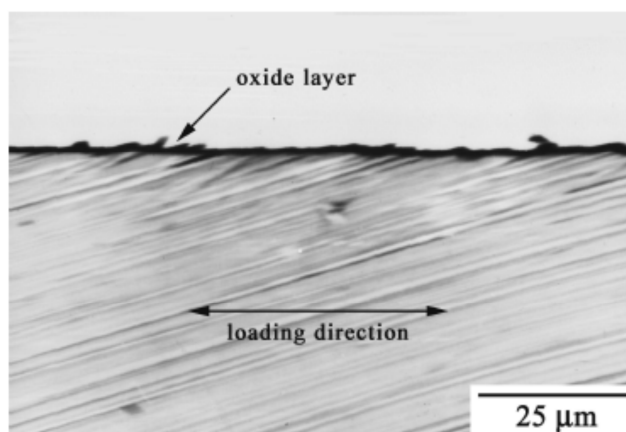


**Figure A-15 – Différence entre site d'amorçage à hautes et basses températures en endurance illimitée. (a) Basses températures, (b) hautes températures [37]**

Wu et Lin [37] ont par ailleurs constaté que ce changement dans la nature du site d'amorçage pouvait être lié à l'oxydation en surface des échantillons. En exposant des échantillons à 300°C et 400°C, pour respectivement 8 h et 4 h, ils ont observé que la surface des échantillons testés à 300°C se compose d'une couche d'oxyde homogène sur laquelle on distingue des nodules d'oxydes (**Figure A-16** et **Figure A-17**). A 400°C, en plus de la formation de cette couche d'oxyde, des cristaux aciculaires se forment au-dessus des nodules d'oxyde. Botella et al [39] ont observé que l'acier inoxydable austénitique 17Cr-2Ni chauffé à 700°C présente une couche d'oxyde riche en chrome, homogène et comportant de nombreux nodules riches en fer sur laquelle des cristaux octaédriques riches en chrome et en manganèse se forment. Il semble donc que cette couche d'oxyde observée sur le 17Cr-2Ni peut également se produire sur le 17-4PH à 300°C et 400°C. Par contre, aucune couche d'oxyde n'a été observée par les auteurs sur les échantillons testés à basses températures.



**Figure A-16 – Images MEB des surfaces oxydées à l'état trempé. (a) 300°C × 8h et (b) 400°C × 4 h [37]**



**Figure A-17 – Images MEB de la face latérale de l’éprouvette de fatigue endurance à l’état trempé testée à 20 Hz à 400°C [37]**

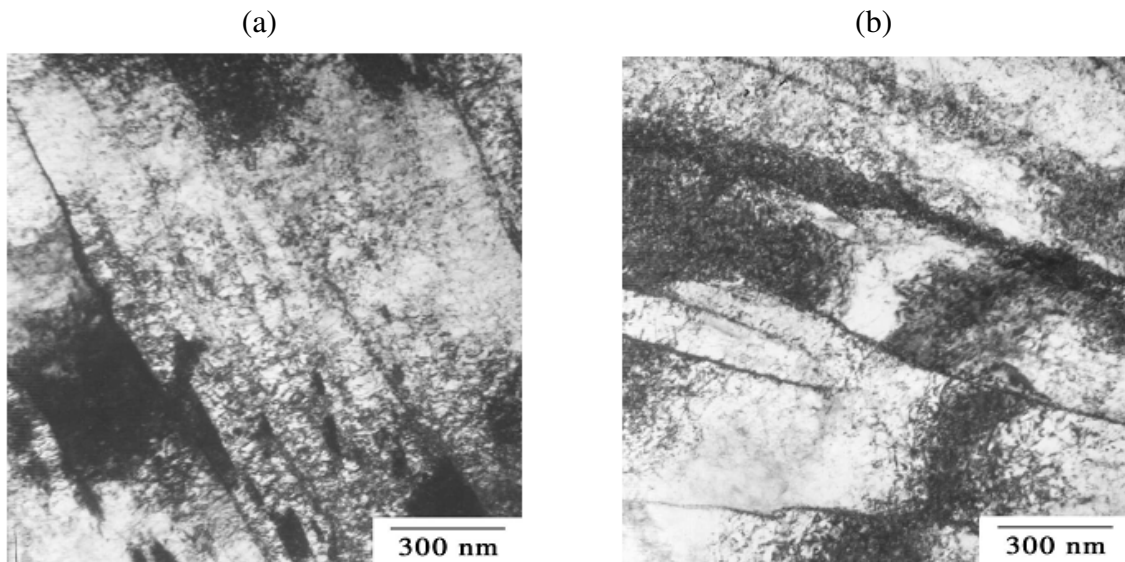
Des études antérieures [3] ont montré que l’amorçage de fissure de fatigue interne sous air à températures élevées peut être attribué à la diminution des surfaces de glissement du fait de la présence d’une couche mince d’oxyde. Cette couche a un impact sur les bandes de glissement et mène à une plus grande surface écrouie, ce qui empêche un amorçage en surface. Wu et Lin [37] ont comparé le niveau de contrainte cyclique avec la limite d’élasticité en endurance illimitée car cette donnée peut être un indicateur de l’endommagement de la couche d’oxyde. Les rapports de la résistance à la transition (contrainte cyclique maximale correspondant à la durée de vie de  $2.10^5$  cycles) et la limite d’élasticité pour un temps d’exposition de 0,25 h à 300°C et 400°C sont très proches de 1, comme le montre le **Tableau A-4**. Cela implique donc qu’en endurance (durées de vie supérieures à  $2.10^5$  cycles), le niveau de contrainte cyclique est inférieur à la limite d’élasticité et, par conséquent, la couche d’oxyde est à peine endommagée par de faibles niveaux de déformation. Wu et Lin [37] ont donc conclu qu’à températures élevées, la couche d’oxyde protectrice renforce la résistance à l’amorçage des fissures de surface en fatigue. L’amorçage est alors plutôt interne, entraînant une augmentation de la résistance à la fatigue d’un niveau proche ou supérieur celle des basses températures.

Condition	Transition stress <sup>†</sup> (MPa)	Yield strength <sup>†</sup> (MPa)	Transition stress/ Yield strength
Condition A, 300°C	924	895	1.03
H900, 300°C	1184	1175	1.01
H900, 400°C	1100	1060	1.04
H1150, 300°C	845	825	1.02
H1150, 400°C	807	750	1.08

**Tableau A-4 – Comparaison du niveau de contrainte cyclique maximale et de la limite de d’élasticité de l’acier 17-4PH pour toutes les conditions de traitements thermiques à hautes températures [37]**

Des observations au MET, **Figure A-18**, réalisées par Wu et Lin [37] sur les structures de dislocations des éprouvettes testées en fatigue à 300°C et 400°C (état trempé) montrent que les microstructures des deux températures sont constituées de lattes de martensites à peu près

parallèles, avec des réseaux de dislocations clairement visibles, contrairement à celles de l'état trempé initial. Wu et Lin [37] suggèrent donc que les processus de régénérations de structure activés thermiquement, tels que la montée et/ou la déviation des dislocations, interviennent à 300°C et 400°C, ce qui réduit la densité des dislocations et favorise la formation d'un réseau régulier de dislocations.



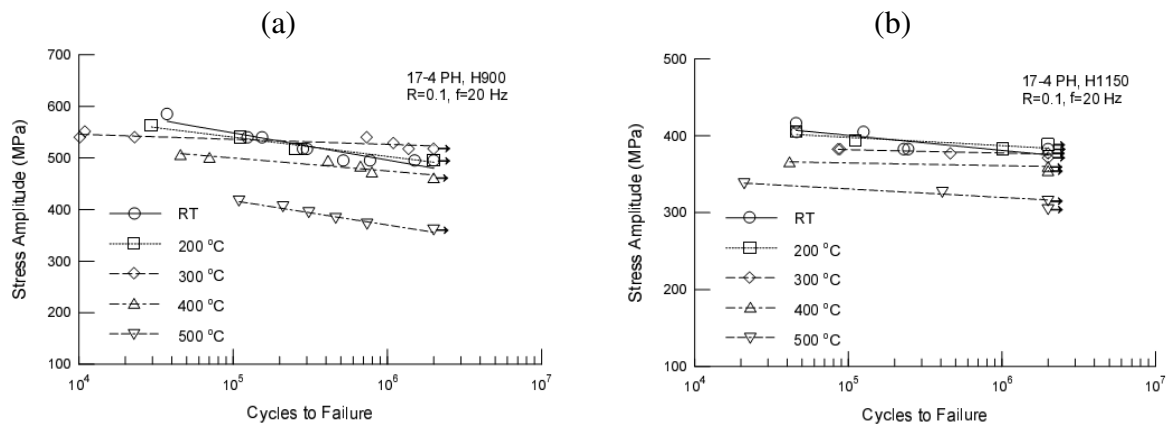
**Figure A-18 – Structures des dislocations de l'acier 17-4PH à l'état trempé. (a) Microstructure initiale, (b) microstructure à 400°C après 32 h d'exposition [37]**

- **A 500°C**

A 500°C la résistance à la fatigue de l'état trempé est faible par rapport aux températures inférieures. Wu et Lin [37] attribuent cet abattement à une précipitation in-situ des précipités riches en cuivre durant l'essai de fatigue.

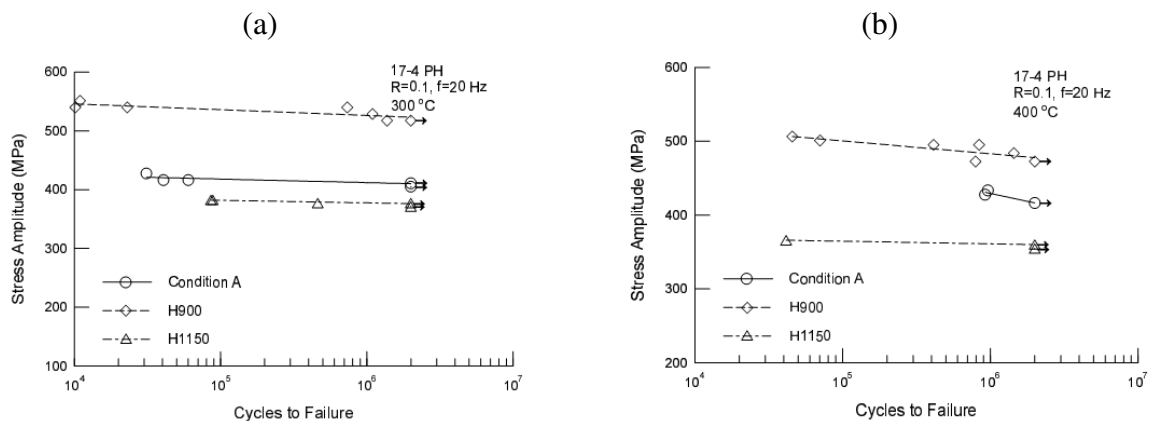
A.3.4.1.1.2. Aux états revenus : H900 et H1150.

Dans la même optique, Wu et Lin [37] ont étudié le comportement en fatigue-endurance des aciers revenus en température (**Figure A-19**). Tout comme à l'état trempé, la résistance à la fatigue des états revenus diminuent avec l'augmentation de la température, exception faite pour l'état H900 à 300°C. Les auteurs suggèrent que le raisonnement employé pour expliquer le comportement à 400°C de l'état trempé en endurance illimitée et associé à un changement de site peut être reconduit ici pour expliquer celui de l'état revenu H900 à 300°C.



**Figure A-19 – Endurance des états revenus à hautes températures.**  
**(a) Etat revenu H900, (b) état revenu H1150 [37]**

Il est généralement admis que la résistance à la fatigue d'un acier augmente avec sa résistance à la traction [41]. Pour un alliage avec une limite d'élasticité élevée, les dislocations dans la matrice seront plus difficiles à déplacer, la résistance à l'amorçage de fissure par fatigue et la résistance à la fatigue se voit donc augmentées [40, 42], Wu et Lin [37] ont établi l'ordre suivant sur les résistance à la fatigue, quelle que soit la température d'essai : état revenu H900 > état trempé > état revenu H1150, **Figure A-20**. Ce résultat suggère que les précipités cohérents initiaux de l'état revenu H900 sont plus résistant à l'amorçage comparé à l'état trempé et à l'état revenu H1150.



**Figure A-20 – Comparaison des courbes d'endurance des différents traitements thermiques de l'acier 17-4PH à hautes températures. (a) 300°C, (b) 400°C [37]**

#### A.3.4.1.2. Influence de la fréquence

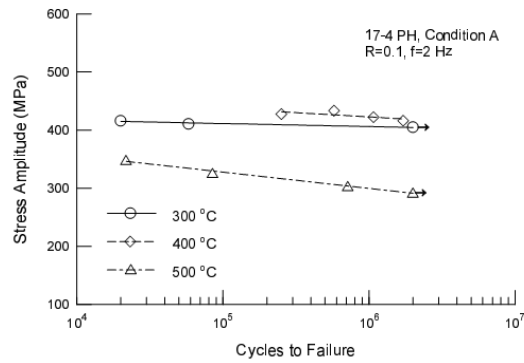
Pour étudier l'effet de la fréquence sur l'endurance, Wu et Lin [37, 43] ont choisi de réaliser des essais à 2 Hz pour la même gamme de températures qu'à 20 Hz.

##### A.3.4.1.2.1. Etat trempé

- [300°C → 400°C]

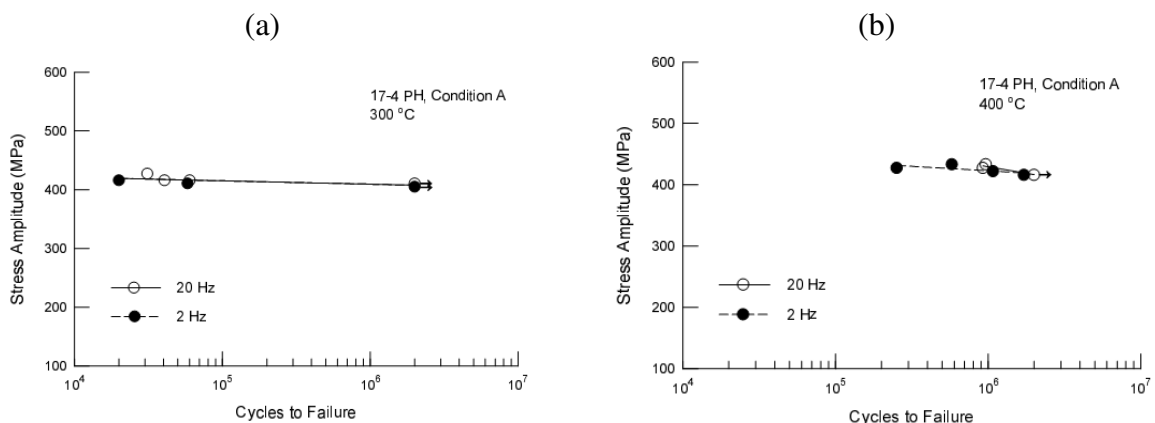
Les résultats obtenus à 2 Hz présentent les mêmes tendances que ceux obtenus à 20 Hz avec une résistance à la fatigue supérieure à 400°C (**Figure A-21**).





**Figure A-21 – Courbe d’endurance à 2 Hz de l’état trempé à différentes températures [37, 43]**

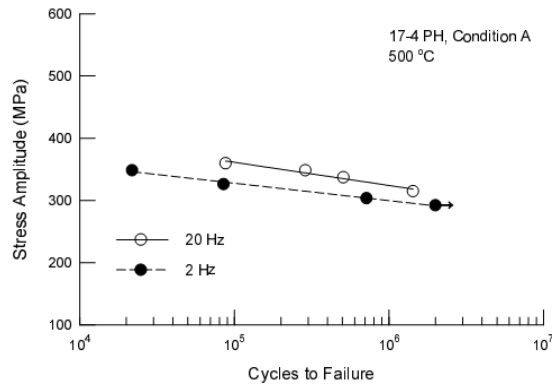
Par ailleurs, pour les températures de 300°C et 400°C, Les courbes S-N à 2 Hz et à 20 Hz coïncident, comme le montre la **Figure A-22**. En effet, à 400°C, durant la précipitation durcissante in-situ, les chances d’apparition d’un mécanisme de type fluage durant l’essai de fatigue sont très faibles, raison pour laquelle les courbes de fatigue à 2 Hz et 20 Hz se superposent.



**Figure A-22 – Comparaison des courbes d’endurance à 2 Hz et 20 Hz à hautes températures. (a) 300°C, (b) 400°C [37, 43]**

- [A 500°C]

Cependant, à 500°C, Wu et Lin [37] ont noté une diminution significative de la résistance à la fatigue à faible fréquence. Ils ont attribué cette diminution à l’endommagement par fluage, sur la base d’observations en microscopie électronique par balayage (MEB). Les surfaces des éprouvettes rompues à 300°C et 400°C, à des fréquences de 2 Hz et 20 Hz, indiquent une rupture transgranulaire. Pour l’éprouvette rompue à 20 Hz à 500°C, le mode de rupture est comparable à celui observé à 300°C et 400°C. Par contre, l’éprouvette rompue à 2 Hz à 500°C présente de nombreuses décohésions intergranulaires, montrant des signes de cavitation aux joints de grains indicative de l’activation d’un mécanisme de type fluage (**Figure A-23**).

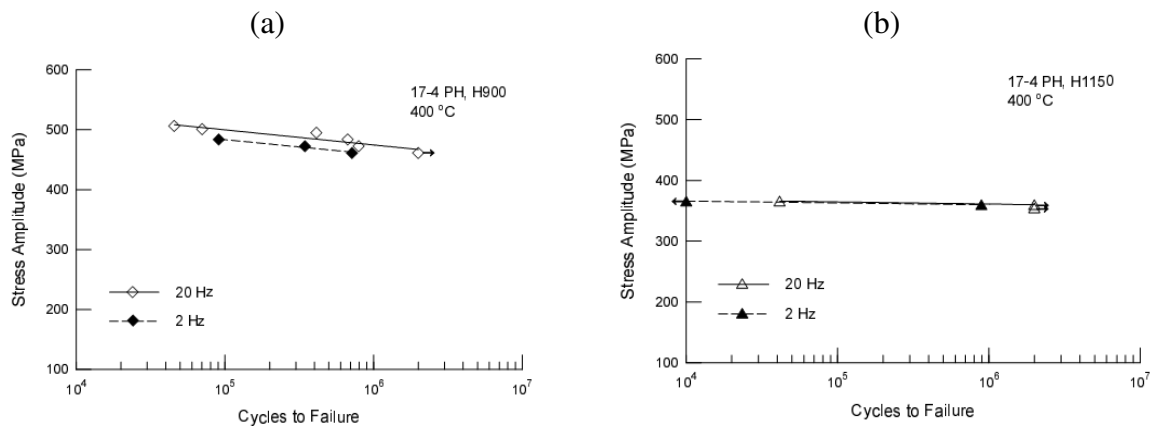


**Figure A-23 – Comparaison des courbes d’endurance à 2 Hz et 20 Hz à 500 °C [37, 43]**

A.3.4.1.2.2. Aux états revenus

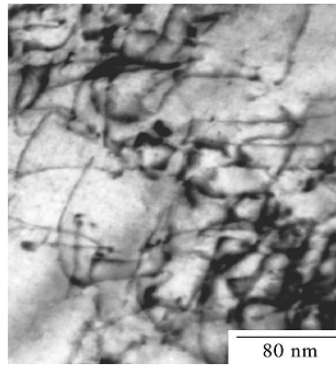
- [300 °C et 400 °C]

L’étude de l’influence de la fréquence est reconduite sur les états revenus. Seul l’état revenu H900 présente une légère diminution de la résistance à la fatigue à faible fréquence à 400 °C (**Figure A-24**).



**Figure A-24 – Comparaison des courbes d’endurance à 2 Hz et 20 Hz à 400 °C. (a) Etat revenu H900, (b) état revenu H1150 [37, 43]**

D’après Wu et Lin [37, 43], cette diminution de résistance pourrait donc être liée à l’activation d’un mécanisme de montée des dislocations [44]. A l’état H900, les précipités de cuivre ont une structure très fine, de telle sorte que lorsque la fréquence de chargement baisse à 400 °C, les dislocations franchissent plus facilement les obstacles constitués par les précipités de cuivre et peuvent poursuivre leur mouvement, conduisant à une moindre résistance à la fatigue. Il s’agit ici de dislocations planaires comme l’illustre la **Figure A-25**. L’état de revenu H1150 présente quant à lui des précipités riches en cuivre qui grossissent et deviennent incohérents avec la matrice, ce qui rend le mécanisme de montée de dislocations plus difficile. A 500 °C, les conclusions obtenues sur l’état trempé restent valables sur les états revenus.



**Figure A-25 – Dislocations observées sur l'état revenu H900 [37]**

A.3.4.1.3. Mécanisme de rupture

Ce paragraphe synthétise les mécanisme de rupture sur l'état trempé (ET) et les états revenus à H900 et H110 de 300°C à 500°C à 20 Hz observé par Wu et Lin [37].

- [A 20 Hz]

	Etat	300°C/400°C	500°C
Endurance limitée	Etat trempé H900 H100		
		<p><i>Amorçage en surface à partir de bandes de glissement et suivie d'une région de propagation stable avec un motif en rivière.</i></p>	<p><i>Amorçage en surface, l'éprouvette rompue présente une coupe en cône à cause du niveau de contrainte appliquée et du grossissement in-situ des précipités durant le chargement cyclique.</i></p>

### Synthèse :

La résistance à la fatigue endurance des aciers inoxydables martensitiques aux états revenus est plus importante que celle de l'état trempé à hautes températures dans certains cas de revenus. Pour chaque traitement thermique, la résistance à la fatigue diminue avec l'augmentation de la température, sauf pour l'état trempé à 400°C et la condition de revenu H900 à 300°C en endurance illimitée. En effet, à 400°C, la résistance à la fatigue supérieure aux températures inférieures serait due à une précipitation in-situ durcissante. Pour l'état revenu H900 à 300°C, l'augmentation de résistance à la fatigue en endurance illimitée résulte des effets de l'oxydation de surface et des mécanismes de dislocations activés thermiquement.

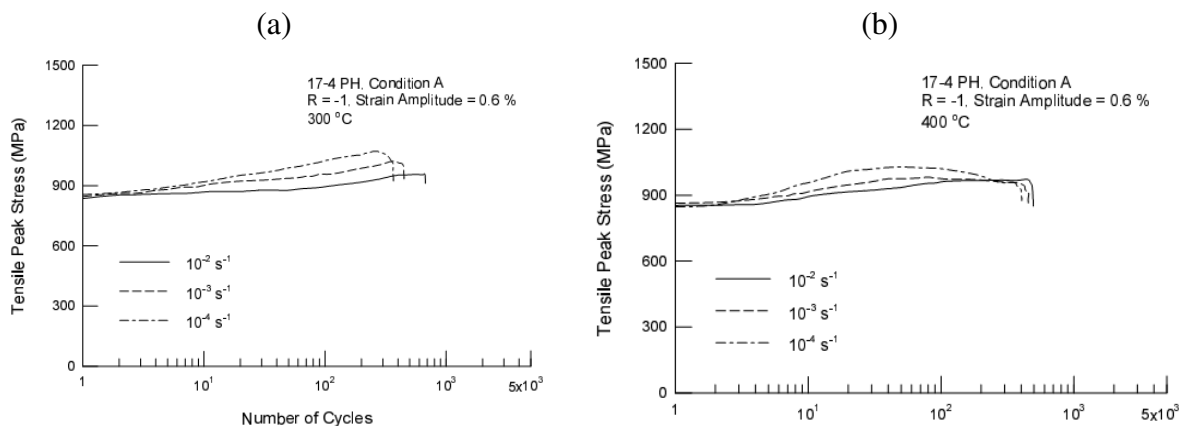
#### A.3.4.2. Comportement en fatigue oligocyclique

##### A.3.4.2.1. Influence de la température

##### A.3.4.2.1.1. Alliage à l'état trempé

- [300°C et 400°C]

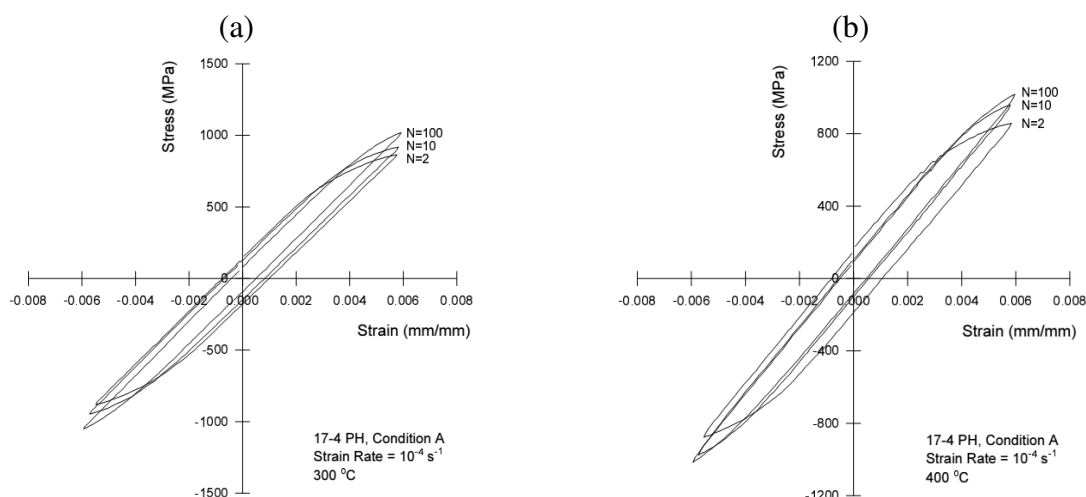
Wu et Lin [45] ont notamment étudié l'influence de la température sur la réponse de la contrainte cyclique (variation de la contrainte maximale en traction en fonction du nombre de cycles) de l'acier 17-4PH à l'état trempé. Les essais ont été réalisés à  $\pm 0,6\%$  de déformation imposée pour trois températures (300°C, 400°C et 500°C) et trois vitesses de déformation ( $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ,  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ). Les résultats obtenus sont présentés en **Figure A-26**. La réponse à la contrainte cyclique de la microstructure à l'état trempé est assez intéressante. En effet, à 300°C et 400°C, on assiste à un durcissement cyclique assez marqué pour les trois vitesses de déformation. De plus, une diminution de la vitesse de déformation provoque une augmentation de la contrainte. A 500°C cependant, on observe un comportement inverse correspondant à un adoucissement cyclique.



**Figure A-26 – Courbe de fatigue oligocyclique de l'acier 17-4PH à l'état pour différentes vitesses de déformation à hautes températures. (a) 300°C, (b) 400°C [37]**

Ce durcissement cyclique pourrait provenir d'un des effets individuels ou combinés des mécanismes suivants : (i) la génération de dislocations et de leurs interactions [46], (ii) la formation de fins précipités lors de la déformation cyclique [62], et (iii) l'interaction entre les dislocations mobiles et les atomes de soluté, c'est à dire, le vieillissement dynamique (Dynamic Strain Ageing ou DSA en anglais) [47]. Wu et Lin [45] ont mené des analyses supplémentaires sur l'origine de ce durcissement. Des analyses MET n'ont pas identifié de précipitations in-situ de cuivre au sein du matériau déformé cycliquement à 300°C. Par ailleurs, des études antérieures [25, 28] ont indiqué qu'à l'état trempé l'acier a besoin d'un temps d'exposition assez conséquent pour compléter son processus de précipitation lorsqu'il est testé à une température inférieure à 400°C. La durée du test de fatigue oligocyclique dans cette étude n'était probablement pas assez longue pour qu'une précipitation in-situ de cuivre ait lieu pour créer ainsi un obstacle aux dislocations à 300 C. Wu et Lin [45] ont par conséquent exclu le rôle de cette précipitation in-situ de cuivre comme cause du durcissement cyclique observé à 300°C.

Par ailleurs, les résultats des essais de fatigue oligocyclique à 300°C sur l'état trempé ont révélé certains indices de l'apparition de DSA. En effet, la réponse en déformation cyclique, le rapport entre la contrainte maximale en traction la plus élevée de l'ensemble des cycles sur la contrainte maximale en traction du premier cycle, ont tous les deux augmenté avec la réduction de la vitesse de déformation. Ces deux caractéristiques sont considérées comme des preuves typiques d'activation du processus de DSA en fatigue oligocyclique [48]. Les auteurs ont entre autre observé une réduction continue de l'amplitude de déformation plastique du cycle à mi-durée de vie avec la diminution de la vitesse de déformation à 300°C. Ce paramètre peut également servir d'indicateur supplémentaire du DSA en fatigue oligocyclique [48]. Lors du processus de DSA, du fait de l'ancrage immédiat de dislocations par des atomes de soluté, de nouvelles dislocations sont générées pour accommoder la vitesse de déformation imposée, conduisant à une densité de dislocation plus importante et à une augmentation continue de la contrainte au cours du cyclage. Toutefois, il convient de mentionner que l'effet Portevin-Le Chatelier, qui est une manifestation bien connue du processus du vieillissement dynamique (DSA), n'a pas été observé sur les boucles d'hystérésis contrainte-déformation de l'état trempé à 300°C et 400°C à une vitesse de déformation donnée, comme en témoigne la **Figure A-27**.



---

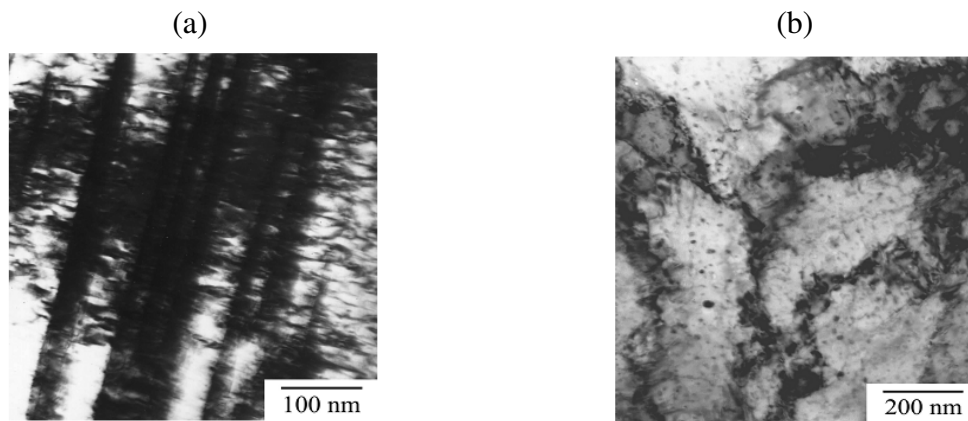
**Figure A-27 – Boucles contrainte-déformation de l'acier 17-4PH à l'état trempé à hautes températures. (a) 300°C et (b) 400°C**

Les travaux de Mannan [47] mentionne qu'il faut atteindre un certain niveau de déformation appelée « déformation critique » pour qu'il y ait apparition des dents de scie sur les courbes de comportement. Par conséquent, Les auteurs ont considéré que l'amplitude de déformation appliquée dans cette étude était inférieure à la valeur de la déformation critique pour que l'on puisse observer l'aspect des dents de scie sur les boucles d'hystérésis de contrainte-déformation de l'état trempé à 300°C et 400°C.

A 400°C, en plus de l'effet du DSA, on assiste à une précipitation in-situ de cuivre jouant un rôle dans l'apparition du durcissement cyclique. En effet, la phase riche en cuivre précipite progressivement dans la matrice et provoque une résistance à la fatigue supérieure à celles des températures plus basses. Cette précipitation in-situ de la phase riche en cuivre peut également contribuer au durcissement cyclique de l'état trempé testé à 400°C.

- [500°C]

Wu et Lin [48] ont observé un adoucissement cyclique sur le comportement de l'état trempé et n'ont dénoté aucun effet inverse de la vitesse de déformation. Dans les aciers, l'adoucissement cyclique peut être le résultat de : (i) l'annihilation des dislocations avec une diminution nette de la densité de dislocations, (ii) du réarrangement des dislocations dans la configuration des cellules et des sous-grains, ou (iii) la dégradation de force en raison du grossissement des précipités [49, 50]. Des observations MET indiquent qu'à 300 et 400°C dans l'état trempé, la majorité des grains ont développé des bandes de glissement planes bien définies comme le montre la **Figure A-28-a**. Par contre, à 500°C, la sous-structure se compose de bandes de glissement planes et de cellules ayant une densité de dislocation relativement faible à l'intérieur de la cellule et une dispersion uniforme des précipités riches en cuivre dans la matrice, **Figure A-28-b**. Apparemment, l'activation thermique de dislocations est devenue prépondérante devant l'effet DSA pour les alliages testés donnés à 500°C, conduisant ainsi à l'adoucissement cyclique. En outre, le grossissement des phases riches en cuivre a été observé dans des conditions sur l'état trempé à 500°C et a entraîné une réduction de la dureté, de la limite d'élasticité et de la résistance à la fatigue. Par conséquent, en plus de la présence de dislocation mobile, le grossissement des précipités riches en cuivre est également censé contribuer à l'adoucissement cyclique dans l'état trempé à 500°C.

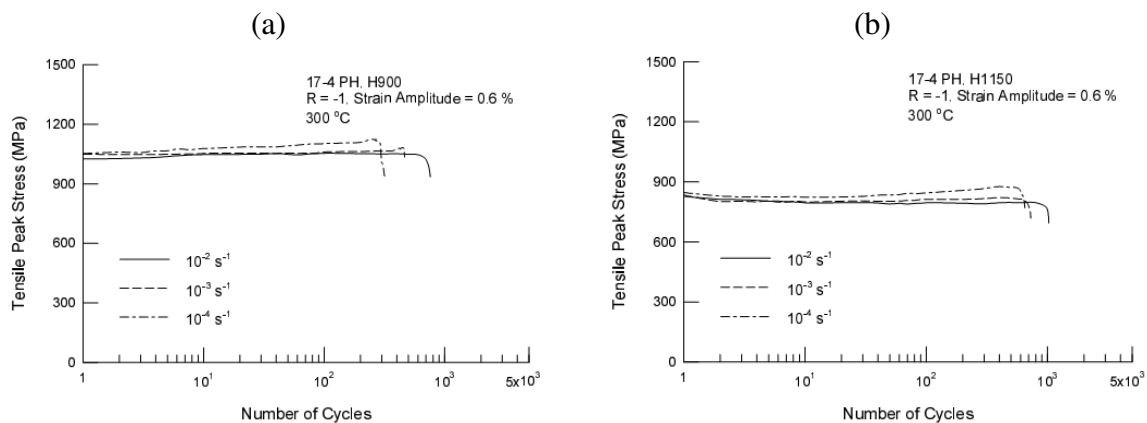


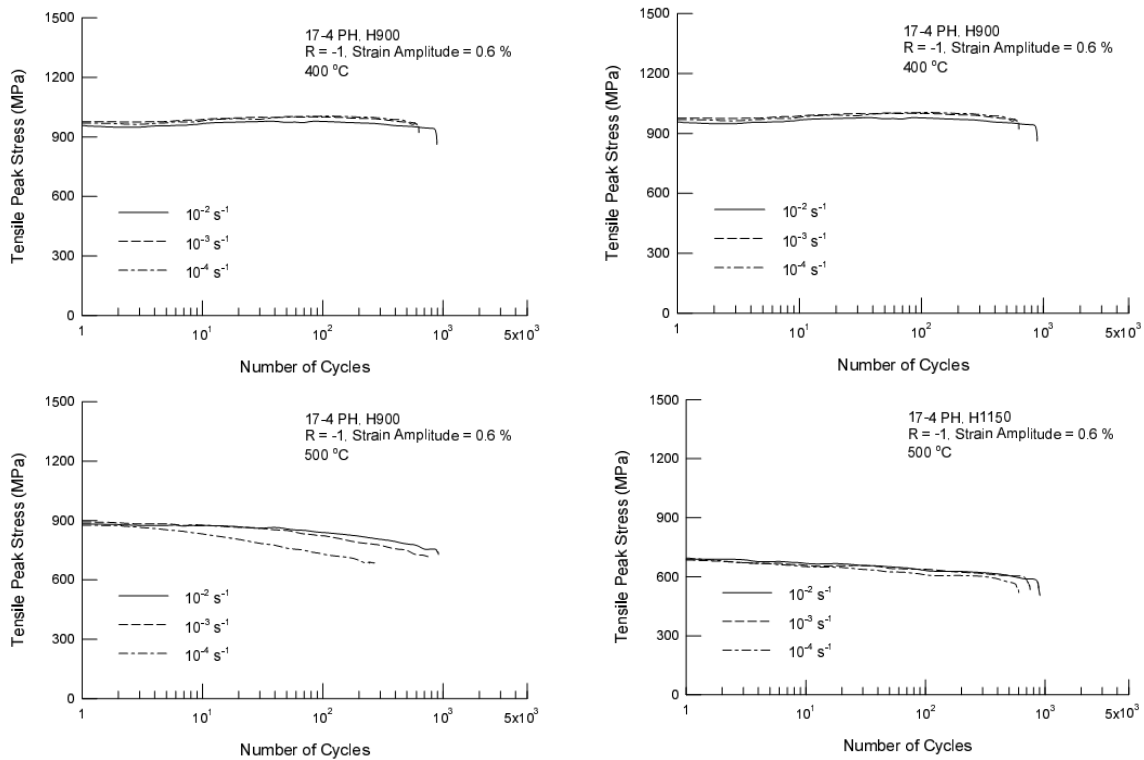
**Figure A-28 – Observations au MET réalisées sur l’acier 17-4PH testé à hautes températures : (a) 400°C, (b) 500°C**

A.3.4.2.1.2. Aux états revenus

- [300°C et 400°C]

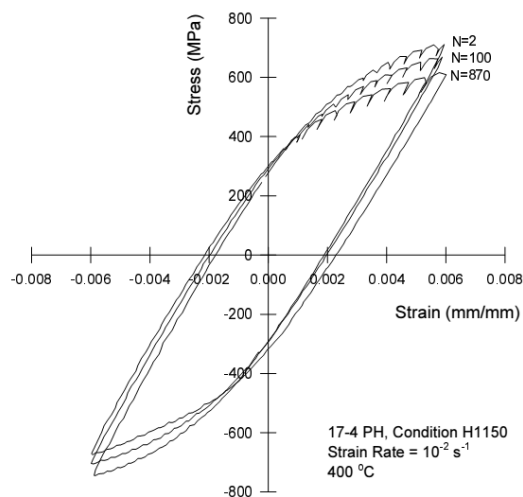
Wu et Lin [45] ont reconduit les mêmes essais réalisés sur deux états revenus, H900 et H1150, à 300 et 400°C. Les résultats sont présentés sur la **Figure A-29**. Tout comme à l’état trempé, on assiste à un durcissement cyclique, mais moins prononcé. La sensibilité négative à la vitesse de déformation est aussi conservée ici à 300°C pour les deux conditions de revenu. Par contre, à 400°C, les éléments typiques caractéristiques du processus de DSA en fatigue oligocyclique, tels que la sensibilité négative à la vitesse de déformation, une plus grande étendue de durcissement cyclique à une vitesse de déformation inférieure, et une réduction de l’amplitude de la déformation plastique avec une diminution de la vitesse de déformation, sont quasiment inexistantes, en particulier pour l’état revenu H1150.





**Figure A-29 – Comportement en fatigue à hautes températures de l’acier 17-4PH à l’état revenu. (a) H900, (b) H1150**

Cependant, la présence des dents de scie sur les courbes de fatigue oligocyclique qui caractérise le processus de DSA, a été observé sur l’état revenu H1150 (**Figure A-30**). Apparemment, l’apparition de DSA ne semble pas influencer sur la réponse cyclique de l’acier 17-4PH dans son état revenu.



**Figure A-30 – Essai de fatigue oligocyclique réalisé sur l’état revenu H1150 à 400°C [45]**

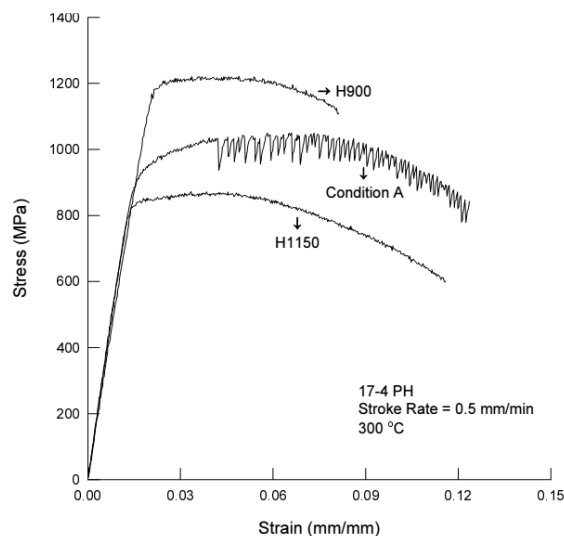
Pour les aciers, le DSA découle généralement de l’interaction entre la diffusion des atomes de carbone et les dislocations, en particulier de la température inférieure région (50 à 200°C) [51, 52]. Les analyses MET réalisées par les auteurs indiquent que certains



carbures ont été observés à l'état trempé et la taille et la quantité de ces carbures étaient similaires à celles des états revenus. Par conséquent, la teneur en carbone dans la matrice est donc à peine réduite dans les conditions de revenu considérées et donc la diffusion des atomes de carbone n'est pas responsable du DSA dans l'acier 17-4PH. D'autre part, la principale différence entre les conditions trempée et revenus réside dans la précipitation de la phase riche en cuivre. Les revenus H900 et H1150 sont effectués à 482°C et 621°C, respectivement, pour précipiter les phases riches en cuivre dans la matrice avant l'essai de fatigue.

A partir de ces résultats, Wu et Lin [45] ont suggéré que le processus de DSA observé est susceptible d'être associé à l'interaction des atomes de cuivre en soluté et les dislocations mobiles. Pour les états revenus H900 et H1150, en raison de la précipitation des phases riches en cuivre dans les traitements de vieillissement initial, la teneur en cuivre des atomes de soluté dans la matrice devient inférieur et l'intensité de l'effet DSA de telle sorte que le réponse en contrainte cyclique des états à 300°C et 400°C présentaient généralement une courbe plane et stable.

Afin de mieux comprendre la cause de l'effet DSA, Wu et Lin [45] ont effectué des essais de traction sur l'acier 17-4 PH sur les états trempé et revenu. La vitesse de déplacement de la traverse était de 0,5 mm/min à 300~500°C et les courbes contrainte-déformation représentatives à 300°C ont été représentées sur la **Figure A-31**. Comme l'illustre cette figure, l'effet Portevin-le-Chatelier est clairement présent sur l'état trempé, tandis que dans les états revenus H900 et H1150, où les phases riches en cuivre ont précipité dans la matrice avant l'essai, la taille des fluctuations est beaucoup plus petite, ce qui tend à confirmer le rôle majeur des d'atomes de cuivre dans l'amplification de l'effet DSA dans cet alliage.



**Figure A-31 – Essais de traction à 300°C réalisés sur les trois conditions de traitement thermiques de l'acier 17-4PH [45]**

- [A 500°C]

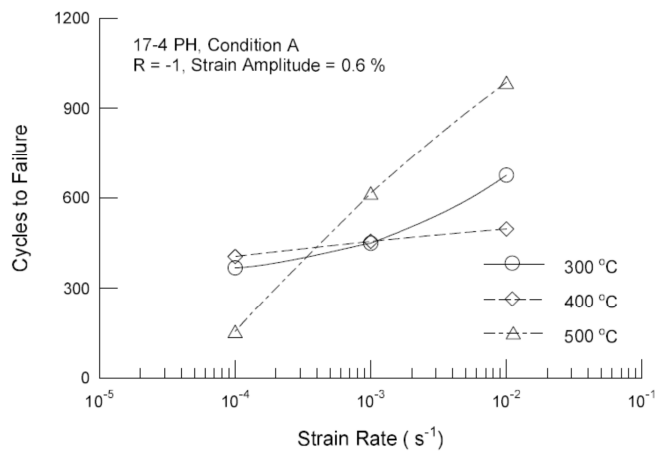
Les observations de ces auteurs montrent que les résultats obtenus à l'état trempé sont transférables sur l'état revenu H900.

### A.3.4.2.2. Influence de la vitesse de déformation

#### A.3.4.2.2.1. A l'état trempé

D'après Wu et Lin [45] la durée de vie à 300°C et 400°C diminue lorsque l'on abaisse la vitesse de déformation ( $10^{-2} \text{ s}^{-1} \rightarrow 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ), en raison du renforcement de l'effet DSA, comme le montre la **Figure A-32**. En effet, le renforcement de l'effet DSA favorise une localisation de l'écoulement plastique et la formation de bandes de glissement intenses [47, 53]. À cet égard, il permettrait d'accélérer l'ouverture de la fissure et la propagation conduisant à une réduction significative de la résistance à la fatigue [47, 53]. En outre, sous l'influence du DSA, la réponse en contrainte est plus élevée lors de la déformation cyclique, ce qui conduit à une plus grande concentration de contraintes en pointe de fissure et augmente la vitesse de propagation des fissures [47, 48]. Pour Wu et Lin [45], l'abaissement de la vitesse de déformation à une température donnée rendrait l'effet DSA plus actif pour promouvoir le développement des bandes de glissement planes, ce qui induit une réduction de la durée de vie l'amorçage.

A 500°C, pour une vitesse de déformation de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , Wu et Lin [45] observent une réduction marquée de la durée de vie par rapport à celles des vitesses  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , elle est attribuée à un grossissement des phases riches en cuivre, ce qui générerait une dégradation de la résistance du matériau à l'état trempé.

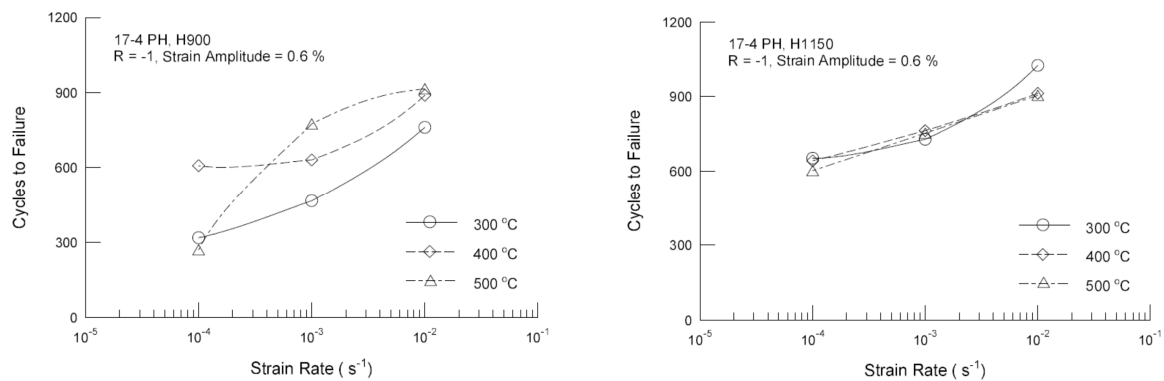


**Figure A-32 – Influence de la vitesse de déformation sur la durée de vie en fatigue oligocyclique de l'acier 17-4PH à l'état trempé [45]**

#### A.3.4.2.2.2. Aux états revenus

Le comportement en fatigue oligocyclique de l'état H900 entre 300°C et 500°C est identique à celui de l'état trempé (**Figure A-33**). Cependant, pour l'état H1150, la durée de vie en fatigue à une vitesse de déformation donnée est indépendante de la température d'essai comprise entre 300°C et 500°C. Par ailleurs, la régénération de dislocations thermiques induit une plus grande ductilité et augmente ainsi la durée de vie à déformation imposée du fait de la ductilité plus importante [53, 54]. Lorsque la température d'essai varie de 300°C à 500°C, le renforcement de l'activation thermique des dislocations peut augmenter la ductilité du

matériau à l'état H1150 et la contrainte nécessaire pour atteindre la plage de déformation imposée sera ainsi diminuée avec l'augmentation de la température, de telle sorte que les durées de vie en fatigue aux températures plus élevées soit augmentées à un niveau proche ou supérieur à celles de plus basses températures. Une étude antérieure de Sandhya et al. [53] a également indiqué que la durée de vie en fatigue oligocyclique de l'alliage D9 augmente lorsque la température augmente de 25°C à 400°C due à une réduction de la contrainte nécessaire pour atteindre le niveau de déformation imposée. Cependant, les faibles durées de vie notées sur l'alliage à l'état trempé et revenu H900 à la vitesse de déformation  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , par rapport à ceux correspondant à 300 et 400°C, peuvent être attribuées à la dégradation de la résistance du matériau et à une déformation inélastique plus importante dans chaque cycle causée par un effet de grossissement des précipités riche en cuivre. En effet, le temps d'essai total était beaucoup plus faible à  $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  de telle sorte que l'effet de grossissement des précipités riches en cuivre soit plus important par rapport aux vitesses de déformation élevées.



**Figure A-33 – Influence de la vitesse de déformation sur la durée de vie en fatigue oligocyclique de l'acier 17-4PH aux états revenus [45]**

**Synthèse :**

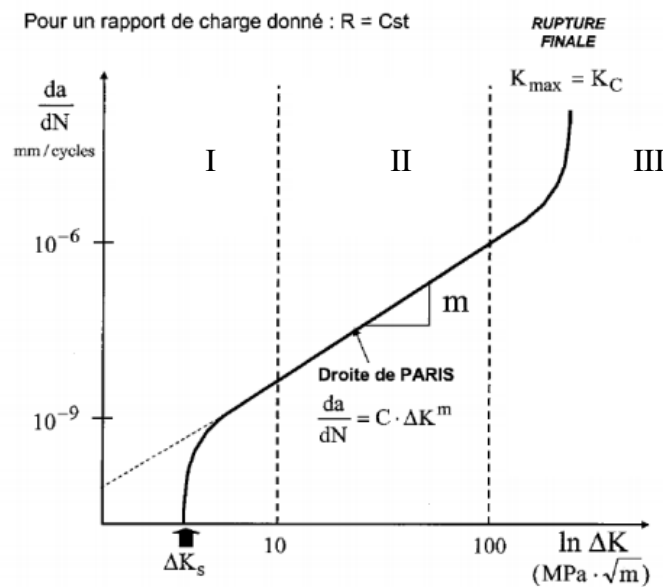
A 300°C et 400°C, la réponse en contrainte cyclique des aciers inoxydables martensitiques à durcissement structural à l'état trempé montre un durcissement cyclique marqué, alors qu'aucun durcissement cyclique ou adoucissement cyclique n'est observé sur les états revenus. Le durcissement cyclique à l'état trempé est causé par un mécanisme de vieillissement dynamique (DSA) et un effet de précipitation durcissement in-situ. A 500°C, on observe, quel que soit le traitement thermique, plutôt un adoucissement cyclique dû à la fois aux mécanismes de dislocations activés thermiquement et au grossissement des précipités riches en cuivre. La durée de vie en fatigue oligocyclique de chacun des états à une température donnée diminue avec la diminution de la vitesse de déformation du fait d'un effet de DSA plus prononcé.

**A.3.5. Fissuration par fatigue des aciers inoxydables martensitiques à durcissement structural**

Tout comme le comportement en fatigue, la fissuration par fatigue des aciers inoxydables martensitiques a été très peu étudiée. Les études les plus abouties concernent

principalement l'acier 17-4PH à son état trempé et à différents états revenus [3]. Ces études ont toutes été réalisées sous amplitude de chargement constant avec une attention particulière portée à l'influence de la température, de la fréquence, du rapport de charge et de l'environnement.

Les résultats des essais de propagation sont reportés de manière classique sur des diagrammes bi-logarithmique représentant la variation de la vitesse de propagation de la fissure  $da/dN$  ( $a$  : longueur de la fissure et  $N$  : nombre de cycle de cycles de sollicitation) en fonction de l'amplitude du facteur d'intensité de contrainte,  $\Delta K$ . La procédure d'essais consiste à varier l'amplitude du facteur d'intensité de contrainte  $\Delta K$  (exprimée en  $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ ) et à mesurer la vitesse de propagation correspondante (m/cycle). Pour la plupart des matériaux métalliques, les courbes dites de fissuration ont l'allure de la **Figure A-34**. On y distingue trois domaines :



**Figure A-34 – Représentation schématique conventionnelle de la courbe de fissuration par fatigue, sur l'axe (y) vitesse de propagation et sur l'axe (x) l'amplitude du facteur d'intensité de contrainte. Visualisation des trois domaines : zone à faible vitesse de propagation à gauche, au centre régime intermédiaire (relation de Paris), à droite haute vitesse de propagation.**

- Le domaine I : Dans ce domaine la vitesse de propagation décroît rapidement lorsque l'amplitude du facteur d'intensité de contrainte s'approche de sa valeur seuil  $\Delta K_{seuil}$  (seuil de propagation). En dessous de cette valeur, l'endommagement en pointe de fissure devient si faible qu'il est impossible de détecter une avancée de fissure. Ce domaine est caractérisé par une forte influence de certains paramètres intrinsèques (microstructure) mais également des paramètres extrinsèques tels que l'environnement et le rapport de charge [55].
- Le domaine II : Ici, la vitesse de propagation évolue linéairement avec l'amplitude du facteur d'intensité des contraintes. Cette évolution se traduit par la relation suivante :  $da/dN = C \Delta K^m$ , dite « loi de Paris » [56]. Cette relation est empirique, les paramètres

$C$  et  $m$  dépendent donc a priori du matériau, mais aussi des conditions d'essai (rapport de charge, environnement, ...). Néanmoins, dans la littérature, de nombreuses formulations empiriques dérivées de la loi de Paris sont proposées pour rendre compte de l'influence de facteurs tels que le rapport de charge ou l'étendre aux deux autres domaines.

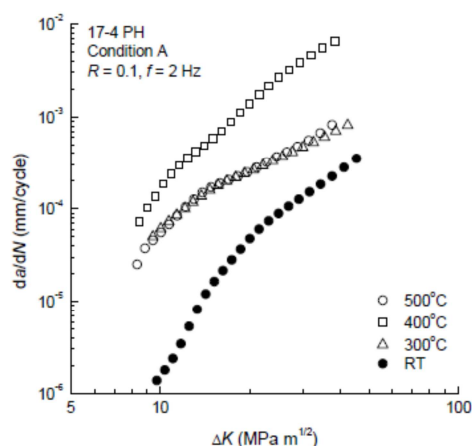
- Le domaine III : Ici, La vitesse de propagation croît très rapidement lorsque la valeur maximale du facteur d'intensité de contrainte  $K_{max}$  approche la valeur critique caractéristique du matériau  $K_c$  (la ténacité du matériau).

### A.3.5.1. Influence de la température

#### A.3.5.1.1. Alliage à l'état trempé

L'influence de la température sur le comportement en fissuration des aciers inoxydables martensitique a été étudié par Hsu et Lin [57]. Cette étude a été faite sur l'acier 17-4PH à l'état trempé. Les essais ont été effectués à rapport de charge de  $R = 0,1$  et à une fréquence de 2 Hz. Les températures testées allaient de la température ambiante à 500°C.

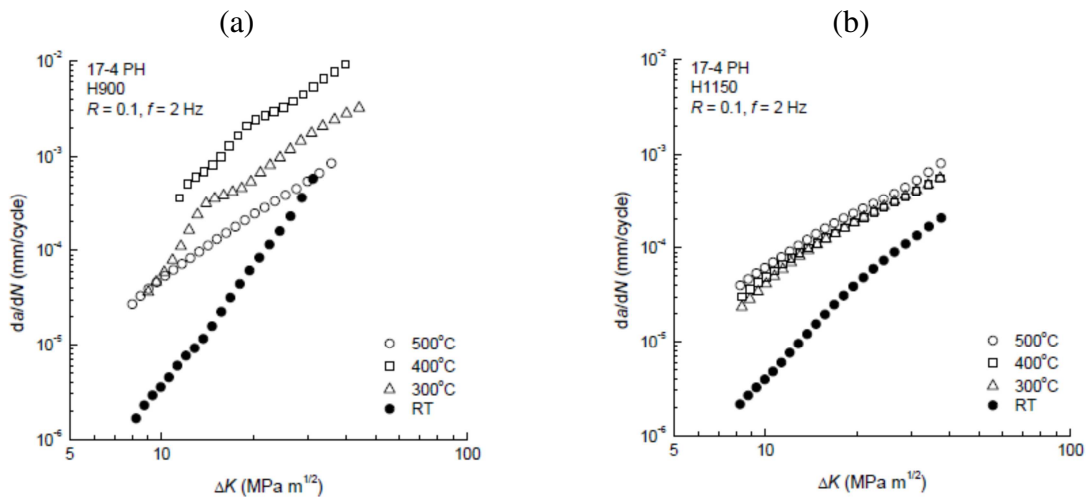
A l'état trempé, les vitesses de propagation augmentent avec l'augmentation de la température, comme le montre la **Figure A-35**. Un ordre attendu des vitesses en fonction de la température serait : 500°C > 400°C > 300°C > 20°C. Cependant, à l'état trempé on retrouve plutôt : 400°C > 500°C > 300°C > température ambiante. La différence de vitesses entre 300°C et 500°C est très faible, voire même inexistante. Par contre, à 400°C, les vitesses de propagation sont nettement plus élevées. L'état trempé subit un traitement thermique in-situ lorsqu'il est testé à des températures élevées. Lors d'un essai à 500°C, un effet de durcissement par précipitation augmente la résistance à la traction et la dureté dans les premières heures d'exposition. La durée de l'essai à 500°C, environ de 18 h, était assez longue pour qu'il y ait formation de précipités incohérents. C'est pourquoi la vitesse de fissuration à 500°C est inférieure à celle à 400°C.



**Figure A-35 – Influence de la température sur la vitesse de fissuration de l'acier 17-4PH à l'état trempé [57]**

### A.3.5.1.2. Aux états revenus

Tout comme à l'état trempé, Hsu et Lin [57] notent une augmentation de vitesse avec la température pour les états revenus (**Figure A-36**). Sur l'état H1150, si la différence entre les vitesses à hautes températures n'est pas très significative, on note néanmoins un ordre normal ( $500^{\circ}\text{C} > 400^{\circ}\text{C} > 300^{\circ}\text{C} > 20^{\circ}\text{C}$ ). Par contre, à l'état revenu H900 et pour les hautes températures, les vitesses les plus basses sont obtenues à  $500^{\circ}\text{C}$ . Il convient de rappeler que les états de revenu H900 et H1150 ne présentent pas de changement significatif de microstructure lors d'une exposition à des températures inférieures à leur température de revenu initial, mais que, lorsqu'ils sont exposés à des températures supérieures à celle-ci, les précipités grossissent, ce qui conduit à une réduction de la résistance et de la dureté [37]. Les températures initiales de revenus de H900 et H1150 sont respectivement de  $482^{\circ}\text{C}$  et  $621^{\circ}\text{C}$ . Ainsi, la résistance à la propagation des fissures par fatigue de l'état trempé H900 à  $500^{\circ}\text{C}$  est réduite du fait par la formation de précipités incohérents. Ces précipités sont contournés par les dislocations, ce qui conduit à une diminution de l'intensité des bandes de glissement planes en pointe de la fissure [51] et la réduction de la vitesse de fissuration par fatigue observée.



**Figure A-36 – Influence de la température sur la vitesse de fissuration de l'acier 17-4PH. (a) Etat revenu H900, (b) état revenu H1150 [71]**

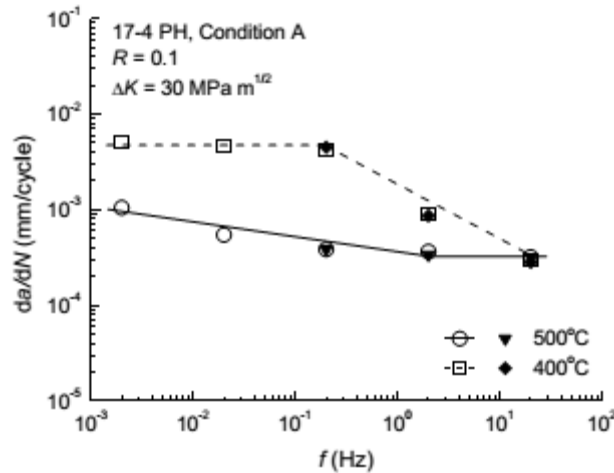
### A.3.5.2. Influence de la fréquence

Les auteurs [57] ont évalué l'effet de la fréquence en température ( $400^{\circ}\text{C}$  et  $500^{\circ}\text{C}$ ) sur le comportement en fissuration de l'acier 17-4PH. Les essais ont été réalisés pour des fréquences allant de 0,2 à 20 Hz.

#### A.3.5.2.1. A l'état trempé

Hsu et Lin [57] ont mis en évidence un effet de la fréquence sur le comportement en fissuration à l'état trempé à  $400^{\circ}\text{C}$  et  $500^{\circ}\text{C}$ , au travers d'essais à  $\Delta K$  constant. À  $400^{\circ}\text{C}$ , pour les fréquences comprises entre 0,2 et 20 Hz, la vitesse de fissuration augmente avec l'abaissement de la fréquence. Au-delà de 0,2 Hz, une saturation de la vitesse est observée, **Figure A-37**. A  $500^{\circ}\text{C}$ , la fréquence a un effet inverse qu'à  $400^{\circ}\text{C}$ , en ce sens que l'on

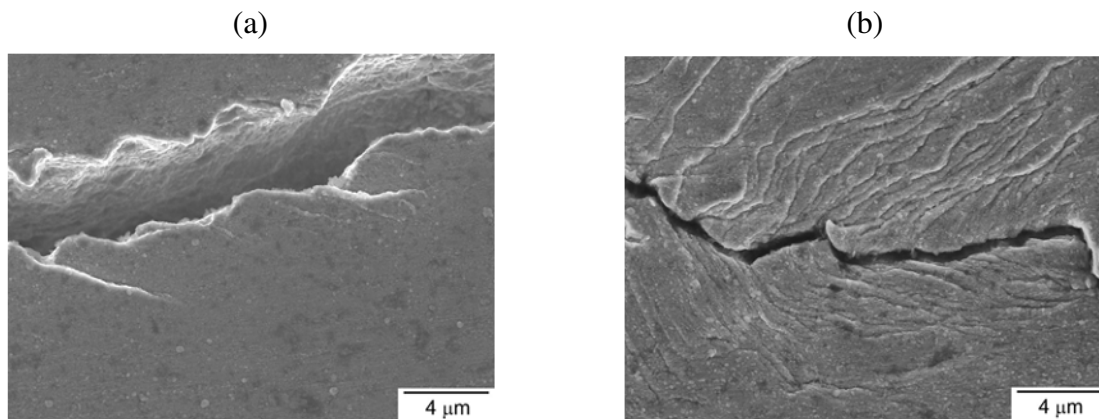
retrouve une évolution pas très significative pour les fréquences compris entre 0,2 Hz et 20 Hz, l'effet de la fréquence sur la vitesse prend de plus en plus d'ampleur.



**Figure A-37 – Influence de la fréquence sur la vitesse de fissuration à hautes températures de l'acier 17-4PH à l'état trempé [45] (symboles vides : essai à  $\Delta K$  constant, symboles pleins : essai à  $\Delta P$  constant) [57]**

#### A.3.5.3. Mécanismes gouvernant la propagation à 400°C

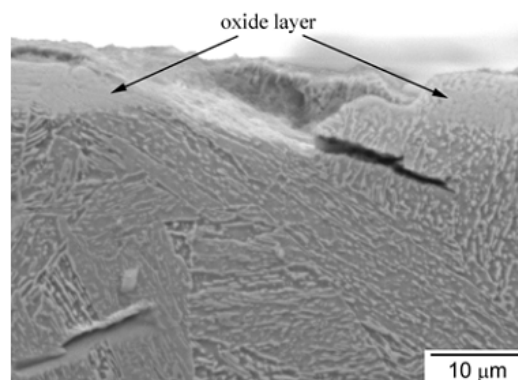
A 400°C, à l'état trempé, le mode de rupture est principalement transgranulaire pour l'ensemble des fréquences testées. Hsu et Lin [57] ont de plus observé une augmentation de l'intensité des bandes de glissement planes avec l'abaissement de la fréquence le long du chemin de fissuration, comme l'illustre la **Figure A-38**. Cette figure nous informe aussi sur le fait que le degré d'intensité de glissement, qui est généralement renforcée par des phénomènes thermiquement activés, atteindrait un niveau maximal de saturation lorsque le temps de chargement dépasse une certaine valeur. Ainsi, l'effet de fréquence sur le comportement en fissuration de l'état trempé à 400°C sature lorsque la fréquence d'essai est réduite à une certaine valeur qui est ici 0,2 Hz. Cet effet de la fréquence pourrait être expliqué, selon Hsu et Lin [57], par le vieillissement dynamique (DSA), identifié au travers de l'effet Portevin-Chatelier sur la courbe de traction de l'état trempé à 400°C et également observé en déformation cyclique. Il ne serait donc pas étonnant qu'il intervienne sur la déformation cyclique en pointe de fissure, et par conséquent sur les cinétiques. Il faut prendre garde malgré tout au fait que les vitesses de déformation mises en jeu en pointe de fissure sont beaucoup plus élevées que celles investiguées en traction ou en fatigue oligocyclique.



**Figure A-38 – Morphologie des bandes de glissement le long du chemin de fissuration sur la surface latérale de l'éprouvette à l'état trempé 400°C (a) de 20 Hz et (b) 0,2 Hz. (La fissure se propage de la gauche vers la droite) [71]**

#### A.3.5.4. Mécanismes gouvernant la propagation des fissures à 500°C

A 500°C, d'après Hsu et Lin [57], la propagation est aussi transgranulaire pour les fréquences supérieures à 0,2 Hz. Cependant, l'augmentation continue des vitesses à très faibles fréquence suggère la contribution des mécanismes dépendant du temps. Hsu et Lin [57] ont noté un mode mixte de propagation (intergranulaire et intragranulaire) à basse fréquence (0,002 Hz), sans qu'aucun indicateur d'un possible endommagement par fluage ne soit détecté. Les auteurs se sont dès lors tournés vers des mécanismes basés sur l'oxydation [53]. Ils ont ainsi observé la présence d'une couche d'oxyde sur la surface de propagation, **Figure A-39**.



**Figure A-39 – Observations de la couche d'oxyde sur une éprouvette de 17-4PH à l'état trempé rompue en fissuration à 400°C [45]**

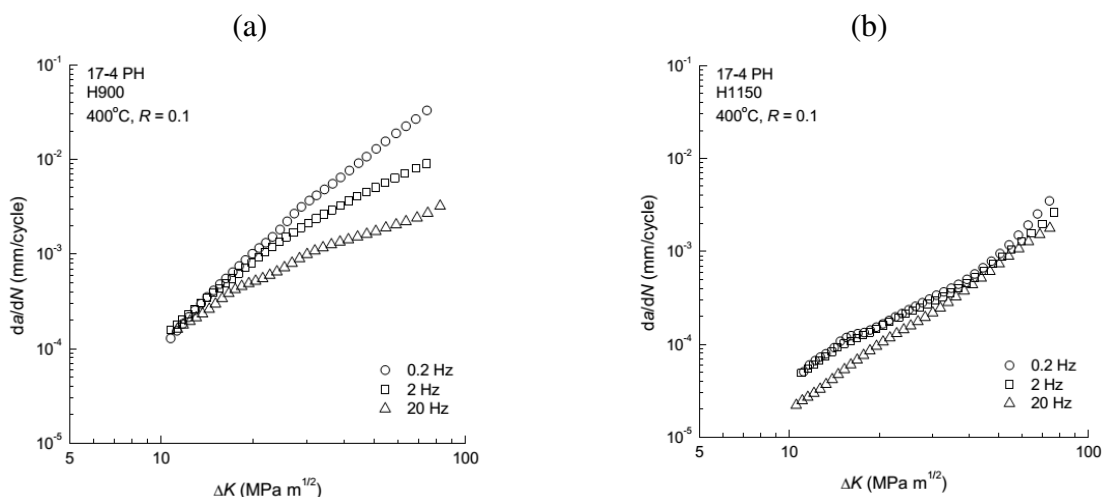
##### A.3.5.4.1. Aux états revenus

Le comportement en fréquence des états revenus est similaire à celui de l'état trempé (**Figure A-40**). En particulier, à 400°C, la vitesse de propagation de l'état revenu H900, H1150 augmente avec l'abaissement de la fréquence, excepté que les vitesses de propagation à l'état revenu H1150 semblent se rejoindre pour les basses fréquences (0,2 et 2 Hz). Pour l'état revenu à H900, les dislocations générées sous chargement cyclique peuvent se déplacer



plus aisément à travers les précipités cohérents, ce qui limite le processus de montée des dislocations ou de dislocations déviées par les précipités [51]. A l'état revenu H1150 par contre, les précipités de cuivre grossiers et incohérents avec la matrice ne peuvent pas être franchis aisément par les dislocations et sont donc contournés par celles-ci, ce qui engendre une déformation plus homogène en pointe de fissure [51].

Par contre à 500°C, pour les deux états de revenu, les courbes à 0,2 Hz sont légèrement supérieures à celles obtenues à 2 et 20 Hz. La différence de vitesses de propagation est moins prononcée à 500°C par rapport à 400°C.



**Figure A-40 – Influence de la fréquence à 400°C de l'acier 17-4PH aux états revenus. (a) Etat revenu H900, (b) état revenu H1150 [51].**

#### A.3.5.5. Influence du rapport de charge

L'effet du rapport charge ( $R = P_{min}/P_{max}$ ) sur le comportement en fissuration par fatigue a souvent été expliqué par le mécanisme de fermeture de la fissure au cours des trois dernières décennies après la première découverte les travaux d'Elber [58] en 1970. Depuis lors, un grand nombre travaux ont contribué à explorer les effets de fermeture de fissure (un bon résumé est donné par Suresh [59]). La fermeture de fissure, résultant d'un contact prématuré entre les lèvres de la fissure lorsque le chargement devient faible, a pour conséquence la diminution de la vitesse de fissuration par fatigue en réduisant l'amplitude du facteur d'intensité des contraintes [58]. En effet, la partie du chargement au cours de laquelle la fissure est fermée est considérée comme ne contribuant pas à la propagation de la fissure. L'effet de fermeture de fissure est généralement plus prononcé à des faibles valeurs du facteur d'intensité de contrainte ( $\Delta K$ ). Selon cette hypothèse, Elber [75] a proposé le concept d'amplitude du facteur d'intensité de contrainte effective,  $\Delta K_{eff}$ , comme la force motrice pour la fissuration par fatigue. Elle est définie comme suit :

$$\Delta P_{eff} = P_{max} - P_{ouv} \quad (2)$$

$$\Delta K_{eff} = K_{max} - K_{ouv} \quad (3)$$

Où  $K_{max}$  est le facteur d'intensité de contrainte calculée à la charge maximale appliquée et  $K_{ouv}$  est le facteur d'intensité de contrainte calculée à la charge de l'ouverture de la fissure,  $P_{ouv}$ .

Elber [58] attribua l'origine de la fermeture de fissure aux contraintes résiduelles de compression dans le sillage plastique de la fissure. Cependant, de nombreux travaux [60] menés sur ce sujet ont révélé différentes sources pour cet effet de fermeture :

- La plastification, qui prévaut pour les conditions de contraintes plane, aux valeurs élevées de  $\Delta K$ , et qui tend à diminuer au voisinage du seuil où l'état de déformation plane prédomine.
- La rugosité des surfaces de rupture, lorsqu'à l'ouverture en mode I se superpose une composante de déplacement résiduel en mode II d'ouverture en cisaillement.
- L'oxydation des surfaces de rupture, avec un effet de non-fermeture induit par « effet de coin ».

Au cours des dernières années, s'est développée une prise de conscience croissante du fait que la mesure de fermeture de fissure suivant la norme ASTM [61] surestime parfois la contribution de l'effet fermeture et les résultats peuvent s'avérer être inexacts; le sillage plastique ne contribue pas toujours à la fermeture de fissure [13] ; les aspérités contribuent à un contact prématuré des lèvres de la fissures, mais leurs effets sur les champs de contraintes en pointe de fissure restent faibles [13]; la propagation des fissures peut rester sensible aux valeurs de  $K_{max}$ , même si la fermeture de la fissure est prise en compte, ou lorsqu'il n'y a pas de fermeture, comme dans les fortes valeurs du rapport de charge [12]. Néanmoins la prise en compte des effets de fermeture permet de rendre compte d'un grand nombre de manifestations de l'effet du rapport de charge.

Une approche alternative pour traduire l'effet du rapport de charge a été proposée par Vasudevan et Sadananda [62-71] (approche unifiée). Dans cette approche, on suppose que pour qu'une fissure de fatigue se propage à une certaine vitesse de propagation, deux valeurs de facteur d'intensité de contrainte critique sont simultanément nécessaires au lieu d'une seule ( $\Delta K$ ). Ces valeurs sont l'amplitude du facteur d'intensité des contraintes critiques,  $\Delta K^*$ , et un facteur d'intensité des contraintes maximal critique,  $K_{max}^*$ .  $\Delta K^*$  représente le chargement cyclique nécessaire pour créer un endommagement de fatigue en pointe de fissure, tandis que  $K_{max}^*$  représente la charge maximale nécessaire pour qu'il ait décohésion de la matière en pointe de fissure, afin de faire propager la fissure dans une région cyclique endommagée [65]. Selon cette description, un rapport de charge critique,  $R^*$ , peut être défini comme suit :

$$R^* = 1 - \left( \frac{\Delta K^*}{K_{max}^*} \right) \quad (4)$$

$\Delta K^*$  et  $K_{max}^*$  représentent les valeurs minimales critiques à ce rapport de charge. Pour une valeur du rapport de charge supérieure à cette valeur critique ( $R > R^*$ ), la valeur de  $K_{max}$  doit être augmentée pour correspondre à l'amplitude du facteur d'intensité de contrainte critique,  $\Delta K^*$ , et les valeurs de  $\Delta K$  et  $K_{max}$  peuvent être décrites ci-après :

$$\begin{aligned} \Delta K &= \Delta K^* \\ K_{max} &= \frac{\Delta K^*}{(1 - R)} \end{aligned} \quad (5)$$

Par ailleurs, lorsque le rapport de charge est inférieur à cette valeur critique ( $R < R^*$ ),  $\Delta K$  doit être augmenté pour correspondre au facteur d'intensité de contrainte critique maximale,  $K_{max}^*$ , et les valeurs de  $\Delta K$  et  $K_{max}$  peuvent être décrites comme suit :

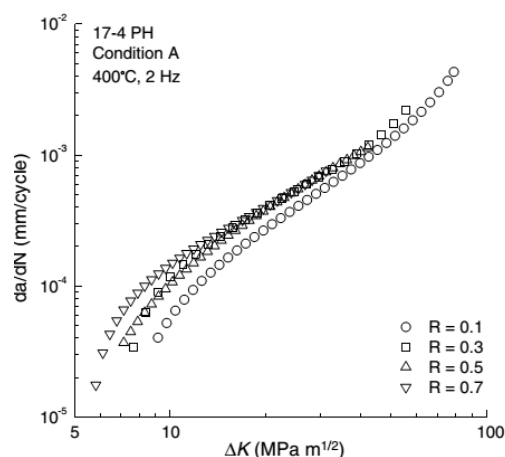
$$\begin{aligned}\Delta K &= K_{max}^* (1 - R) \\ K_{max} &= K_{max}^*\end{aligned}\tag{6}$$

Ainsi, la variation de  $\Delta K$  et  $K_{max}$  avec le rapport de charge  $R$  peut être décrit comme un comportement intrinsèque en utilisant  $\Delta K^*$  et  $K_{max}^*$  sans l'utilisation de la notion de fermeture [65]. De plus, la relation entre  $\Delta K^*$  et  $K_{max}^*$  avec la variation de la vitesse de propagation des fissures permet généralement de rendre compte des mécanismes de propagation de fissures (par exemple, la différence de contribution des parties cycliques et monotones dans le processus de propagation des fissures). Cela donne donc un outil très pratique pour identifier les mécanismes gouvernant le comportement en fissuration par fatigue [67]. La détermination des valeurs de facteurs d'intensité de contrainte critique pour une condition d'essai donnée, aux valeurs de  $\Delta K$  et  $K_{max}$  correspondant à une certaine vitesse de fissuration par fatigue pour tous les rapports de charge sont représentés dans une courbe  $\Delta K$  en fonction  $K_{max}$ . Les points de données dans ce type de courbe ont la forme d'une représentation en L et les limites asymptotiques cette représentation en L indiquent les valeurs critiques de  $\Delta K$  et  $K_{max}$ , à savoir  $\Delta K^*$  et  $K_{max}^*$  respectivement, correspondant à la vitesse de fissuration par fatigue sélectionnée [65]. En traçant ce type de courbes à des valeurs sélectionnées de vitesse de propagation, les valeurs de  $\Delta K^*$  et  $K_{max}^*$  et la relation entre ces deux facteurs d'intensité de contrainte critique avec la variation de vitesse de propagation sont connues [67].

Hsu et Lin [57] ont aussi étudié l'influence du rapport de charge sur la fissuration par fatigue de l'acier 17-4PH. Les conditions de traitement thermique sont les mêmes que celle des paragraphes précédents. Les rapports de charge explorés vont de 0,1 à 0,7, à des températures de 400°C et 500°C avec une fréquence de 2 Hz.

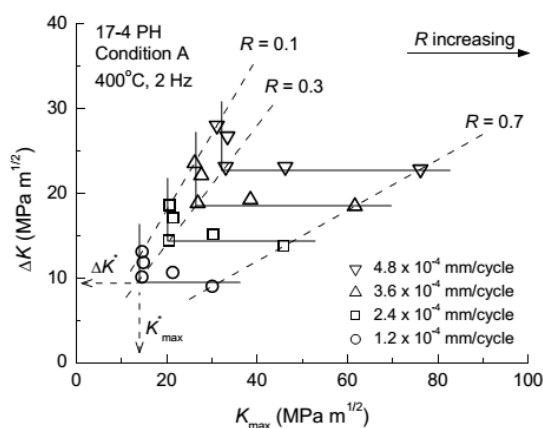
#### A.3.5.5.1. A l'état trempé

La **Figure A-41** montre que la vitesse de fissuration augmente avec l'augmentation du rapport de charge dans les faibles régimes de  $\Delta K$  à 400°C. Cette différence de vitesse se réduit au fur et à mesure que  $\Delta K$  augmente, voire disparaît pour des valeurs de  $R \geq 0,3$ .



**Figure A-41 – Influence du rapport de charge à 400°C sur le 17-4PH à l'état trempé [45]**

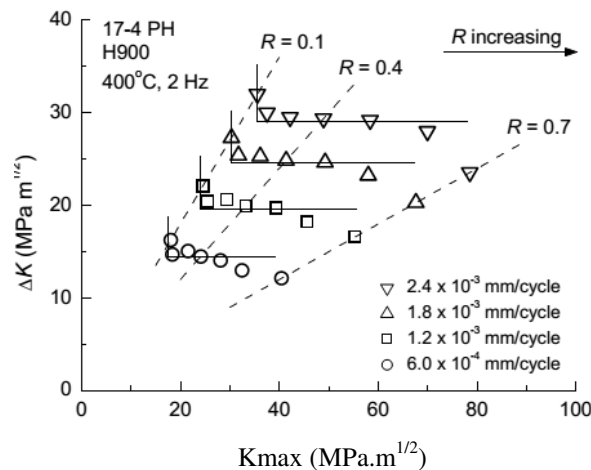
Les auteurs [57] ont utilisé l'approche unifiée proposée par Vasudevan et Sadananda [62-71] (**Figure A-42**). Les vitesses de fissuration par fatigue dans le domaine de Paris de chaque condition de température de l'acier 17-4PH à l'état trempé ont été choisies et les valeurs  $\Delta K$  et  $K_{max}$  correspondant à tous les rapports de charge indiquées ont été tracées en termes de  $\Delta K$  vs  $K_{max}$  pour obtenir les valeurs de  $\Delta K^*$  et  $K_{max}^*$ . Ils ont établi la représentation en L et déterminé  $\Delta K^*$  et  $K_{max}^*$ .



**Figure A-42 – Représentation en L issue des données en fissuration de l'état trempé [45]**

#### A.3.5.5.2. Aux états revenus

A 400°C, les auteurs ont noté une tendance similaire sur l'effet du rapport de charge sur la vitesse de propagation des états revenus avec l'état trempé, le comportement de l'état H1150 se rapprochant plus de celui à l'état trempé. Le paramètre de la représentation en L de l'état revenu H1150 à 400°C et 500°C s'est donc fait sans difficulté sur l'état revenu H900, pour les rapports de charge  $R \geq 0,5$ , l'écart entre les vitesses restent conséquent dans les hauts régimes de  $\Delta K$ . Cela se traduit sur la représentation en L, par des déviations de points pour les rapports de charge élevés comme le montre la **Figure A-43**.



**Figure A-43 – Représentation en L issue des données en fissuration de l'état revenu H900 [45]**

Comme spécifié par l'approche unifiée, les points de données déviées de la représentation en L indiquent qu'un mécanisme de propagation des fissures différent a eu lieu à ce régime spécifique [71]. Les données de vitesse de fissuration peuvent ensuite être divisées en deux parties à partir du point d'inflexion, chaque partie représentant un mécanisme individuel de croissance de fissure avec son  $\Delta K^*$  et son  $K_{max}^*$  [71]. Par conséquent, les données de vitesse de fissuration de l'état revenu H900 à 400°C ont été représentées pour traduire deux mécanismes de contrôle de la croissance des fissures, un prédominant dans les faibles rapports de charges et l'autre prédominant dans les rapports de charge élevés.

#### **Synthèse :**

*La résistance à la fissuration par fatigue des aciers inoxydables martensitiques aux états revenus et trempé est influencée par la température. Comme dans la plupart des matériaux, on note ici une augmentation de la vitesse de propagation avec la variation de température. L'effet du rapport est plus prononcé pour des valeurs faibles du facteur de  $\Delta K$ . Les courbes de fissuration se rejoignent dans les valeurs élevées de  $\Delta K$ . L'acier inoxydable martensitique présente une sensibilité à la fréquence à 400°C alors qu'à 500°C les courbes obtenues à différentes fréquences se superposent.*

#### **A.3.6. Propagation des fissures par fatigue sous amplitude chargement variable**

La complexité de l'étude en fissuration par fatigue sous amplitude de chargement variable (VA) est due aux effets d'interaction entre les différents niveaux de charge rencontrés. Ces effets doivent être maîtrisés si l'on souhaite prédire correctement les cinétiques de propagation dans une démarche de dimensionnement en tolérance aux dommages. Dans cette partie, nous introduirons donc les phénomènes les plus souvent rencontrés en propagation des fissures sous amplitude de charge variable puis nous intéresserons aux principaux modèles proposés pour rendre compte de ces effets d'interaction.

---

### A.3.6.1. Approches phénoménologiques

#### A.3.6.1.1. Effet de surcharge

De nombreux travaux expérimentaux traitent de l'effet de surcharge. La plupart s'accorde à dire que l'effet d'une surcharge sur la propagation des fissures est caractérisé par un ralentissement de la propagation, allant même jusqu'à l'arrêt total de la propagation si le taux de surcharge appliqué est suffisamment élevé du fait de la plastification importante en pointe de fissure. Cela engendre donc des contraintes résiduelles de compression importantes lors du retour élastique de la zone non affectée par la surcharge.

Les explications généralement avancées pour expliquer le phénomène de retard [62] sont :

- L'effet des contraintes résiduelles induites par la surcharge en avant de la pointe de fissure ;
- Un accroissement des effets de fermeture induits par le matériau fortement déformé en pointe de fissure durant la surcharge et situé dans le sillage de la fissure après un certain degré de propagation ;
- Un émoussement de la pointe de fissure qui réduirait l'intensité des contraintes en pointe de fissure assimilée à une micro-entaille ;
- Un durcissement du matériau induit par la surcharge en tête de fissure.

#### A.3.6.1.2. Sous charges

Bien que les études sur l'influence de sous-charge sur la vitesse de propagation soient moins nombreuses, il apparaît toutefois d'une manière générale qu'une sous charge isolée n'a pas d'effet ou accélère la propagation. Une sous charge peut néanmoins annihiler partiellement ou totalement l'effet retard induit par une surcharge préalable.

#### A.3.6.1.3. Interactions combinés

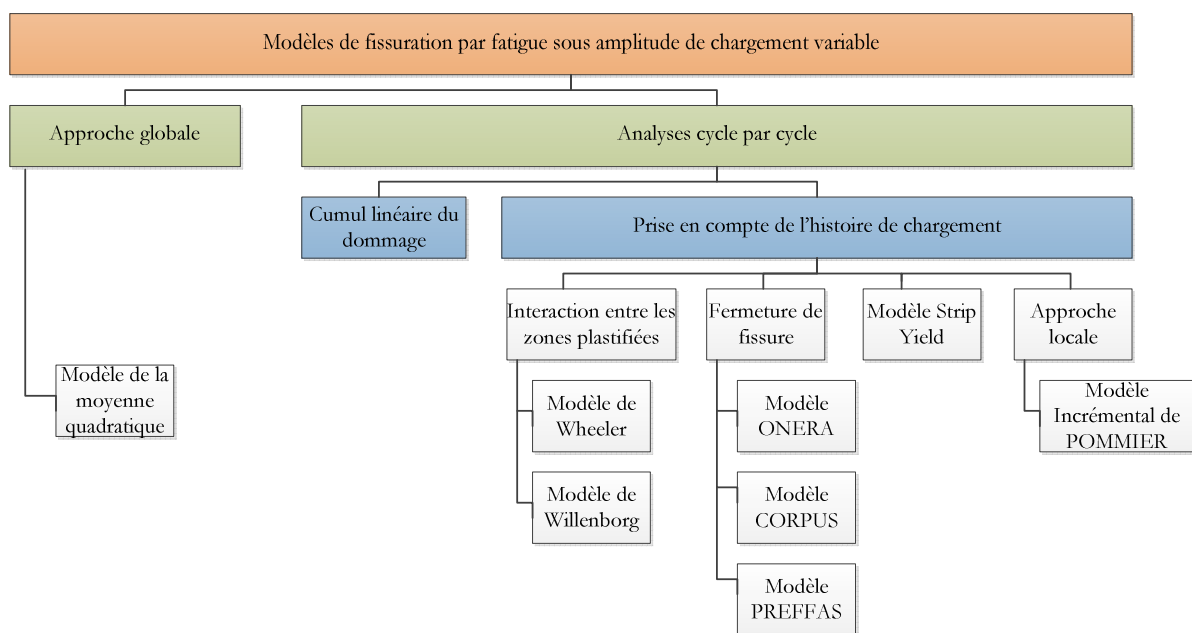
L'interaction sous-charge/surcharge ou alors surcharge/sous-charge est un phénomène assez complexe, car si une sous-charge n'a que peu d'influence sur la propagation lorsqu'elle est isolée, elle peut en revanche interagir avec une ou plusieurs surcharges. Dans le cas d'une séquence « sous-charge/surcharge », la sous-charge n'a généralement que peu d'influence sur la propagation, par contre dans le cas inverse, elle peut réduire significativement le retard induit par la surcharge.

### A.3.6.2. Modélisation de la fissuration par fatigue sous amplitude de chargement variable

La mécanique de la rupture a permis, sur la base de modèles de propagation de fissures le développement du concept de tolérance au dommage. Les modèles de fissuration par fatigue sous amplitude de chargement variable peuvent être regroupés en deux familles, l'une considérant une analyse globale du système et l'autre prenant plutôt en compte une analyse cycle par cycle.

L'analyse globale prévoit la croissance des fissures en tenant compte de la moyenne des cycles de chargement appliqués sur une séquence tandis que l'analyse cycle par cycle évalue la croissance des fissures pour chaque cycle de charge et détermine la durée en propagation des fissures par cumul.

L'analyse cycle par cycle peut être effectuée avec ou sans prise en compte des effets d'interaction, c'est-à-dire les effets d'un cycle de charge donné sur la propagation de fissure dans les cycles suivants. Les modèles prenant en compte les effets d'interaction peuvent être divisés en trois catégories principales : les modèles liés à la taille de la zone plastifiée, les modèles basés sur la fermeture de fissure, les modèles qualifiés de « Strip Yield » et enfin les modèles basés sur une approche locale en pointe de fissure. Un schéma récapitulatif est fourni en **Figure A-44**.



**Figure A-44 – Modèles de fissuration par fatigue sous amplitude de chargement variable**

#### A.3.6.2.1. Modèle d'analyse global

Le modèle traduit par le calcul de la moyenne quadratique des  $\Delta K$  est un modèle d'analyse global qui a été développé par Barsom [63]. Ce modèle moyenne une gamme de facteurs d'intensité de contrainte à partir d'un spectre de charge en utilisant une moyenne quadratique pour obtenir une valeur efficace de  $\Delta K_{rms}$  qui pourra être utilisée dans la relation de Paris pour prédire la croissance des fissures. Cette approche peut être définie par la relation suivante :

$$K_{rms} = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \Delta K_{rms}^2} \quad (7)$$

Où  $N$  représente le nombre de cycles et  $i$  est utilisé pour désigner le cycle courant ou actuel. Plusieurs auteurs ont proposé des modifications de ce concept, en utilisant soit la

relation de Forman (Tadjiv [64]), soit en modifiant l'équation (7) avec une valeur de  $K_{min}$  et  $K_{max}$ , afin de mettre davantage l'accent sur la séquence de chargement (Hudson [65]), ou alors en appliquant le facteur d'intensité des contraintes obtenu par Newman [66] qui comprend certains facteurs de forme.

#### A.3.6.2.2. Modèles liés à la taille de la zone plastifiée

Les modèles qui tentent d'expliquer les effets d'histoire de chargement en considérant l'interaction entre la taille des zones plastifiées en pointe de fissure sont les modèles de Wheeler [67] et Willenborg [68].

##### A.3.6.2.2.1. Le Modèle de Wheeler

Le modèle de Wheeler [67] est basé sur une relation de cumul du dommage, mais celle-ci est modifiée par un paramètre de retard noté  $C_p$ , **Figure A-45**.

$$a = a_0 + \sum_{i=1}^n C_p f(\Delta K, r, \dots) \quad (8)$$

Où  $C_p$  est un facteur de ralentissement variant de 0 à 1 en fonction de la position de la pointe de la fissure dans une zone plus grande créée préalablement par la surcharge ( $r_p, Z_{psurch}$ ) et la taille de la zone plastifiée du cycle de charge actuel, ( $r_i, Z_{pi}$ ). Avec  $r_p = (a_{OL} - r_{OL}) - a_i$  (OL : « overload » ou surcharge en français). La valeur de  $C_p$  est définie par l'expression suivante :

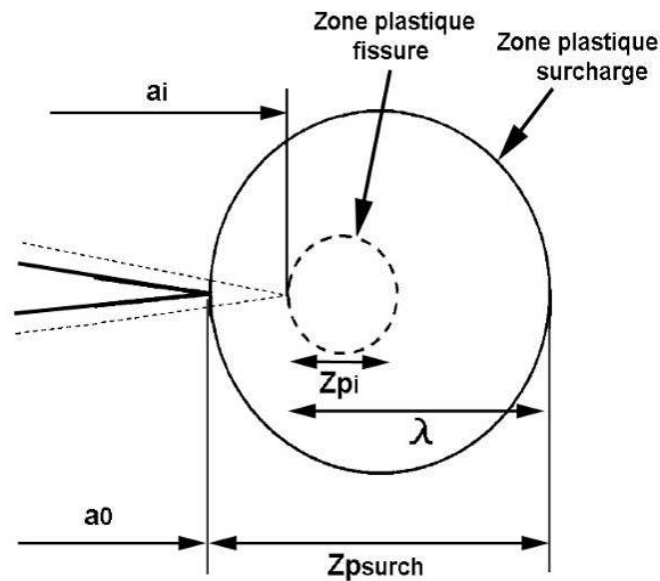
$$C_p = \left[ \frac{r_i}{r_p} \right]^\lambda \quad \text{pour } r_i < r_p \quad (9)$$

pour

$$\text{et } C_p = 1 \quad \text{pour } r_i > r_p$$

Où  $r_i$  est la taille de la zone plastique actuelle,  $r_{OL}$  est la taille de la zone plastique de la surcharge,  $a_{OL}$  est la longueur de fissure après la surcharge et  $\lambda$  un paramètre propre au matériau obtenu expérimentalement. Il est dépendant des conditions de sollicitation, notamment du taux de surcharge appliqué.





**Figure A-45 – Définition des zones plastifiées dans le modèle de Wheeler [67]**

Wheeler [67] suppose que le paramètre  $\lambda$ , une fois calibré, peut être utilisé pour d'autres spectres. Cependant, des études ont montré que la précision des prédictions sera affectée si le même paramètre  $m$  est utilisé pour des spectres de chargement différents [69, 70]. Le modèle de Wheeler [67] est en outre incapable de prédire phénomène de blocage de la fissure après une forte surcharge, car le facteur de retard prévu immédiatement après la surcharge ne peut pas être nul [71]. De plus, le modèle de Wheeler [67] n'est pas en mesure de traduire le phénomène de retard différé.

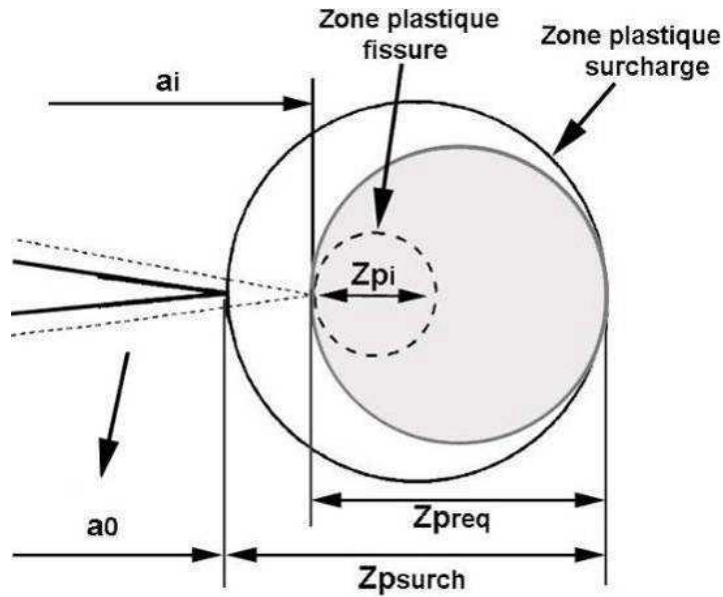
#### A.3.6.2.2.2. Le modèle de Willenborg

Le modèle Willenborg [68] est basé sur une approche différente. En effet, il propose de déterminer non plus un facteur de ralentissement, mais une valeur effective du rapport de charge vu en pointe de fissure  $R_{eff}$  défini par :

$$R_{eff} = \frac{K_{min\ eff}}{K_{max\ eff}} \quad (10)$$

$$K_{min\ eff} = K_{min} - K_r \text{ et } K_{max\ eff} = K_{max} - K_r$$

La valeur du facteur d'intensité des contraintes  $K_r$  est définie pour une longueur de fissure  $a_i$  donnée comme celle nécessaire pour créer une zone plastifiée de taille  $R_{éq}$  venant tangenter la zone plastifiée créée par la surcharge, comme le montre la **Figure A-46**. Le retard est donc supposé disparaître dès que la zone plastifiée courante pénètre dans une zone de matière non affecté par la surcharge



**Figure A-46 – Définition des zones plastifiées dans le modèle de Willenborg [68]**

Dans ce modèle, le facteur d'intensité de contrainte maximale requis,  $K_{max,req}$ , est un des principaux avantages du modèle de Willenborg [68] par rapport au modèle de Wheeler, réside dans l'absence de paramètre ajustable. On notera toutefois que ce modèle ne peut prédire un retard substantiel que lorsque l'on a un effet du rapport  $R$  marqué en chargement à amplitude constante. Une version généralisé du modèle de Willenborg a été proposé par Gallagher [72]. Comme la version originale, il traite uniquement des effets de retard. Gallagher [72] a essayé d'améliorer les hypothèses faites sur les contraintes résiduelles et sur le blocage de la fissure en introduisant une relation entre le facteur d'intensité des contraintes résiduelles de Willenborg ( $K_r$ ) et un nouveau facteur d'intensité de contrainte ( $K_R$ ).

$$K_R = \varphi \times K_r = \left( \frac{1 - \frac{\Delta K_{th}}{R_{so} - 1}}{\frac{\Delta K}{R_{so} - 1}} \right) \times K_r \quad (11)$$

Où  $R_{so}$  est le rapport de charge du blocage de la fissure. Lorsqu'il y a dépassement de cette valeur,  $K_{max,eff}$  est égale à  $\frac{\Delta K_{th}}{1 - R}$  et il n'y a plus de propagation de la fissure. Le rapport de charge  $R_{so}$  n'a qu'une faible influence sur les résultats de la simulation dans le cas où le taux de surcharge ne dépasse pas cette limite. Plusieurs autres généralisés ont aussi été proposé par Brussat [73] et Chang ; Engle [73] a aussi proposé une modification du modèle de Willenborg généralisé. Les évolutions proposées à ces deux modèles de base avaient pour but la prise en compte des phénomènes d'accélération de vitesse de propagation et de retard retardé. Les modifications apportées semblent donner des résultats peu fiables du fait que les modèles modifiés reposent globalement sur les mêmes hypothèses de base que les modèles originaux.

#### A.3.6.2.3. Modèles liés à la fermeture de fissure

Elber a identifié une expression du rapport de fermeture  $U(R)$  entre les amplitudes de facteur d'intensité de contrainte nominale et effective dans le cas de l'alliage 2014 T351.

$$U = \frac{\Delta K_{eff}}{\Delta K} = \frac{\Delta P_{eff}}{\Delta P} = 0.5 + 0.4 \times R \quad (12)$$

Les travaux de Newman [74] ont montré que une décroissance différente de  $U$  lorsque  $R \rightarrow -1$ . Pour cette raison, Schijve [75] a proposé une nouvelle relation  $U(R)$  fonction de l'évolution prédite par Newman :

$$U = 0.55 + 0.35 + 0.1 \times R^2 \quad (13)$$

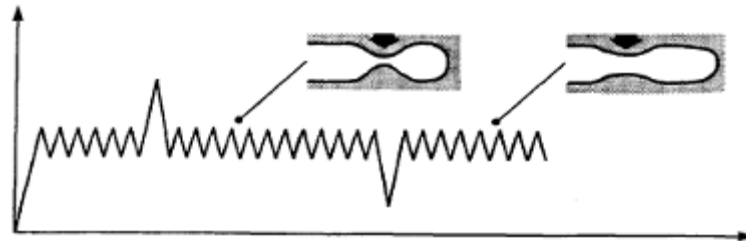
Cette relation montre une décroissance continue de la charge à l'ouverture  $P_{ouv}$  lorsque le rapport de charge diminue. Par définition ce type d'approche décrit avant tout les effets de fermeture induits par la plasticité et peut donc être mis en défaut dès lors que d'autres mécanismes entrent en jeu, typiquement au voisinage du seuil.

Après l'introduction du concept de fermeture de la fissure, un grand nombre d'efforts ont été consacrés à la compréhension de ce phénomène pour prédire l'intensité des effets de fermeture. Ces efforts comprennent les travaux de première phase qui étaient principalement des techniques numériques notamment par Newman [74]. Les techniques numériques sont réputées pour être très précises, mais sont compliquées à mettre en œuvre du fait de la modélisation et du maillage, les principaux problèmes étant le coût et le temps de calcul, ce qui explique le développement de modèles basés sur le concept de fermeture de fissure de forme analytique plus simples [76, 77]. Les modèles prenant en compte la fermeture des fissures sous amplitude de chargement exigent un calcul cycle par cycle de la charge à l'ouverture,  $P_{ouv}$  et le  $K_{ouv}$  correspondant. Les trois principaux modèles qui sont basés sur l'hypothèse de fermeture de fissure ont au départ été développés pour prédire la propagation des fissures de fatigue sous des chargements de simulation de vol [78]. Il s'agit en l'occurrence du modèle Le modèle ONERA [79], Le modèle CORPUS (Computation Of Retarded Propagation Under Spectrum loading) a été proposé par De Koning [80] en 1981. Le modèle PREFFAS (PREvision de la Fissuration en Fatigue AéroSpatiale) a été proposé par Aliaga, Davy et Schaff [81].

Le modèle ONERA [79] est un modèle simple dans son principe. Le niveau d'ouverture ici est fonction de l'histoire de chargement et porte le nom de « niveau seuil de propagation ». Ce modèle suppose que le niveau d'ouverture de la fissure est limité par deux conditions extrêmes, à savoir le chargement d'amplitude constante et la surcharge unitaire. Pour des chargements à amplitude de variable, le niveau d'ouverture se situera entre ces deux cas suivant un paramètre  $\alpha$ .

Le modèle CORPUS (Computation Of Retarded Propagation Under Spectrum loading) a été proposé par De Koning [80] en 1981. Ce modèle a été utilisé pour la prédiction de la propagation des fissures dans des séquences de chargement de simulation de vol. Le

modèle CORPUS est basé sur la génération d'une « bosse » lors de la surcharge, c'est-à-dire que la fermeture de fissure est contrôlée par la présence de cette bosse (**Figure A-47**) sur les lèvres de la fissure. Dans le cas d'une surcharge, une bosse plus grande est créée lors de l'application d'une surcharge, puis est aplatie par une charge de compression intervenant plus tard dans le spectre. Un niveau de charge à l'ouverture  $P_{op}$  est estimé sur la base d'un calcul cycle par cycle.



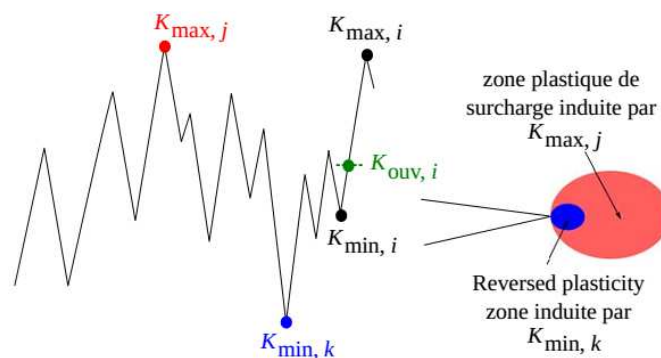
**Figure A-47 – Illustration du mécanisme de la bosse : une bosse créée par une surcharge et aplatie par une sous-charge [80]**

Nous consacrerons notre discussion au modèle PREFFAS une discussion plus détaillée du modèle PREFFAS car c'est celui utilisé par AIRBUS.

#### A.3.6.2.4. Le modèle PREFFAS

Le modèle PREFFAS (PREvision de la Fissuration en Fatigue AéroSpatiale) a été proposé par Aliaga, Davy et Schaff [81]. L'objectif principal était d'établir un modèle simple, basé sur des essais de fissuration par fatigue de calibration limitée en nombre pour caractériser la réponse en fissuration du matériau sous spectre.

L'historique de chargement est considéré comme des cycles du facteur d'intensité de contraintes  $K$ . Sur l'hypothèse de non-évanescence de l'effet retard sur une séquence donnée, chaque cycle est caractérisé par un maximum de charge  $K_{max,i}$  suivi d'un minimum  $K_{min,i}$ . Le facteur d'intensité des contraintes à l'ouverture  $K_{ouv}$  est calculé pour chaque cycle en utilisant le  $K_{max}$  et  $K_{min}$  correspondant. Le maximum de plasticité inverse est supposée se produire à  $K_{min,k}$  (**Figure A-48**). Ces valeurs  $K_{max,j}$  et  $K_{min,k}$  sont à la base du calcul de la charge à l'ouverture au cycle  $i$   $K_{ouv,i}$ .



**Figure A-48 – Séquence de chargement avec  $N$  cycles [82]**

Le calcul de la charge à l'ouverture  $K_{ouv,i,j}$  (valeur  $K$ -ouverture du cycle  $i$  étant affectée par le cycle  $j$ ) découle directement de l'approche empirique d'Elber en prenant en compte des valeurs dites d'histoire :

$$K_{max,j} - K_{ouv,i,j} = U(K_{max,j} - K_{min,k}) \quad (14)$$

Où  $U$  est la fonction linéaire du rapport de contrainte  $R$ ,  $A$  et  $B$  des paramètres matériaux.

$$U = A + B \times R = A + B \times \left( \frac{K_{min,k}}{K_{min,j}} \right) \quad (15)$$

En pratique, un nombre limité de valeurs historiques de  $K_{max}$  et  $K_{min}$  est utilisé. La valeur  $K_{ouv,i}$  sera déterminée par une valeur  $KH_{max}$  et  $KH_{min}$  la suite, qui forment une paire. Chaque paire détermine un niveau «d'histoire»  $K_{ouv}(KH_{ouv})$ .

Dans le modèle PREFFAS, la longueur de la fissure pour le calcul de  $K$  est supposée constante au cours d'une séquence de vol du spectre de chargement, ce qui conduit à une solution relativement simple pour les calculs de croissance de fissure. Si  $\Delta a$  est l'incrément de croissance de fissure dans une période du spectre de charge, on obtient :

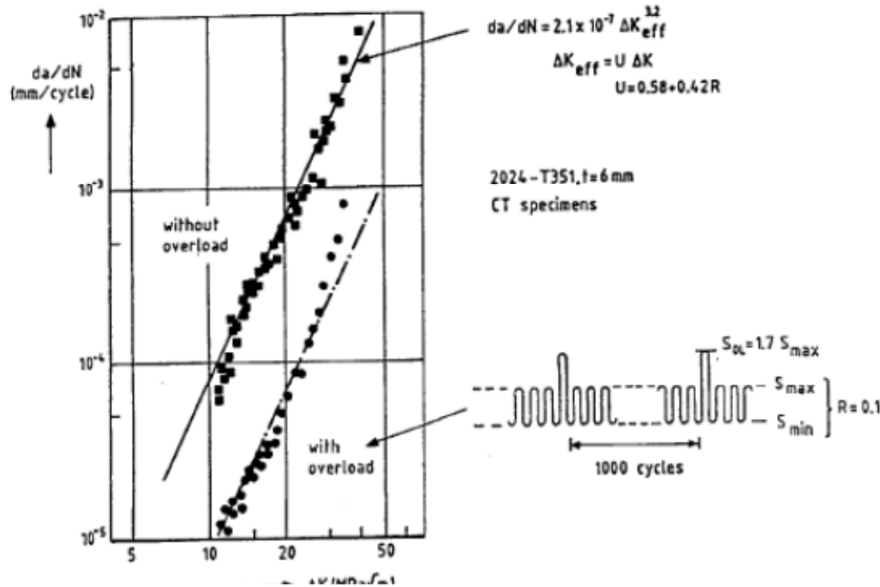
$$\Delta a = \sum_{i=1}^N \Delta a_i = C \sum_{i=1}^N \Delta K_{eff,i}^m = C [f(a)\sqrt{\pi a}]^m \sum_{i=1}^N \Delta P_{eff,i}^m = C [f(a)\sqrt{\pi a}]^m EF \quad (16)$$

Où  $EF$  représente l'efficacité de la séquence.

La vitesse moyenne sur la séquence est donnée par :

$$\left( \frac{da}{dN} \right)_{av} = \frac{\Delta a}{N} = C [f(a)\sqrt{\pi a}]^m \frac{EF}{N} \quad (17)$$

L'un des principaux atouts du modèle PREFFAS est qu'il ne requiert que la détermination de quatre paramètres relativement simples, à savoir :  $C$  et  $m$  les constantes de la loi de Paris d'une part,  $A$  et  $B$  déterminant la plage de contrainte effective  $U$  d'autre part. L'expérience montre en outre que la relation  $A + B = 1$  peut être utilisée pour les alliages d'aluminium et les aciers utilisés dans les structures d'aéronefs [42-44]. Les valeurs  $A$  et  $B$  sont obtenues expérimentalement à partir de 2 essais de propagation, à savoir un essai sous amplitude de chargement constant ( $R = 0,1$ ) avec une surcharge périodique tous les 1000 cycles en  $K_{OL}/K_{max} = 1,7$  (**Figure A-49**). Ces valeurs ont été sélectionnées pour générer un effet retard comparable à un spectre de volure dans l'alliage 2024. La dernière constante inconnue,  $EF$ , peut être calculée.



**Figure A-49 – Essai de calibration de l’essai PREFFAS [81]**

Les effets du matériau et de l’épaisseur de la tôle sont incorporés dans le modèle PREFFAS via la variable  $B$ . Une valeur de  $B$  élevée implique plus de fermeture de la fissure et donc plus de retard. Les données contenues dans [42-44] rapportent des valeurs inférieures de  $B$  pour des matériaux plus épais, en accord avec des effets de fermeture moins marqués et un retard plus faible.

Quelques limitations constatées de ce modèle sont listées ci-dessous.

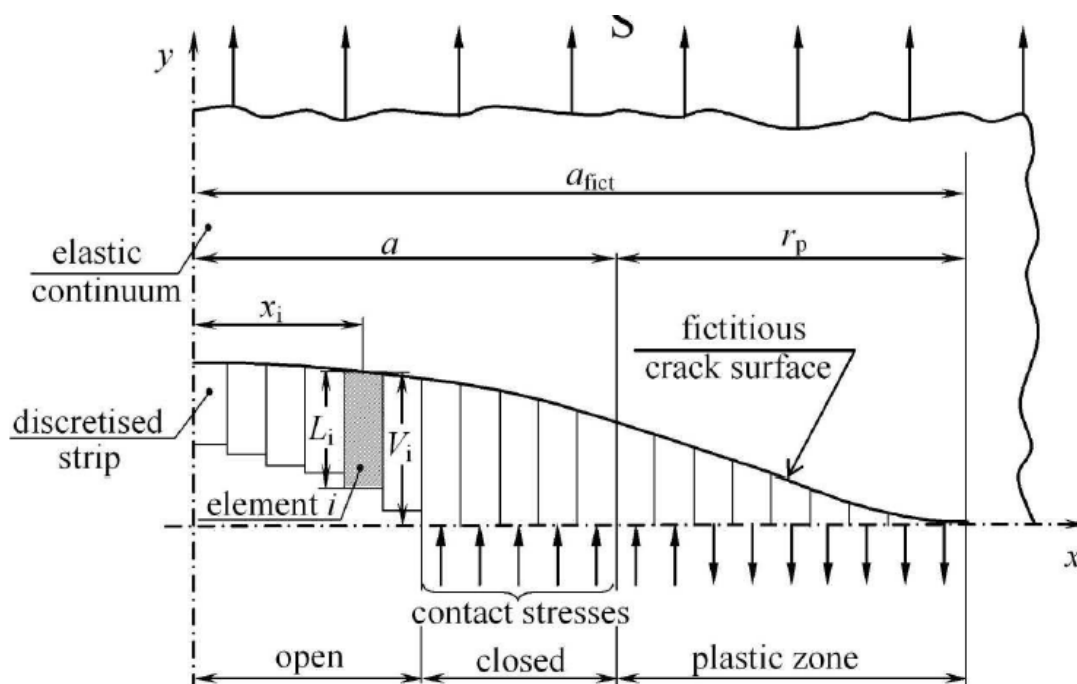
Dans ce modèle, les contraintes de compression sont tronquées à zéro [13]. Il est évident que la troncature ne peut pas être évitée dans le modèle, à cause de la relation  $U(R)$  qui ne peut pas être appliquée en cas de contraintes de compression [26]. Toutefois, si une autre relation  $U(R)$  est adoptée, il n’est pas difficile d’inclure des charges négatives dans le modèle PREFFAS.

La séparation des variables (longueur de fissure et histoire de chargement) n’est possible qu’en utilisant la relation de ( $da/dN = C \Delta K_{eff}^m$ ). Comme mentionné par les auteurs, le modèle n’est pas applicable lorsque les taux de croissance de la fissure sont élevés en raison de la rupture ductile intervenant à des valeurs de  $K_{max}$  élevées. Cela est dû au fait que  $\Delta a$  doit être significativement plus petite que la taille de la zone plastifiée associé à la charge maximum du spectre. Sinon, les valeurs de  $KH_{ouv}$  ne peuvent plus être fiables.

#### A.3.6.2.5. Le modèle Strip Yield (SY)

Les modèles « Strip Yield » sont basés sur l’hypothèse que les effets d’interaction sont causés par un matériau plastiquement déformé le long du sillage de la fissure au cours de la propagation. Cela conduit à la fermeture de fissure et à un facteur d’intensité des contraintes effectif ( $\Delta K_{eff}$ ). Contrairement aux modèles liés à la fermeture de fissure, les modèles « Strip Yield » déterminent  $K_{ouv}$  par des simulations numériques avec des éléments de type barre dans une mince bande le long du chemin de propagation. Ces éléments de type barre sont intacts

dans la zone plastique en avant de la pointe de la fissure et peuvent transporter à la fois de la traction et de la compression, tandis que les éléments dans le sillage de la fissure sont brisés et ne peuvent que subir des contraintes de compression appelées contraintes de contact [5], Ces dernières sont générées si au niveau minimal d'un cycle de charge de fatigue de la longueur de l'élément ( $L_i$ ) dépasse la fissure déplacement d'ouverture ( $V_i$ ), voir **Figure A-50**. En dehors de la bande « Strip » le matériau est parfaitement élastique. La propagation des fissures par fatigue est simulée en sectionnant les barres sur une distance correspondant à l'incrément d'avancée de fissure. Les effets d'histoire de chargement sont représentés par la distribution du résidu d'étirements en plastique, qui sont liés aux contraintes de contact. Le niveau de ( $S_{ouv}$ ) pour un cycle de charge donné est déterminé à partir de la répartition des contraintes de contact. Les modèles « Strip Yield » les plus familiers ont été développés par Newman [11] et De Koning [12]. La principale différence entre ces deux modèles est la définition du facteur de contrainte. Newman suppose que l'état de contrainte dépend de la vitesse de propagation des fissures et est constant le long des éléments de la zone plastique. Contrairement à Newman, De Koning définit le facteur de contrainte en tension comme une fonction parabolique le long de ces éléments.



**Figure A-51 – Modèle Strip Yield [81]**

A.3.6.3. Modèle basée sur une description locale du comportement cyclique en pointe de fissure

A.3.6.3.1. Modèle Incrémental de POMMIER

Les premières études concernant ce modèle de propagation de fissure en fatigue sous chargement complexe ont été réalisées par S. Pommier et M. Risbet [83]. Des travaux complémentaires ont permis une première identification et validation pour des aciers de roues ferroviaires à température ambiante R. Hamam et S. Pommier [84, 85]. Une étude sur le

traitement des cycles complexes anisothermes en fatigue oxydation a permis de conforter l'identification et la validation de ce modèle.

Le modèle est constitué de deux lois distinctes :

- **Une loi de fissuration** qui fournit la vitesse instantanée d'aire fissurée par unité de longueur du front de fissure en fonction de l'évolution instantanée de l'émoussement plastique en pointe de fissure.
- **Une loi d'émoussement plastique** qui définit l'évolution de l'émoussement de la pointe de fissure en fonction du chargement extérieur appliqué et des valeurs des variables internes qui représentent l'état actuel des contraintes résiduelles ainsi que l'écroutissage du matériau à l'intérieur de la zone plastique cyclique en pointe de fissure.

L'évolution de l'émoussement en pointe de fissure est contrôlée par de nombreux paramètres qui sont déterminés à l'aide de calculs éléments finis (un calcul élastique et un calcul élasto-plastique sont nécessaires). La loi de fissuration est un ajustement de la vitesse de propagation par rapport à un essai triangle à amplitude constante.

#### A.3.6.3.1.1. Champ de déplacement en pointe de fissure

Le modèle cherche à décrire l'évolution de l'émoussement plastique en pointe de fissure en fonction du chargement extérieur appliqué. Le déplacement des points constituant le front de fissure permet d'obtenir cette évolution. Afin d'obtenir un outil industriellement viable, il est nécessaire de réduire le nombre de degré de liberté du problème.

Dans le cadre de la mécanique élastique linéaire de la rupture, le développement asymptotique par rapport à la distance  $r$  de l'extrémité du front de fissure permet d'obtenir à l'ordre 1 le facteur d'intensité des contraintes variable au cours du temps ( $K$ ). Le problème ne possède dans ce cas qu'un seul degré de liberté. La méthode se propose d'étendre cette démarche au cas élasto-plastique cyclique. Une représentation du champ de déplacement dans la région du front de fissure est cherchée sous la forme suivante :

$$u(\underline{x}, t) = \sum_j^n a_j(t) \times u_j(\underline{x}) \quad (18)$$

Où  $u_j(x)$  est une base de champs spatiaux et  $a_j(t)$  sont les paramètres temporels et donc les degrés de libertés du problème. A l'aide de la décomposition de Karhunen-Loeve qui permet la décomposition souhaité sur un ensemble discret de point (dépouillement aux nœuds), il a été démontré qu'une décomposition en deux modes suffit à corrélérer la solution obtenue par éléments finis avec une erreur inférieure à 1%. Le champ de déplacement de la région en pointe de fissure est donc de la forme :

$$u(\underline{x}, t) = K_f \times u^e(\underline{x}) + \rho \times u^p(\underline{x}) \quad (19)$$

Cette solution numérique est très couteuse en temps de calcul mais présente l'avantage d'effectuer une décomposition sans connaitre la forme de la solution. Désormais la



« solution » est connue. On peut donc privilégier des solutions analytiques pour les champs de déplacement. Les travaux R. Hamam et S. Pommier [84, 85] ont conduit à choisir la solution de Westergaard pour la partie élastique et la solution d'une dislocation coin couchée sur plan a été retenue pour la partie plastique, **Tableau A-5**.

Solution de Westergaard	Solution d'une dislocation coin
$u_x^e(\bar{x}) = \frac{1}{\mu} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \cos \frac{\theta}{2} \left( \frac{\chi-1}{2} - \sin^2 \frac{\theta}{2} \right)$	$u_x^c(\bar{x}) = \frac{1}{\pi(\chi+1)} \left[ (\chi-1) \log r - 2 \frac{\theta^2}{r^2} \right]$
$u_y^e(\bar{x}) = \frac{1}{\mu} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \sin \frac{\theta}{2} \left( \frac{\chi+1}{2} - \cos^2 \frac{\theta}{2} \right)$	$u_y^c(\bar{x}) = \frac{1}{\pi(\chi+1)} [(\chi-1)\theta - 2 \cos \theta \sin \theta]$
Avec : $\chi = 3 - 4\nu$ et $r^2 = x^2 - y^2$	

**Tableau A-5 – Solutions analytiques retenues**

Le facteur d'intensité des contraintes  $K_I$  par cette méthode est différent du facteur d'intensité des contraintes nominal  $K_I^\infty$  appliqué à la fissure. En fait,  $K_I = K_I^\infty + K_I^{sh}$ ,  $K_I^{sh}$  étant dû aux contraintes résiduelles de compression qui tendent à refermer les lèvres de la fissure. Hamam et S. Pommier [84, 85] ont montré, pour un acier ferroviaire, que  $K_I^{sh}$  est proportionnel à  $\rho$ . Le champ de déplacement en pointe de fissure s'écrit finalement de la manière suivante :

$$u(\underline{x}, t) = K_I^\infty \times u^e(\underline{x}) + \rho \times (\beta \times u^e(\underline{x}) + u^p(\underline{x})) \quad (20)$$

Cette nouvelle forme d'écriture permet de donner un sens physique à  $\rho$  qui représente désormais la partie plastique du déplacement relatif des lèvres de la fissure ou la partie plastique du CTOD. L'ensemble des étapes de calcul est détaillé dans [84, 85].

$K_I^\infty$ ,  $K_I$  et  $\rho$  sont identifiés à partir de calculs éléments finis élastiques et élasto-plastique avec la loi de comportement élasto-plastique cyclique du matériau testée.

#### A.3.6.3.1.2. La loi de fissuration

Les hypothèses faites sur la forme du champ de déplacement en pointe de fissure, conduisent à interpréter l'émoussement,  $\rho$  comme la partie constante du CTOD. Plusieurs travaux ont conduit à la conclusion que c'est le CTOD qui est le paramètre clé de la propagation de fissure sous chargement à amplitude constante et même variable (Masahiro [85]). Il existe un lien fort entre l'incrément de propagation et l'émoussement de la fissure. Nebal [86] a proposé une relation de proportionnalité entre l'avancée de la fissure et l'émoussement plastique. La proportionnalité apparaît en divisant la vitesse macroscopique d'un essai de fissuration par la vitesse microscopique (pas de strie S) mesurée sur le faciès de rupture. La loi de fissuration retenue pour le modèle s'inspire de ces résultats :

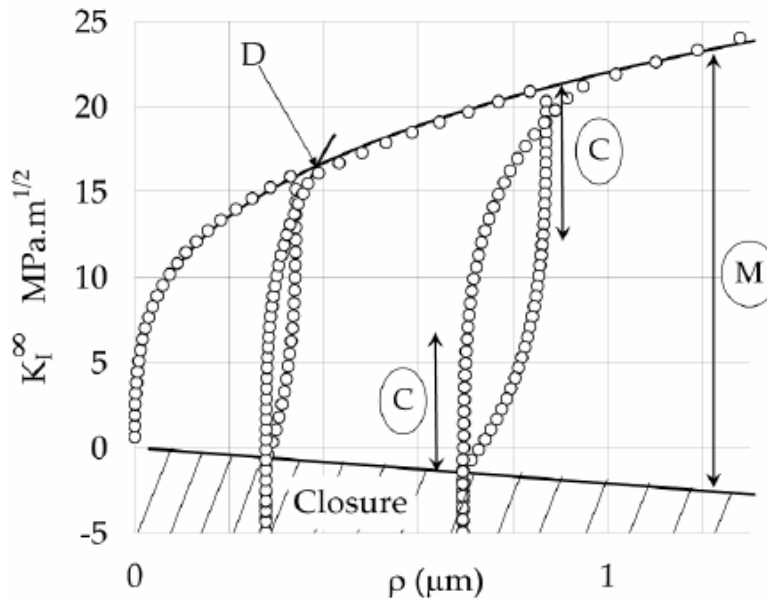
$$\frac{da}{dt} = \alpha \cdot \frac{d\rho}{dt} \text{ si } d\rho > 0$$

$$\frac{da}{dt} = -\alpha \cdot \frac{d\rho}{dt} \text{ si } d\rho < 0$$
(21)

Le paramètre  $\alpha$  est un paramètre matériau facilement identifiable à l'aide d'un essai de fissuration à amplitude constante. Afin de déterminer la vitesse de propagation, il ne reste plus qu'à connaître l'évolution de l'émoussement plastique en pointe de fissure.

#### A.3.6.3.1.3. La loi d'émoussement

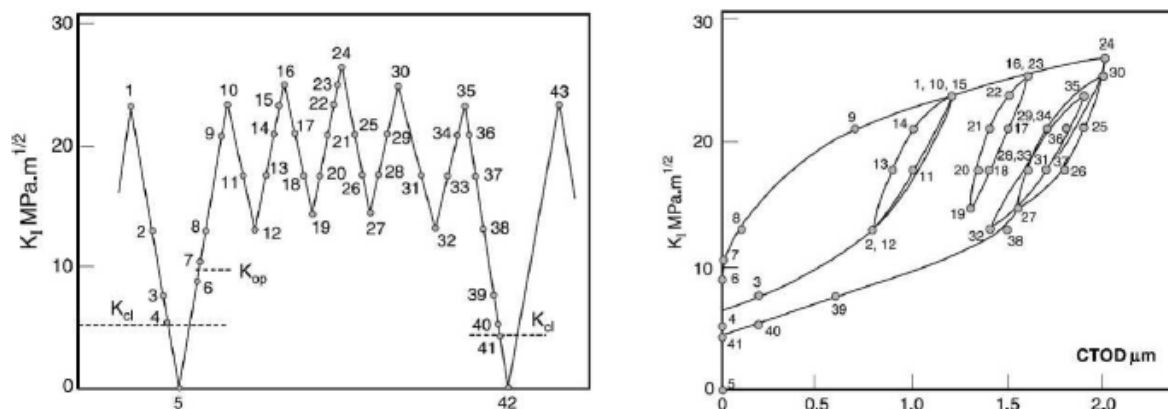
L'hypothèse retenue sur la forme du champ de déplacement au voisinage du front de la fissure permet à partir d'un calcul éléments finis de tracer l'évolution de l'émoussement plastique en fonction du facteur d'intensité de contrainte nominal appliqué à la fissure lors d'une succession de charge-décharge dont l'amplitude croît en fonction du temps (**Figure A-52**).



**Figure A-52 – Emoussement plastique en fonction du chargement imposé [84, 85]**

Cette courbe met en évidence des phénomènes importants pour la mise en place des équations du modèle. En effet, on peut remarquer lors d'une mise en charge une rupture de pente (D). Ce changement de pente apparaît lorsque l'on dépasse le chargement maximum (en  $K$ ) vu précédemment par la fissure. A partir du point D, la zone plastifiée monotone en pointe de fissure s'étend. On peut également remarquer qu'à chaque inversion du sens de chargement, la variation de l'émoussement est nulle sur la plage de ( $\Delta K$ ) (domaine C). L'émoussement représente la plasticité en pointe de fissure, ce domaine représente donc le domaine d'élasticité cyclique. Le domaine M, représente le domaine d'élasticité monotone. Lorsqu'on atteint la borne inférieure de ce domaine, la fissure est considérée comme fermée (contact entre les lèvres) et l'émoussement n'a plus lieu. Il est possible de retrouver dans la littérature des courbes présentant une allure assez similaire. C'est le cas des travaux de

Masahiro [85] qui a pu tracer l'évolution du CTOD sur un point donnée des faces d'une fissure lors de son étude sur « l'effet de la variation de l'amplitude du chargement sur la propagation de fissure sur l'alliage Ti-6Al-4V. Les résultats de son étude sont donnés sur la **Figure A-53**.



**Figure A-53 – Evolution expérimentale du CTOD en fonction du K nominal appliqué [84, 85]**

La loi d'éroussement mise en place par le modèle écrit de manière analytique les courbes d'évolution de l'éroussement. L'ensemble des équations est écrit dans un cadre thermodynamique appliqué à une structure fissurée.

#### A.3.6.3.1.4. Le respect des principes de la thermodynamique

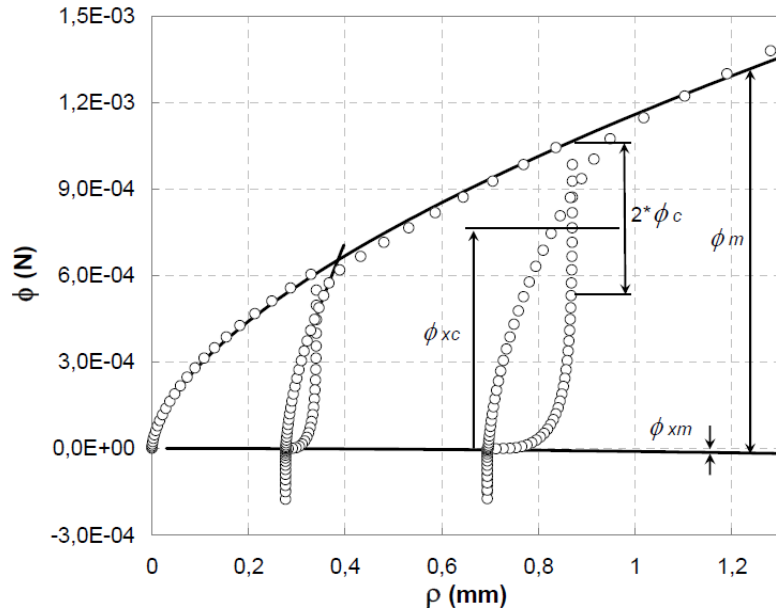
La volonté de travailler avec un modèle respectant les principes de la thermodynamique impose de travailler avec des variables cohérentes entre elles. Comme l'éroussement est une grandeur de déplacement, il est nécessaire de lui associer une force. Dans les travaux de Hamam [84, 85], il apparaît que la grandeur pertinente pour le problème est la suivante :

$$\varphi = \frac{1 - \nu^2}{2 \cdot E} \times K_I^\infty \quad (22)$$

L'ensemble des étapes aboutissant à ce résultat est décrit dans Hamam [84, 85].

#### A.3.6.3.1.5. Équation de la loi d'éroussement

Dans la partie « Loi d'éroussement », nous avons tracé l'évolution de l'éroussement ( $\rho$ ) en fonction du chargement imposé à la fissure ( $K_I^\infty$ ). Il a été vu dans la partie « respect des principes de la thermodynamique » que désormais la grandeur physique associée à l'éroussement est  $\varphi$ . On retrouve en **Figure A-54**, l'évolution de l'éroussement en fonction du chargement imposé, exprimé en fonction de  $\varphi$  et non plus de  $K_I^\infty$ .



**Figure A-54 – Evolution de l'éroussement plastique  $\rho$  en fonction de la variable thermodynamique  $\phi$  [84, 85]**

Les différents domaines présents dans la **Figure A-54** sont : le domaine d'élasticité monotone ( $\phi_m$ ), le domaine d'élasticité cyclique (centre du domaine  $\phi_{xc}$ , taille du domaine  $2\phi_{xc}$ ) ainsi que le point de contact ( $\phi_{xm}$ ). On obtient donc 4 variables, ce qui donne finalement 8 équations à résoudre ( $\frac{\partial}{\partial \rho}$  et  $\frac{\partial}{\partial a}$ ). A l'aide des calculs éléments finis, Hamam [84, 85] a déterminé l'ensemble des formes empiriques des équations d'évolution de l'éroussement. Voici un résumé des solutions dans les différents domaines. Sans rentrer dans les détails, on rappelle la relation entre le facteur d'intensité des contraintes et  $\phi$  :

$$\phi = A^2 K_I^2 \text{sign}(K_I) \text{ avec } A = \sqrt{\frac{1-\nu^2}{2 \cdot E}} \quad (23)$$

Dans le domaine d'extension de la zone plastique monotone (point D de la **Figure A-54**, les équations pilotant l'évolution des différentes variables internes sont les suivantes :

- Loi de fissuration

$$\frac{da}{dt} = \alpha \cdot \left| \frac{d\rho}{dt} \right| \quad (24)$$

- Loi d'éroussement

$$\frac{\partial \phi_{xm}}{\partial \rho} = a_{xm} \sqrt{\phi_{xm}} \quad (25)$$

$$\frac{\partial \varphi_m}{\partial \rho} + \frac{\partial \varphi_{xm}}{\partial \rho} = A^2 a_m \frac{\sqrt{\varphi_m + \varphi_{xm}}}{\delta(\sqrt{\varphi_m + \varphi_{xm}} - A \cdot b_m)} \text{ avec } A = \sqrt{\frac{1 - \nu^2}{2 \cdot E}} \quad (26)$$

$$\frac{\partial \varphi_m}{\partial \rho} = p_a \cdot \varphi_m \quad (27)$$

$$\frac{\partial \varphi_{xm}}{\partial a} = k_a \cdot \varphi_{xm} + k_b \cdot \varphi_m \quad (28)$$

$$\varphi_c = \frac{A^2 \cdot b_c}{2} \left( 2 \cdot \frac{\sqrt{\varphi_c}}{A} - b_c \right) \text{ et } \varphi = \varphi_c + \varphi_{xc} \quad (29)$$

Dans le domaine de plasticité cyclique ( $\varphi_{xm} < \varphi < \varphi_m + \varphi_{xm}$  et en dehors du domaine d'élasticité cyclique) les équations d'évolutions des variables internes sont :

- Loi de fissuration

$$\frac{da}{dt} = \alpha \cdot \left\langle \frac{d\rho}{dt} \right\rangle \quad (30)$$

$$\frac{\partial \varphi_c}{\partial \rho} = \frac{\partial \varphi_c}{\partial a} = \frac{\partial \varphi_{xc}}{\partial a} = 0 \quad (31)$$

$$\frac{\partial \varphi_{xc}}{\partial \rho} = A^2 a_c^2 \frac{\sqrt{\varphi_{xc} + \delta \varphi_c}}{\delta \left( \sqrt{\varphi_{xc} + \delta \varphi_c} - \frac{\varphi_c}{A \cdot b_c} \right) - \frac{A \cdot b_c}{2}} \text{ où } \delta = \sin \left( \frac{d\rho}{dt} \right) \quad (32)$$

$$\frac{\partial \varphi_m}{\partial \rho} = p_a \cdot \varphi_m \quad (33)$$

$$\frac{\partial \varphi_{xm}}{\partial a} = k_a \cdot \varphi_{xm} + k_b \cdot \varphi_m \quad (34)$$

Dans le domaine d'élasticité cyclique, d'un point de vue fatigue pure, il ne se passe rien. Il n'y a pas d'émoussement ce qui n'engendre pas d'incrément de propagation ( $da_{fatigue} = 0$ ).

De la même manière, lorsque les lèvres de la fissure sont en contact ( $\varphi < \varphi_{xm}$ ) et que l'on continue de décharger ( $\frac{d\rho}{dt} < 0$ ), on est en compression et il ne se passe rien d'un point de vue purement fatigue. Cependant, il est nécessaire de faire évoluer certains seuils. Il se peut que les effets d'environnement aident à propager la fissure, même dans ce cas, les variables pourront donc également évoluer à l'aide des équations. De plus pour prendre en compte les effets de sous-charges, la variable  $\varphi_{xc}$  suit l'évolution de la variable  $\varphi$ .

---

### **Synthèse :**

*Dans les paragraphes précédents, les modèles de propagation de fissure sous amplitude de chargement variable ont été présentés. On observe que la plupart des modèles nécessitent un ou plusieurs paramètres de calibration ou des constantes pour effectuer un calcul de durée de vie en fissuration par fatigue. Les prévisions sont donc fortement influencées par ces paramètres qui doivent être corrélés à des données expérimentales. En raison du nombre et de la complexité des mécanismes impliqués dans ce problème, il n'existe pas encore de modèle universel. Le choix du modèle approprié est généralement basé sur l'expérience de l'utilisateur et de sa préférence personnelle, donc des prévisions précises restent problématiques. Par conséquent, il existe des possibilités considérables pour améliorer les modèles actuels et le développement de ceux de meilleure qualité et plus simples.*

#### **A.4. Objectifs de la thèse**

L'objectif de ce travail de thèse est de caractériser, modéliser et simuler numériquement les phénomènes contrôlant la propagation des fissures par fatigue sous chargement à amplitude constante, variable et sous spectre dans un acier inoxydable martensitique durci par précipitation (15-5PH durci à 1200 MPa) en fonction du degré de vieillissement.

L'étude bibliographique, a montré que la tenue en fatigue, et plus spécifiquement la résistance à la fissuration par fatigue, des aciers inoxydables martensitiques durcis par précipitation à hautes températures a été peu étudiée, notamment pour le cas spécifique de l'acier 15-5PH. Des études menées sur l'acier 17-4PH possédant des caractéristiques similaires à celles de l'acier 15-5PH mettent en avant le rôle de la précipitation du cuivre et du vieillissement dynamique (DSA). Il convient donc de s'interroger sur la pertinence de ces phénomènes dans le cas de l'acier 15-5PH.

Par ailleurs, une exposition prolongée à des températures inférieures à 450°C, fragilisent ces alliages, avec notamment des répercussions sur la transition fragile-ductile. Cependant, l'effet du vieillissement sur l'érouissage cyclique et sur la fissuration par fatigue n'a pas été examiné. On est donc en droit de s'interroger sur l'influence du vieillissement sur le comportement cyclique et la fissuration par fatigue de l'acier 15-5PH.

Une prédiction réaliste de la propagation sous spectre se doit de prendre en compte les effets d'histoire de chargement. Là encore, le comportement en fissuration sous chargement à amplitude variable n'a que peu été examiné et l'applicabilité des différents modèles, généralement développés pour des alliages légers, reste à valider pour ces alliages à haute résistance, où les effets de fermeture sont a priori peu marqués. On voit, à travers les précédents paragraphes que cette étude se devra d'établir un lien entre vieillissement, comportement cyclique, fissuration par fatigue et effet d'histoire de chargement. Les parties suivantes auront donc pour objectif d'apporter des éléments de compréhension aux différentes questions posées ci-dessus en vue d'enrichir les connaissances actuelles sur le comportement

en fissuration des aciers inoxydables martensitiques durcis par précipitation et définir des conditions de fonctionnement sûres pour les aérostructures concernées.

---

## Bibliographie

- [1] W. F. Smith, "Structure and Properties of Engineering Alloys, 2nd Ed.," ed. New York: McGraw-Hill, Inc., 1993, pp. 328-335.
- [2] F. B. Pickering, "Physical Metallurgy of Stainless Steel Developments," vol. 21, ed: International Metals Reviews, 1976, pp. 227-268.
- [3] H. Habibi Bajguirani, "The effect of ageing upon the microstructure and mechanical properties of type 15-5 PH stainless steel," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 338, pp. 142-159, 2002.
- [4] H. R. Habibi Bajguirani, "Contribution à l'étude des transformations structurales se développant dans l'alliage 15-5 PH, en particulier les mécanismes de précipitations durcissantes à base de Cu, par microscopie électronique en transmission et diffusion des rayons X aux petits angles. Relations avec les caractéristiques mécaniques," 1993.
- [5] P. Devor, *Acier Spec.* vol. 60, 1982.
- [6] N. Yukawa, M. Mizutani, and H. Saka, "Transmission electron microscopic observation of age-hardened structures of 17-7 PH stainless steel," *Trans. Iron Steel Inst. Japan*, pp. 254-258, 1969.
- [7] H. J. Rack and D. Kalish, "The strength, fracture toughness, and low cycle fatigue behavior of 17-4 PH stainless steel," *Metallurgical and Materials Transactions B*, vol. 5, pp. 1595-1605, 1974.
- [8] R. Ravez, *Bulletin du cercle d'études des métaux* vol. 15, 1987.
- [9] J. Bonnin, "Étude des évolutions microstructurales et du comportement mécanique associé d'alliages martensitiques à durcissement structural du type E Z3 CNDA 13-08," C.N.A.M de Paris, 1990.
- [10] J. Bonnin and G. Cizeron, presented at the Journée des Aciers Spéciaux, Toulouse, 1987.
- [11] V. Kuzucu, M. Aksoy, M. Korkut, and M. Yildirim, "The effect of niobium on the microstructure of ferritic stainless steel," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 230, pp. 75-80, 1997.
- [12] J. Ramirez, S. Liu, and D. Olson, "Dual precipitation strengthening effect of copper and niobium in high strength steel weld metal," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 216, pp. 91-103, 1996.
- [13] U. K. Viswanathan, S. Banerjee, and R. Krishnan, "Effects of aging on the microstructure of 17-4 PH stainless steel," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 104, pp. 181-189, 1988.
- [14] M. U. Islam, G. Campbell, and R. Hsu, "Fatigue and Tensile Properties of EB Welded 17-4 PH Steel," *Welding Journal*, vol. 68, pp. 45-50, 1989.
- [15] S. Pommier, "A study of the relationship between variable level fatigue crack growth and the cyclic constitutive behaviour of steel," *International journal of fatigue*, vol. 23, pp. 111-118, 2001.
- [16] H. Habibi Bajguirani, "The effect of ageing upon the microstructure and mechanical properties of type 15-5 PH stainless steel," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 338, pp. 142-159, 2002.
- [17] P. W. Hochanadel, G. R. Edwards, C. V. Robino, and M. J. Cieslak, "Heat treatment of investment cast PH 13-8 Mo stainless steel: Part I. Mechanical properties and microstructure," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 25, pp. 789-798, 1994.
- [18] M. Cieslak, C. Hills, P. Hlava, and S. David, "An investigation of the high-temperature and solidification microstructures of PH 13-8 Mo stainless steel," *Metallurgical Transactions A*, vol. 21, pp. 2465-2475, 1990.



- [19] M. Murayama, K. Hono, and Y. Katayama, "Microstructural evolution in a 17-4 PH stainless steel after aging at 400 C," *Metallurgical and materials transactions A*, vol. 30, pp. 345-353, 1999.
- [20] R. Glenn and E. Hornbogen, "A metallographic study of precipitation of copper from alpha iron," *Trans Metall Soc AIME*, vol. 218, pp. 1064-1070, 1960.
- [21] G. R. Speich and R. A. Oriani, "The Rate of Coarsening of Copper Precipitate in an Alpha-Iron Matrix," *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, vol. 233, pp. 623-631, 1965.
- [22] P. Othen, M. Jenkins, G. Smith, and W. Phythian, "Transmission electron microscope investigations of the structure of copper precipitates in thermally-aged Fe—Cu and Fe—Cu—Ni," *Philosophical Magazine Letters*, vol. 64, pp. 383-391, 1991.
- [23] N. Maruyama, M. Sugiyama, T. Hara, and H. Tamehiro, "Precipitation and phase transformation of copper particles in low alloy ferritic and martensitic steels," *Materials transactions-JIM*, vol. 40, pp. 268-277, 1999.
- [24] H. Habibi-Bajguirani and M. Jenkins, "High-resolution electron microscopy analysis of the structure of copper precipitates in a martensitic stainless steel of type PH 15-5," *Philosophical magazine letters*, vol. 73, pp. 155-162, 1996.
- [25] U. K. Viswanathan, P. K. K. Nayar, and R. Krishnan, "Kinetics of precipitation in 17-4 PH stainless steel," *Materials science and technology*, vol. 5, pp. 346-349, 1989.
- [26] D. Peters and C. Cupp, "THE KINETICS OF AGING REACTIONS IN 18 PER CENT NI MARAGING STEELS," *AIME MET SOC TRANS*, vol. 236, pp. 1420-1429, 1966.
- [27] S. Floreen, "The physical metallurgy of maraging steels," 2013.
- [28] X. Zang, "Microstructural Study of 17-4 PH Steel After Ageing Treatment," *Transactions of Metal Heat Treatment(China)(Peoples Republic of China)*, vol. 12, pp. 23-29, 1991.
- [29] C. N. Hsiao, C. S. Chiou, and J. R. Yang, "Aging reactions in a 17-4 PH stainless steel," *Materials Chemistry and Physics*, vol. 74, pp. 134-142, 2002.
- [30] D.-S. Leem, Y.-D. Lee, J.-H. Jun, and C.-S. Choi, "Amount of retained austenite at room temperature after reverse transformation of martensite to austenite in an Fe-13% Cr-7% Ni-3% Si martensitic stainless steel," *Scripta materialia*, vol. 45, pp. 767-772, 2001.
- [31] J.-M. Cloué, "Justification de la tenue en service en milieu primaire rep d'un acier martensitique a durcissement structural," 1998.
- [32] K. Antony, "Aging reactions in precipitation hardenable stainless steel," *Journal of metals*, vol. 15, pp. 922-927, 1963.
- [33] B. Yrieix and M. Guttman, "Aging between 300 and 450° C of wrought martensitic 13-17 wt-% Cr stainless steels," *Materials science and technology*, vol. 9, pp. 125-137, 1993.
- [34] M. Miller and M. Burke, "An atom probe field ion microscopy study of neutron-irradiated pressure vessel steels," *Journal of nuclear materials*, vol. 195, pp. 68-82, 1992.
- [35] F. Danoix, P. Bas, J. Massoud, M. Guttman, and P. Auger, "Atom probe and transmission electron microscopy study of reverted duplex stainless steels," *Applied surface science*, vol. 67, pp. 348-355, 1993.
- [36] F. Danoix, S. CHAMBRELAND, J.-P. MASSOUD, P. AUGER, D. des études et recherches ELECTRICITE, and D. FRANCE, *Evolution microstructurale de la ferrité des aciers inoxydables austenoferritiques lors de vieillissements entre 300 et 400C*: EDF-DER, 1992.

- 
- [37] J. H. Wu and C. K. Lin, "Tensile and fatigue properties of 17-4 PH stainless steel at high temperatures," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 33, pp. 1715-1724, 2002.
- [38] E. Herny, "Mechanical characterisation and investigation of thermal and thermomechanical aging mechanisms of martensitic stainless steel 15-5PH," *International Heat Treatment & Surface Engineering*, vol. 3, pp. 1-2, 2009.
- [39] J. Botella, C. Merino, and E. Otero, "A comparison of the high-temperature oxidation of 17Cr-2Ni and 18Cr-8Ni austenitic stainless steels at 973 K," *Oxidation of metals*, vol. 49, pp. 297-324, 1998.
- [40] T. Isomoto and N. Stoloff, "Effect of microstructure and temperature on high cycle fatigue of powder metallurgy alloy," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 124, pp. 171-181, 1990.
- [41] J. Bannantine, "Fundamentals of metal fatigue analysis," *Prentice Hall*, 1990, p. 273, 1990.
- [42] C. K. Lin and W. J. Tsai, "Corrosion fatigue behaviour of a 15Cr-6Ni precipitation-hardening stainless steel in different tempers," *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, vol. 23, pp. 489-497, 2000.
- [43] J. H. Wu and C. K. Lin, "Influence of frequency on high-temperature fatigue behavior of 17-4 PH stainless steels," *Materials Transactions*, vol. 44, pp. 713-721, 2003.
- [44] R. E. Reed-Hill and R. Abbaschian, "Physical metallurgy principles," 1973.
- [45] J. H. Wu and C. K. Lin, "Effect of strain rate on high-temperature low-cycle fatigue of 17-4 PH stainless steels," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 390, pp. 291-298, 2005.
- [46] K. B. S. Rao, H. Schiffers, H. Schuster, and H. Nickel, "Influence of time and temperature dependent processes on strain controlled low cycle fatigue behavior of alloy 617," *Metallurgical Transactions A*, vol. 19, pp. 359-371, 1988.
- [47] S. Mannan, "Role of dynamic strain ageing in low cycle fatigue," *Bulletin of Materials Science*, vol. 16, pp. 561-582, 1993.
- [48] V. Srinivasan, R. Sandhya, K. Bhanu Sankara Rao, S. Mannan, and K. Raghavan, "Effects of temperature on the low cycle fatigue behaviour of nitrogen alloyed type 316L stainless steel," *International journal of fatigue*, vol. 13, pp. 471-478, 1991.
- [49] A. Nagesha, M. Valsan, R. Kannan, K. Bhanu Sankara Rao, and S. Mannan, "Influence of temperature on the low cycle fatigue behaviour of a modified 9Cr-1Mo ferritic steel," *International Journal of fatigue*, vol. 24, pp. 1285-1293, 2002.
- [50] R. Sandhya, K. Bhanu Sankara Rao, S. Mannan, and R. Devanathan, "Substructural recovery in a cold worked Ti-modified austenitic stainless steel during high temperature low cycle fatigue," *International journal of fatigue*, vol. 23, pp. 789-797, 2001.
- [51] S. Herenu, I. Alvarez-Armas, and A. Armas, "The influence of dynamic strain aging on the low cycle fatigue of duplex stainless steel," *Scripta materialia*, vol. 45, pp. 739-745, 2001.
- [52] M. Roberts and W. Owen, "Unstable flow in martensite and ferrite," *Metallurgical Transactions*, vol. 1, pp. 3203-3213, 1970.
- [53] V. Srinivasan, M. Valsan, R. Sandhya, K. Bhanu Sankara Rao, S. Mannan, and D. Sastry, "High temperature time-dependent low cycle fatigue behaviour of a type 316L (N) stainless steel," *International Journal of Fatigue*, vol. 21, pp. 11-21, 1999.
- [54] A. Plumtree and L. D. Pawlus, "Substructural developments during strain cycling of wavy slip mode metals," *Basic questions in fatigue*, vol. 924, p. 81, 1988.
- [55] D. L. Davidson and S. Suresh, "Fatigue crack growth threshold concepts," The Metallurgical Society Inc., Warrendale, PA1984.

- [56] P. Paris and F. Erdogan, "A critical analysis of crack propagation laws," *Journal of Fluids Engineering*, vol. 85, pp. 528-533, 1963.
- [57] K. C. Hsu and C. K. Lin, "High-temperature fatigue crack growth behavior of 17-4 PH stainless steels," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 35, pp. 3018-3024, 2004.
- [58] W. Elbert, "The significance of fatigue crack closure," in *Damage Tolerance in Aircraft Structures: A Symposium Presented at the Seventy-Third Annual Meeting American Society for Testing and Materials, Toronto, Ontario, Canada, 21-26 June 1970*, 1971, p. 230.
- [59] S. Suresh, "Fatigue of materials, 1998," *Cambridge University, Press, Cambridge*, p. 679, 1998.
- [60] R. O. Ritchie, "Mechanisms of fatigue crack propagation in metals, ceramics and composites: role of crack tip shielding," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 103, pp. 15-28, 1988.
- [61] R. Hertzberg, C. Newton, and R. Jaccard, "Crack closure: correlation and confusion," *Mechanics of fatigue crack closure, ASTM STP*, vol. 982, pp. 139-148, 1988.
- [62] G. Hénaff and F. Morel, *Fatigue des structures: endurance, critères de dimensionnement, propagation des fissures, rupture*: Ellipses, 2005.
- [63] J. Barsom, "Fatigue crack growth under variable amplitude loading in various bridge steels," *Fatigue crack growth under spectrum loads, ASTM STP*, vol. 595, pp. 217-235, 1976.
- [64] S. T. Kim, D. Tadjiev, and H. T. Yang, "Fatigue life prediction under random loading conditions in 7475-T7351 aluminum alloy using the RMS model," *International Journal of Damage Mechanics*, vol. 15, pp. 89-102, 2006.
- [65] C. Hudson, "A root-mean-square approach for predicting fatigue crack growth under random loading," *ASTM STP*, vol. 748, pp. 41-52, 1981.
- [66] J. Newman Jr, "Fracture analysis of surface-and through-cracked sheets and plates," *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 5, pp. 667-689, 1973.
- [67] O. E. Wheeler, "Spectrum loading and crack growth," *Journal of Fluids Engineering*, vol. 94, pp. 181-186, 1972.
- [68] J. Willenborg, R. Engle, and H. Wood, "A crack growth retardation model using an effective stress concept," DTIC Document1971.
- [69] J. Finney, "Sensitivity of fatigue crack growth prediction (using Wheeler retardation) to data representation," *Journal of testing and evaluation*, vol. 17, pp. 75-81, 1989.
- [70] M. A. Meggiolaro and J. Castro, "Comparison of load interaction models in fatigue crack propagation," in *XVI Congresso Brasileiro de Eng. Mecânica (COBEM), ABCM, Uberlândia, MG*, 2001.
- [71] D. M. Corlby and P. F. Packman, "On the Influence of Single and Multiple Peak Overloads on Fatigue Crack Propagation in 7075-T6511 Aluminum " *Eng. Fract. Mech.*, vol. 5, pp. 479-497, 1973.
- [72] J. Gallagher, "A generalized development of yield zone models," DTIC Document1974.
- [73] NASA, *Fatigue Crack Growth Computer Program "NASGRO," Version 4.12 – Reference Manual*, 2004.
- [74] J. C. Newman Jr, "A finite-element analysis of fatigue crack closure," *ASTM STP*, vol. 590, pp. 281-301, 1976.
- [75] J. Schijve, "Some formulas for the crack opening stress level," *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 14, pp. 461-465, 1981.
- [76] H. Dill and C. Saff, "Spectrum crack growth prediction method based on crack surface displacement and contact analyses," *ASTM STP*, vol. 595, pp. 306-319, 1976.

- 
- [77] B. Budiansky and J. Hutchinson, "Analysis of closure in fatigue crack growth," *Journal of Applied Mechanics*, vol. 45, pp. 267-276, 1978.
- [78] J. Schijve, *Fatigue crack growth under variable-amplitude loading*: Springer, 2004.
- [79] G. Baudin and M. Robert, "Crack growth model for flight type loading," in *Proceeding of the 11th ICAF Symposium in the Netherlands*, 1981.
- [80] A. De Koning and H. Van der Linden, *Prediction of fatigue crack growth rates under variable loading using a simple crack closure model*: NLR, 1981.
- [81] D. Aliaga, A. Davy, and H. Schaff, "A simple crack closure model for predicting fatigue crack growth under flight simulation loading," *ASTM STP*, vol. 982, pp. 491-504, 1988.
- [82] C. Mattrand, "Approche probabiliste de la tolérance aux dommages-Application au domaine aéronautique," PhD thesis, Université Blaise Pascal–Clermont II, 2011.
- [83] S. Pommier and M. Risbet, "Time-derivative equations for fatigue crack growth in metals," *International journal of fracture*, vol. 131, pp. 79-106, 2005.
- [84] R. Hamam, S. Pommier, and F. Bumbieler, "Variable amplitude fatigue crack growth, experimental results and modeling," *International Journal of Fatigue*, vol. 29, pp. 1634-1646, 2007.
- [85] R. Hamam, "Simulation de la propagation des fissures par fatigue dans les toiles des roues de train sous chargement à amplitude variable," École normale supérieure de Cachan-ENS Cachan, 2006.



**Chapitre B :**  
**Microstructures, propriétés mécaniques  
monotones et comportement cyclique de  
l'acier 15-5PH : influence du vieillissement  
et de la température d'essai**



---

# Chapitre B

## Microstructures, propriétés mécaniques monotones et comportement cyclique de l'acier 15-5PH : influence du vieillissement et de la température d'essai

---

<b>B.1. MATERIAU ET PROPRIETES MECANIQUES MONOTONES .....</b>	<b>89</b>
B.1.1. PROPRIETES MICROSTRUCTURALES.....	89
<i>B.1.1.1. Elaboration.....</i>	<i>89</i>
<i>B.1.1.2. Composition chimique.....</i>	<i>90</i>
<i>B.1.1.3. Structure.....</i>	<i>90</i>
B.1.2. COMPORTEMENT MECANIQUE MONOTONE DE L'ACIER 15-5PH.....	103
<i>B.1.2.1. Dureté.....</i>	<i>103</i>
<i>B.1.2.2. Traction.....</i>	<i>104</i>
<i>B.1.2.3. La température de transition ductile-fragile.....</i>	<i>105</i>
<i>B.1.2.4. Ténacité.....</i>	<i>106</i>
<b>B.2. INFLUENCE DU VIEILLISSEMENT SUR LES PROPRIETES MECANIQUES EN TRACTION DE L'ACIER 15-5PH .....</b>	<b>107</b>
B.2.1. MATRICE DE VIEILLISSEMENT .....	107
B.2.2. MISE ŒUVRE EXPERIMENTALE.....	108
B.2.3. RESULTATS ET DISCUSSIONS.....	110
<b>B.3. COMPORTEMENT MECANIQUE CYCLIQUE DE L'ACIER 15-5PH : INFLUENCE DU VIEILLISSEMENT ET DE LA TEMPERATURE D'ESSAI.....</b>	<b>112</b>
B.3.1. MISE ŒUVRE EXPERIMENTALE.....	113
<i>B.3.1.1. Eprouvettes.....</i>	<i>113</i>



Chapitre B : Microstructures, propriétés mécaniques monotones et comportement cyclique de l'acier 15-5PH : influence du vieillissement et de la température d'essai

---

<i>B.3.1.2. Procédure de dépouillement.....</i>	<i>114</i>
<b>B.3.2. PROGRAMME D'ESSAIS.....</b>	<b>115</b>
<i>B.3.2.1. A l'état de référence.....</i>	<i>115</i>
<i>B.3.2.2. Aux états vieillis et autres nuances.....</i>	<i>116</i>
<b>B.3.3. RESULTATS ET DISCUSSIONS.....</b>	<b>118</b>
<i>B.3.3.1. Comportement cyclique de l'acier 15-5PH à température ambiante.....</i>	<i>119</i>
<i>B.3.3.2. Comportement cyclique à hautes températures.....</i>	<i>132</i>
<i>B.3.3.3. Comportement cyclique des matériaux vieillis.....</i>	<i>136</i>
<b>BIBLIOGRAPHIE.....</b>	<b>150</b>

# Microstructures, propriétés mécaniques monotones et comportement cyclique de l'acier 15-5PH : influence du vieillissement et de la température d'essai

---

## B.1. Matériau et propriétés mécaniques monotones

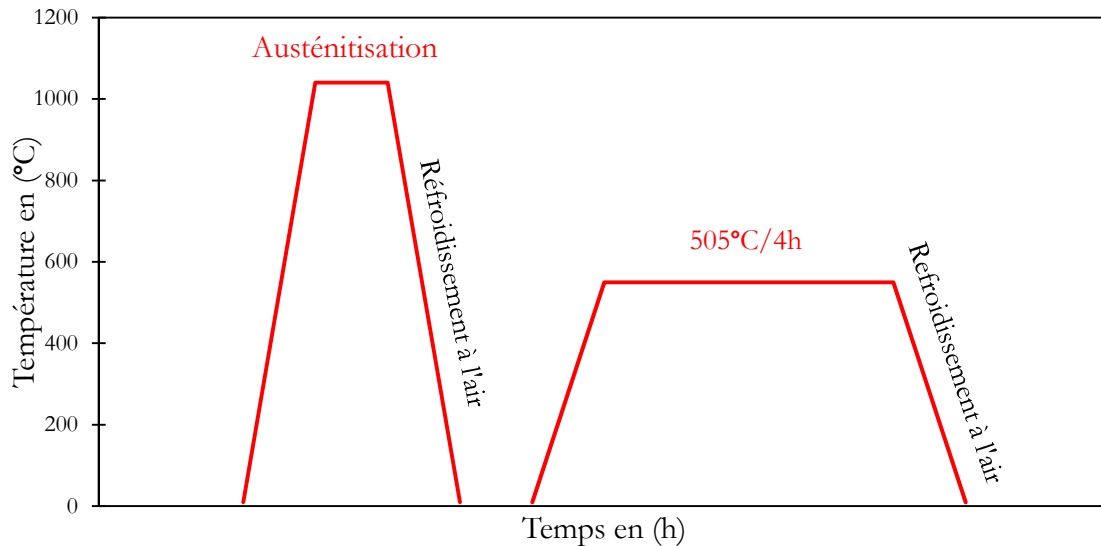
### B.1.1 Propriétés microstructurales

#### B.1.1.1. Elaboration

Pour cette étude, Aubert&Duval a fourni 5 lopins d'acier 15-5PH de 140x60x350 mm<sup>3</sup>, issus d'un plat forgé (FF0044520) de 140 x 60 mm<sup>2</sup>. La coulée (HS744507) a été obtenue par refusion d'électrode consommable sous laitier. Cet alliage a subi un traitement thermique d'austénitisation (remise en solution) à 1040°C pendant une heure suivi d'un refroidissement à l'air. Au cours de ce refroidissement, on assiste à une transformation de la matrice totalement austénitique en martensite. Cette transformation de phase débute à partir d'une température donnée,  $M_s$ , qui correspond à l'apparition des premières lattes de martensitique et se termine à une température plus basse  $M_f$ . La température de début de transformation peut être estimée par des relations empiriques. La relation (1) établie par Steven et Haynes pour un acier ayant une composition proche, permet d'avoir une bonne évaluation de cette température. En appliquant cette relation à l'acier 15-5PH, la température  $M_s$  est d'environ 180°C.

$$M_S = 561 - 474(\%C) - 17(\%Cr) - 17(\%Ni) - 33(\%Mn) - 21(\%Mo) + 10(\%Co) - 7.5(\%Si) \quad (1)$$

Pour atteindre le niveau de performance souhaité, un traitement de revenu est effectué sur le matériau. Ce traitement de revenu a pour objectif de faire précipiter le cuivre, sous forme de particules à l'intérieur de la martensite et par la même, d'engendrer un complément de durcissement. Une étude interne réalisée par Aubert&Duval a montré que, pour une durée de traitement de 4 heures suivie d'un refroidissement à l'air, le maximum de résistance mécanique est obtenu pour une température de traitement de 490°C et qu'une résistance à la traction de 1200 MPa était atteinte pour un traitement réalisé à 515°C. Il a été décidé d'appliquer au méplat de l'étude un traitement de 4 heures à 505°C. La **Figure B-1** schématise les traitements thermiques effectués sur l'acier 15-5PH.



**Figure B-1 – Traitement thermique appliqué**

B.1.1.2. Composition chimique

La composition chimique globale de la coulée (HS744507) réalisé par Aubert&Duval est présentée dans le **Tableau B-1**. Cet alliage présente une faible teneur en carbone comme l'ensemble des aciers inoxydables martensitiques durcis par précipitations du cuivre.

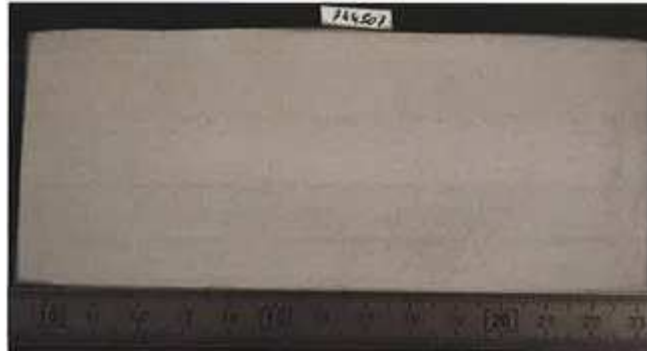
Coulée	C	Si	Mn	S	P	Ni	Cr	Mo	Cu	Nb	Fe
A	0.025	0.38	0.80	<0.002	0.019	4.93	14.87	0.27	2.99	0.21	Base

**Tableau B-1 – Composition chimique de l'acier 15-5PH (% massique)**

B.1.1.3. Structure

B.1.1.3.1. Macrostructure

La structure macrographique du plat forgé a été observée sur une coupe en sens travers par Aubert&Duval, **Figure B-2**. Il apparaît à cette échelle une structure homogène sans présence de défaut ou de zone morte. Les éprouvettes de caractérisation mécanique pourront donc être prélevées dans tout le volume de matière.



**Figure B-2 – Macrostructure plat 140x60 mm (Aubert&Duval)**

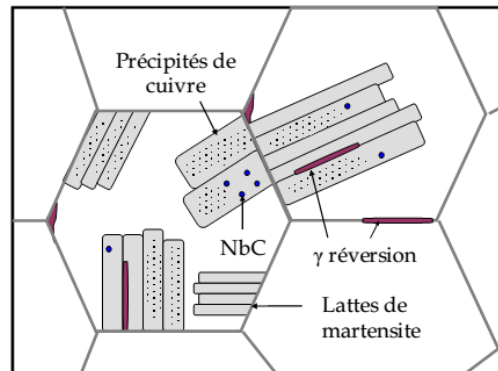
Une analyse préliminaire de la microstructure a été faite par Aubert&Duval. Après attaque, la microstructure présente une taille de grain homogène équivalent à 7 ASTM (**Figure B-3**). Par ailleurs, aucune trace de ferrite- $\delta$  ni d'austénite n'a été observée. La fraction d'austénite résiduelle, mesurée par diffraction des rayons X, a été estimée à 3%.



**Figure B-3 – Microstructure mise en évidence par Aubert&Duval**

Les facteurs métallurgiques comme la taille de grain, la nature et la répartition des précipitations, les transformations microstructurales, etc. peuvent influencer le comportement mécanique des matériaux. Il est donc impératif de bien maîtriser les paramètres microstructuraux. A cette fin, nous avons analysé les travaux de recherche de Couturier [1] et d'Hugues [2] conduits parallèlement à cette étude dans le cadre du projet PREVISIA. Ils contiennent des études détaillées sur la microstructure de l'acier 15-5PH qui mettent en évidence la complexité de la microstructure de cet alliage à l'état revenu. Cette complexité est due à la présence d'éléments microstructuraux à différentes échelles (nm  $\rightarrow$   $\mu$ m). L'identification de ces éléments a nécessité l'emploi de plusieurs techniques d'observation et d'analyse qui ne seront pas détaillées ici. Nous présenterons donc ci-dessous leurs conclusions les plus pertinentes vis à vis de l'étude en fissuration et nous invitons les lecteurs à consulter les travaux d'Hugues [2] et de Couturier [1] pour plus de précisions.

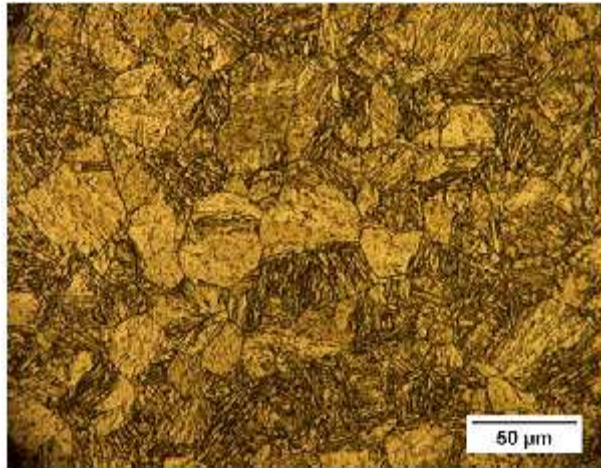
La microstructure de cet alliage est composée d'une matrice regroupant d'anciens joints de grains austénitiques, à l'intérieur desquels on retrouve des paquets de lattes de martensite. Au-delà de cette organisation microstructurale assez typique des aciers martensitiques et que l'on pourrait qualifier « d'élémentaire », cet acier se caractérise par la présence de précipités de cuivre, de carbures de niobium et d'austénite de réversion. Cette microstructure est assez similaire à ce qu'avait déjà observé Herny [3] sur le 15-5PH durci à 1070 MPa. La **Figure B-4** illustre l'agencement de tous les éléments de microstructure présents dans l'acier 15-5PH. Ces différents éléments sont analysés dans les paragraphes suivants.



**Figure B-4 – Schématisation de la microstructure de l'acier 15-5PH, Herny [3]**

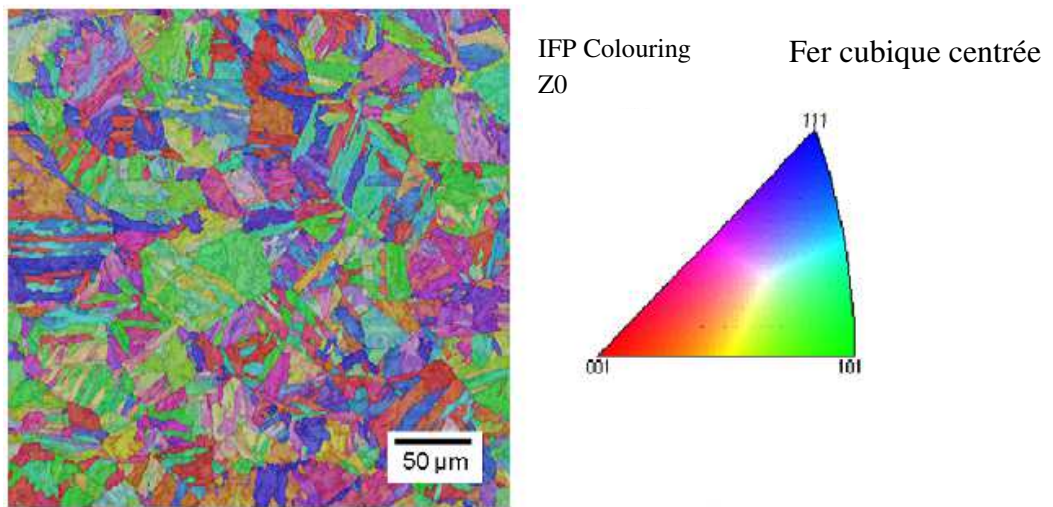
#### B.1.1.3.2. La matrice

La matrice désigne la phase majoritaire de l'alliage qui est une solution solide constituée de fer et de chrome mais aussi en de moindres proportions de nickel, de manganèse, de silicium et d'autres éléments minoritaires. Cependant, cette matrice n'est pas une véritable unité microstructurale, mais peut-être décomposée en plusieurs subdivisions. Les éléments de plus grande taille de la matrice sont les anciens grains austénitiques hérités de la solidification de l'alliage (**Figure B-5**). Hugues [2] et de Couturier [1] ont observé que les anciens joints de grains austénitiques ne présentent pas d'anisotropie, ni de texture morphologique. Ces grains sont équiaxes et ont une taille moyenne d'environ 25  $\mu\text{m}$ , taille mesurée par la méthode des intercepts sur les trois plans du méplat.



**Figure B-5 – Mise en évidence des anciens grains d'austénite [2]**

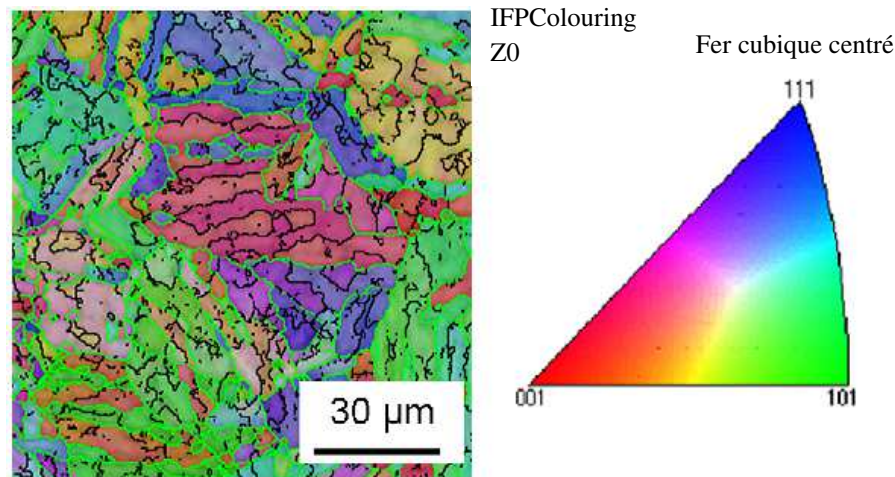
Les anciens grains austénitiques renferment des paquets qui correspondent à des groupements de lattes de martensite. Bien qu'observables en microscopie optique, les paquets de lattes sont plus aisément identifiables sur une cartographie d'orientations cristallographiques. Hugues [2] a observé plus en profondeur les paquets de lattes en utilisant une analyse EBSD, **Figure B-6**. A chaque paquet de lattes correspond une couleur qui traduit son orientation cristallographique. La taille des paquets est comprise entre 5 et 20 µm.



**Figure B-6 – Observation des paquets de lattes du plan L-TC de l'alliage en EBSD (L-TC : Longitudinale-Travers Court) [2]**

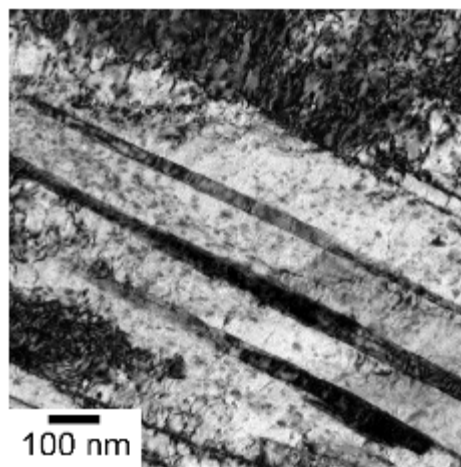
Une analyse des désorientations des joints de grains a par ailleurs permis à Hugues [2] d'avoir une meilleure représentation des paquets de lattes, et par là d'identifier la structure « blocs » (**Figure B-7**) présente dans l'acier 15-5PH.





**Figure B-7 – Observation en EBSD du plan L- TC de l'alliage avec analyse des désorientations des joints de grains/lattes : en noir les désorientations supérieures à 2°, en verts les désorientations supérieures à 10 [2] (L-TC : Longitudinale-Travers Court)**

Les lattes ont quant à elles été révélées par Microscopie Electronique en Transmission (MET), (**Figure B-8**). Leur taille est estimée à environ 100 nm de large. D'après Couturier [1], elles sont peu désorientées les unes par rapport aux autres au sein d'un même paquet, certaines d'entre elles sont parallèles entre elles. Elles constituent donc les unités cristallographiques élémentaires de l'alliage de l'étude, en dépit d'une faible désorientation continue en son sein induit par la présence d'une importante densité de dislocations.

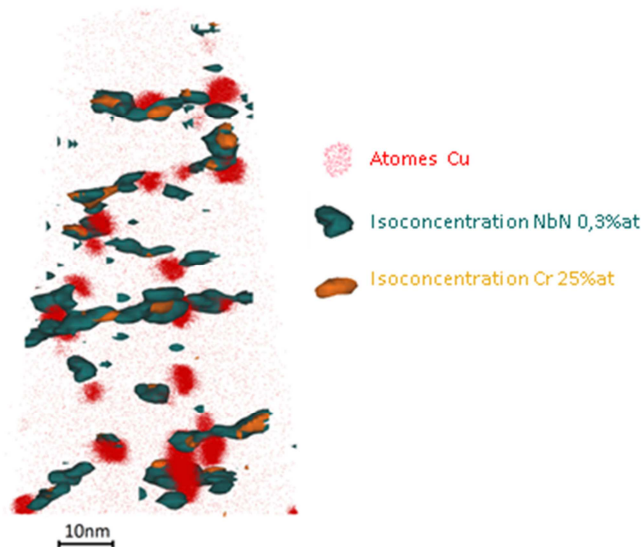


**Figure B-8 – Lattes de martensite observées en MET [2]**

#### B.1.1.3.3. Les dislocations

Comme tous les aciers martensitiques, l'acier 15-5PH contient un grand nombre de défauts cristallins notamment des dislocations. H. R. Habibi Bajguirani [4] a estimé la densité de dislocations dans ce type d'aciers comme étant supérieure à environ  $10^{12} \text{ cm}^{-2}$  à l'état trempé, ce qui est bien plus que dans la plupart des autres alliages métalliques. Couturier [1] a examiné la composition chimique dans le voisinage de ce type de défauts par sonde atomique tomographique, chaque volume de matière analysé contenant au moins une dislocation. Les dislocations peuvent être identifiées sur ses échantillons d'acier d'analyse par la présence

d'azote et niobium (détection d'ions moléculaires NbN<sup>+</sup> et NbN<sup>++</sup>) qui ont ségrégré sur elles, (**Figure B-9**). Il a aussi observé une ségrégation du chrome dans des proportions non négligeables sur les dislocations, matérialisée par les alignements d'iso-surfaces vertes représentant les iso-concentrations de 0,3% at de NbN. Ce fait témoigne d'une répartition non-aléatoire des atomes de chrome.

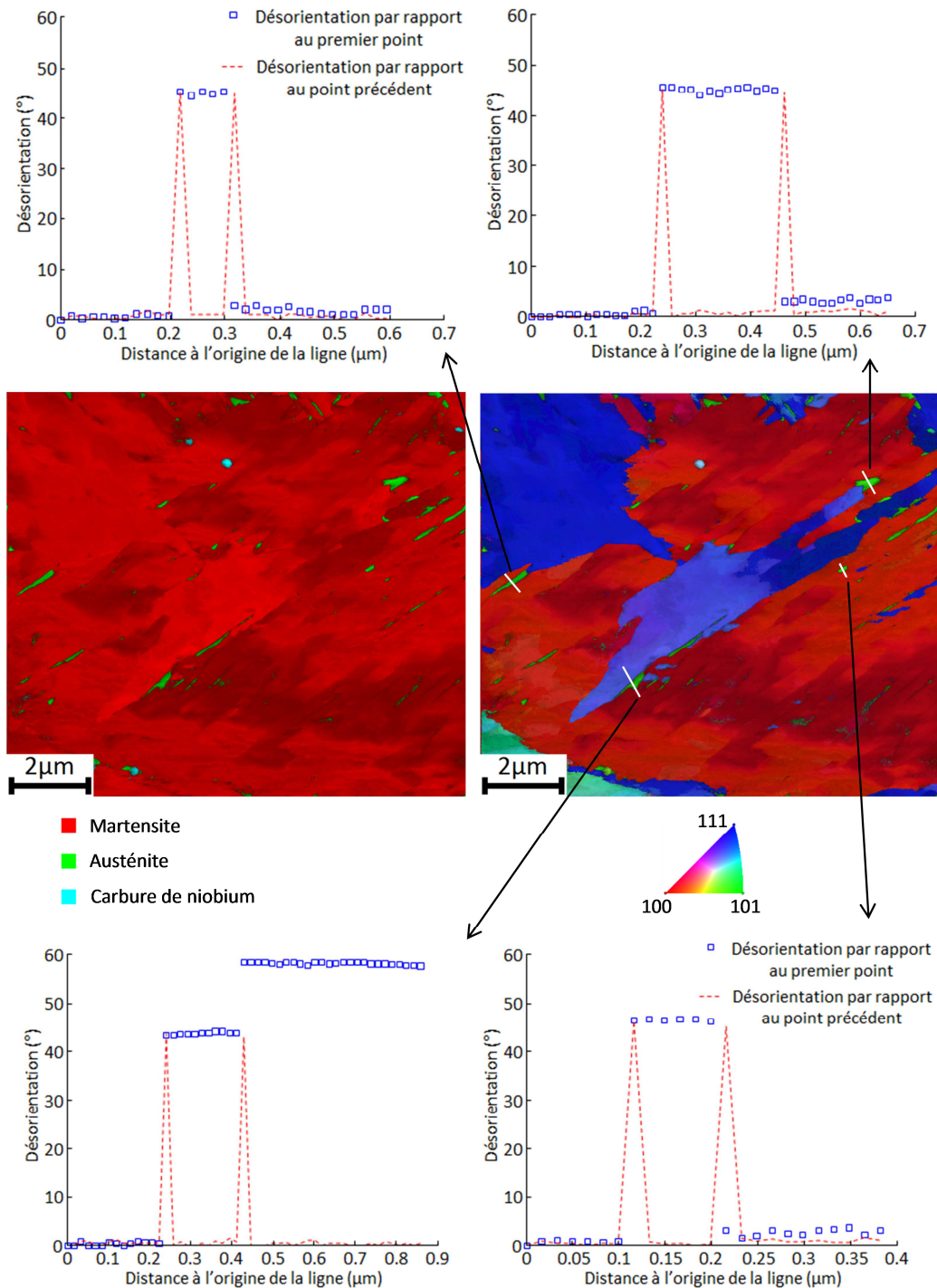


**Figure B-9 – Observation de dislocations ancrées sur des précipités de cuivre dans un échantillon non-vieilli analysé par APT [1]**

#### B.1.1.3.4. Austénite (en faible quantité)

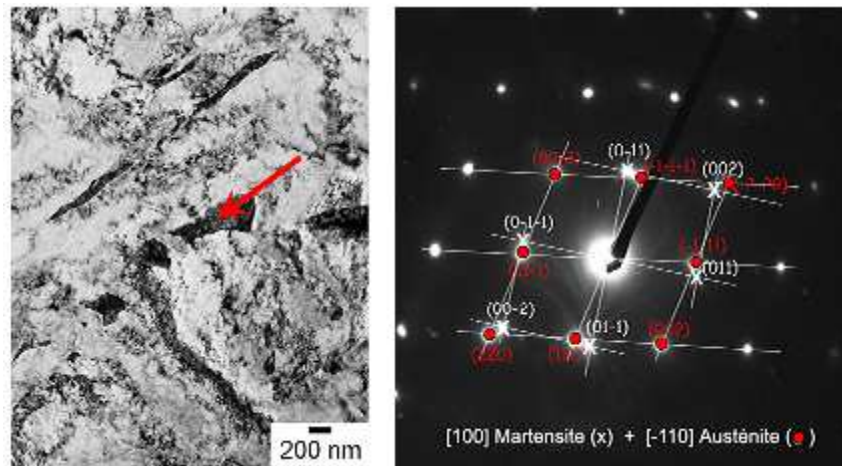
Bien que l'acier 15-5PH fasse partie de la catégorie des aciers martensitiques, il contient tout de même une faible fraction volumique d'austénite. Une faible quantité de cette austénite est de l'austénite résiduelle, non transformée en martensite lors de la trempe suivant le traitement d'austénitisation. Toutefois, la majeure partie de l'austénite présente dans le matériau à l'état de réception est de l'austénite de réversion qui se forme comme son nom l'indique par réversion de la martensite formée à la trempe lors du traitement de précipitation du cuivre. La réversion de l'austénite peut alors se former à l'interface martensite/austénite résiduelle, ou aux joints de lattes et d'anciens grains enrichis en éléments gammagènes comme le nickel et le manganèse. L'origine de cette phase explique sa localisation, sa morphologie et son orientation cristallographique. Couturier [1] a pu l'étudier par l'intermédiaire de la technique ACOM en microscopie électronique à transmission. L'austénite de réversion est majoritairement située entre les lattes de martensite et possède donc une morphologie effilée. De plus elle possède une relation d'orientation avec la martensite qui l'entoure.





**Figure B-10 – Désorientations entre l'austénite et la martensite adjacente le long d'une ligne dans un échantillon non vieilli. Les lignes suivant lesquelles les désorientations sont mesurées sont matérialisées en blanc sur la cartographie d'orientation (image au milieu à droite) et les îlots d'austénite sont identifiés en vert sur la cartographie de phases (image au milieu à gauche), cartographies toutes deux obtenues par ACOM [1]**

Hugues [2] a quant à lui observé la présence d'austénite de réversion en MET (**Figure B-11**). Elle a été retrouvée au niveau des joints de lattes ou de famille de lattes. Pour mieux la quantifier Hugues a utilisé la diffraction des rayons X (DRX) en utilisant un faisceau synchrotron car les DRX de laboratoire sans correcteur de texture sont limitées en termes de résolution. La quantité d'austénite de réversion a été estimée à 1,4% du volume.



**Figure B-11 – Austénite de réversion observée par MET[2]**

#### B.1.1.3.5. Les carbures

Parmi les précipités présents dans l'acier 15-5PH, les plus gros sont des carbures. On peut partager ces carbures en deux groupes : les carbures de niobium et les carbures de chrome. La présence des carbures de niobium est désirée puisqu'elle permet de piéger le carbone, empêchant ainsi la plupart des atomes de carbone initialement en solution solide dans la matrice de participer à la formation de carbures de chrome. En effet ces carbures de chrome eux ne sont pas souhaités puisqu'ils diminuent localement la composition en chrome et abaissent donc la résistance à la corrosion. Cependant, malgré la précipitation de carbures de niobium, quelques carbures de chrome se forment tout de même. Couturier [1] et Hugues [2] ont observé des carbures de niobium en microscopie électronique à transmission (**Figure B-12**). On peut déduire de tels clichés que ces précipités sont sphériques et d'un diamètre moyen d'environ 200 à 300 nm. La présence de ces précipités a été également confirmée par des mesures de diffraction des rayons X puisqu'ils ont détectés des pics de faible intensité correspondants à la phase cubique face centrée NbC (**Figure B-13**). De plus, la très faible intensité de ces pics nous dit que la fraction volumique de cette phase est elle aussi très faible.

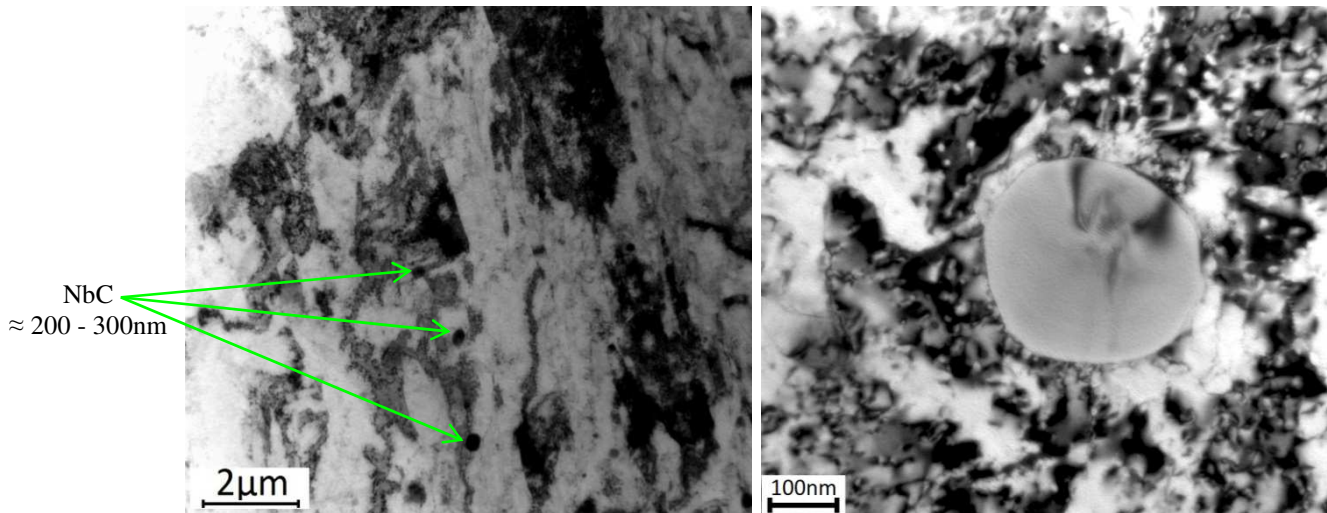


Figure B-12 – Carbures de Niobium observés en microscopie électronique à transmission MET [1]

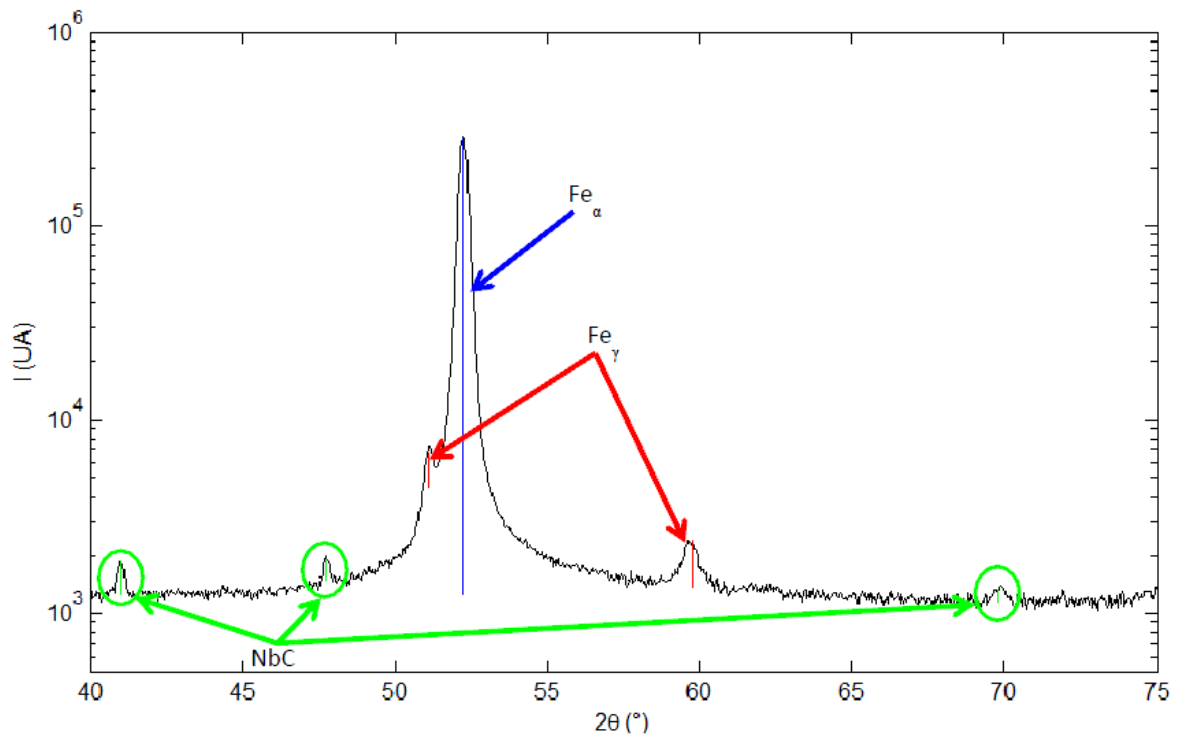
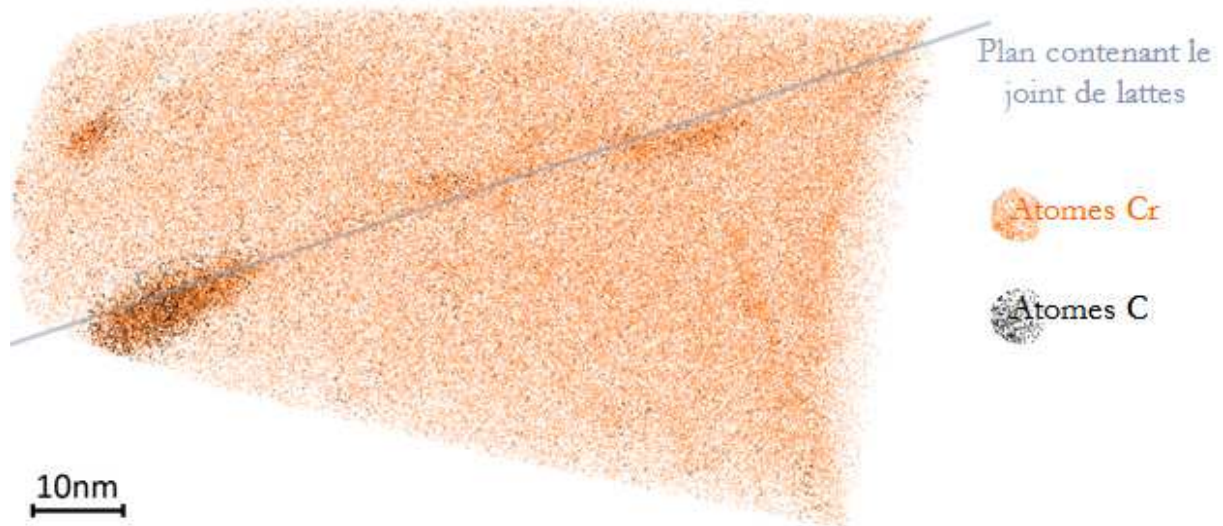


Figure B-13 – Pics de faibles intensités correspondant à une phase NbC en DRX

Les carbures de chrome sont plus petits que les carbures de niobium et moins nombreux puisqu'ils se forment à partir du carbone résiduel dans la matrice. Couturier [1] a observé quelques-uns de ces précipités dans certains volumes analysés en sonde atomique tomographique (Figure B-14). Ces précipités semblent se former aux joints de lattes et avoir des tailles de quelques nanomètres à quelques dizaines de nanomètres.



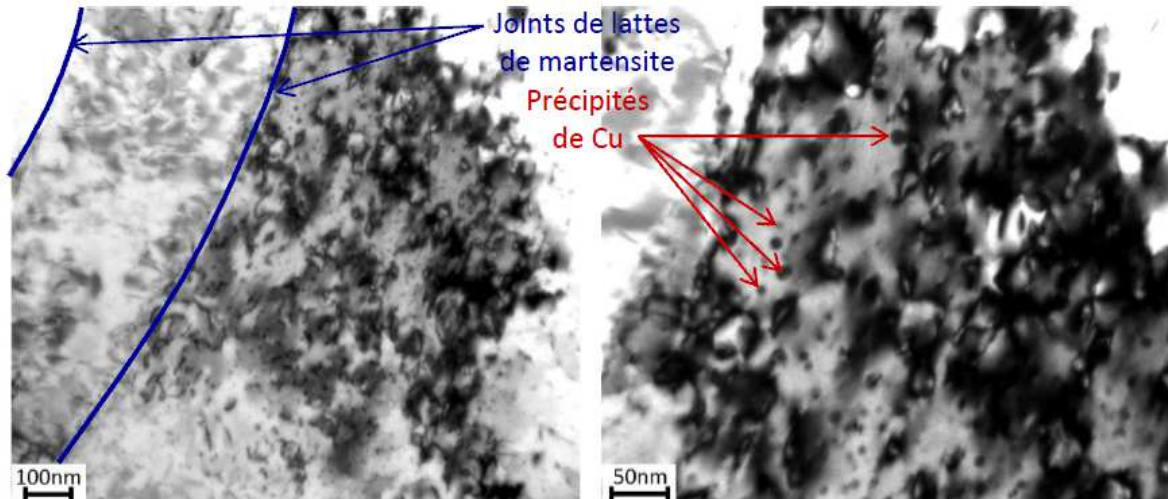
**Figure B-14 – Mise en évidence des carbures de chrome [1]**

La faible fraction volumique de ces carbures fait que ces précipités ont une influence négligeable sur les propriétés mécaniques de l’alliage. De plus la teneur en carbone résiduel de la matrice voisine de zéro et la relativement grande stabilité thermique des carbures font que ces précipités n’évolueront sans doute pas de manière significative lors des vieillissements jusqu’à 420°C.

#### B.1.1.3.6. Les précipités de cuivre

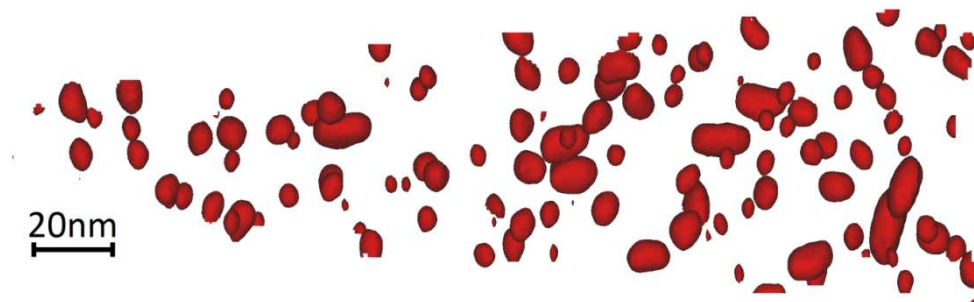
Cet alliage faisant partie de la famille des aciers à précipitation durcissante et contenant du cuivre, les précipités présents en plus grand nombre sont de petits précipités de cuivre. Ils apparaissent lors du traitement de qualité (dernier traitement thermique avant l’état de réception). Le compromis alors obtenu entre leur taille et leur densité numérique contrôle le niveau de résistance du matériau à l’état non-vieilli ( $R_m = 1200$  MPa dans notre cas) : il est donc important d’avoir une caractérisation complète de ces précipités car ils sont susceptibles d’évoluer avec le vieillissement et par la même d’avoir une influence sur les propriétés monotones et cycliques de l’acier 15-5PH. Couturier [1] a caractérisé ces précipités à l’état de réception en utilisant la microscopie électronique à transmission et sonde atomique tomographique. Il s’est tout d’abord intéressé à leur taille, leur morphologie et leur fraction volumique (**Figure B-15**). En microscopie électronique en transmission, il a observé que les précipités de cuivre sont petits (5 à 20 nm selon l’axe de mesure), d’apparence sphérique et finement répartis dans la matrice comme cela avait déjà été rapporté par H.R. Habibi Bajguirani [5]. Ils sont pour la plupart situés dans les lattes de martensite.





**Figure B-15 – Observation de précipités de cuivre (sphéroïdes gris) dans une latte de martensite (gris – noir) en microscopie électronique en transmission dans un échantillon non vieilli [1]**

Un volume de matière non vieilli analysé par sonde atomique tomographique confirme la petite taille de ces précipités ainsi que leur morphologie plutôt sphérique (**Figure B-16**).



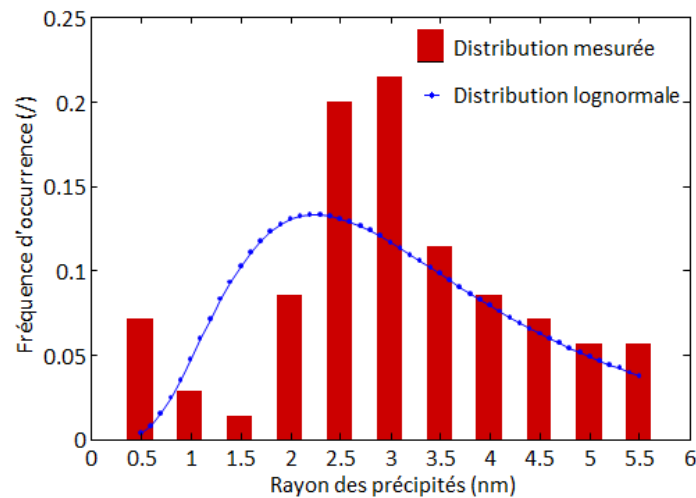
**Figure B-16 – Matérialisation des précipités de cuivre par des surfaces d'iso-concentration à 10% at Cu dans un volume de matière non vieilli analysée par sonde atomique tomographique [1]**

Pour déterminer la distribution de tailles des précipités contenus dans ce volume, il formule deux hypothèses :

- L'interface d'un précipité de cuivre est représentée par une iso-concentration en cuivre de 10% at ;
- Les précipités de cuivre peuvent être assimilés à des sphères de volume égal à celui des surfaces closes représentant les iso-concentrations.

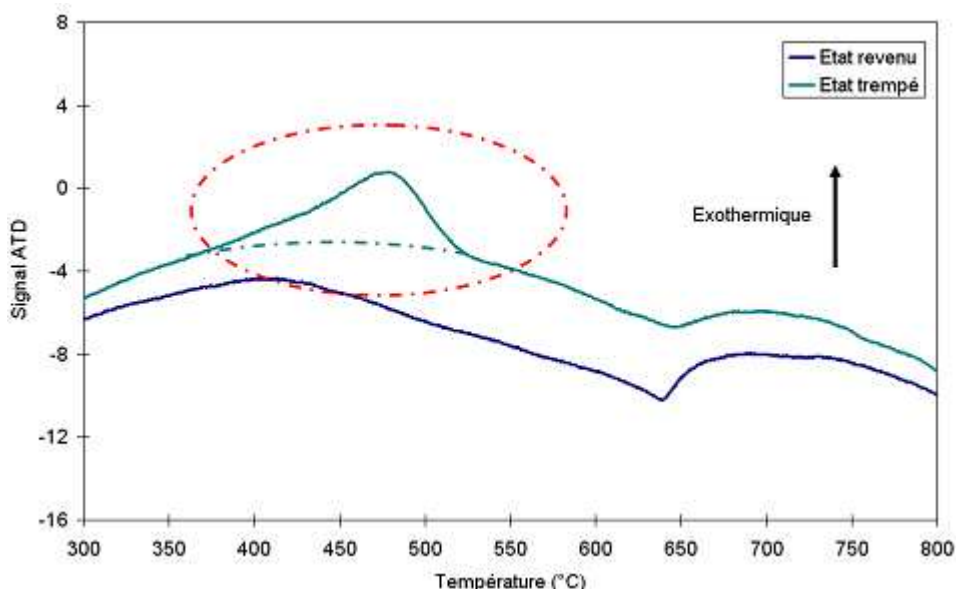
L'histogramme de rayons des précipités ainsi obtenu est représenté sur la **Figure B-17**. On remarque que cette distribution est assez proche d'une distribution log-normale de moyenne 3,1 nm et d'écart-type 0,32 (valeurs obtenues par ajustement des données SANS). En dénombrant les précipités de cuivre dans ce volume, l'ordre de grandeur

de leur densité numérique peut être estimée à  $1,8 \cdot 10^{23}$  particules/m<sup>3</sup>, ce qui correspondrait donc à une fraction volumique d'environ 2,3%.



**Figure B-17 – Histogramme de distribution des rayons des précipités de cuivre dans le volume de matière non vieillie analysée par APT [1]**

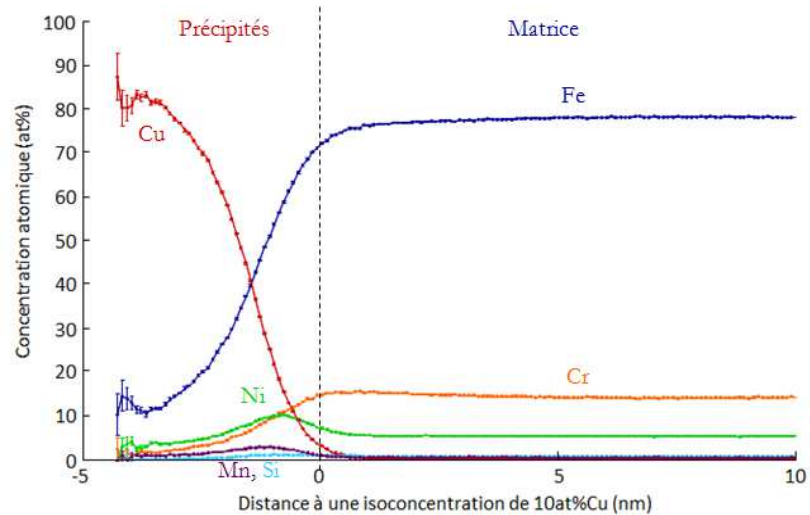
Hugues [2] a aussi identifié, grâce à une analyse thermique différentielle, le pic exothermique correspondant à la précipitation de cuivre. En effet, cette technique permet de déterminer le domaine de température de début et de fin de précipitation de cuivre. Elle a donc été appliquée sur un état trempé et un état revenu, à une vitesse de chauffage de 5 K/min. Le résultat est celui de la (**Figure B-18**), on voit grâce à celui-ci que la précipitation englobe une plage de température allant de 370°C à 530°C environ.



**Figure B-18 – ATD effectuée sur l'alliage 15-5PH après trempé et traitement de revenu pour une vitesse de chauffe de 5 K/min [2]**

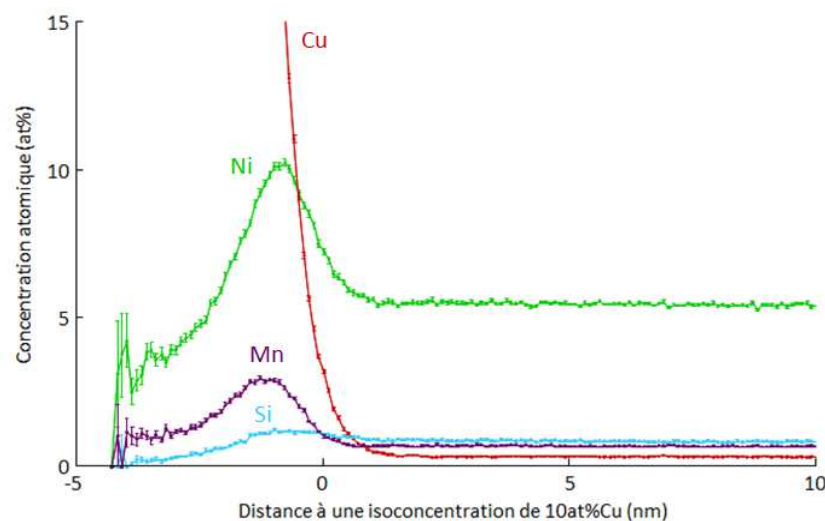
Après la taille, la morphologie et la fraction volumique des précipités, Couturier [1] a mené une analyse de leur composition, le résultat obtenu est représenté sous forme d'un

proxigramme. Cette représentation de la composition moyenne à travers l'interface des précipités, lui a permis de conclure que les précipités de cuivre sont composés d'au moins 80% at de cuivre à cœur mais aussi qu'ils possèdent une interface très diffuse (**Figure B-19**). Vu la petite taille des précipités et leur large interface diffuse, tout porte à croire que la composition moyenne en cuivre de précipités de cuivre est une valeur bien plus faible que 80% at.

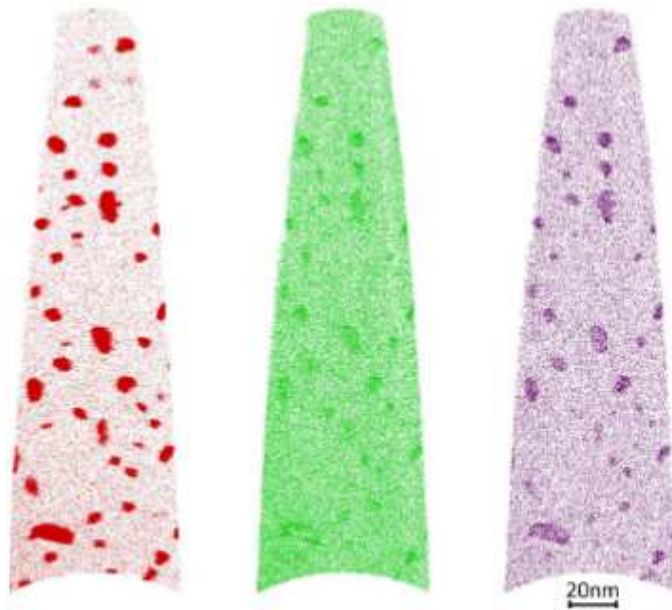


**Figure B-19 – Proxigramme calculé sur toutes les surfaces d'iso-concentration à 10% at de cuivre contenues dans le volume de matière non vieillie analysée par sonde atomique tomographique [1]**

De plus, on remarque qu'en plus de ce caractère diffus, l'interface présente une autre particularité : elle constitue une coquille autour du précipité. Cette coquille est riche en nickel et manganèse à l'état non vieilli, ce qui se voit très bien en zoomant sur le proxigramme présenté ci-dessus (**Figure B-20**) mais également en considérant les représentations du volume analysé faisant apparaître uniquement les atomes de nickel ou de manganèse (**Figure B-21**) faisant ainsi ressortir les coquilles très riches en ces deux éléments.



**Figure B-20 – Zoom sur les basses concentrations du proxigramme calculé sur les surfaces d'isoconcentration [1]**



**Figure B-21 – Représentation des positions des atomes de cuivre, nickel et manganèse (respectivement de gauche à droite) dans un volume de matière non vieillie analysée par sonde atomique tomographique [1]**

**Conclusions intermédiaires :**

*La microstructure de l'acier 15-5PH est composée d'une matrice constituée d'anciens joints de grains austénitiques, à l'intérieur desquels on retrouve des paquets de lattes de martensite. Cet acier se caractérise en outre par la présence de précipités de cuivre cohérents avec la matrice, de carbures de Niobium et d'austénite de réversion principalement localisée aux anciens joints de grains d'austénite et aux joints de lattes.*

**B.1.2 Comportement mécanique monotone de l'acier 15-5PH**

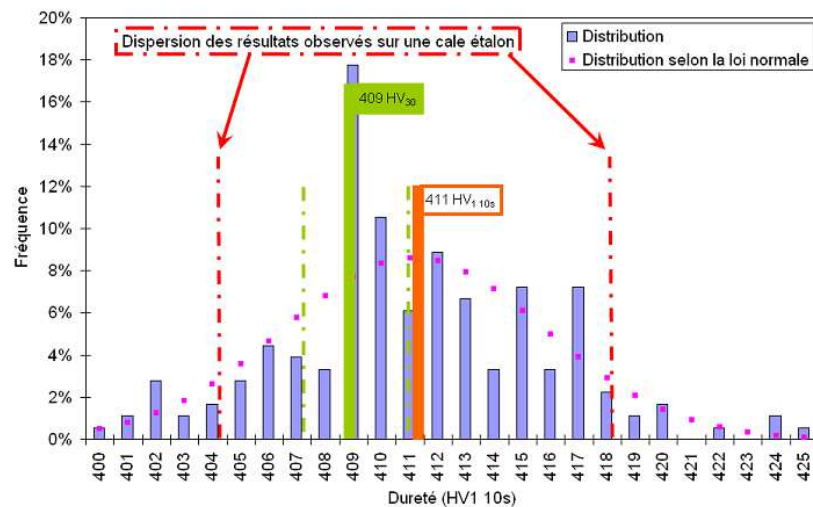
Dans ce paragraphe les caractéristiques mécaniques de l'acier 15-5PH sont présentées, ils ont fait l'objet des travaux de thèse d'Hugues [2] dans le cadre du projet PREVISIA. Nous restituons donc dans ces paragraphes, les données essentielles concernant le comportement monotone de cet alliage. Nous nous attarderons donc ici sur de la dureté, des propriétés de traction, de la température de transition ductile-fragile et enfin de la ténacité.

**B.1.2.1. Dureté**

Hugues [2] a mesuré la macrodureté de cet alliage au travers d'essais Vickers avec une charge 30 kg et un temps de maintien en charge de 10 secondes. Ces essais ont permis d'avoir la réponse globale de la microstructure. Dix mesures de dureté ont ainsi été effectuées. Les diagonales moyennes mesurées sont de l'ordre de 370  $\mu\text{m}$ . Les anciens grains austénitiques faisant 25  $\mu\text{m}$  en moyenne, un essai de dureté 30 kg est réalisé sur environ 15 anciens grains austénitiques. Cela équivaut à une dureté de 409HV. L'erreur de mesure sur ces essais a été estimée à  $\pm 2$  HV. Toutefois, comme le souligne Hugues [2], l'acier 15-5PH présente une dispersion plus importante sur la dureté si l'on diminue l'échelle d'analyse en



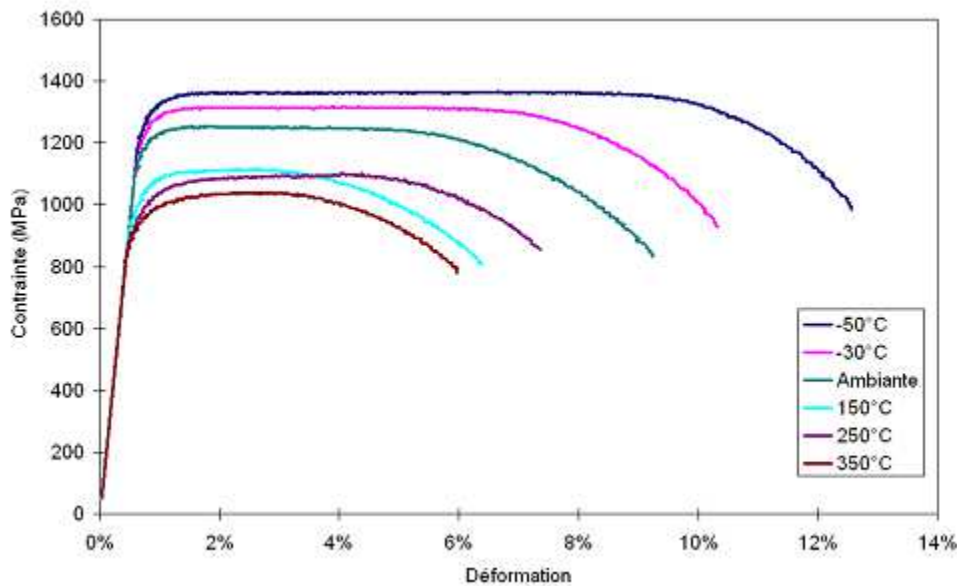
passant d'une charge de 30 kg à une charge de 1 kg. 180 essais de dureté Vickers ont ainsi été réalisés avec une charge appliquée de 1 kg avec un temps de maintien de 10 s. Le résultat obtenu est présenté sur la **Figure B-22**. La moyenne des essais de dureté à 1 kg correspond à la moyenne des essais à 30 kg. Cependant, même si la dureté moyenne à 1 kg est de 411 HV10s, les valeurs de dureté obtenues sont comprises entre 400 et 425 HV10s. La distribution suit une loi normale, dont l'écart type est égal à 3,7. Ainsi, d'après Hugues [2], le comportement mécanique en dureté de l'acier 15-5PH serait directement lié aux différentes échelles de la microstructure décrites précédemment, mais aussi à l'anisotropie de comportement de la maille cristallographique cubique centrée de la martensite. Nous invitons les lecteurs qui désirent approfondir ce point à consulter les travaux de Hugues [2].



**Figure B-22 – Courbe de dureté Vickers de l'acier 15-5PH obtenu par Hugues [2]**

#### B.1.2.2. Traction

L'étude des propriétés mécaniques en traction a été réalisée par Hugues [2] à différentes températures entre  $-50^{\circ}\text{C}$  et  $350^{\circ}\text{C}$  et à une vitesse de déformation de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Les résultats obtenus sont consignés dans la **Figure B-23**. Cette courbe montre que les propriétés mécaniques en traction de l'acier 15-5PH sont fortement sensibles à la température. En effet, Hugues [2] a observé qu'une baisse de température s'accompagne d'une augmentation générale des propriétés mécaniques (limite d'élasticité et résistance à la traction, mais aussi allongement à rupture). Inversement, une augmentation de la température entraîne une diminution de ces propriétés mécaniques. L'ensemble des caractéristiques mécaniques de traction est consigné dans le **Tableau B-2**. Les variations de limite d'élasticité et de résistance à la traction évoluent de manière générale dans le même sens et avec la même amplitude.



**Figure B-23 – Courbes de traction de l’acier 15-5PH à différentes températures d’essais [2]**

	-50°C	-30°C	20°C	150°C	250°C	350°C
Limite d'élasticité Re (MPa)	1258	1112	1050	910	829	818
$\Delta(Re(T)-Re(20^{\circ}C))$	208	62	0	-140	-221	-232
Résistance à la traction Rm (MPa)	1430	1313	1256	1121	1080	1036
$\Delta(Rm(T)-Rm(20^{\circ}C))$	174	57	0	-135	-176	-220
Allongement à rupture (%)	11	9	9	6	7	6

**Tableau B-2 – Récapitulatifs de l'évolution des propriétés mécaniques en traction avec la température [2]**

#### B.1.2.3. La température de transition ductile-fragile

La température de transition ductile-fragile (TTDF) de l’acier 15-5PH a été évaluée par Hugues[2] classiquement déterminée à l’aide de l’essai Charpy. La (TTDF) est définie comme étant la température à laquelle l’énergie de rupture est égale à  $(USE+LES)/2$ , avec USE (Upper Shelf Energy) l’énergie du palier ductile et LES (Lower Shelf Energy) l’énergie du palier fragile. Pour ses essais, Hugues [2] a utilisé une machine de traction classique sur laquelle il a monté des appuis de type Charpy. Après une vérification au préalable de l’absence d’effet de la vitesse déplacement de la traverse, vitesse comprise entre [0,002-2 mm/s], il a choisi arbitrairement une vitesse de déplacement de la traverse de 0,02 mm/s. Le résultat obtenu est consigné sur la **Figure B-24**. La (TTDF) de l’acier 15-5PH à l’état de réception est ici estimée à 30°C, ce qui signifie qu’à température ambiante, l’acier 15-5PH est en pleine transition ductile-fragile.

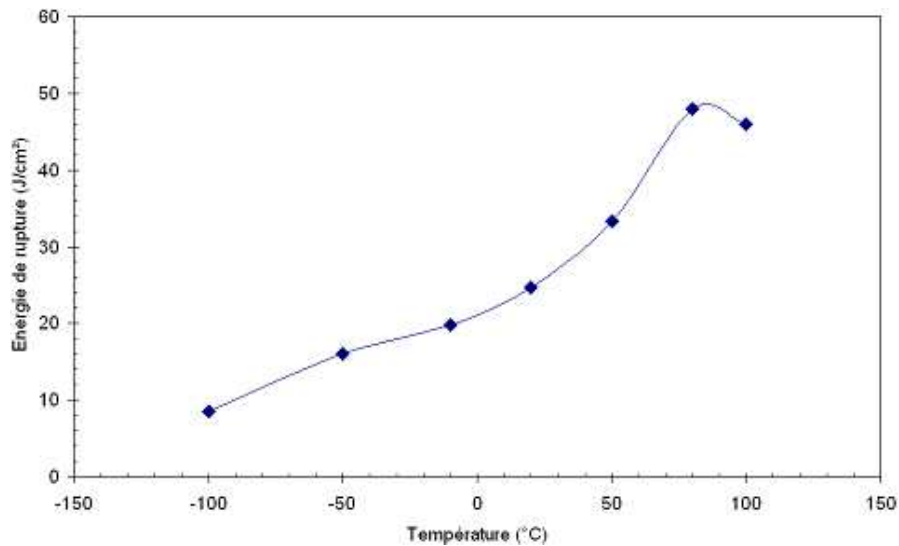


Figure B-24 – Essai de Charpy quasi-statique sur l'acier 15-5H [2]

#### B.1.2.4. Ténacité

Des essais de ténacité ont été réalisés par Aubert&Duval sur la nuance d'acier 15-5PH de l'étude. Ces essais ont été effectués sur des éprouvettes CT25. A température ambiante, l'alliage possède une ténacité de  $144 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ . Malgré une valeur élevée de  $K_{IC}$ , le faciès de rupture montre un caractère fragile évident, **Figure B-25**. On y retrouve de la rupture par clivage et de l'ouverture des anciens joints de grains d'austénite

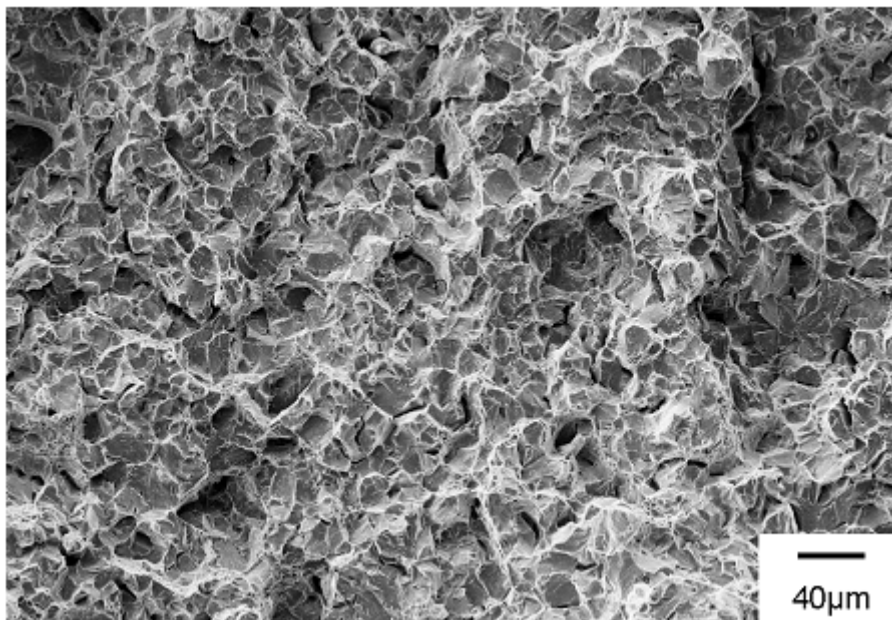


Figure B-25 – Faciès de rupture après essai de ténacité sur une éprouvette CT25 à l'ambiante (sens de propagation de la gauche vers la droite) [2]

### **Conclusions intermédiaires :**

*Il ressort des études menées en parallèle que le comportement mécanique en dureté de l'alliage est directement lié à ses différents éléments microstructuraux, mais aussi à l'anisotropie de comportement mécanique de la maille cristallographique cubique centrée. En réduisant la charge appliquée lors des essais de dureté à 1 kg et en augmentant la taille de l'échantillonnage à 60 essais, l'essai de dureté permet à la fois de statuer sur le comportement global du matériau, mais aussi d'évaluer son homogénéité. Les essais de traction ont montré la similitude du comportement de l'alliage dans les différents sens de prélèvement. Toutefois, on dénote une certaine dispersion dans l'épaisseur du méplat. Les essais Charpy quasi-statiques montrent quant à eux que la température de transition ductile fragile de l'alliage à l'état de réception du 15-5PH 1200 MPa est proche de 30°C. Le matériau présente donc un comportement fragile à l'état de réception à température ambiante.*

## **B.2. Influence du vieillissement sur les propriétés mécaniques en traction de l'acier 15-5PH**

Le but est de caractériser l'évolution des propriétés mécaniques en traction de l'acier 15-5PH avec le vieillissement. Pour ce faire, une matrice de vieillissement représentative des conditions de service du mât-réacteur a été mise en place.

### **B.2.1 Matrice de vieillissement**

Cette matrice couvre les conditions réelles d'utilisation du mât-réacteur. Elle compte douze conditions de vieillissement. Les températures de vieillissement sélectionnées sont : 300°C, 325°C, 350°C et 400°C pour des temps d'exposition allant jusqu'à 15000 h. Un récapitulatif est présenté au **Tableau B-3**.

L'ensemble des vieillissements a été effectué simultanément au CIRIMAT, à AIRBUS GROUP Innovations Works, et à l'Institut P'. Un four PYROX ( $T_{\max} = 1150^{\circ}\text{C}$ ) a été utilisé d côté de l'Institut P', **Figure B-26**.

$T_v$ (°C)	$t_v$ (h)					
	100 h	500 h	1000 h	5000 h	10000 h	15000 h
300°C			X	X	X	
325°C			X	X	X	
350°C				X	X	X
400°C	X	X	X			

**Tableau B-3 – Matrice de vieillissement**

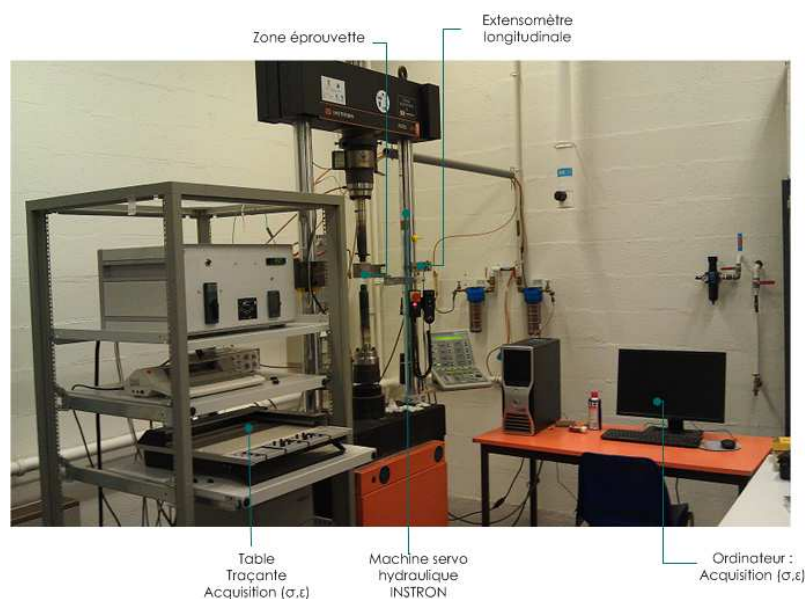
$T_v$  : température de vieillissement,  $t_v$  : temps de vieillissement, X : effectué



**Figure B-26 – Four PYROX utilisé pour les vieillissements thermiques des blocs d'acier 15-5PH**

### ***B.2.2 Mise œuvre expérimentale***

Les essais de traction ont été réalisés sur une machine de traction-compression, électromécanique (INSTRON 1362). Cette machine a une capacité de  $\pm 100$  kN en statique, de  $\pm 50$  kN en dynamique et est asservie, soit en force, soit en déplacement de la traverse mobile, soit par un capteur extensométrique. La machine et les mors d'amarrage sont suffisamment rigides pour fonctionner sans à-coup lors du passage de la traction à la compression et vice versa. Par ailleurs, ces mors d'amarrage sont munis de pions de centrage qui permettent un très bon alignement de l'axe de l'éprouvette avec la ligne de chargement, afin notamment d'éviter le flambage de l'éprouvette en cas de compression. Les essais sont pilotés à partir d'un ordinateur connecté à la machine. Cet ordinateur assure aussi l'acquisition des données mesurées à travers le logiciel LCF ®. Un extensomètre de base 12,5 mm a été placé sur la partie utile des éprouvettes pour acquérir en temps réel les valeurs de déformation longitudinale. Les courbes charge =  $f$ (déplacement extensométrique) ont pu être tracées pour l'ensemble des éprouvettes testées. La **Figure B-27** présente le dispositif expérimental complet.



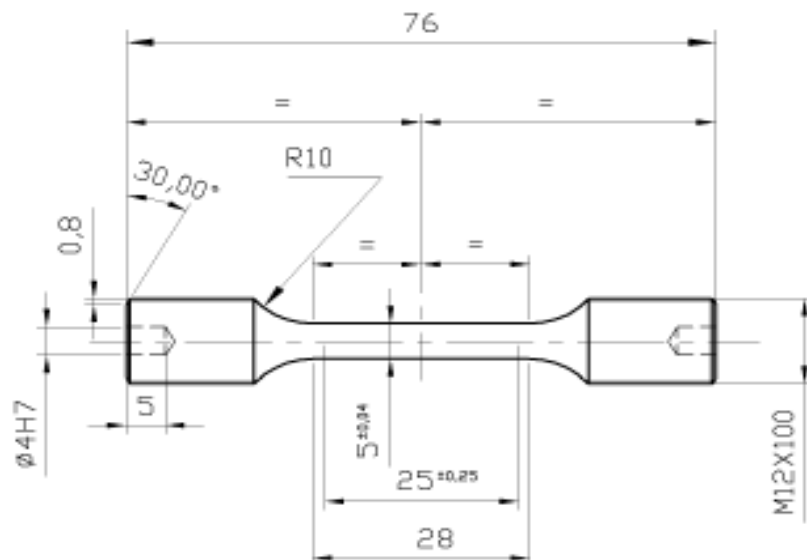
**Figure B-27 – Dispositif expérimental utilisé pour les essais de comportement cyclique**

27 éprouvettes ont été prélevées durant toute cette campagne. Leur diamètre est de 5 mm (**Figure B-28**). Le **Tableau B-4** montre la répartition des éprouvettes en fonction des conditions de vieillissement.

		Température	Ambiante	300°C		
		dε/dt (s <sup>-1</sup> )	2.10 <sup>-3</sup>	2.10 <sup>-3</sup>	2.10 <sup>-5</sup>	
Essai de traction	300°C	Non Vieilli	4	1		
		1000 h	4	1		
		5000 h	1			
		10000 h	2			
		325°C	1000 h	4		
			5000 h	1		
	10000 h		2			
	350°C	100 h	2			
		5000 h	1	1	1	
		10000 h	2			
		15000 h				
	Total		21	3	10	
			27			

**Tableau B-5 – Essais de tractions réalisées sur l’acier 15-5PH vieilli à température ambiante et à 300°C**

Les essais ont été réalisés à 20°C et 300°C. Pour les essais à 300°C un four à lampe a été utilisé. L’asservissement en température se faisant à partir de 3 thermocouples accrochés dans la zone utile de l’éprouvette.



**Figure B-28 – Plan de l’éprouvette de traction**

### B.2.3 Résultats et discussions

Les résultats des essais de traction que nous avons réalisés sont en accord avec les résultats obtenus par Hugues [2] et Herny [3]. En effet, comme montré sur la **Figure B-29**, la **Figure B-30** et la **Figure B-31** qui comparent les courbes de traction des matériaux vieillis à 300°C, 325°C, 350°C respectivement avec le matériau non vieilli. On constate que le vieillissement augmente la limite d'élasticité et la contrainte maximale à la traction. Celui-ci est aussi à l'origine d'une chute de l'allongement pour certaines conditions de vieillissement. L'ensemble des conditions testées est consigné dans le **Tableau B-6** et le **Tableau B-7**.

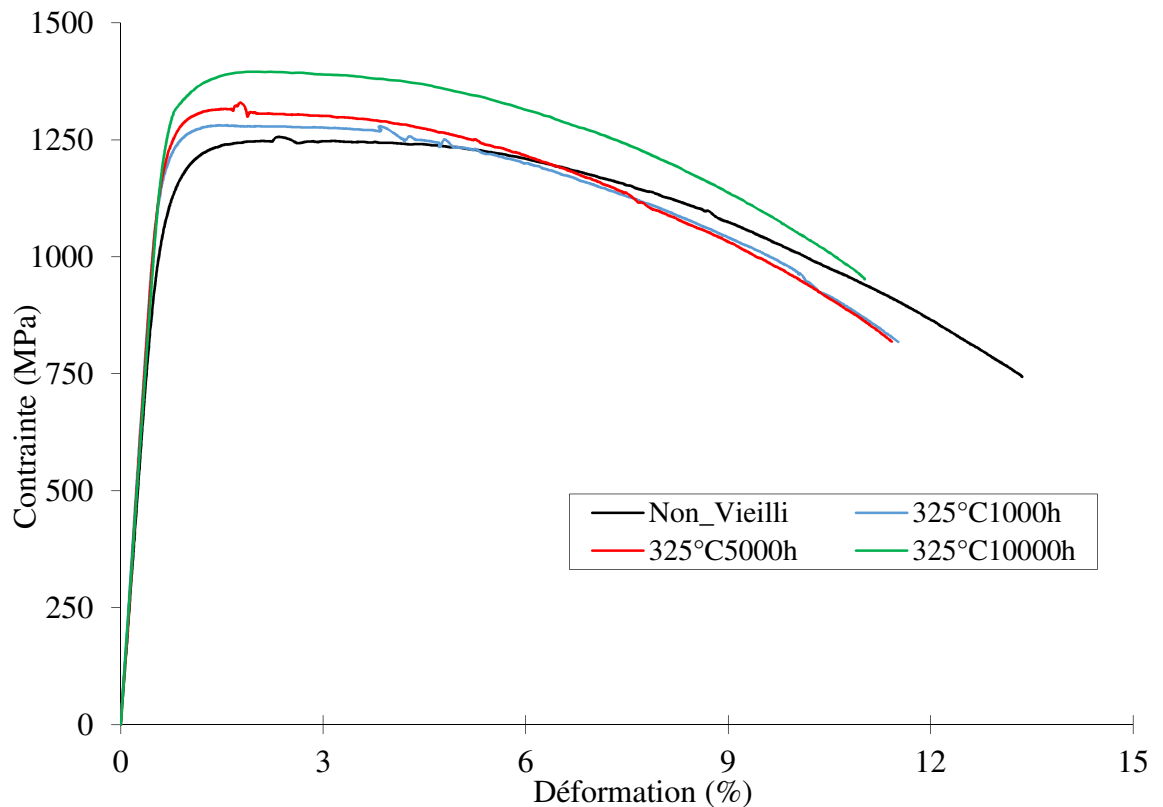
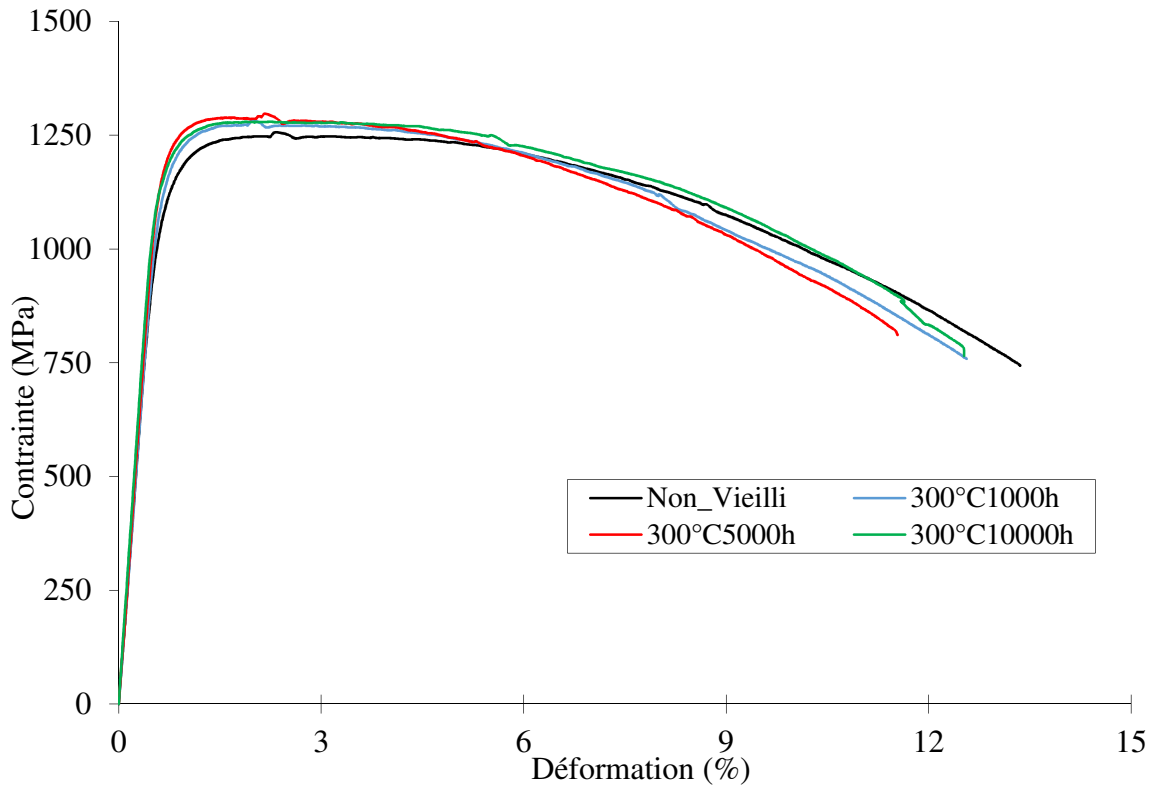
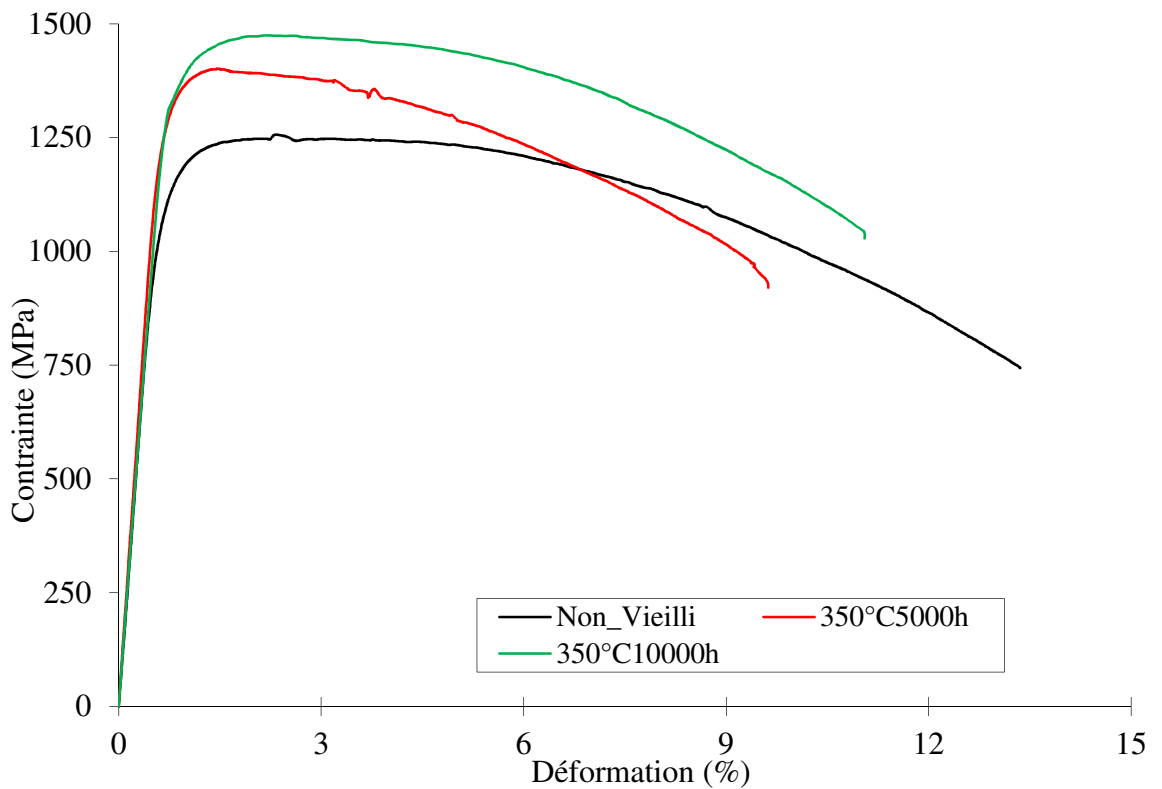


Figure B-29 – Comparaison de la courbe de traction de l'acier 15-5PH à l'état non vieilli et vieilli à 325°C





**Figure B-30 – Comparaison de la courbe de traction de l’acier 15-5PH à l’état non vieilli et vieilli à 300°C**



**Figure B-31 – Comparaison de la courbe de traction de l’acier 15-5PH à l’état non vieilli et vieilli à 350°C**



		$E$ (GPa)	$R_{e0,2\%}$ (MPa)	$R_m$ (MPa)	$A\%$
	Non Vieilli	205,84	1130,82	1256,31	13,21
		210,5	1178,57	1258,77	13,7
300°C	1000 h	213,9	1219,55	1282,58	12,02
		205,6	1186,54	1282,58	12,17
	5000 h	216,2	1232,51	1297,33	11,47
	10000 h	204,1	1259,62	1328,76	14,33
		191,1	1267,43	1344,77	11,27
325°C	1000 h	216,2	1231,77	1281,2	11,66
		218,03	1247,73	1304,65	12,12
	5000 h	215,41	1259,63	1329	11,02
	10000 h	199,01	1365,47	1379,57	10,88
		208,44	1328,07	1395,74	11,02
350°C	100 h	216,65	1224,97	1297,31	12,9
		210,29	1224,6	1286,95	12,63
	5000 h	216,82	1331	1401	9,62
	10000 h	199,9	1384	1474,67	11
		197,16	1240	1314,34	12,85
15000 h	201,36	1368,97	1457,37	8,29	

**Tableau B-6 – Propriétés en traction de l'acier 15-5PH à température ambiante en fonction du vieillissement**

		$E$ (GPa)	$R_{e0,2\%}$ (MPa)	$R_m$ (MPa)	$A\%$
	Non Vieilli	196,44	930,44	1052,5	11,41
300°C	1000 h	1826,7	926,24	1077,09	8,65
325°C	1000 h	185,45	961,53	1115,33	10,63
	5000 h	183,57	1061,48	1189,28	5,374

**Tableau B-7 – Propriétés en traction de l'acier 15-5PH à 300°C en fonction du vieillissement**

### B.3. Comportement mécanique cyclique de l'acier 15-5PH : Influence du vieillissement et de la température d'essai

L'un des objectifs de ce travail de thèse est l'étude de l'influence du vieillissement thermique et de la température d'essai sur les vitesses et les mécanismes de propagation de fissure par fatigue. L'extrémité de la fissure où se produisent ces mécanismes conduisant à

---

l'extension de la fissure est confinée dans une région dans laquelle se produit une déformation plastique cyclique à chaque cycle de fatigue. Il nous a donc paru intéressant d'étudier le comportement cyclique de l'acier 15-5PH en fonction du vieillissement, afin de mieux appréhender dans la suite son comportement en fissuration. Une manière simple de déterminer les caractéristiques cycliques principales d'un alliage est la réalisation d'essais de traction-compression [6]. Comme l'ont noté White et al. [7], les caractéristiques cycliques majeures sont les suivantes : (i) l'effet Bauschinger, (ii) l'adoucissement cyclique et/ou durcissement cyclique.

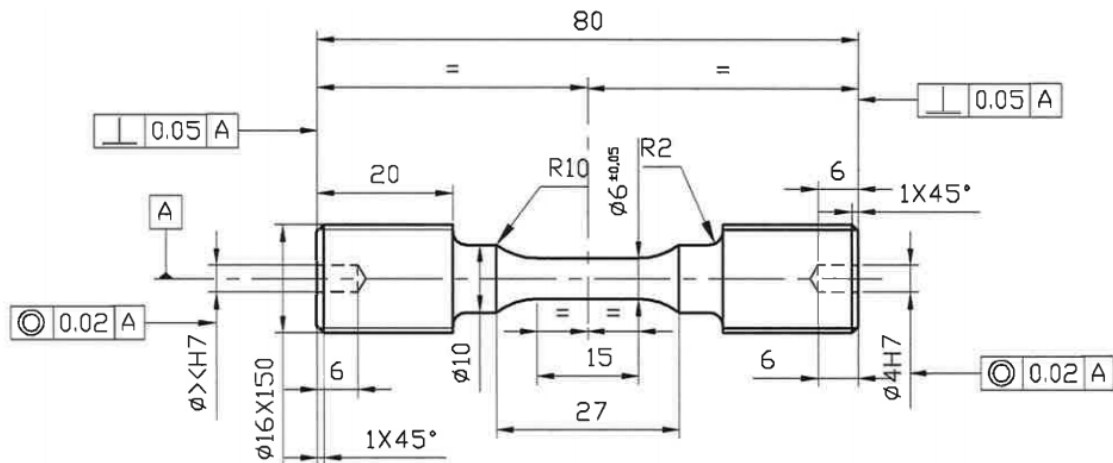
Bien que l'acier 15-5PH existe depuis les années 1940, très peu de travaux existent sur son comportement cyclique à notre connaissance. Suivant un programme d'essai que nous avons mis en place, nous étudierons donc dans un premier temps dans ce qui va suivre la réponse cyclique de l'acier 15-5PH à l'état non vieilli, sous des conditions de chargements cycliques symétriques et asymétrique. Les chargements cycliques symétriques permettront notamment l'examen de l'effet Bauschinger et de l'adoucissement et/ou durcissement cyclique de l'acier 15-5PH. Les chargements cycliques asymétriques viendront en complément de ceux-ci en examinant les effets de la contrainte moyenne et de rochet. Après cet examen du comportement cyclique à température ambiante de l'acier 15-5PH à l'état non vieilli, nous étudierons ensuite l'impact de la température puis du vieillissement sur ces caractéristiques cycliques. Les rubriques suivantes seront consacrées à (i) à la description des procédures expérimentales utilisées, (ii) une présentation détaillée du programme d'essai et enfin (iii) à la présentation des résultats obtenus et à leur analyse aux regards des travaux de Couturier.

### ***B.3.1 Mise en œuvre expérimentale***

Les essais de comportement cyclique réalisés consistent à soumettre une éprouvette cylindrique lisse à une amplitude de déformation cyclique imposée d'amplitude constante ou à une contrainte cyclique d'amplitude constante. Lors de chaque essai, le départ en déformation ou en contrainte est réalisé en traction. Le programme d'essai est détaillé dans les paragraphes suivants.

#### **B.3.1.1. Eprouvettes**

Les éprouvettes de fatigue oligocyclique utilisées sont de diamètre 6 mm et comportent une partie utile de 15 mm, **Figure B-29**. La forme de ces éprouvettes a été choisie en considérant la forme de départ des blocs livrés et les mors d'amarrages disponibles. La partie utile de ces éprouvettes est cylindrique et pas trop élancée pour éviter les risques de flambage. Par ailleurs, pour éviter toute rupture prématurée, la surface de la partie utile des éprouvettes a été polie après usinage avec des papiers SiC de granulométrie allant du grade 500 au 4000. Seules les éprouvettes de durée de vie ont été polies jusqu'au 1  $\mu\text{m}$  afin d'obtenir l'état miroir.



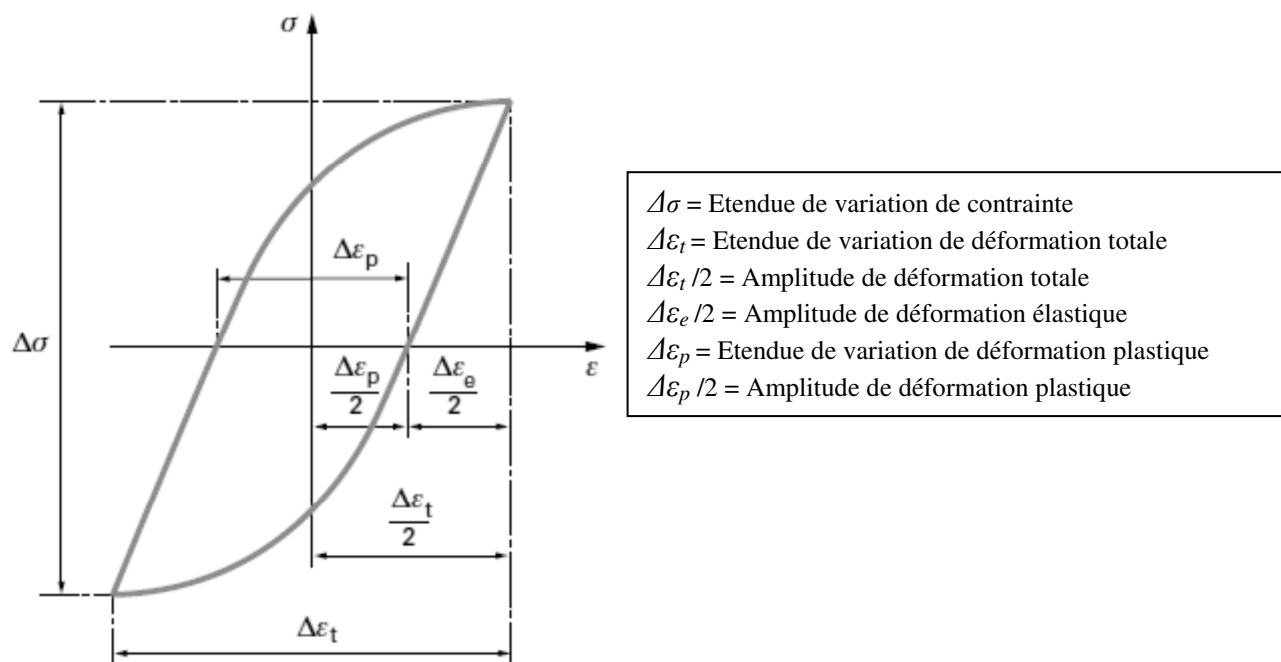
**Figure B-32 – Éprouvette de caractérisation du comportement mécanique cyclique**

### B.3.1.2. Procédure de dépouillement

Le dépouillement des essais utilise les termes et les symboles présentés sur la **Figure B-33**. Le suivi des essais est effectué sur un ordinateur à l'aide du logiciel LCF ® d'INSTRON, mais également sur une table traçante. Dans chaque cas, nous relevons l'évolution de la charge et de la déformation en fonction du temps donc du nombre de cycles. Par conséquent, on peut obtenir l'évolution de  $\Delta\sigma/2$ .

Le module d'Young est calculé à partir du premier quart de cycle de chacun des essais de comportement. La valeur moyenne des mesures effectuées sur les valeurs numériques enregistrées correspondant à la première décharge élastique est égale à 200000 MPa. Cette valeur sera utilisée pour chaque essai dans la partition des déformations.

On peut ainsi calculer l'étendue de déformation élastique ( $\Delta\epsilon_e$ ) à partir de l'étendue de contrainte et du module d'Young  $\Delta\epsilon_e = \Delta\sigma/E$  et la variation de déformation plastique ( $\Delta\epsilon_p$ ) obtenue par différence de la variation de déformation totale imposée pendant l'essai et mesurée ( $\Delta\epsilon_t$ ) et la variation de déformation élastique calculée précédemment.



**Figure B-34 – Grandeurs caractéristiques du comportement cyclique**

### B.3.2 Programme d'essais

Le programme d'essais, rassemblant des essais sous matériaux non vieilli et vieillis, est décrit ci-dessous :

#### B.3.2.1. A l'état de référence

#### Température ambiante

#### Chargements cycliques symétriques

*Essais préliminaires de durée de vie en déformation totale imposée* : le but de ces essais n'est pas ici de déterminer avec précision la durée de vie de l'acier 15-5PH à un niveau de déformation donnée, mais avant tout d'identifier d'une part les différentes phases du comportement cyclique (durcissement, stabilisation ou adoucissement) et d'autre part les traits principaux de son comportement plastique cyclique (effet Bauschinger, évolution de l'étendue du domaine d'élasticité). Ils n'ont de ce fait pas été dupliqués. Quatre niveaux de déformation ont ainsi été testés, en cycle triangulaire alterné, c'est-à-dire avec un rapport de déformation ( $R_\varepsilon = \varepsilon_{min}/\varepsilon_{max}$ ) de -1. Chacun de ces essais a été mené jusqu'à rupture.

*Essais pilotés en déformation totale imposée par paliers successifs de déformation* : ces essais ont pour but d'obtenir la courbe de consolidation cyclique de l'acier 15-5PH. Nous avons choisi ce mode de pilotage (par paliers successifs de déformation) car il présente le meilleur compromis entre le nombre d'éprouvettes, le nombre de niveaux de déformation que nous souhaitons testés et la disponibilité des équipements du laboratoire. Onze niveaux de déformation ont ainsi été testés, en cycle triangulaire symétrique, de rapport des déformations

( $R_\varepsilon = \varepsilon_{min}/\varepsilon_{max}$ ) est de -1. Chaque palier a été mené jusqu'à stabilisation de la réponse en contrainte.

### **Chargements cycliques asymétriques**

*Mise en évidence de l'effet de la déformation moyenne* : pour analyser l'influence de la déformation moyenne sur le comportement cyclique de l'acier 15-5PH, nous avons appliqué deux niveaux d'amplitude de déformation sur une même éprouvette avec un rapport de déformation égal à 0.

*Essai piloté en contrainte imposée* : cet essai a été effectué pour mettre en évidence la possible présence d'un effet rochet sur le comportement cyclique en contrainte de l'acier 15-5PH. Le rapport des contraintes lors de cet essai ( $R_\sigma = \sigma_{min}/\sigma_{max}$ ) était de 0.

### **Hautes températures**

*Essais pilotés en déformation totale imposée par paliers successifs de déformation* : les conditions de sollicitation sont identiques à celles appliquées à température ambiante car l'objectif principal est ici de montrer l'influence de la température sur les caractéristiques principales de l'érouissage cyclique. L'influence de la vitesse de déformation à hautes températures sur le comportement cyclique de cet alliage a également été examinée, notamment vis-à-vis d'un possible effet du vieillissement dynamique (DSA) comme mentionné par Wu et al. [8]. Deux températures et deux vitesses de déformation ont été examinées lors de ces essais.

#### **B.3.2.2. Aux états vieillis et autres nuances**

*Essais pilotés en déformation totale imposée par paliers successifs de déformation et essais en contrainte imposée* : Les conditions de sollicitation sont identiques à celles utilisées pour la caractérisation du matériau non vieilli. Le but est d'évaluer l'influence du vieillissement sur le comportement plastique cyclique aussi bien à température ambiante qu'à 300°C.

Le **Tableau B-8**, le **Tableau B-9**, le **Tableau B-10** et le **Tableau B-11** récapitulent l'ensemble des 41 essais fatigue réalisés.

## Matériau de référence

Chargements cycliques symétriques							
Un palier par éprouvette					Paliers successifs par éprouvette		
Niveaux de déformation	±0,4%	±0,8%	±1%	±1,2%	±0,2 → ±1,3%		
Température (°C)	Ambiante				Ambiante	300°C	400°C
Rapport de déformation ( $R_\epsilon$ )					-1		
Vitesse de déformation (s <sup>-1</sup> )	2.10 <sup>-3</sup>				2.10 <sup>-3</sup>	2.10 <sup>-3</sup> /2.10 <sup>-5</sup>	2.10 <sup>-3</sup>
Rupture	oui				non		
Nombre d'essais réalisés	1	1	1	1	2	2	1
Total							9

**Tableau B-8 – Conditions de sollicitations symétriques de l'acier 15-5PH à l'état de réception à température ambiante et à hautes températures**

Chargements cycliques asymétriques		
Niveaux de déformation		±1 et ±1,2%
Niveaux de contrainte	1250 MPa	
Température	Ambiante	Ambiante
Rapport de déformation ( $R_\epsilon$ )		0
Rapport de contrainte ( $R_\sigma$ )	0	
Vitesse de déformation (s <sup>-1</sup> )	2.10 <sup>-3</sup>	2.10 <sup>-3</sup>
Rupture	non	non
Nombre d'essais réalisés	1	1
Total		2

**Tableau B-9 – Conditions de sollicitations asymétriques de l'acier 15-5PH l'état de réception à température ambiante**

**Matériau vieillis** (15 conditions de vieillissement)

Ces essais n'ont pas été menés jusqu'à rupture.

		Température	Ambiante	300°C		400°C
		Vitesse (s <sup>-1</sup> )	2.10 <sup>-3</sup>	2.10 <sup>-3</sup>	2.10 <sup>-5</sup>	2.10 <sup>-3</sup>
Essais de comportement cyclique par paliers successifs de déformations imposées ±0,2% → ±1,3%	300°C	100 h	1			
		1000 h	1	1		
		5000 h	1	1		
		10000 h	1	1		
	325°C	100 h	1			
		1000 h	1	1		
		5000 h	2	1		
		10000 h	1	1		
	350°C	100 h	1			
		5000 h	2	1		
		10000 h	1	1		
		15000 h	1	1		
	400°C	100 h	1	1		
		500 h	1	1		
		1000 h	1	1		
	Total		17	12	0	0
		29				

**Tableau B-10 – Conditions de sollicitations symétriques de l'acier 15-5PH vieilli à température ambiante et à 300°C**

	Chargements cycliques asymétriques
Niveaux de contrainte (MPa)	1250
Température	Ambiante
Rapport de déformation	0
Vitesse de déformation	2.10 <sup>-3</sup>
Rupture	non
Nombre d'essais réalisés	1
Total 1	

**Tableau B-11 – Conditions de sollicitations asymétriques de l'acier 15-5PH vieilli à 325° pendant 10000 h**

**B.3.3 Résultats et discussions**

La première série de résultats présentés porte sur le comportement cyclique à température ambiante de l'acier 15-5PH. Les autres résultats correspondent à l'évolution de ces traits de comportement avec la température et le vieillissement. Les résultats obtenus sont discutés de la manière suivante :

---

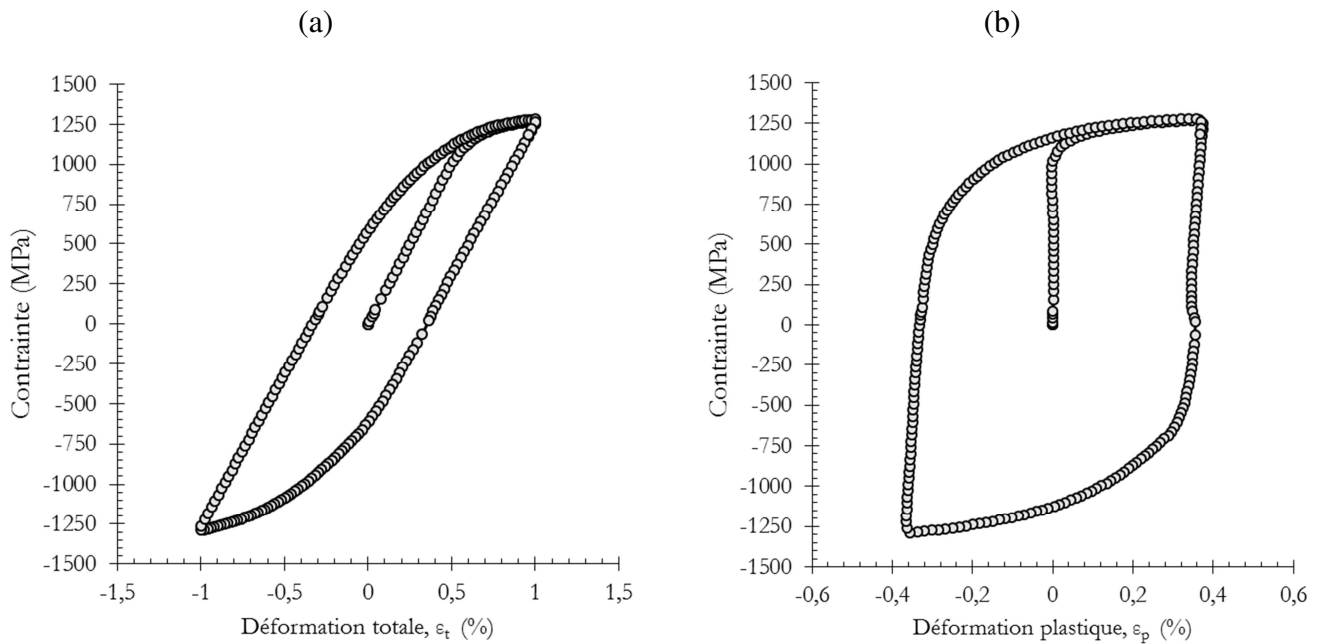
A l'état de référence, à température ambiante et à hautes températures, la discussion a pour objet la recherche des éléments responsables des caractéristiques du comportement de l'acier 15-5PH que nous aurons observées, mais aussi une mise en perspective de ces traits de comportement avec l'étude en fissuration par fatigue qui sera l'objet du chapitre suivant. En ce qui concerne les états vieillis, la discussion portera tout d'abord sur l'évolution des éléments de microstructure avec le vieillissement en analysant les travaux de Couturier [1] car, comme l'on montré Wu et al. [9], une modification de microstructure dans cette catégorie d'alliage entraîne une modification de la réponse cyclique. Nous analyserons ensuite comment ces évolutions peuvent impacter l'écroutissage cyclique de l'acier 15-5PH.

### B.3.3.1. Comportement cyclique de l'acier 15-5PH à température ambiante

#### B.3.3.1.1. Sous sollicitations cycliques symétriques

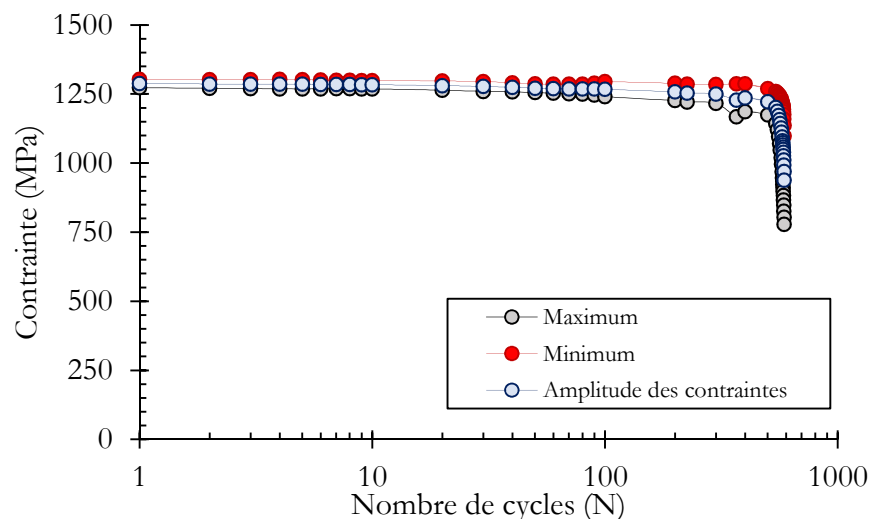
Les boucles d'hystérésis mesurées sur l'acier 15-5PH à température ambiante pour  $\frac{\Delta \varepsilon_t}{2} = \pm 1\%$  sont tracées sur la **Figure B-35**. Il s'agit du tracé de la contrainte en fonction de la déformation totale (**Figure B-35-a**) et de la déformation plastique (**Figure B-35-b**). La limite d'élasticité à 0,2% initiale est 1000 MPa. Le sens de la déformation est inversé pour 0,38% de déformation plastique. Le matériau reste d'abord dans son domaine d'élasticité. Puis, pour une contrainte de -500 MPa, une déformation plastique en retour se produit. Les nouvelles limites du domaine sont alors de 1280 MPa en traction et de -500 MPa en compression. Le domaine d'élasticité est donc fortement décalé vers les contraintes positives, le centre de la surface d'élasticité se situant vers +390 MPa, pour  $\varepsilon_p = 0,38\%$ . Cela traduit la présence d'un effet Bauschinger significatif dans cet alliage. On peut aussi constater que le domaine d'élasticité est décalé vers les contraintes positives après la première traction, puis vers les contraintes négatives après la déformation plastique en compression. La position du centre du domaine d'élasticité dans l'espace des contraintes dépend donc de l'histoire de la déformation plastique.





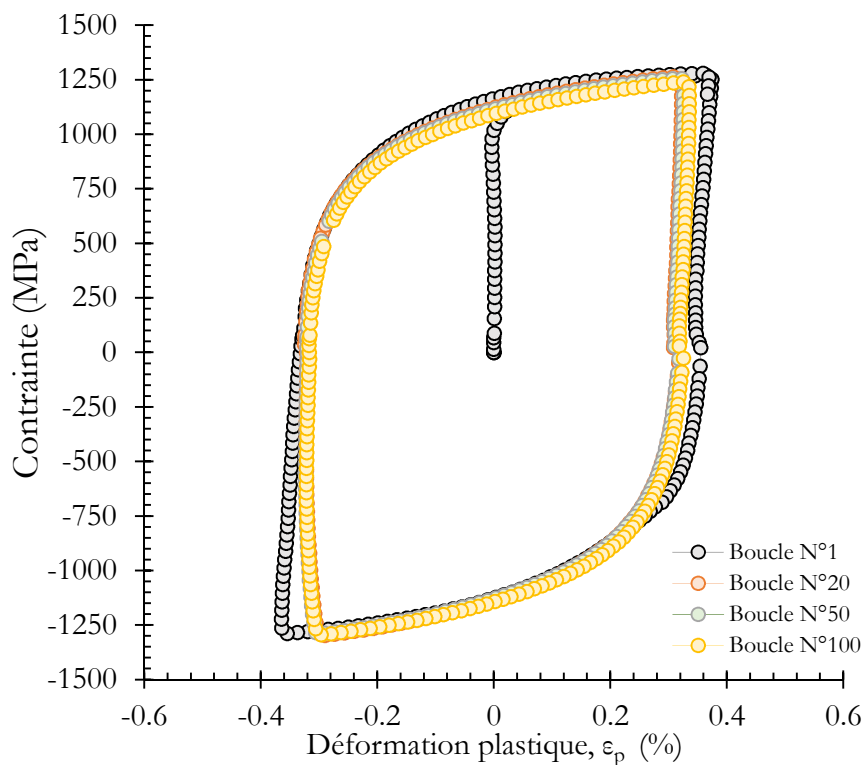
**Figure B-35 – Boucle d’Hystérésis N°1, mesurée à température ambiante sur l’acier 15-5PH à  $\pm 1\%$  de déformation imposée. (a) Représentation en déformation totale imposée, (b) représentation en déformation plastique**

Nous avons entre autre constaté que la contrainte en compression est toujours supérieure en intensité à la contrainte en traction, comme le témoigne la **Figure B-36**, qui compare les contraintes maximale en traction et en compression sur toute la durée de vie. La différence maximum que nous avons notée est 30 MPa. François et al [10] ont observé un résultat similaire sur un acier ferritique de structure cubique centrée (cc). Il conclut que la dissymétrie entre traction et compression est un effet caractéristique des structures (cc).



**Figure B-36 – Evolution du niveau de contrainte en fonction du nombre de cyclique pour une déformation totale imposée de  $\pm 1\%$ , mesurée sur à température ambiante sur l’acier 15-5PH**

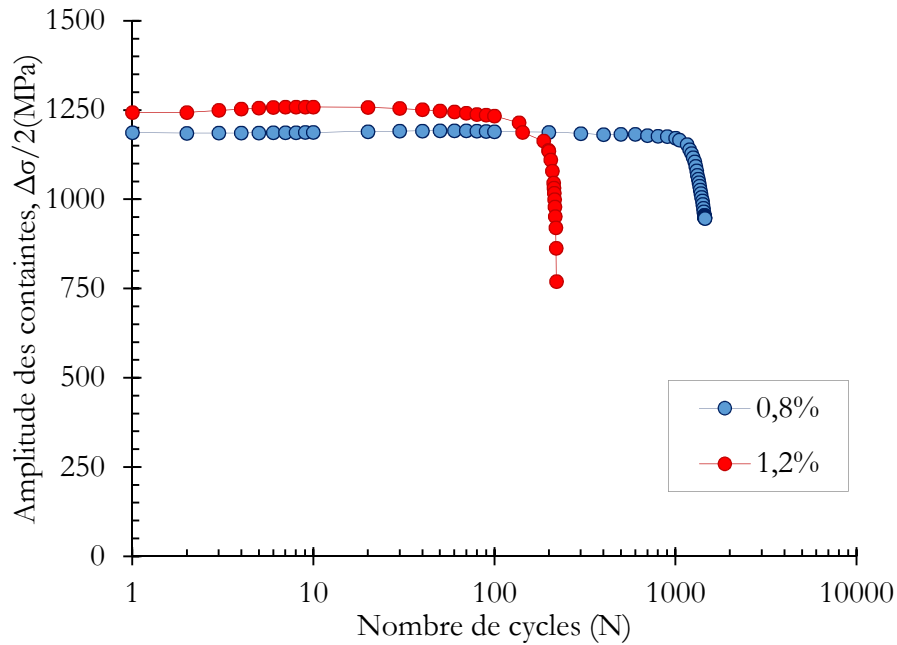
L'essai réalisé à  $\frac{\Delta\epsilon_t}{2} = \pm 1\%$  nous a aussi permis de suivre l'évolution de l'étendu du domaine d'élasticité. Dans l'état initial, le domaine d'élasticité de cet alliage a une étendue de  $2R_{e0,2\%}$  soit 2000 MPa, puis 1780 MPa pour une déformation plastique de 0,38%, suivi de 1740 MPa pour une déformation plastique de 0,32%, cela même après cent cycles. L'effet des déformations plastiques successives se cumule et l'étendue du domaine d'élasticité n'évolue quasiment pas avec la déformation plastique cumulée, **Figure B-37**.



**Figure B-37 – Evolution des boucles d’Hystérésis, mesurée à température ambiante sur l’acier 15-5PH : Représentation en déformation plastique.**

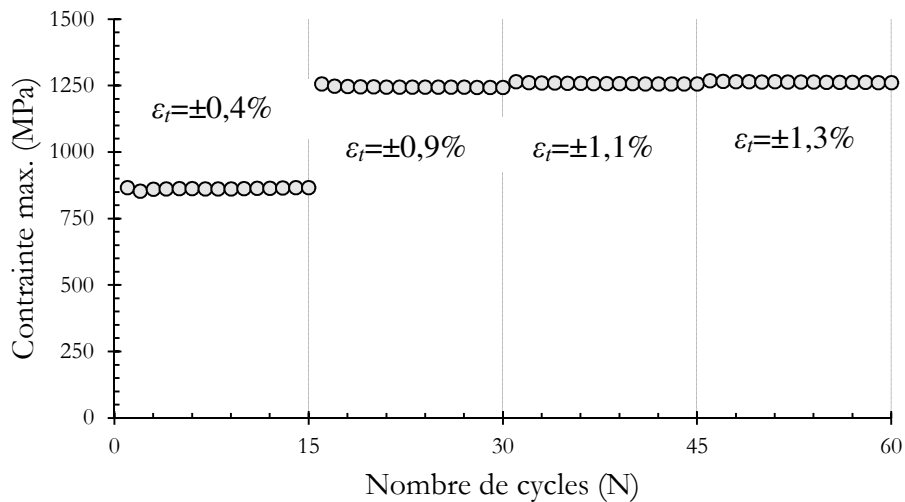
Ce résultat est confirmé par le tracé des courbes de durée de vie de l’acier 15-5PH pour deux niveaux de déformation imposée distincts :  $\frac{\Delta\epsilon_t}{2} = \pm 0,8\%$  et  $\frac{\Delta\epsilon_t}{2} = \pm 1,2\%$  (**Figure B-38**). En effet, durant tout le cyclage, aucune évolution significative de la contrainte n’est notée. Le comportement cyclique de l’acier 15-5PH se stabilise donc rapidement en contrainte quel que soit le niveau de déformation imposée. Un comportement similaire a été observé par Hsu et al. [8] sur l’acier 17-4PH dans plusieurs états de revenu. La présence des précipités riches en cuivre dans l’acier 15-5PH aurait pu constituer un obstacle au mouvement des dislocations. Cependant, comme nous l’avons noté lors de l’analyse microstructurale, ces précipités sont de très petites tailles : il est donc fort probable que les dislocations les cisailent facilement au lieu de les contourner lors des premiers cycles, d’où cette évolution peu marquée de la contrainte. L’absence de multiplication des dislocations lors de la déformation plastique pourrait aussi être à l’origine de cette stabilisation rapide du comportement. En effet, lorsqu’il y a une multiplication importante des dislocations, celles-ci

constitue un obstacle aux mouvements des dislocations, cela engendre une augmentation continue de la contrainte donc un durcissement. La densité des dislocations serait donc presque conservée dans l'acier 15-5PH lors de la déformation plastique cyclique. Des observations MET seraient nécessaires pour interpréter ce comportement.



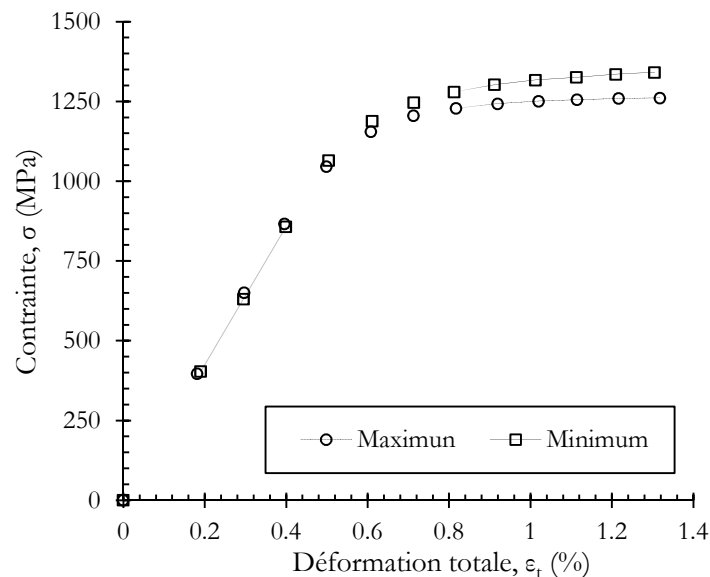
**Figure B-38 – Comparaison des courbes de durée de vie  $\frac{\Delta\epsilon_t}{2} = \pm 0,8\%$  et  $\frac{\Delta\epsilon_t}{2} = \pm 1,2\%$**

Nous nous intéressons ensuite à la courbe de consolidation cyclique. Les résultats obtenus à  $\frac{\Delta\epsilon_t}{2} = \pm 1\%$  indiquent que la contrainte au cours du cyclage de cet acier stabilise dès les premiers cycles. Cette tendance reste valable pour toute la gamme déformation testée, comme l'illustre la **Figure B-39**. L'évolution de la contrainte pour les niveaux déformation de  $\pm 0,4\%$ ,  $\pm 0,9\%$ ,  $\pm 1,1\%$  et  $\pm 1,3\%$  y est représentée pour quinze cycles. Cela traduit donc une accommodation rapide du comportement cyclique de l'acier 15-5PH quel que soit le niveau de déformation imposée.



**Figure B-39 – Mise en évidence de la stabilisation rapide de la contrainte pour différents niveaux de déformations imposées dans l’acier 15-5PH**

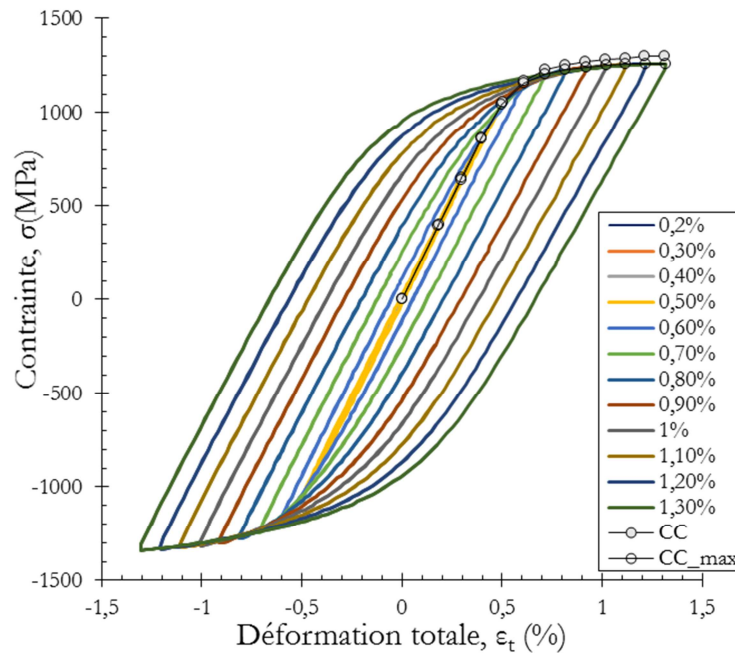
Par ailleurs, la différence entre contrainte traction et de compression reste aussi valable pour l’ensemble des niveaux de déformation, comme le montre la **Figure B-40**. Cette différence a tendance à s’accroître au fur et à mesure que l’on augmente le niveau de déformation imposée. La méthode par paliers successifs de déformation imposée sur une éprouvette donne les mêmes résultats que la méthode d’une éprouvette par niveau de déformation.



**Figure B-40 – Comparaison des courbes de consolidation cyclique en traction et en compression de l’acier 15-5PH à température ambiante**

Les boucles d’hystérésis stabilisées pour chacun des niveaux de déformation imposée sont tracées sur la **Figure B-41**. Pour des essais par paliers successifs croissants de déformation, la courbe de consolidation cyclique  $\left( CC = \frac{\Delta\sigma}{2} \right)$  est définie comme le lieu des

points amplitude de contrainte au dernier cycle du palier-amplitude de déformation totale imposée. Lorsque les contraintes en traction et en compression sont strictement égales, la courbe de consolidation cyclique se superpose avec la courbe de consolidation des contraintes en traction (CC\_max). Dans le cas de l'acier 15-5PH, on note cependant un léger écart entre CC et CC\_max, cet écart provenant de la différence observée entre les contraintes en traction et en compression.



**Figure B-41 – Boucles d’hystérésis contrainte-déformation stabilisées de l’acier 15-5PH pour différents niveaux de déformations imposés**

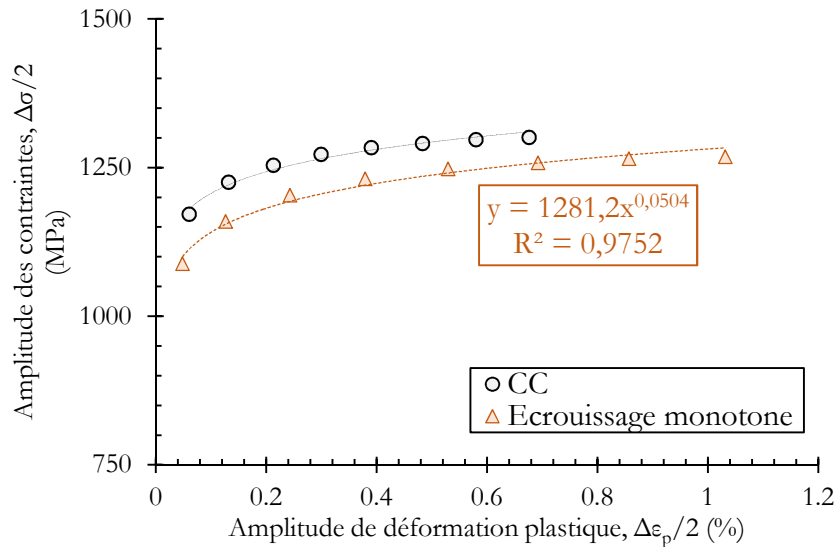
Il est coutume de comparer la courbe de consolidation cyclique avec la courbe de consolidation monotone afin d’avoir un aperçu du degré de durcissement ou d’adoucissement d’un alliage. Pour cela, nous avons considéré le résultat d’un essai de traction à température ambiante. Le tracé de l’amplitude des contraintes en fonction de l’amplitude de déformation plastique pour les courbes de consolidation cyclique et monotone (**Figure B-42**) laisse paraître un léger durcissement de l’acier 15-5PH du fait que la courbe de consolidation cyclique soit au-dessus de la courbe de consolidation monotone. Les courbes d’écrouissage cyclique et monotone sont généralement décrites par une loi puissance définie comme suit :

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

avec  $K'$  et  $n'$  respectivement, le coefficient et exposant de la loi de consolidation cyclique. Ces paramètres sont consignés dans le **Tableau B-12**.

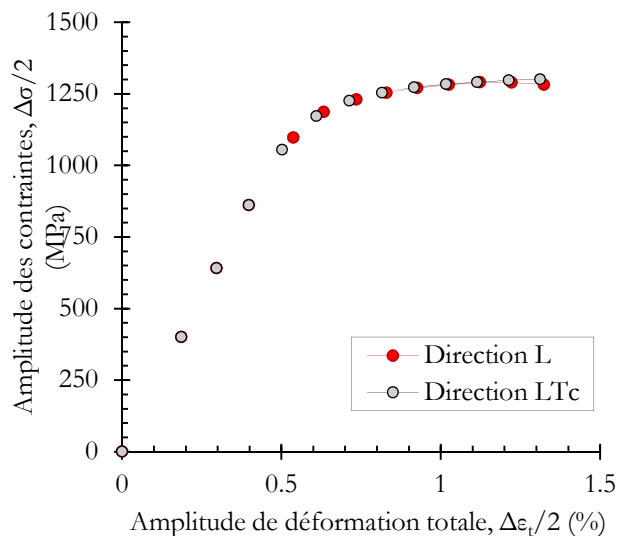
	$K'$ (MPa)	$n'$	Coefficient de régression $R^2$
Cyclique	1321,4	0,0308	0,992
Monotone	1281,2	0,0504	0,9752

**Tableau B-12 – Coefficient et exposant de la loi de consolidation cyclique et monotone de l'acier 15-5PH à température ambiante**



**Figure B-42 – Comparaison entre la courbe de consolidation cyclique et monotone de l'acier 15-5PH à température ambiante**

Par ailleurs, il est important de noter ici que le sens de prélèvement des éprouvettes n'a pas d'influence sur le comportement cyclique de cet alliage, comme l'illustre la **Figure B -43**. En effet aucune différence significative en contrainte n'est notée lors de la comparaison des courbes de consolidation cyclique d'une éprouvette prélevée dans le sens longitudinal avec celle prélevée dans le sens transversal.



**Figure B -43 – Influence du sens de prélèvement sur l'écrouissage cyclique de l'acier 15-5PH**

B.3.3.1.2. Loi de comportement cyclique de l'acier 15-5PH

Une simulation réaliste du comportement mécanique cyclique de la structure nécessite l'identification d'un modèle de comportement pertinent. La pertinence de ce modèle dépend, d'une part du modèle élasto-plastique choisi, et d'autre part de la qualité de l'identification des paramètres du modèle. L'acier 15-5PH étant supposé macroscopiquement isotrope, le modèle de comportement cyclique sélectionnée est constitué d'un écrouissage cinématique non-linéaire de type Armstrong-Frederick aux regards des boucles d'hystérésis. Il comporte 3 paramètres à identifier dont  $R_0$  (la limite d'élasticité en traction),  $C$  et  $\gamma$  les coefficients de la loi d'écrouissage cinématique non linéaire. Ce modèle est formulé de la manière suivante :

$$\underline{\underline{\sigma}} = \lambda Tr \underline{\underline{\varepsilon}} I + 2\mu \underline{\underline{\varepsilon}} \quad \text{Élasticité isotrope} \quad (3)$$

$$f = \sqrt{\frac{3}{2} (\underline{\underline{\sigma}}' - \underline{\underline{X}}) : (\underline{\underline{\sigma}}' - \underline{\underline{X}})} - R \quad \text{Critère de Von Mises} \quad (4)$$

$$\underline{\underline{\sigma}}' = \underline{\underline{\sigma}} - \frac{Tr \underline{\underline{\sigma}}}{3} I \quad \text{Déviateur de } \underline{\underline{\sigma}} \quad (5)$$

$$\underline{\underline{\varepsilon}}_p = \lambda \frac{\partial f}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} \quad \text{Loi d'écoulement normale} \quad (6)$$

$$R = R_0 \quad \text{Isotrope constant} \quad (7)$$

$$\dot{p} = \sqrt{\frac{2}{3} \underline{\underline{\varepsilon}}_p \dot{\underline{\underline{\varepsilon}}}_p} \quad \text{Taux de plasticité cumulée} \quad (8)$$

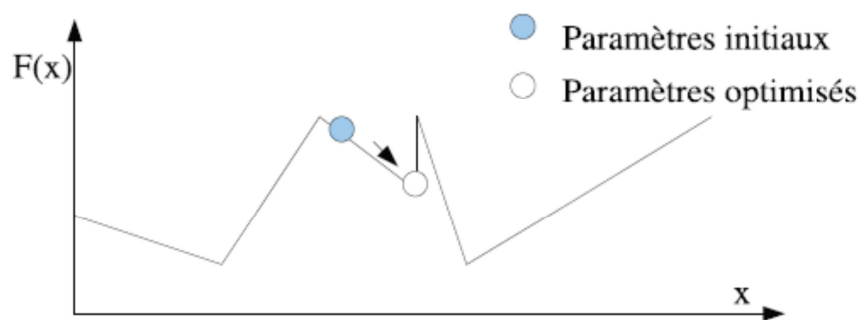
$$\dot{\underline{\underline{X}}} = C \underline{\underline{\varepsilon}}_p \dot{p} - \gamma \underline{\underline{X}} \dot{p} \quad \text{Loi d'écrouissage cinématique non linéaire} \quad (9)$$

Ce modèle de comportement est implanté dans le code de calcul Zébulon©. L'identification des paramètres a été faite de manière à minimiser l'erreur entre la séquence de chargement simulée et les résultats expérimentaux. Cette identification a été faite sur 5 niveaux de déformation totale distincts : 0,8%, 1%, 1,2%, 1,5% et 1,8%. En utilisant la limite d'élasticité  $R_{e0,2\%}$  obtenue en traction par Hughes [2], nous avons rencontré des difficultés lors de l'identification des paramètres  $C$  et  $\gamma$ . Nous avons identifié une valeur de limite d'élasticité cyclique  $R_0$  sur les boucles d'hystérésis. Sa valeur initiale est de 750 MPa. Ce paramètre nous a permis d'avoir un jeu de paramètres  $C$  et  $\gamma$  satisfaisant. Pour avoir des valeurs affinées de  $C$  et  $\gamma$ , nous nous sommes ensuite servis du module d'optimisation de Zébulon©. La simulation de l'ensemble des boucles d'hystérésis est optimisée simultanément pour obtenir un jeu de paramètre valable pour l'ensemble des niveaux testés. Le principe de l'optimisation consiste à définir le jeu de paramètre qui minimise l'écart entre la variable simulée et la variable calculée. L'écart ici est quantifié grâce à l'équation suivante :

$$F(x) = \frac{1}{2} \sum_{i=1}^N w_i (f(x, t_i) - y(t_i))^2 \quad (10)$$

Avec  $F$  le scalaire représentatif de l'écart à l'instant  $t_i$  entre les deux variables,  $x$  le jeu de paramètre à optimiser et  $w_i$  la fonction de poids associé à chaque instant  $t_i$ .

Les variables grâce auxquelles est quantifié l'écart  $F$ , est la contrainte normale de traction  $\sigma = f(\varepsilon, C, D, R_0)$ . Plusieurs algorithmes d'optimisation sont intégrés dans le code de calcul ZéBuLoN©. L'algorithme le plus souvent utilisé correspond à la méthode de Levenberg-Marquardt. Cette méthode nécessite la définition de paramètres initiaux définis par l'utilisateur. Le module d'optimisation calcule le vecteur gradient déterminant ainsi la direction pour laquelle la fonction  $F$  varie le plus dans l'espace des paramètres. Grâce à ce calcul itératif du gradient, un nouveau jeu de paramètres est calculé de proche en proche jusqu'à ce que la fonction  $F(x)$  atteigne un minimum. Le jeu de paramètres peut cependant converger vers un minimum local. Ce problème est directement lié à l'algorithme utilisé rendant les résultats optimisés dépendant du choix des paramètres de départ. Ce problème est illustré à la **Figure B-44**.



**Figure B-44 – Méthode de Levenberg-Marquadt**

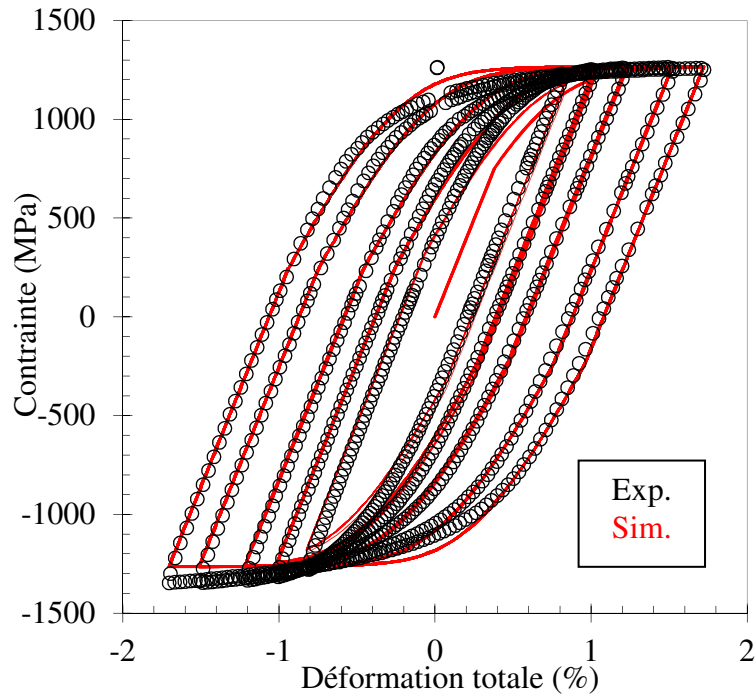
Les résultats obtenus sont consignés dans le **Tableau B-13**.

Paramètres	E (GPa)	$\nu$	$R_0$ (MPa)	C (MPa)	D
15-5PH	207	0.3	750MPa	270270	525

**Tableau B-13 – Coefficient du modèle de comportement cyclique de l'acier 15-5PH non vieilli à l'ambiante**

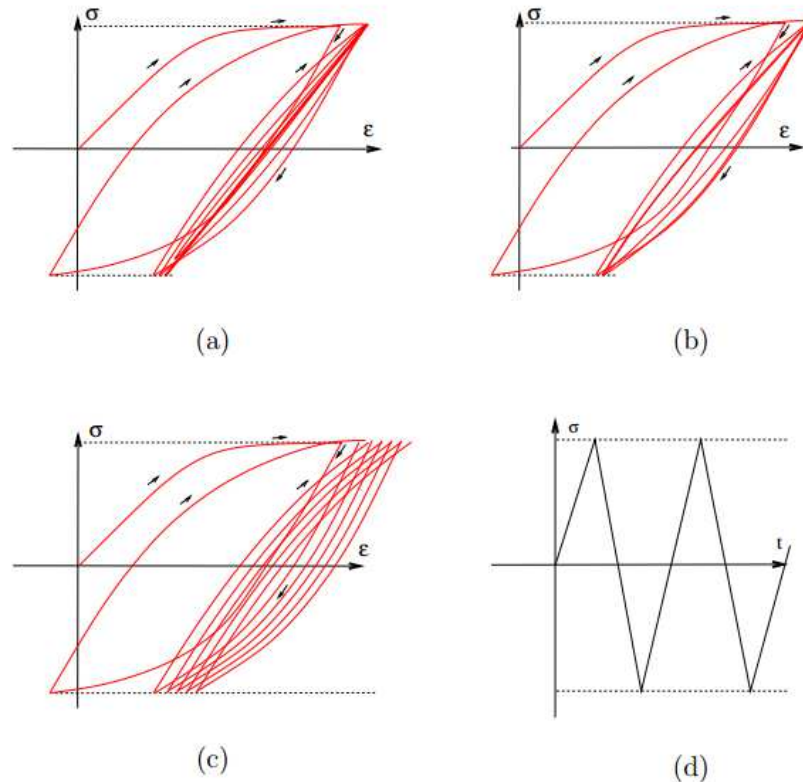
Une comparaison entre les essais et la simulation via le modèle de comportement est présentée sur la **Figure B-45**.





**Figure B-45 – Comparaison entre les résultats d'essai et la simulation du comportement élastoplastique de l'acier 15-5PH à température ambiante**

Les deux traits caractéristiques, à savoir une forte composante cinématique et un écrouissage isotrope quasi-nul du comportement cyclique que nous venons d'identifier peuvent avoir une influence sur l'évolution des contraintes et des déformations sur les régions d'une structure en acier 15-5PH qui subissent une déformation plastique cyclique. Trois types de comportement peuvent ainsi être distingués, à savoir: l'adaptation élastique, l'accommodation plastique et le rochet, tous trois schématisés sur la **Figure B-46**. C'est l'objet du paragraphe suivant.

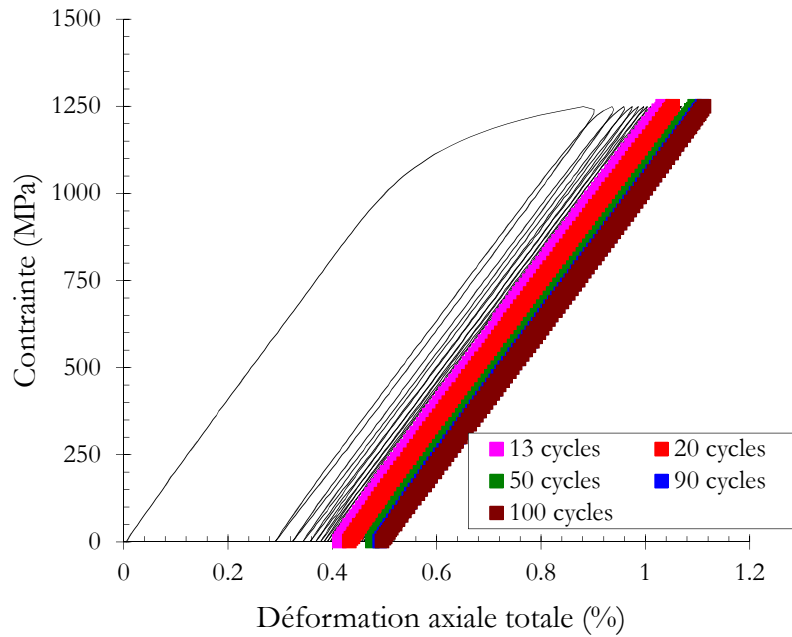


**Figure B-46 – Illustration pour un chargement uniaxial (d) des phénomènes dits : d'adaptation élastique (a), d'accommodation plastique (b) et de rochet (c)**

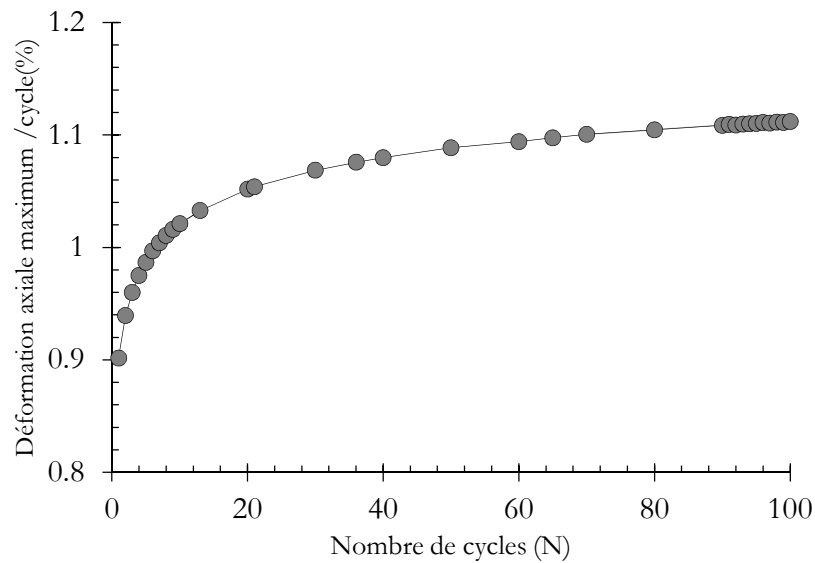
#### B.3.3.1.3. Comportement sous chargement cyclique asymétriques

##### B.3.3.1.3.1. Réponse en contrainte imposée de l'acier 15-5PH

La réponse en contrainte de l'acier 15-5PH a été mise en évidence au travers d'un essai de comportement cyclique à contrainte imposée uniaxiale, de rapport de charge ( $R_\sigma = \sigma_{min}/\sigma_{max} = 0$ ) à température ambiante. La contrainte est imposée sous la forme d'un signal triangulaire dont le maximum est de 1250 MPa. Le résultat est présenté sur la **Figure B-47** où sont tracées les boucles d'hystérésis contrainte-déformation axiale au bout de 13, 20, 50, 90 et 100 cycles. Cette courbe montre que l'acier 15-5PH développe dans un premier temps un léger effet rochet sur les 13 premiers cycles. Il s'ensuit une adaptation élastique jusqu'à l'arrêt de l'essai. Une représentation de la déformation axiale en fonction du nombre de cycle permet de mieux mettre en évidence l'évolution de la déformation au cours du cyclage, **Figure B-48**. On s'aperçoit effectivement que jusqu'à 20 cycles la déformation évolue exponentiellement, puis après 20 cycles elle tend vers une stabilisation qui est obtenue aux alentours de 80 cycles. La déformation axiale maximale atteinte est d'environ 1,1%. Le comportement de l'acier 15-5PH présente donc un comportement élastique adapté aux alentours de 100 cycles.



**Figure B-47 – Réponse en déformation de l'acier 15-5PH pour un essai en contrainte imposée de maximale de 1250 MPa ( $R_\sigma = \sigma_{min}/\sigma_{max} = 0$ ) à température ambiante**



**Figure B-48 – Evolution de la déformation axiale maximale par cycle en fonction du nombre de cycles**

Les études de Le Grogne et De Saxcé [11, 12] ont montré que le pas de rochet (accumulation de la déformation plastique durant un cycle) est constant et vaut :

$$\Delta \varepsilon_p = \frac{1}{K} \text{Ln} \left[ \frac{\left( \frac{H}{K} \right)^2 - a_m^2}{\left( \frac{H}{K} \right)^2 - a_M^2} \right] \quad (11)$$

$$\text{Avec : } a_m = \frac{-1 + \sqrt{1 + 2\left(\frac{\sigma_m + \sigma_0}{H}\right) \frac{K}{H}}}{\frac{K}{H}} \quad a_m = \frac{1 - \sqrt{1 + 2\left(\frac{\sigma_M + \sigma_0}{H}\right) \frac{K}{H}}}{\frac{K}{H}}$$

$H$  : module d'écrouissage cinématique

Et :  $K$  : vitesse de saturation de l'écrouissage cinématique

$\sigma_M$  : contrainte maximale

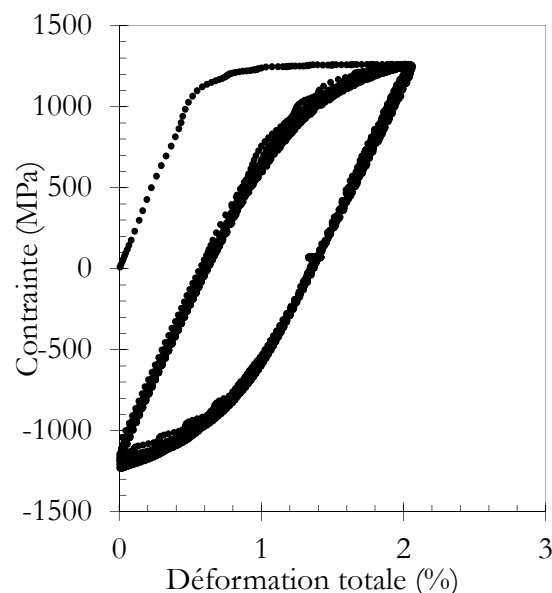
$\sigma_m$  : contrainte minimale

L'effet rochet est donc ainsi lié directement au module d'écrouissage cinématique  $H$  et à la vitesse de saturation.

Le paragraphe suivant s'intéresse à l'influence d'une déformation moyenne non nulle sur la réponse en contrainte de l'acier 15-5PH.

#### B.3.3.1.3.2. Influence de la déformation moyenne sur le comportement cyclique de l'acier 15-5PH

L'analyse de l'influence de la déformation moyenne sur le comportement cyclique a été menée au travers d'un essai de comportement cyclique à déformation imposée de 1% à  $R_c = 0$ . Nous avons effectué 100 cycles lors de cet essai. Le résultat obtenu est présenté sur la **Figure B-49**. Les boucles d'hystérésis contrainte-déformation des 100 cycles sont superposées. Ils indiquent une accommodation plastique du comportement cyclique de l'acier 15-5PH.



**Figure B-49 – Influence de la déformation moyenne sur le comportement cyclique de l'acier 15-5PH**

**Synthèse :**

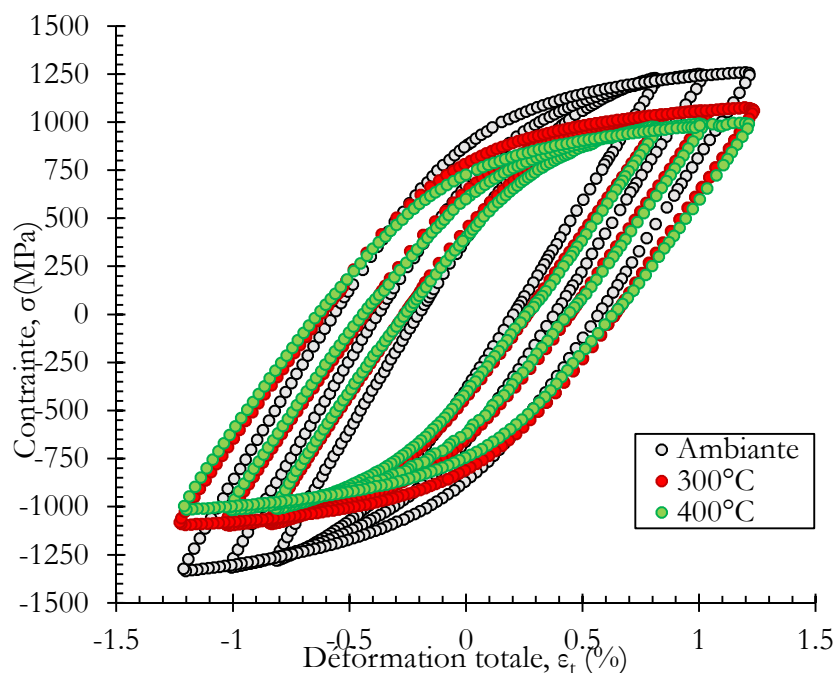
*Sous chargement cyclique symétrique et pour des amplitudes de déformation imposée variant de  $\pm 0,2\%$  à  $\pm 1,3\%$ , à température ambiante, l'acier 15-5PH à l'état de référence présente une accommodation rapide, avec une légère dissymétrie entre les contraintes maximales de traction et de compression, une légère consolidation cyclique et un effet Bauschinger marqué. L'érouissage cyclique de cet alliage peut être considéré comme étant essentiellement cinématique du fait du déplacement du centre de la surface de charge et d'une évolution quasi-inexistante de l'étendue du domaine d'élasticité avec la déformation plastique cumulée à température ambiante.*

*Sous chargement cyclique asymétrique à contrainte imposée, l'acier présente très peu d'effet de Rochet, le matériau subit très rapidement une adaptation élastique. En déformation imposée, l'acier 15-5PH ne présente pas d'effet de la déformation moyenne.*

B.3.3.2. Comportement cyclique à hautes températures

Les boucles d'hystérésis stabilisées pour 3 températures d'essais (20°C, 300°C et 400°C) sont présentées à la **Figure B-50**, pour les niveaux de déformation imposée de 0,8%, 1% et 1,2%. On constate que l'augmentation de la température entraîne un abaissement du niveau de contrainte associé à une amplitude de déformation. Cet abaissement du niveau de contrainte est marquée entre l'ambiante et 300°C, plus atténuée entre 300°C et 400°C. Elle est liée à la chute de la limite d'élasticité avec la température, comme l'a montré Hughes [2].

A titre d'exemple, on passe d'une limite d'élasticité de 1054 MPa à température ambiante à une limite d'élasticité de 818 MPa à 350°C. On note également une modification du module d'Young avec la température comme celle notée sur les essais de traction.

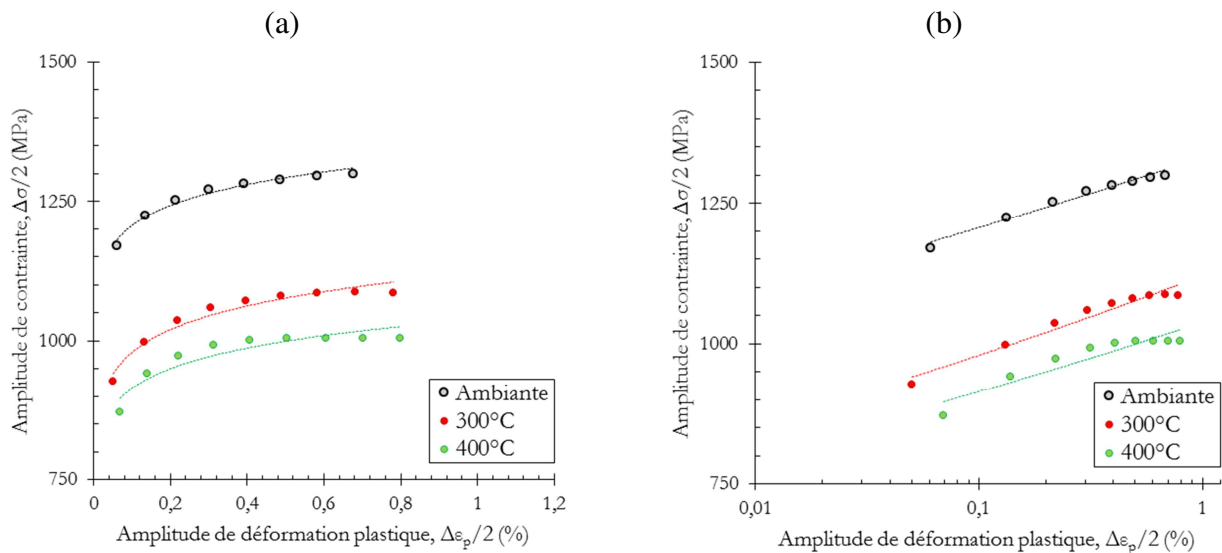


**Figure B-50 – Influence de la température sur le comportement cyclique de l'acier 15-5PH ( 15<sup>ème</sup> cycle)**

L'influence de la température sur l'érouissage cyclique de l'acier 15-5PH a ensuite été évaluée. Les courbes de consolidation obtenues à chacune des températures testées, **Figure B-51-a**. Les paramètres de la courbe de consolidation cyclique pour chacune des températures sont consignés dans le **Tableau B-14**. On s'aperçoit que l'exposant d'érouissage cyclique pour les différentes conditions de température est différent. Néanmoins, une représentation logarithmique du résultat, **Figure B-51-b**, montre un parallélisme entre les différentes courbes de consolidation qui se trouvent décalées vers des niveaux de résistance plus faibles lorsque la température augmente, ce qui montre que la nature de l'érouissage cyclique de l'acier 15-5PH n'est que peu affectée par la température.

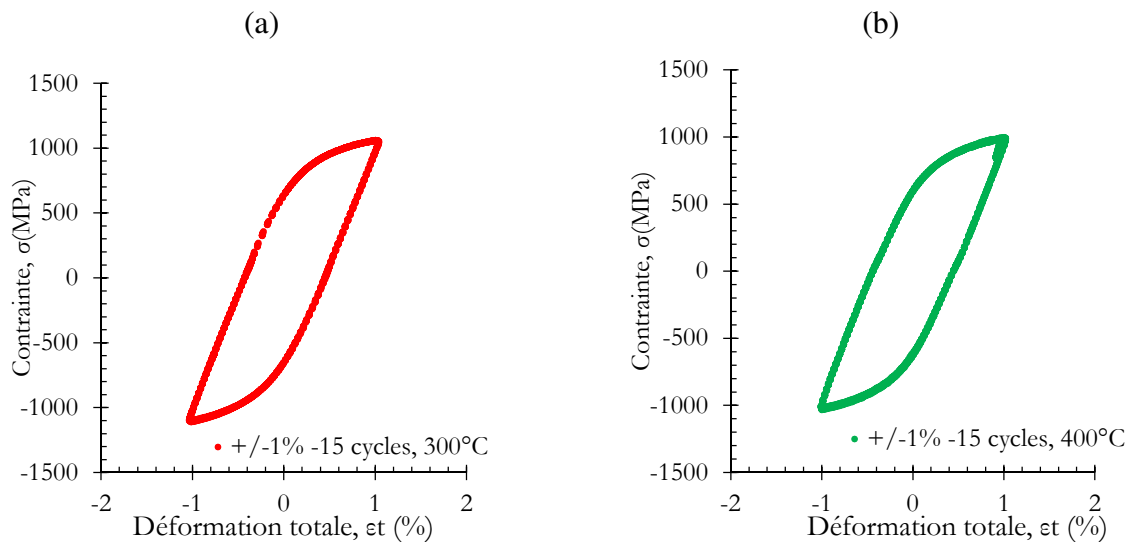
	$K'$ (MPa)	$n'$	Coefficient de régression $R^2$
Ambiante	1321,4	0,0308	0,992
300°C	1281,2	0,0504	0,9752
400°C	1038,3	0,055	0,8645

**Tableau B-14 – Coefficient et exposant de la loi de consolidation cyclique de l'acier 15-5PH à hautes températures**



**Figure B-51 – Influence de la température sur l'érouissage cyclique de l'acier 15-5PH. (a) Echelle linéaire, (b) échelle logarithmique**

La **Figure B-52** représente les 15 premières boucles d'hystérésis à  $\pm 1\%$  de déformation imposée à 300°C et 400°C. Ainsi, tout comme en température ambiante l'érouissage isotrope est quasi-inexistant à 300°C et 400°C. L'érouissage cyclique de l'acier 15-5PH à 300°C et 400°C peut donc être considéré comme majoritairement cinématique.



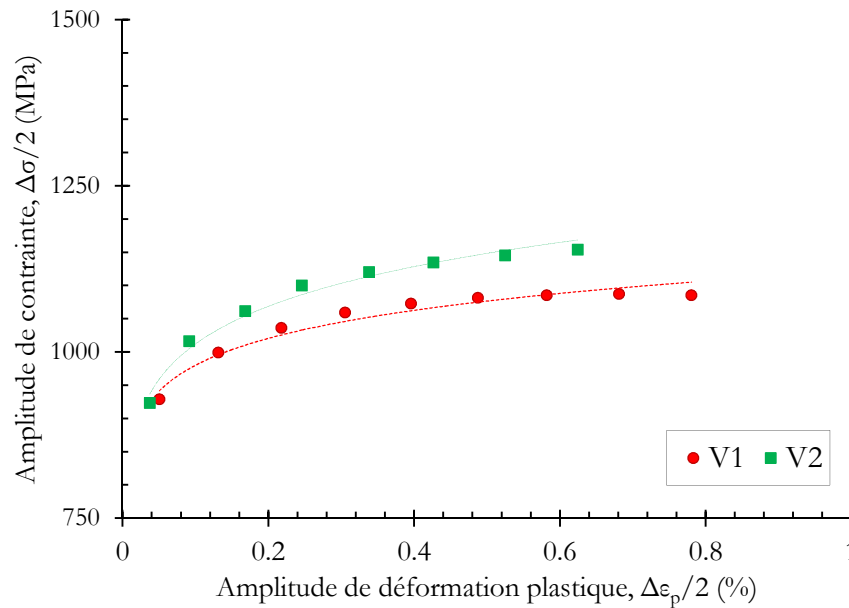
**Figure B-52 – Boucles d’hystérésis contrainte-déformation à  $\pm 1\%$  de déformation totale imposée (15 cycles). (a) 300°C, (b) 400°C.**

Dans le chapitre suivant, consacré à la fissuration par fatigue de l'acier 15-5PH, on peut donc s'attendre à ce qu'à hautes températures, il n'y ait pas d'influence de la température sur les mécanismes de fissuration par fatigue des fissures longues. On pourrait en outre s'attendre à ce que le niveau de fermeture soit lui aussi très faible.

Par ailleurs, l'étude bibliographique a révélé qu'à hautes températures, les aciers inoxydables durcis par précipitation peuvent présenter une sensibilité négative à la vitesse de déformation, en ce sens que l'abaissement de la vitesse de déformation à hautes températures (300°C et 400°C) engendre une augmentation du niveau de contrainte. Pour cette raison, nous avons souhaité étudier l'influence de la vitesse de déformation sur le comportement cyclique de l'acier 15-5PH.

#### B.3.3.2.1. Influence de la vitesse de déformation à hautes températures

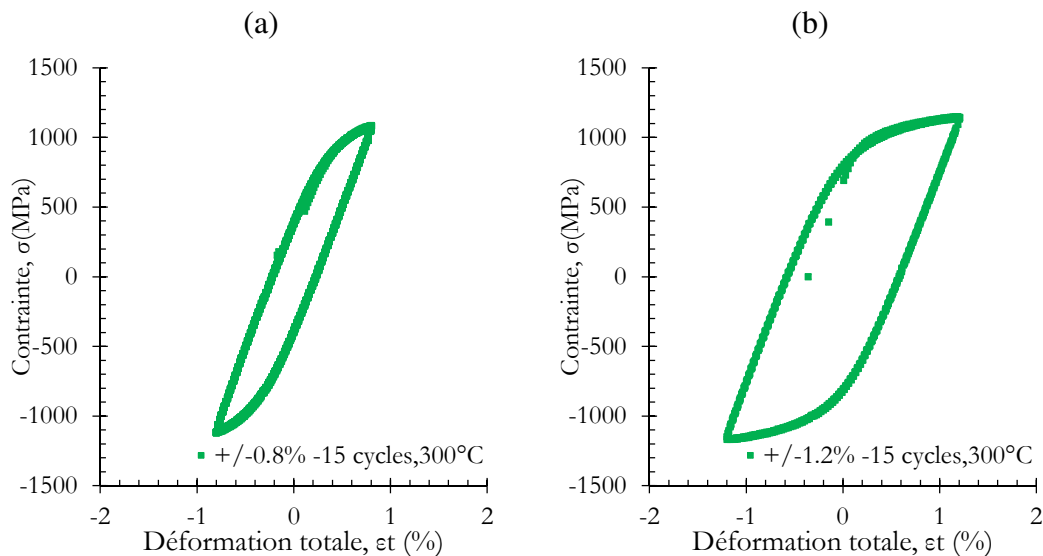
Pour mettre en évidence une éventuelle influence de la vitesse de déformation, nous avons reproduit l'essai réalisé à  $\Delta\epsilon_f/2 = \pm 1\%$  à la vitesse de déformation  $V_1 = 2.10^{-3} \text{ s}^{-1}$  à 300°C, à une autre vitesse  $V_2 = 2.10^{-5} \text{ s}^{-1}$ . La **Figure B-53** compare les courbes de consolidation cyclique obtenues à ces deux vitesses de déformation. On note qu'un abaissement de la vitesse de déformation à 300°C est responsable d'une augmentation du niveau de contrainte. Ce durcissement cyclique peut provenir soit d'un des effets individuels ou combinés des mécanismes suivants : (i) la génération de dislocations et de leurs interactions [23], (ii) la formation de fins précipités créant des obstacles au mouvement des dislocations lors de la déformation cyclique [23], et (iii) l'interaction entre les dislocations mobiles et les atomes de soluté, c'est à dire un vieillissement dynamique (Dynamic Strain Ageing ou DSA en anglais) [24]. On peut déjà d'ores et déjà exclure l'évolution des précipités de cuivre comme étant responsable du durcissement, car la température de revenu initiale de l'acier 15-5PH est supérieure à la température d'essai. De plus, la durée d'un essai est faible (environ 1 h à  $2.10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ) pour qu'il y ait un risque de vieillissement à 300°C.



**Figure B-53 – Influence de la vitesse de déformation sur le comportement cyclique de l’acier 15-5PH à 300°C**

Par analogie avec l’acier 17-4PH, le durcissement cyclique observé à 300°C peut être attribué à l’interaction entre les dislocations mobiles et de diffusion des atomes de soluté, à savoir à l’effet du DSA, lors de la déformation cyclique. Lors du processus de DSA, du fait de l’épinglage immédiat de dislocations par des atomes de soluté, de nouvelles dislocations sont générées pour accommoder la vitesse de déformation imposée, conduisant à une densité de dislocation plus importante et à une augmentation continue de la contrainte au cours du cyclage. Toutefois, il convient de mentionner que l’effet Portevin-Le Chatelier, qui est une manifestation bien connue du processus de DSA, n’a pas été observé sur les boucles d’hystérésis contrainte-déformation à 300°C sur l’ensemble des niveaux de déformation testés. Une illustration est celle de la **Figure B-54**, qui présente les quinze premières boucles d’hystérésis contrainte-déformation des déformations imposées à  $\pm 0,8\%$ , et  $\pm 1,2\%$  à  $V_2 = 2.10^{-5} \text{ s}^{-1}$ . D’après les travaux de Mannan [13], cela s’explique par le fait qu’il faut atteindre un certain niveau de déformation appelée « déformation critique » pour qu’il y ait apparition des dents de scie sur les courbes de comportement. Par conséquent, nous ferons l’hypothèse que les amplitudes de déformation appliquées dans notre étude restent inférieures à la valeur de la déformation critique pour que l’on puisse observer des dents de scie sur les boucles d’hystérésis de contrainte-déformation.





**Figure B-54 – Boucles d’hystérésis contrainte-déformation à  $V_2 = 2.10^{-5} \text{ s}^{-1}$ , (a)  $\pm 0,8\%$ , (b)  $\pm 1\%$  et (c)  $\pm 1,2\%$**

**Synthèse :**

*Sous chargement cyclique symétrique à amplitude de déformation imposée constante variant de  $\pm 0,2\%$  à  $\pm 1,3\%$ , le comportement à hautes températures ( $300^\circ\text{C}$  et  $400^\circ\text{C}$ ) de l'acier 15-5PH s'apparente fortement au comportement cyclique à température ambiante. En effet, on retrouve un effet Bauschinger prépondérant avec une évolution de l'étendue du domaine d'élasticité quasi-inexistante. L'écrouissage demeure donc principalement cinématique.*

*La variation de vitesse de déformation est responsable d'une augmentation du niveau de contrainte. Cette augmentation est liée à l'activation du processus de vieillissement dynamique (DSA). Cependant, les courbes de consolidation cyclique à  $300^\circ\text{C}$  ne présentent pas de dents de scie synonyme d'effet Portevin-Le Chatelier.*

**B.3.3.3. Comportement cyclique des matériaux vieillis**

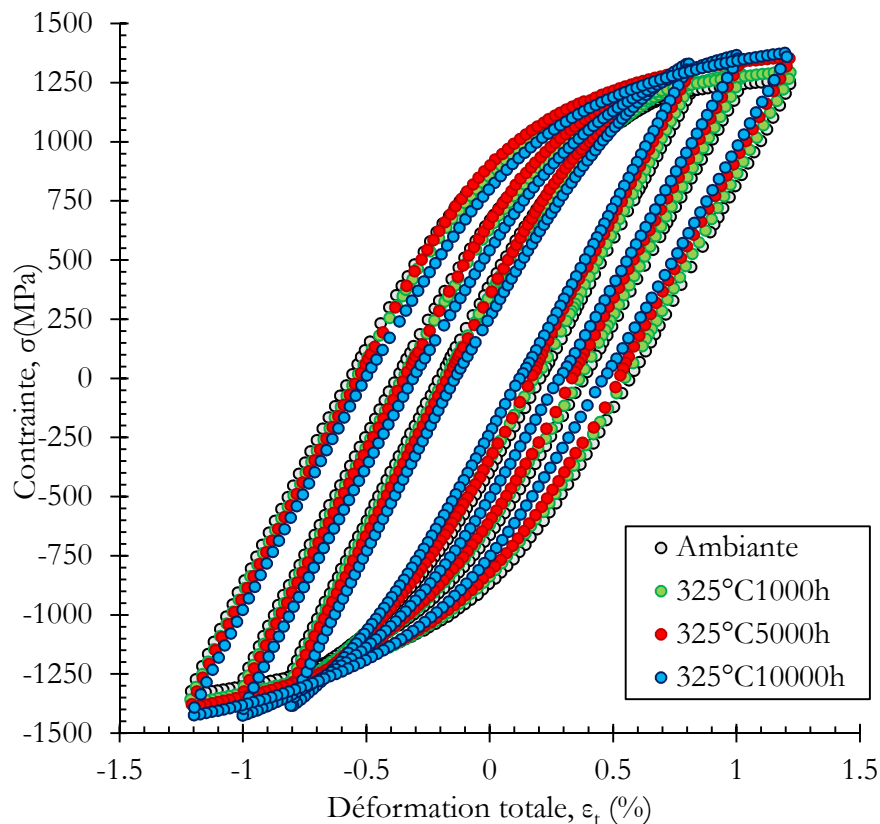
Les résultats et les discussions qui vont suivre ne concerneront cependant qu'une seule température de vieillissement, par souci de clarté. Nous ne détaillerons donc que les évolutions observées à la température de vieillissement  $325^\circ\text{C}$ . Toutes les autres données relatives à ce pan de l'étude sont consignées dans l'**Annexe 1**.

**B.3.3.3.1. Comportement cyclique de l'acier 15-5PH vieilli à  $325^\circ\text{C}$**

**B.3.3.3.1.1. A l'ambiante**

Les boucles d'hystérésis stabilisées du matériau vieilli à  $325^\circ\text{C}$  comparé à celle du matériau non-vieilli sont présentées à la **Figure B-55**, pour les niveaux de déformation imposée de  $0,8\%$ ,  $1\%$  et  $1,2\%$ . Nous n'avons pas représenté l'ensemble des niveaux testés pour des besoins de clarté. On constate au travers de cette figure que le vieillissement à  $325^\circ\text{C}$

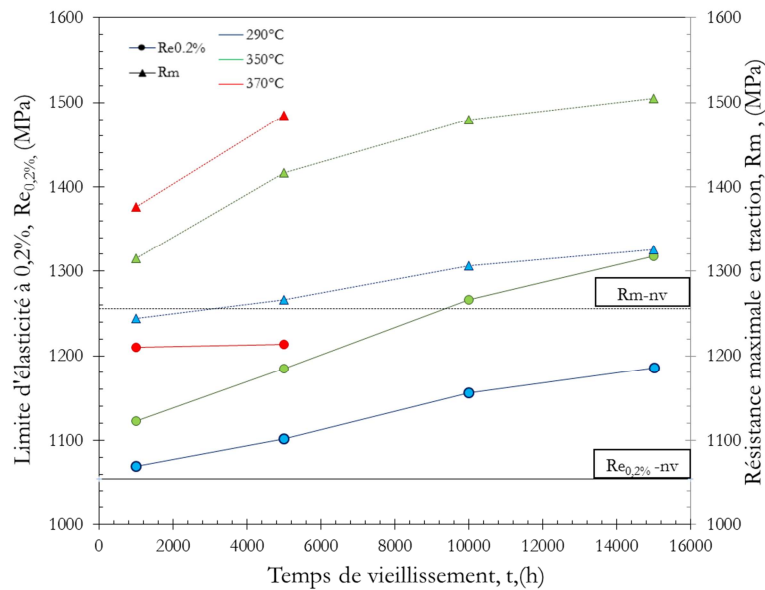
induit une augmentation du niveau de contrainte d'autant plus prononcée que le temps d'exposition est grand. Cela traduit un effet durcissant du vieillissement à 325°C sur le comportement cyclique de l'acier 15-5PH.



**Figure B-55 – Influence du vieillissement à 325°C sur le comportement cyclique à température ambiante de l'acier 15-5PH (boucles stabilisées – 15<sup>ème</sup> cycle)**

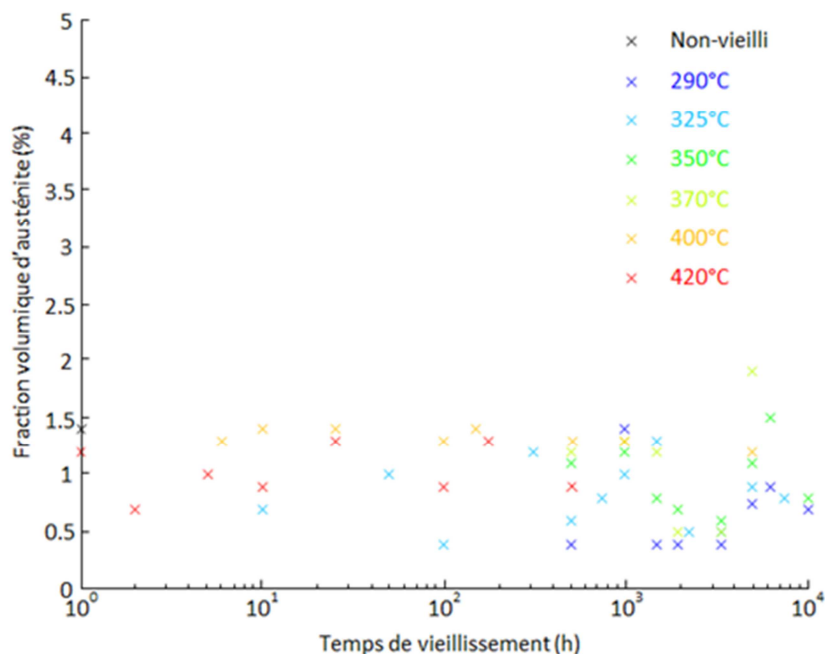
Intéressons-nous maintenant à l'origine du durcissement. Comme nous l'avons souligné dans l'étude bibliographique, les aciers inoxydables martensitiques à durcissement structural se fragilisent lors d'exposition prolongée en température pour des températures comprises entre 290°C et 450°C. Cette fragilisation est associée d'une augmentation de la limite d'élasticité et de la résistance à la traction maximale. Hugues [2] a observé un durcissement similaire en traction, comme le montre la **Figure B-56**. On observe une augmentation des propriétés mécaniques en traction,  $R_m$  et  $R_{e0,2\%}$ , pour des températures de vieillissements comprises entre 290°C et 370°C et des temps de vieillissement allant jusqu'à 15000 h. L'augmentation du niveau de contrainte en chargement cyclique symétrique s'apparente donc à une augmentation de la limite d'élasticité et la résistance maximale à la traction avec le vieillissement.

Le durcissement observé est l'effet de la formation et/ou l'évolution individuelle ou combinée des éléments microstructuraux suivants : (i) L'austénite de réversion, (ii) les précipités riche en cuivre, (iii) la phase G et enfin (iv) la décomposition spinodale de la martensite.



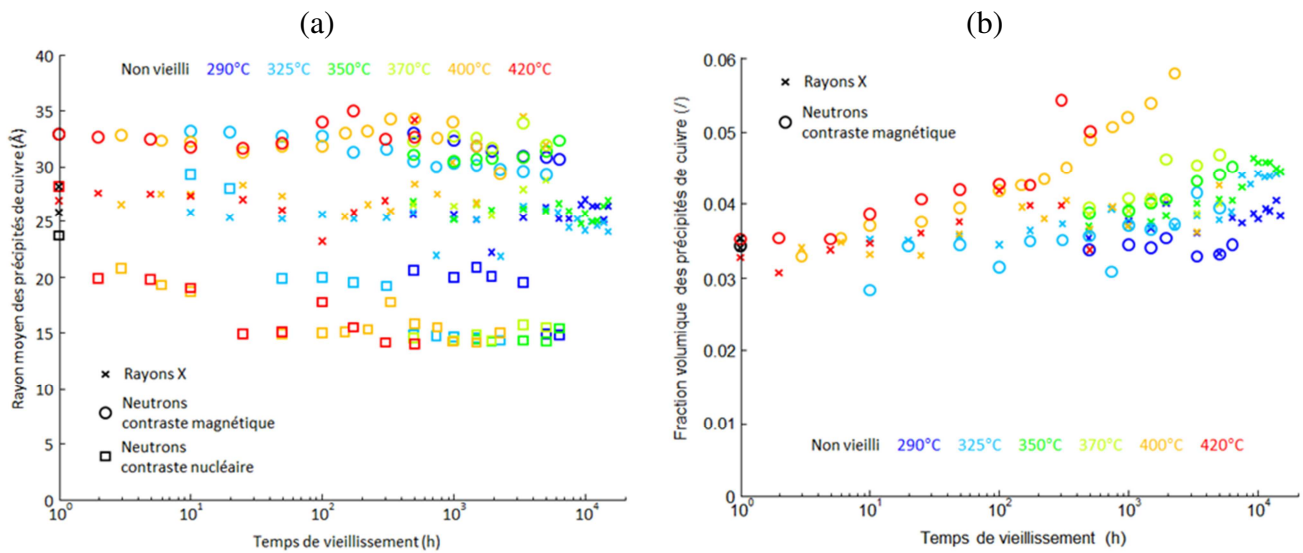
**Figure B-56 – Mise en évidence de l'augmentation de la limite d'élasticité et de la résistance à la traction maximale avec le vieillissement**

Les travaux de Couturier [1] présentés précédemment offrent des pistes d'explication. En effet, Couturier n'a pas noté d'évolution significative de la localisation et de la fraction volumique de l'austénite de réversion au cours du vieillissement, **Figure B-57**. Ainsi, au cours du vieillissement, aucune nouvelle nucléation d'austénite ne se produirait mais il y aurait plutôt une coalescence de cette phase.



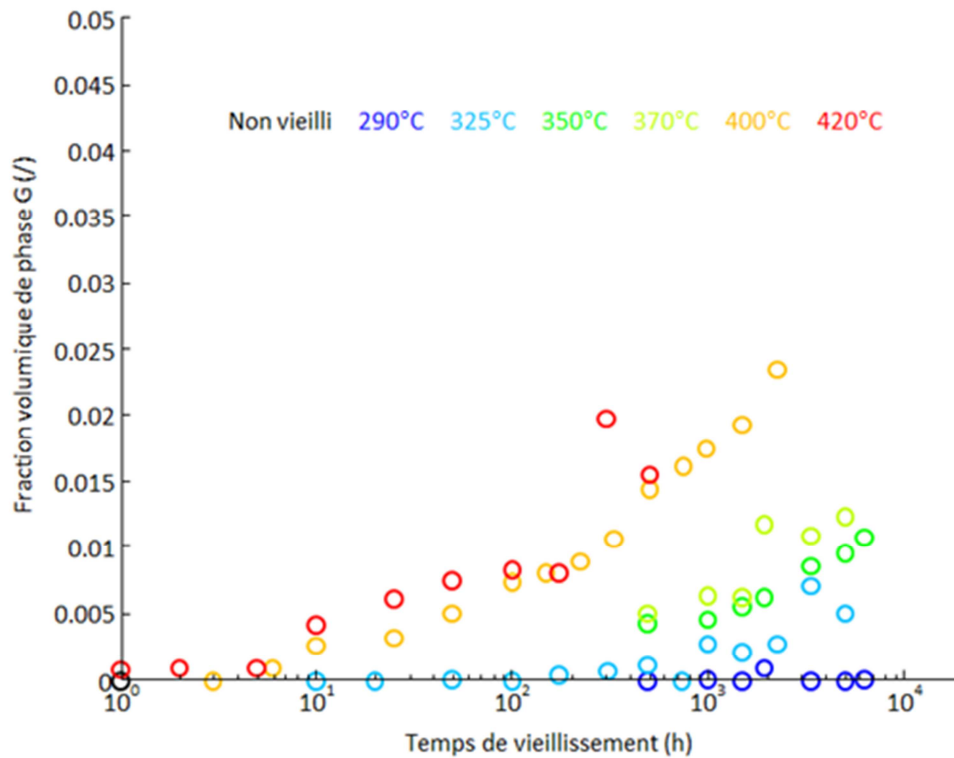
**Figure B-57 – Evolution de la fraction volumique d'austénite au cours des vieillissements aux différentes températures mesurée par traitement Rietveld des données de DRX [1]**

Pour la précipitation de cuivre, les résultats de Couturier [1] n'indiquent aucune évolution significative en termes de taille et de fraction volumique avec le vieillissement. Une illustration est la celle de la **Figure B-58**, qui compare l'évolution du rayon moyen de précipité de cuivre avec le vieillissement. On peut donc exclure ici la croissance des précipités riches en cuivre comme paramètre responsable de l'effet durcissant observé.



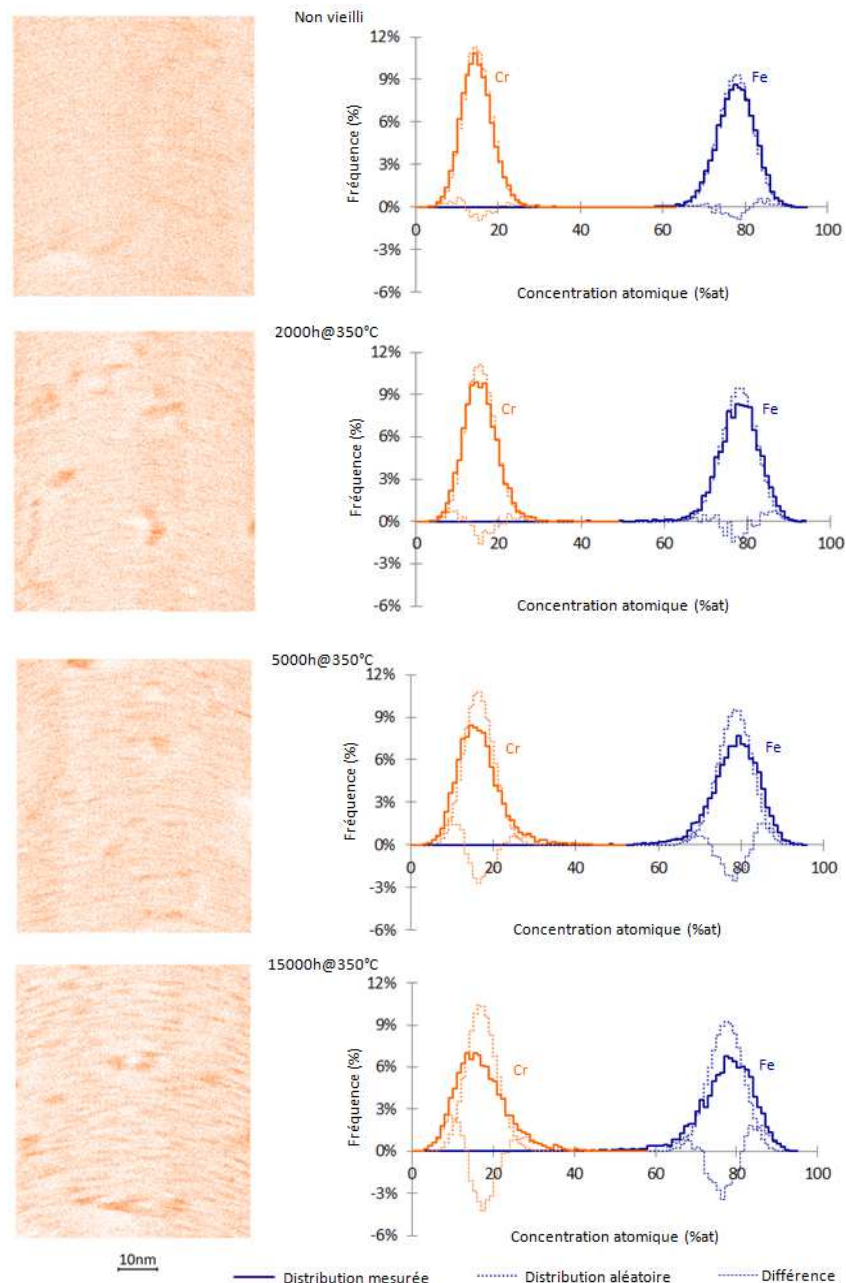
**Figure B-58 – Evolution de la précipitation de cuivre avec le vieillissement, (a) rayon moyen, (b) fraction volumique [1]**

Pour ce qui est de la phase G, sa faible taille et sa composition plutôt complexe ont fait que Couturier [1] n'a pu clairement l'observer qu'en sonde atomique tomographique à une échelle très locale et donc avec une faible statistique (**Figure B-59**). Ainsi, il n'a pu décrire sa formation et son évolution que de manière qualitative. Selon Couturier [1], la phase G précipite tout d'abord de manière hétérogène sur les précipités de cuivre, puis de manière homogène dans la matrice lorsque les vieillissements se poursuivent, pour des températures supérieures à 290°C. La fraction volumique de cette phase augmente au cours des vieillissements, jusqu'à atteindre des valeurs de l'ordre de grandeur de la fraction volumique des précipités de cuivre.



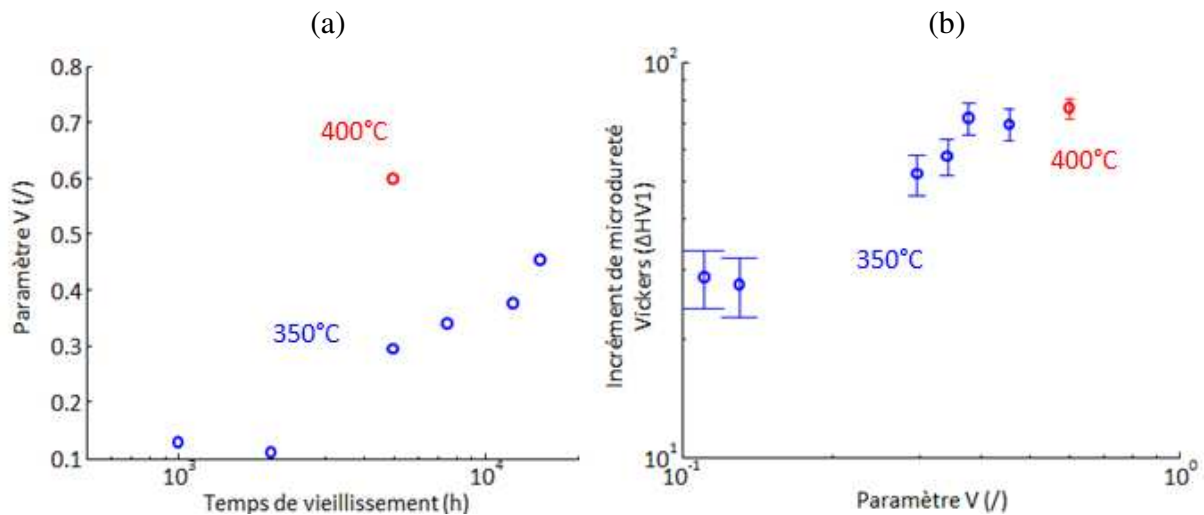
**Figure B-59 – Evolution de la fraction volumique de phase G avec le vieillissement [1]**

La décomposition spinodale de la martensite permettrait d'expliquer cet effet durcissant. Couturier [1] a mis en évidence cette décomposition spinodale au travers d'une analyse qualitative de l'évolution des fluctuations de la composition en chrome en sonde atomique tomographique sur des images représentant les atomes de chrome dans des volumes de matière vieillie pendant des durées différentes. La **Figure B-60** montre de telles images pour un vieillissement à 350°C. Chacune des images est associée à un histogramme représentant la distribution en fréquence d'occurrence des concentrations en chrome et en fer mesurées dans le volume. Cette observation montre qu'au cours du vieillissement, la distribution s'écarte de plus en plus d'une loi binomiale centrée représentée en pointillés. Cette loi binomiale représente la distribution qui devrait être mesurée si tous les atomes étaient répartis de manière aléatoire dans le volume comme c'est le cas dans une solution solide. Cet écart progressif avec la loi binomiale associée est donc le signe de l'avancement de la décomposition spinodale de la matrice.



**Figure B-60 – Visualisation de la formation de zones riches et pauvres en chrome dans des tranches d'épaisseur 10 nm de matière à différents stades de vieillissement à 350°C (images de gauche) et distributions de fréquence de concentration en chrome et fer dans la matrice du volume correspondant (histogrammes de droite) [1]**

L'intégrale de la valeur absolue de cette différence, appelé paramètre  $V$ , peut fournir une description quantitative indirecte de l'avancement de cette réaction. On observe sur la **Figure B-61-a** qu'il augmente avec le temps de vieillissement à 350°C et à la **Figure B-61-b** qu'il est, en plus, corrélé à l'augmentation de la microdureté Vickers du matériau, comme cela a déjà été montré pour d'autres alliages à base fer-chrome, Danoix et al. [14].



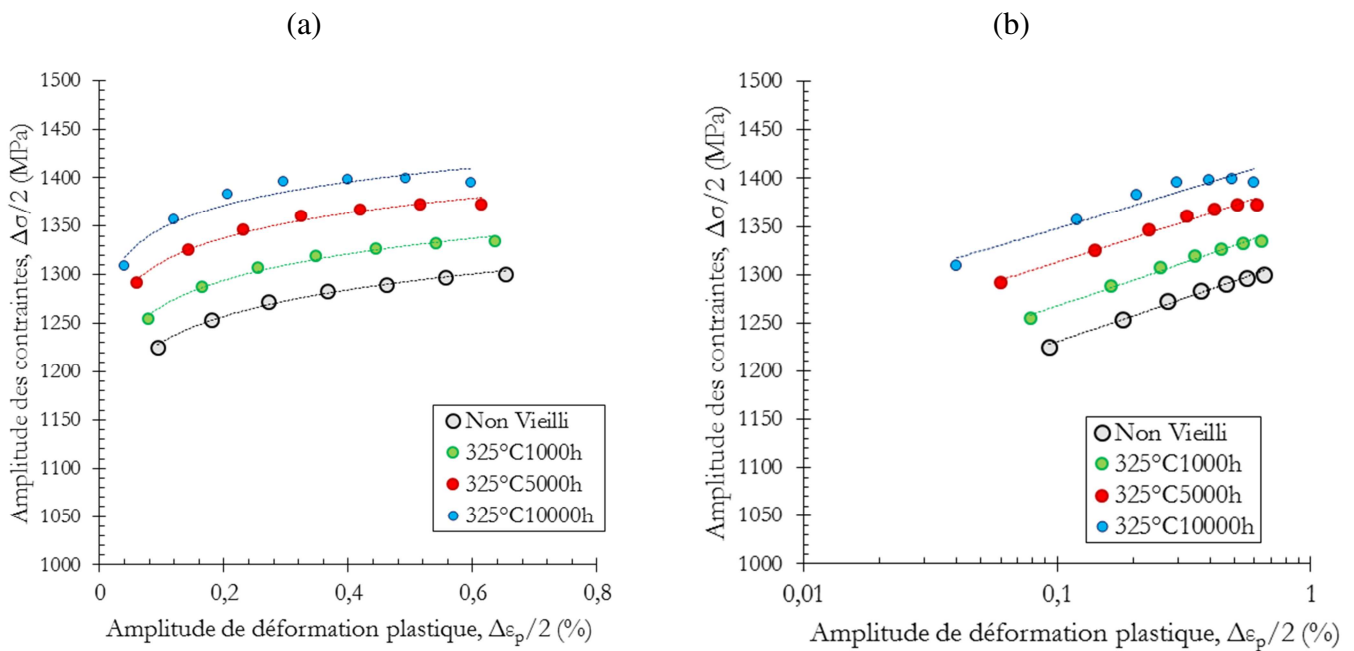
**Figure B-61 – (a) Evolution du paramètre  $V$  avec le temps de vieillissement et (b) mise en évidence de la corrélation entre ce paramètre et l'incrément de microdureté de l'alliage**

Nous venons de montrer que le durcissement cyclique découle directement du durcissement statique qui lui est lié principalement à la décomposition spinodale de la martensite. Intéressons-nous maintenant à l'érouissage cyclique de l'acier 15-5PH en fonction du vieillissement. La **Figure B-62-a** compare les courbes d'érouissage cyclique du matériau non vieilli et celle du matériau vieilli à 325°C pour l'ensemble des temps d'exposition considérés. On constate que les courbes d'érouissage cyclique présente une allure similaire, malgré les différences observées sur l'exposant d'érouissage et le facteur de résistance (**Tableau B-15**). Cette observation est encore plus flagrante si nous représentons ce résultat en échelle logarithmique. En effet, dans ce cas, **Figure B-62-b**, les courbes d'érouissage cyclique sont quasiment toutes parallèles entre elles. Ce résultat nous indique que la durée de vieillissement à 325°C n'aurait pas d'influence sur l'érouissage cyclique de l'acier 15-5 PH.

	$K'$ (MPa)	$n'$	Coefficient de régression $R^2$
Non vieilli	1321,4	0,0308	0,992
Vieilli 325°C/1000 h	1357,9	0,0299	0,9839
Vieilli 325°C/5000 h	1398,3	0,0274	0,9834
Vieilli 325°C/10000 h	1425,3	0,0252	0,9247

**Tableau B-15 – Coefficients d'érouissage cyclique pour l'acier 15-5PH vieilli à 325°C et testé à température ambiante**





**Figure B-62 – Effet du vieillissement à 325°C sur la courbe de consolidation cyclique de l’acier 15-5PH. (a) Echelle linéaire, (b) échelle logarithmique**

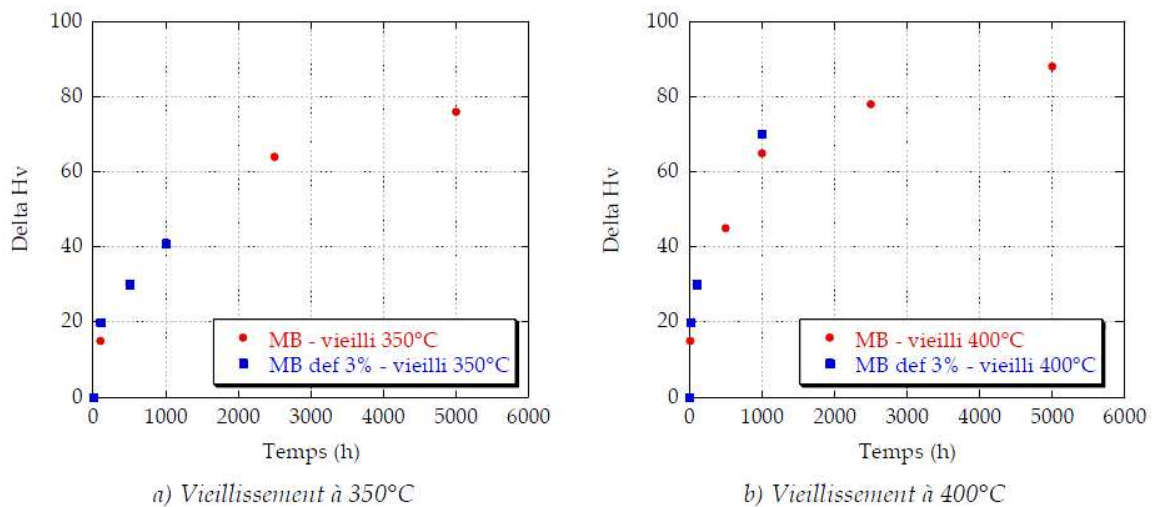
L’absence d’impact du vieillissement sur l’écrouissage cyclique de l’acier 15-5PH se traduit donc par : (i) un exposant d’écrouissage identique pour l’ensemble des vieillissements, (ii) un déplacement de la position du centre de la surface d’écrouissage identique quel que soit le vieillissement. Nous avons donc vérifié cela. Intéressons-nous premièrement à l’erreur faite sur le niveau de contrainte en utilisant un unique exposant d’écrouissage cyclique ( $n'$ ) pour l’ensemble des lois de consolidation cyclique. L’exposant d’écrouissage sélectionné correspond à celui de l’acier 15-5PH dans l’état de réception, à savoir 0,0308. Les nouvelles valeurs du paramètre  $K'$  sont donc, celles qui sont consignées dans le **Tableau B-16**. Les erreurs sur la contrainte obtenues avec l’exposant d’écrouissage  $n'$ -non vieilli comme exposant d’écrouissage pour l’ensemble des vieillissements testés à 325°C et celle obtenues avec les différents exposants d’écrouissage identifiées pour chacun des temps d’exposition à 325°C sont consignés en **Annexe 2**. Nous constatons que l’erreur maximum se situe est - 1,6%. Le vieillissement n’a donc pas d’impact sur l’écrouissage cyclique de l’acier 15-5PH vieilli à 325°C pour les temps d’expositions testées car l’on peut utiliser un unique exposant d’écrouissage sur les matériaux vieilli et non vieilli.

	$K'$ (MPa)	$n'$
Non vieilli	1321,4	0,0308
Vieilli 325°C/1000 h	1359,4	0,0308
Vieilli 325°C/5000 h	1404,5	0,0308
Vieilli 325°C/10000 h	1439,75	0,0308

**Tableau B-16 – Valeurs des coefficients d’écrouissage cyclique obtenus pour une unique valeur de  $n' = 0,0308$**



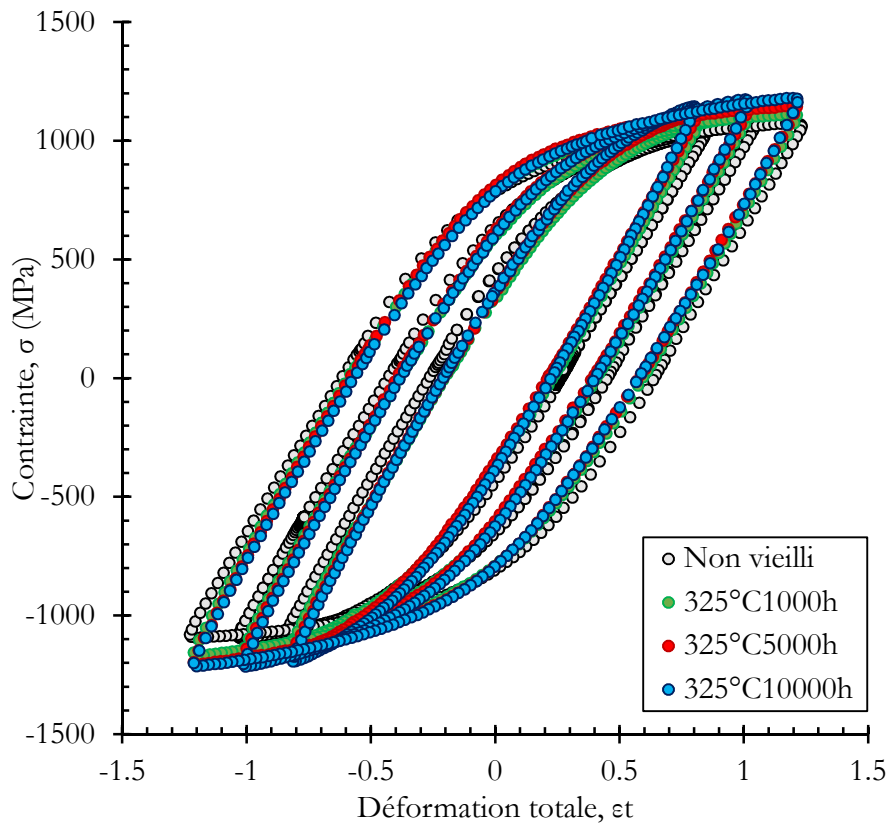
Ce résultat pourrait être dû à l'absence de la décomposition spinodale sur le mouvement des dislocations. Afin d'étudier l'impact de la décomposition spinodale sur le mouvement des dislocations, Hery [15] a réalisé des vieillissements à 350°C et 400°C sur des éprouvettes en acier 15-5PH préalablement déformées en traction (jusqu'à 3% de déformation totale). La **Figure B-63** présente les variations de dureté mesurées sur les éprouvettes déformées et non déformées. On constate une évolution de dureté comparable entre les éprouvettes déformées et non déformées. La déformation n'a donc pas d'effet sur la dureté et sur la cinétique de vieillissement. Le mouvement des dislocations ne serait donc affecté par la décomposition spinodale, ce qui serait à l'origine d'un écrouissage identique entre matériaux et non vieillis.



**Figure B-63 – Comparaison des duretés après des vieillissements à 350°C et 400°C, entre des éprouvettes déformées et non déformées [15]**

- **A 300°C**

Les boucles d'hystérésis stabilisées du matériau vieilli à 325°C, comparé au matériau non-vieilli à 300°C sont présentées à la **Figure B-64**, pour les niveaux de déformation imposée de 0,8%, 1% et 1,2%. Là encore, nous n'avons pas représenté l'ensemble des niveaux testés pour des soucis de clarté. Les résultats obtenus à 300°C présentent la même tendance que ceux obtenus à température ambiante en ce sens que les matériaux vieillis présentent des niveaux de contrainte plus importants que le matériau non vieilli. Le phénomène responsable de cette fragilisation du matériau reste aussi valable à hautes températures, comme l'a montré Hugues [2].

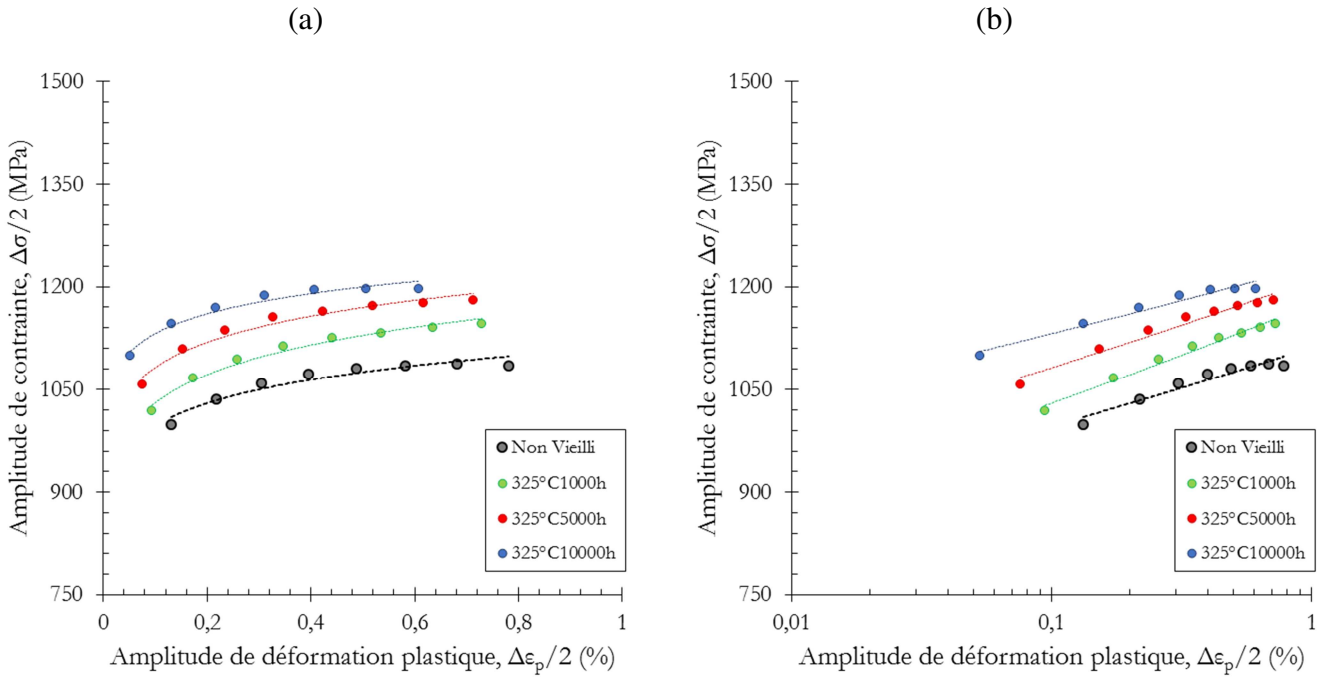


**Figure B-64 – Influence du vieillissement à 325°C sur le comportement cyclique à 300°C de l’acier 15-5PH**

L’analyse de l’érouissage cyclique à 300°C présente aussi la même tendance qu’à température ambiante. En effet, les courbes de consolidation cyclique des aciers vieillis et non vieillis sont parallèles entre elles (**Figure B-65**). Les paramètres de la courbe de consolidation cyclique obtenus sont ceux du **Tableau B-17**.

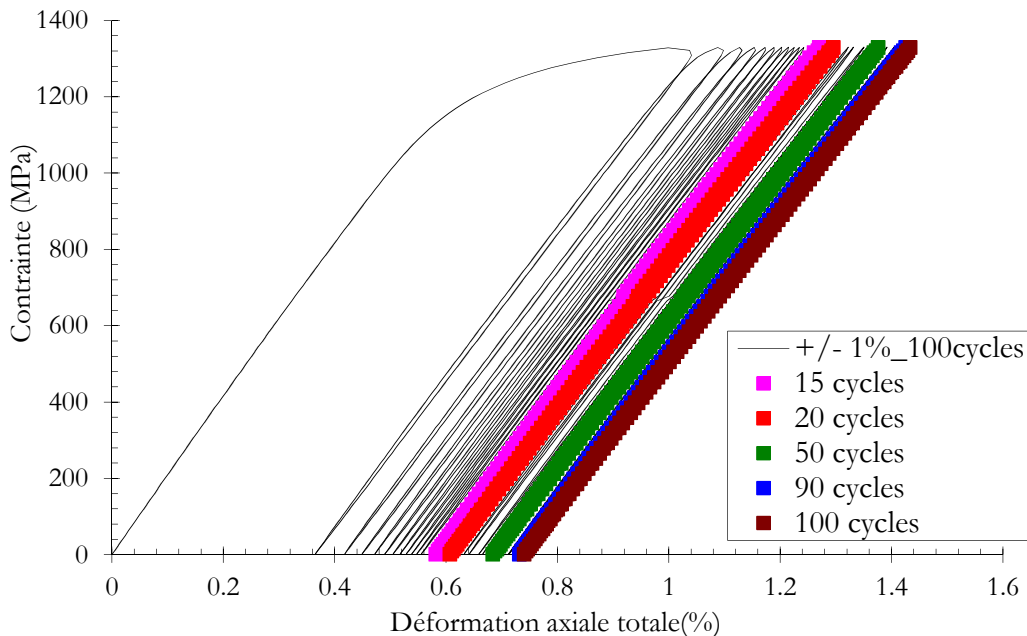
	$K'$ (MPa)	$n'$	Coefficient de régression $R^2$
Non vieilli	1321,4	0,0308	0,992
Vieilli 325°C/1000 h	1357,9	0,0299	0,9839
Vieilli 325°C/5000 h	1398,3	0,0274	0,9834
Vieilli 325°C/10000 h	1425,3	0,0252	0,9247

**Tableau B-17 – Valeurs des coefficients d’érouissage cyclique pour l’acier 15-5PH vieilli à 325°C à 300°C**

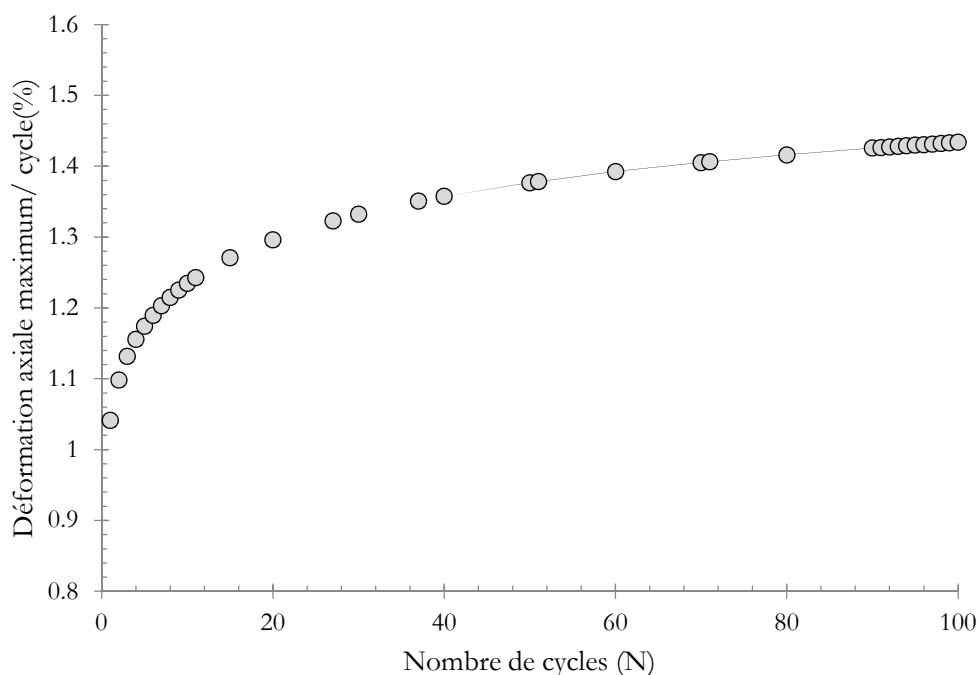


**Figure B-65 – Effet du vieillissement à 325°C sur la courbe de consolidation cyclique de l'acier 15-5PH à 300°C. (a) Echelle linéaire, (b) échelle logarithmique**

Nous avons réalisé une analyse en contrainte ou pour une seule condition de vieillissement à savoir 300°C/10000 h pour évaluer l'effet rochet sur acier vieilli. Le résultat présenté à la **Figure B-66** et à la **Figure B-67** révèle un léger effet rochet dès les premiers cycles et accommodation rapide.



**Figure B-66 – Réponse en déformation de l'acier 15-5PH vieilli à 300°C/10000 h pour un essai en contrainte imposée de maximale de 1300 MPa ( $R_\sigma = \sigma_{min}/\sigma_{max} = 0$ ) à température ambiante**



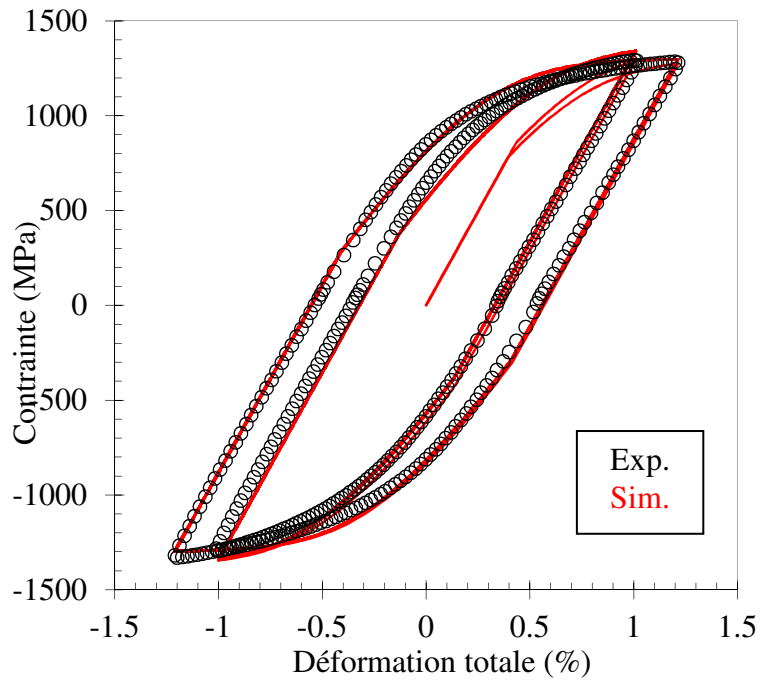
**Figure B-67 – Evolution de la déformation axiale en fonction du nombre de cycles**

#### B.3.3.3.2. Lois de comportement des matériaux vieillis

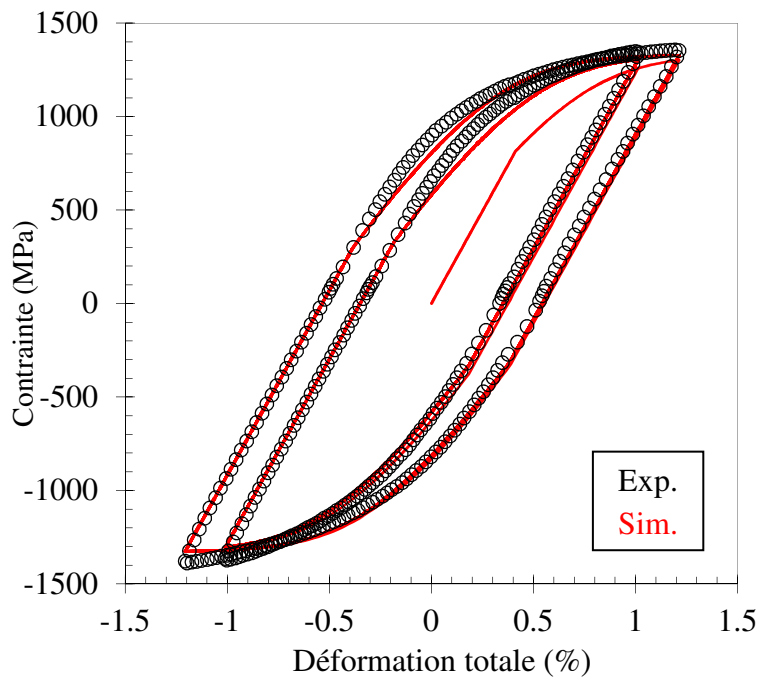
Les essais de comportement cyclique ont montré que le vieillissement n'avait pas d'impact significatif sur l'érouissage cyclique de l'acier 15-5PH : tout l'impact se concentre sur la limite d'élasticité et la contrainte maximale en traction. Pour confirmer ce résultat, nous avons effectué, grâce à l'outil Zébulon©, des simulations numériques du comportement cyclique des états vieillis en conservant les valeurs des paramètres  $C$  et  $\gamma$  de la loi d'Armstrong-Frederick de l'état non vieilli. Seul le paramètre  $R_0$  évolue avec le vieillissement, comme le montre le **Tableau B-18**. Pour des besoins de clarté, nous nous limitons à présenter les simulations obtenus à température ambiante sur les états vieillis à 300°C, 325°C et 350°C pour un temps d'exposition de 5000 h. Les **Figure B-68**, **Figure B-69** et **Figure B-70** présentent les comparaisons expérimentales numériques à  $\pm 1\%$  et  $\pm 1,2\%$  de déformation totale respectivement pour 300°C/5000 h, 325°C/5000 h et 350°C/5000 h. Les paramètres des lois d'érouissage correspondants sont mentionnés dans le **Tableau B-18**.

Temps	Vieilli à 300°C				Vieilli à 325°C				Vieilli à 350°C			
	$E$	$R_0$	$C$	$\gamma$	$E$	$R_0$	$C$	$\gamma$	$E$	$R_0$	$C$	$\gamma$
1000 h	207	776	270270	525	195	795	270270	525				
5000 h	207	787	270270	525	195	815	270270	525	207	858	270270	525

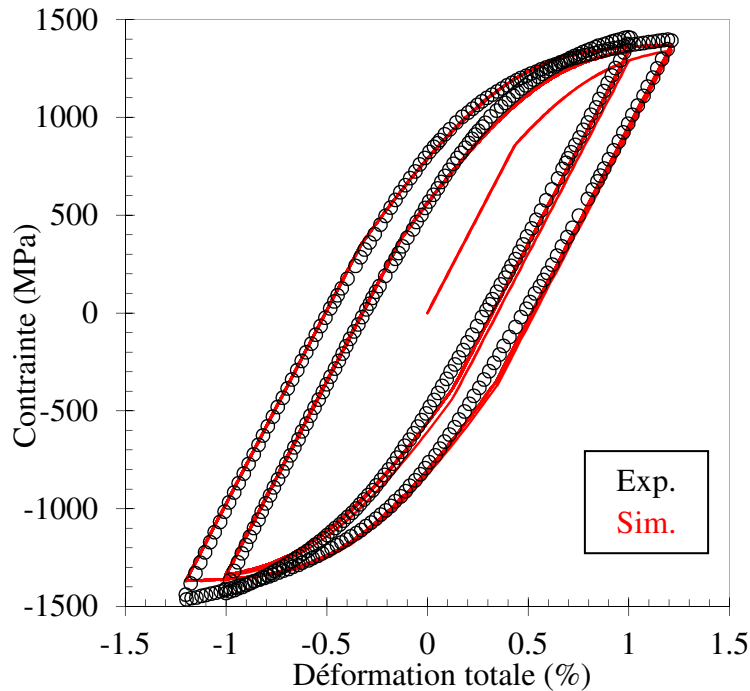
**Tableau B-18 – Loi de comportement des matériaux vieillis avec le vieillissement**



**Figure B-68 – Modèle de comportement élastoplastique de l'acier 15-5PH vieilli à 300°C/5000 h à l'ambiante, comparaison essai/simulation**



**Figure B-69 – Modèle de comportement élastoplastique de l'acier 15-5PH vieilli à 325°C/5000 h à l'ambiante, comparaison essai/simulation**



**Figure B-70 – Modèle de comportement élastoplastique de l’acier 15-5PH vieilli à 350°C/5000 h à l’ambiante, comparaison essai/simulation**

**Synthèse :**

*Sous chargements cycliques symétriques à amplitude de déformation imposée constante variant de  $\pm 0,2\%$  à  $\pm 1,3\%$ , à température ambiante et à 300°C, le comportement cyclique des matériaux vieillis s’apparente à celui du matériau à l’état de réception, en ce sens que l’ensemble des matériaux vieillis ne présentent pas d’évolution significative de l’étendue du domaine d’élasticité mais une évolution du centre de la surface de charge. Nous avons cependant noté une augmentation du niveau de contrainte avec le vieillissement. Cette augmentation, du même ordre que l’évolution de l’amplitude de la limite d’élasticité et de la résistance en traction monotone, est principalement due à la décomposition spinodale de la martensite. Enfin un effet rochet similaire est noté sur le matériau état de réception et matériau vieilli pour des sollicitations à déformation moyenne positive.*

## Bibliographie

- [1] L. Couturier, University of Grenoble, 2014.
- [2] J. Hugues, "Vieillissement thermomécanique d'un acier martensitique inoxydable à durcissement structural," University of Toulouse, 2014.
- [3] E. Hery, "Mechanical characterisation and investigation of thermal and thermomechanical aging mechanisms of martensitic stainless steel 15-5PH," *International Heat Treatment & Surface Engineering*, vol. 3, no. 1-2, pp. 1-2, 2009.
- [4] H. R. Habibi Bajguirani, "Contribution à l'étude des transformations structurales se développant dans l'alliage 15-5 PH, en particulier les mécanismes de précipitations durcissantes à base de Cu, par microscopie électronique en transmission et diffusion des rayons X aux petits angles. Relations avec les caractéristiques mécaniques," 1993.
- [5] H. Habibi Bajguirani, "The effect of ageing upon the microstructure and mechanical properties of type 15-5 PH stainless steel," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 338, no. 1, pp. 142-159, 2002.
- [6] J. Lemaitre, J.-L. Chaboche, A. Benallal, and R. Desmorat, *Mécanique des matériaux solides-3eme édition*. Dunod, 2009.
- [7] C. White, C. Bronkhorst, and L. Anand, "An improved isotropic—kinematic hardening model for moderate deformation metal plasticity," *Mechanics of Materials*, vol. 10, no. 1, pp. 127-147, 1990.
- [8] J. H. Wu and C. K. Lin, "Effect of strain rate on high-temperature low-cycle fatigue of 17-4 PH stainless steels," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 390, no. 1, pp. 291-298, 2005.
- [9] J. H. Wu, "High Temperature Mechanical Properties, Fatigue, and Fracture Behaviour of 17-4 PH Stainless Steel," 2003.
- [10] D. François, A. Pineau, and A. Zaoui, *Comportement mécanique des matériaux: Viscoplasticité, endommagement, mécanique de la rupture et mécanique du contact*. Lavoisier, 2009.
- [11] P. LE GROGNEC, A. LE VAN, and G. DE SAXCE, "Integration locale en elastoplasticite avec unecrouissage arbitraire."
- [12] G. de Saxcé and P. Le Grogne, "General formulation for local integration in standard elastoplasticity with an arbitrary hardening model," *Computers & structures*, vol. 81, no. 21, pp. 2099-2109, 2003.
- [13] S. Mannan, "Role of dynamic strain ageing in low cycle fatigue," *Bulletin of Materials Science*, vol. 16, no. 6, pp. 561-582, 1993.
- [14] A. W. Bowen and G. W. Leak, "Solute diffusion in alpha and gamma-iron," *Metall. Trans.*, vol. 1, no. 6, pp. 1675-1700, 1970.
- [15] E. Hery, "Caractérisation mécanique et étude des mécanismes de vieillissement thermique et thermomécanique de l'acier inoxydable martensitique 15-5PH, soudé par faisceau d'électrons," Toulouse, INPT, 2006.

**Chapitre C :**  
**Fissuration par fatigue de l'acier 15-5PH :**  
**Influence du vieillissement et de la**  
**température d'essai**





---

# Chapitre C

## Fissuration par fatigue de l'acier 15-5PH : Influence du vieillissement et de la température d'essai

---

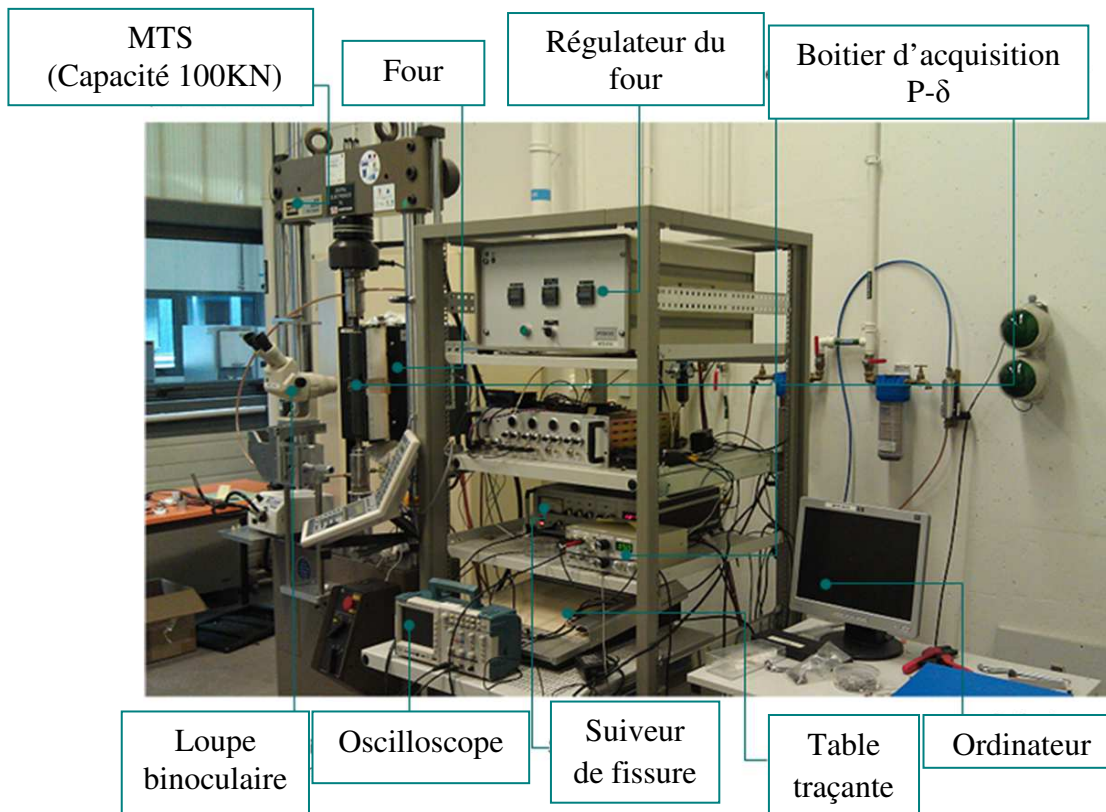
<b>C.1. MISE EN ŒUVRE EXPERIMENTALE.....</b>	<b>155</b>
C.1.1. EPROUVETTES .....	156
C.1.2. APPAREILLAGE .....	158
<i>C.1.2.1. Machines .....</i>	<i>158</i>
<i>C.1.2.2. Méthode de mesure de la longueur de fissure.....</i>	<i>158</i>
<i>C.1.2.3. Dépouillement et traitement des résultats.....</i>	<i>161</i>
<i>C.1.2.4. Observations micro-fractographiques .....</i>	<i>162</i>
<b>C.2. DEMARCHE ADOPTEE ET PROGRAMME D'ESSAI .....</b>	<b>163</b>
<b>C.3. FISSURATION PAR FATIGUE SUR MATERIAU NON VIEILLI.....</b>	<b>166</b>
C.3.1. FISSURATION SOUS AMPLITUDE DE CHARGEMENT CONSTANT (CA) .....	166
<i>C.3.1.1. Essai de référence : <math>R = 0,1</math>.....</i>	<i>166</i>
<i>C.3.1.2. Influence du rapport de charge.....</i>	<i>172</i>
<i>C.3.1.3. Effet d'environnement .....</i>	<i>175</i>
C.3.2. FISSURATION SOUS AMPLITUDE DE CHARGEMENT VARIABLE.....	177
<i>C.3.2.1. Essai de référence (type PREFFAS) .....</i>	<i>177</i>
<i>C.3.2.2. Variation du taux de surcharge.....</i>	<i>180</i>
<i>C.3.2.3. Influence de la périodicité des surcharges (Essai type V).....</i>	<i>182</i>
<i>C.3.2.4. Variation du nombre de surcharges (Type III) .....</i>	<i>182</i>
C.3.3. COMPORTEMENT EN FISSURATION A HAUTES TEMPERATURES .....	185

C.3.3.1. Fissuration sous amplitude de chargement constant (CA) .....	185
C.3.3.2. Fissuration sous amplitude de chargement variable (VA) à haute température .....	189
<b>C.4. FISSURATION PAR FATIGUE SUR MATERIAU VIEILLI.....</b>	<b>190</b>
C.4.1. COMPORTEMENT SOUS AMPLITUDE DE CHARGEMENT CONSTANT.....	190
C.4.1.1. Effet du rapport de charge .....	202
C.4.1.2. Effet de la température.....	207
C.4.1.3. Fissuration sous amplitude de chargement variable .....	208
C.4.2. QUELQUES ELEMENTS DE DISCUSSION SUR L'EFFET DU VIEILLISSEMENT ET DU RAPPORT DE CHARGE SUR LA PROPAGATION DES FISSURES DE FATIGUE DE L'ACIER 15-5PH AUX ETATS VIEILLIS A TEMPERATURE AMBIANTE .....	210
C.4.3. VERS UNE COMPREHENSION DU LIEN ENTRE TENACITE ET VIEILLISSEMENT : FRAGILITE INTERGRANULAIRE DE L'ACIER 15-5PH AVEC LE VIEILLISSEMENT.....	212
C.4.4. RELATION ESSAI DE COMPORTEMENT CYCLIQUE, FISSURATION PAR FATIGUE ET VIEILLISSEMENT .....	216
<b>BIBLIOGRAPHIE .....</b>	<b>219</b>

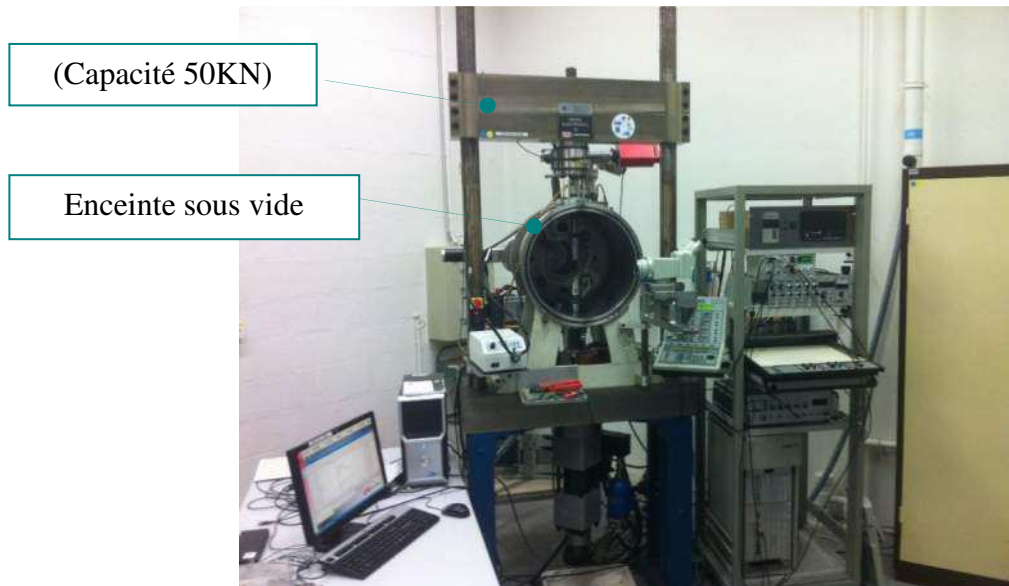
# Fissuration par fatigue de l'acier 15-5PH : Influence du vieillissement et de la température d'essai

## C.1. Mise en œuvre expérimentale

L'essai de fissuration consiste à appliquer à une éprouvette pré-entailée un chargement cyclique. La fissure amorcée à fond d'entaille progresse au cours du chargement cyclique. Sa longueur  $a$  est mesurée en fonction du nombre de cycles  $N$  en choisissant une ou plusieurs techniques de mesure. A partir des valeurs de  $a$  et  $N$  (une fois la pré-fissuration effectuée) on déduit les valeurs de vitesse de propagation de fissure. La **Figure C-1** montre le dispositif expérimental utilisé sous air, à température ambiante et à hautes températures, et la **Figure C-2**, le dispositif sous vide à température ambiante.



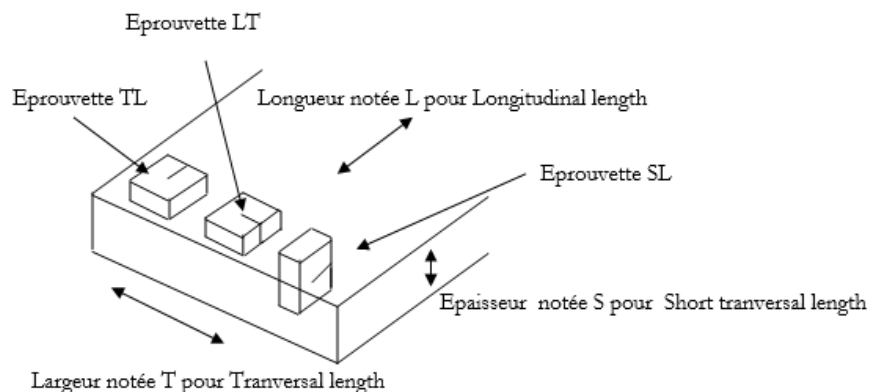
**Figure C-1 – Dispositif expérimental utilisé lors de nos essais de fissuration sous air à température ambiante et à hautes températures**



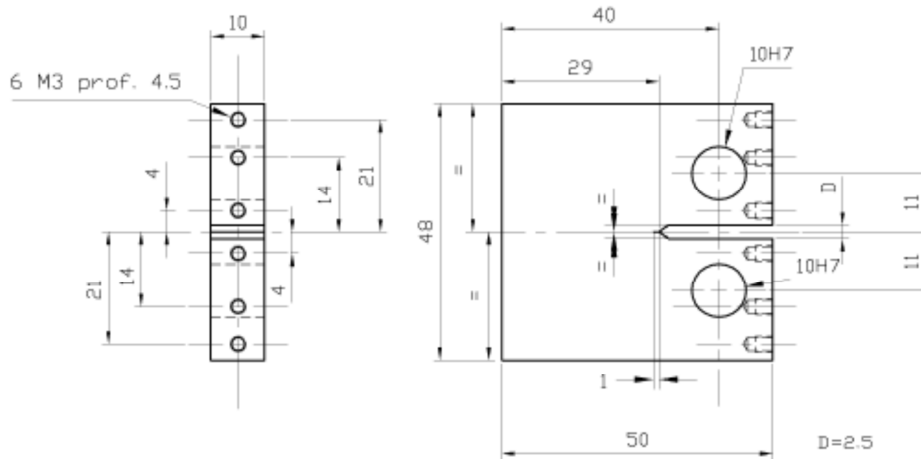
**Figure C-2 – Dispositif expérimental utilisé lors des essais sous vide à température ambiante**

### **C.1.1 Eprouvettes**

Les essais de fissuration ont été effectués sur des éprouvettes de type CT (Compact Tension) correspondant à la norme ASTM E647-95 [1]. Sauf indication contraire, l'ensemble des éprouvettes ont été prélevées dans le sens LT (**Figure C-3**) dans les blocs d'acier 15-5PH fournis par Aubert&Duval ( $L = 350$  mm,  $T = 140$  mm,  $S = 60$  mm). Les dimensions d'éprouvettes choisies sont :  $W = 40$  mm,  $B = 10$  mm, **Figure C-4**. Ce choix d'éprouvette a été fait en fonction de la forme des blocs de matière reçus, de la quantité de matière disponible, du type d'équipements possédés et de l'expérience du laboratoire. Avant chaque essai, les faces des éprouvettes CT testées ont été polies mécaniquement aux papiers abrasifs jusqu'au grade 4000, puis à la poudre diamantée jusqu'au  $1 \mu\text{m}$ . Chacune des éprouvettes a ensuite été pré-fissurée, sous un rapport de charge  $R = P_{min}/P_{max} = 0,1$  et à une fréquence de 20 Hz. La longueur de fissure en fin de pré-fissuration à partir du fond d'entaille est comprise entre 1 et 2 mm afin de s'affranchir de l'effet d'entaille.



**Figure C-3 – Illustration du sens de prélèvement des éprouvettes CT utilisés lors de nos essais**



**Figure C-4 – Plan d'éprouvette CT40 ( $W = 40$  mm,  $B = 10$  mm)**

Durant toute la durée de l'essai, la plasticité reste confinée en pointe de fissure. En effet, les dimensions de l'éprouvette CT40 utilisée pour les essais respectent les conditions imposées par la mécanique élastique linéaire de la rupture. Ainsi, le calcul de l'amplitude du facteur d'intensité des contraintes  $\Delta K$  ( $K_{max} - K_{min}$ ) nécessite la connaissance de la relation qui lie  $K$  au chargement et à la géométrie de l'éprouvette. Celle-ci s'exprime sous la forme suivante :

$$K = \frac{FY}{BW^{1/2}} \quad \text{pour } F > 0 \quad (1)$$

$$K = 0 \quad \text{pour } F \leq 0 \quad (2)$$

Dans le cas d'une éprouvette CT,  $Y$  est donné par la relation suivante :

$$Y = \frac{(2 + \alpha)(0.886 + 4.64\alpha - 13.32\alpha^2 + 14.72\alpha^3 - 5.6\alpha^4)}{(1 - \alpha)^{3/2}} \quad (3)$$

Avec :  $\alpha = \frac{a}{W}$ ,

$F$  : la charge (N)

$W$  : La distance entre l'axe d'application de la charge et le talon de l'éprouvette (m)

$B$  : l'épaisseur de l'éprouvette (m)

$a$  : la longueur de la fissure en (m), c'est-à-dire distance entre l'axe application de l'effort et la pointe de fissure.

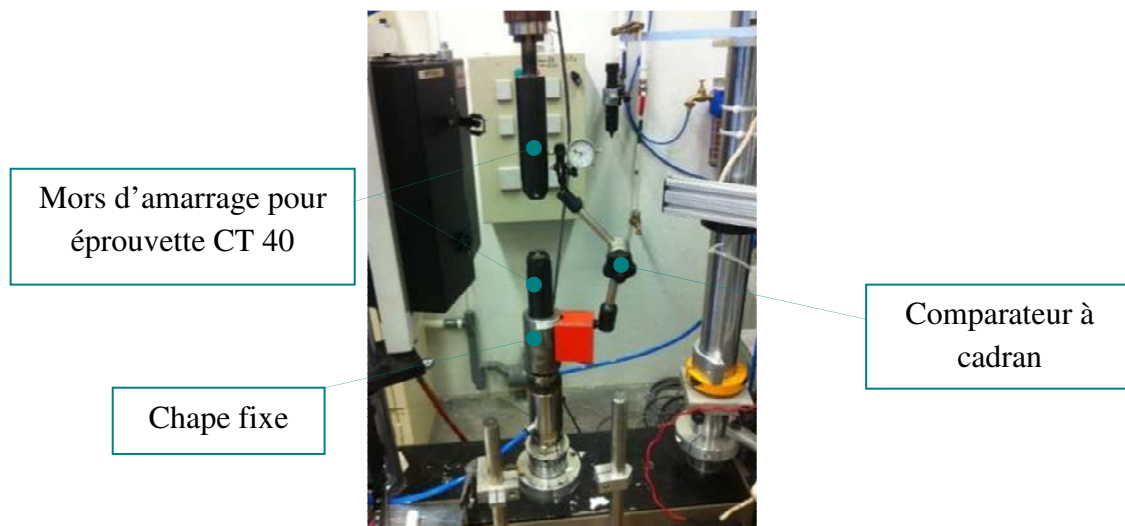
La condition de validité est définie par la relation ci-dessous, selon la norme ASTM E647-95 [1] :

$$W - a \geq \frac{4}{\pi} \left[ \frac{K_{max}}{R_f} \right]^2 \quad (4)$$

### C.1.2 Appareillage

#### C.1.2.1. Machines

Nous avons utilisé une machine servo-hydraulique de type MTS 810, présente dans le parc machine de l'Institut P'/ENSMA et répondant aux exigences en terme d'alignement des axes de chargement, dont l'un relié à cellule de charge et l'autre au vérin. La précision obtenue était une axialité :  $\pm 0,05$  mm et une concentricité :  $\pm 0,05$  mm, dans l'espace d'essai où étaient placés l'ensemble amarrage-éprouvette, afin d'éviter la formation d'un front de fissure dissymétrique. Pour réaliser l'alignement nous avons utilisé un comparateur à cadran, **Figure C-5**. Nous nous sommes servis d'une chape libre en rotation (vérin hydraulique). La machine MTS 810 est capable de maintenir un chargement d'amplitude constante pendant la durée de l'essai (asservissement en effort), avec des cycles de formes différentes (sinusoïdale, triangle, etc.) et dans une gamme de fréquence allant de 0,002 Hz à 50 Hz environ.



**Figure C-5 – Illustration de l'alignement des mors d'amarrage pour les essais sur éprouvettes CT**

#### C.1.2.2. Méthode de mesure de la longueur de fissure

Le suivi de la longueur de la fissure pendant la durée d'essai a été réalisé à l'aide des deux méthodes décrites ci-dessous :

##### C.1.2.2.1. Méthode optique

Cette méthode a principalement été utilisée pour calibrer les courbes de suivi de potentiel et lors de la phase de pré-fissuration. Un oculaire de grossissement assez faible (sensibilité de 0,01 mm) équipé d'un vernier, montée sur table micrométrique (précision de  $\pm 10$   $\mu$ m) a été utilisé, **Figure C-6**. Ce dispositif a notamment permis de vérifier que l'avancée de la fissure est quasi identique sur les deux faces de l'éprouvette. Ainsi, lorsqu'un écart d'avancée de la fissure est constaté sur une face de la fissure par rapport à l'autre, celui-ci est corrigé en plaçant des clinquants entre les goupilles d'amarrage de l'éprouvette et les trous de goupille des mors. Les clinquants créent ainsi un léger désalignement de la direction de

sollicitation. L'effort appliqué est donc sensiblement supérieur du côté où les clinquants sont placés. Ce côté de l'éprouvette est donc plus fortement sollicité, cela permet une augmentation de la vitesse d'avancée locale de la fissure et assure un front de fissure quasi-rectiligne.



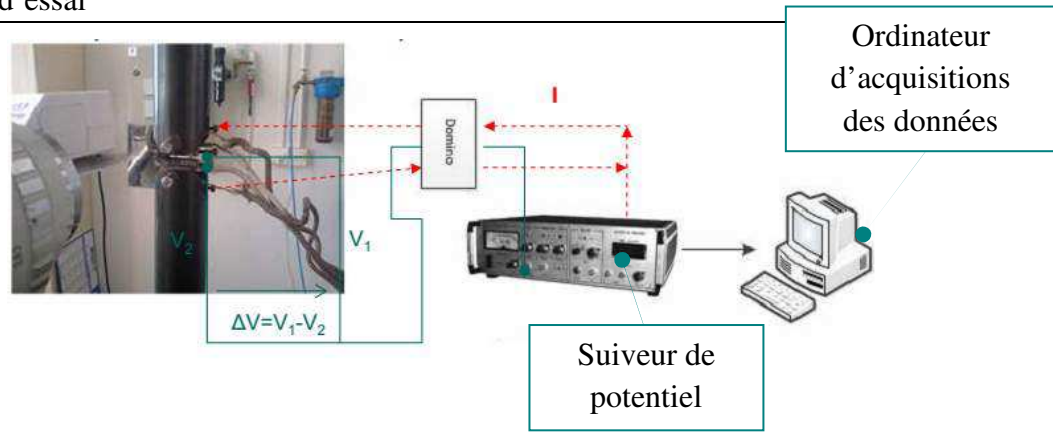
Loupe  
binoculaire

**Figure C-6 – Dispositif de suivi optique**

#### C.1.2.2.2. La méthode de suivi de différence de potentiel (DDP)

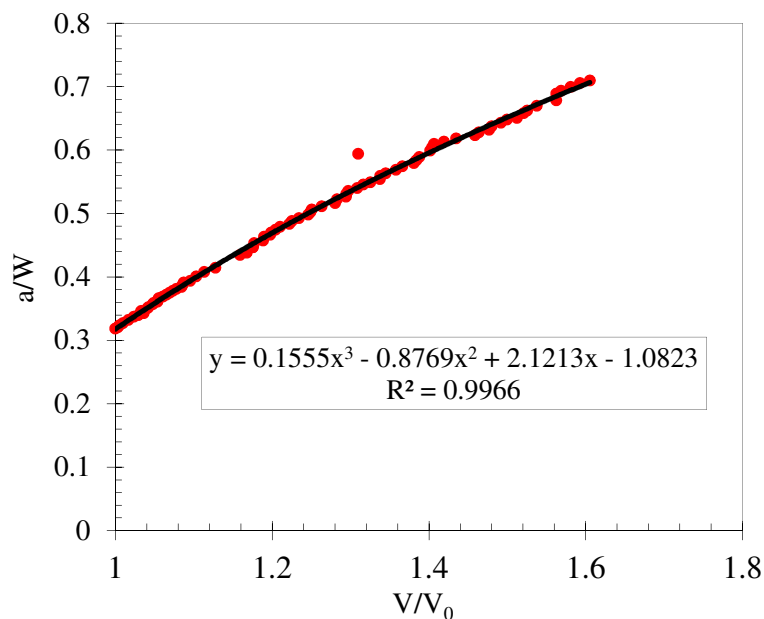
Cette méthode suppose le matériau électriquement isotrope. Elle est très utilisée, notamment parce qu'elle est applicable dans un large domaine de température, de fréquence et d'environnements et qu'elle permet une automatisation des essais. C'est pour ces raisons que nous l'avons choisie. Basée sur la mesure de la variation de résistivité d'un corps fissuré, elle consiste à faire passer un courant électrique constant dans l'éprouvette (isolée du reste de la machine), à mesurer de part et d'autre de l'entaille la tension qui en résulte. Dans notre cas le courant est de 1 A. Cette tension augmente au fur et à mesure que la fissure progresse (loi d'Ohm), **Figure C-7**. Un étalonnage préalable (dépendant de la géométrie de l'éprouvette mais pas de sa taille) permet d'établir la relation entre la tension électrique et la longueur de fissure. On peut donc ainsi avoir accès à la longueur moyenne de la fissure dans l'épaisseur. Nous avons utilisé la technique du courant continu haché car, avec l'application de la méthode de courant continu, les mesures effectuées peuvent être perturbées par les bruits, les dérives électriques et les effets thermoélectriques.





**Figure C-7 – Dispositif de suivi de potentiel**

La relation entre la tension électrique mesurée ( $V$ ) et la longueur de la fissure ( $a$ ) a été établie par une courbe de calibration  $a/W = f(V/V_0)$ ,  $V_0$  étant la tension de référence, pour la fissure de longueur  $a_0$  en début d'essai. Cette courbe de calibration a été établie sur l'alliage de l'étude dans son état non-vieilli, à température ambiante, sous amplitude de chargement constante ( $R = 0,1$ ) et sur une éprouvette CT40, la longueur de fissure étant mesurée par suivi optique. Le résultat obtenu est présenté sur la **Figure C-8**.

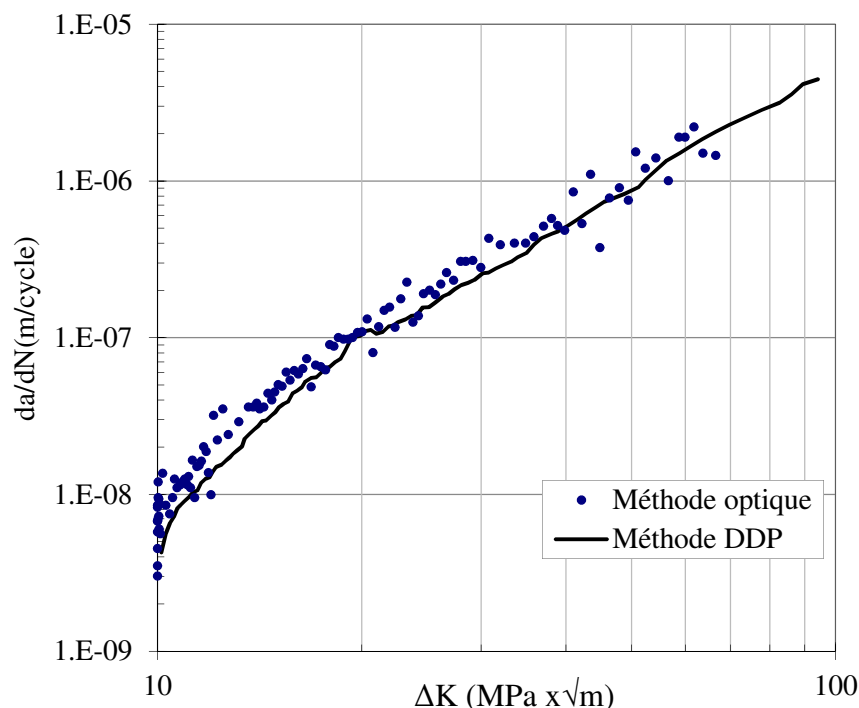


**Figure C-8 – Polynôme de calibration de l'éprouvette CT40 en acier 15-5PH**

L'équation de calibration est donc de la forme suivante :

$$\frac{a}{W} = 0.1553 \left( \frac{V}{V_0} \right)^3 - 0.8769 \left( \frac{V}{V_0} \right)^2 + 2.1213 \left( \frac{V}{V_0} \right) - 1.0823 \quad (5)$$

La **Figure C-9** compare la courbe de fissuration par fatigue obtenue par la méthode de suivi optique et celle obtenue par la méthode de suivi de potentiel. Sur toute l'étendue de  $\Delta K$  examinée, on note une bonne concordance entre les deux courbes.



**Figure C-9 – Comparaison entre la courbe de fissuration de l'acier 15-5PH obtenue par la méthode de suivi optique et celle obtenue par la méthode de suivi de potentiel (Essai à  $R = 0,1$ ,  $f=20$  Hz, température ambiante)**

La nature du matériau (résistivité) et les conditions expérimentales (température environnement, longueur des fils d'arrivée de courant et de prise de potentiel) sont prises en compte dans la tension de référence  $V_0$ , Donald et al. [2]. La courbe de calibration est donc indépendante de la tension de départ suite à la normalisation de la tension mesurée ( $V$ ) par la tension de référence  $V_0$  relevée en début d'essai pour la longueur de pré-fissuration  $a_0$ .

### C.1.2.3. Dépouillement et traitement des résultats

Rappelons que le comportement en fissuration est rapporté en termes de vitesse de fissuration  $da/dN$  en fonction de la variation  $\Delta K$ . La vitesse de fissuration ( $da/dN$ ) représente l'avancée de la fissure pendant un cycle de fatigue appliqué, c'est-à-dire que pour une longueur de fissure ( $a$ ), la fissure avance d'une distance  $da$  pendant que l'effort appliqué sur l'éprouvette varie de sa valeur minimale  $P_{min}$  à sa valeur maximale  $P_{max}$ . La variation  $\Delta K$  s'exprime en fonction de ( $a$ ) et de la variation d'effort sur le cycle  $\Delta P = P_{max} - P_{min}$ . D'un point de vue expérimental, il n'est pas possible de mesurer durant l'essai l'avancée de la fissure à chaque cycle, car celle-ci est inférieure à la résolution du moyen de mesure. La valeur de vitesse calculée est une moyenne, c'est-à-dire la différence de deux longueurs de fissure mesurées à deux instants divisée par le nombre de cycles écoulés entre ces deux

instants. La vitesse de propagation est ainsi déterminée à partir des couples de valeurs  $a_i-N_i$ , par la méthode de la sécante régit par les équations (6) et (7) ci-dessous :

$$\bar{a} = \frac{a_i + a_{i+1}}{2} \quad (6)$$

$$\frac{da}{dN} = \frac{a_{i+1} - a_i}{N_{i+1} - N_i} \quad (7)$$

$\bar{a}$  représentant la longueur de fissure moyenne et  $\frac{da}{dN}$  la vitesse de propagation.

L'amplitude du facteur d'intensité des contraintes correspondant est définie par les relations (9) et (10), de la norme ASTM E647.

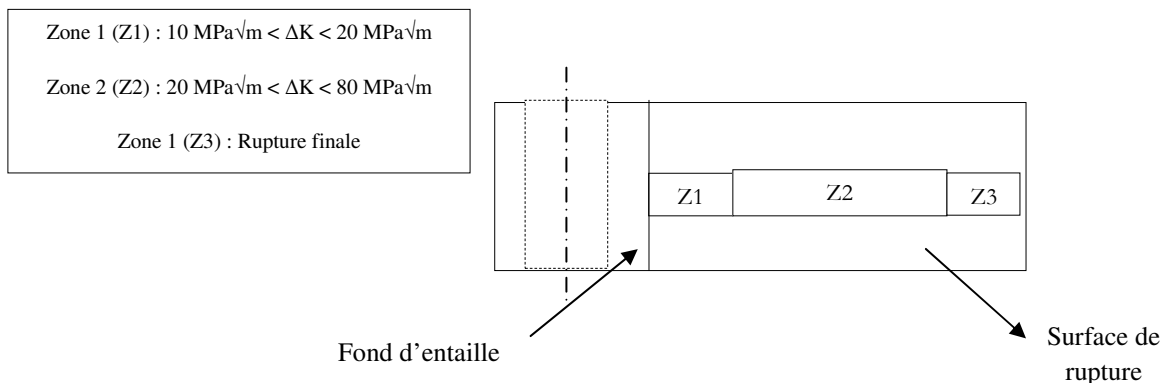
$$\Delta K = \frac{\Delta P \times Y(\bar{a})}{B \times W^{\frac{1}{2}}} \quad (8)$$

$$Y(\bar{a}) = \frac{(2 + \bar{a})(0.886 + 4.64\bar{a} - 13.32\bar{a}^2 + 14.72\bar{a}^3 - 5.6\bar{a}^4)}{(1 - \bar{a})^{\frac{3}{2}}} \quad (9)$$

$$\Delta K = K_{\min} - K_{\max} \text{ et } R = \frac{K_{\min}}{K_{\max}} \quad (10)$$

#### C.1.2.4. Observations micro-fractographiques

L'examen des éprouvettes fissurées a été réalisé par microscope optique et par microscopie électrique à balayage (MEB). Grâce à la microscopie électronique à balayage, il est possible d'identifier les modes de rupture, par analyse qualitative des faciès (stries de fatigue, cupules, intergranulaire, clivage). Les observations au microscope électronique à balayage ont été réalisées à l'aide d'un MEB JEOL 6400 et d'un MEB FEG 7000 utilisé en détection d'électron secondaire disponible à l'institut P'/DPMM. La méthodologie utilisée est schématisée sur la **Figure C-10**.



**Figure C-10 – Zones considérées pour l'observation des faciès de rupture**

---

## C.2. Démarche adoptée et programme d'essai

Pour mener à bien cette étude, nous avons procédé en trois étapes.

La première étape consiste à analyser le comportement en fissuration sous amplitude de chargement constante (CA) et variable (VA) de l'acier 15-5PH à son état de réception afin d'évaluer l'influence de paramètres extrinsèques à température ambiante. Sous CA, on examinera notamment si l'acier 15-5PH présente un comportement en fissuration semblable au comportement exhibé par d'autres nuances d'aciers inoxydables martensitiques durcis par précipitation pour lesquels nous disposons de données sur les vitesses de fissuration. Cela nous donnera un aperçu de l'influence des traitements thermiques de revenu initiaux sur la réponse en fissuration de cet alliage. Sous VA, il s'agit dans un premier temps de caractériser l'effet retard sur la vitesse de propagation dans l'acier 15-5PH, puis d'étudier le comportement en fissuration de l'acier 15-5PH sous un spectre représentatif des conditions réelles en service. La deuxième étape est consacrée à l'examen de l'effet de hautes températures sur les différents phénomènes identifiés à température ambiante, aussi bien sous amplitude de chargement constant que variable. Enfin la troisième étape s'intéressera à l'impact du vieillissement sur le comportement en fissuration à température ambiante et à hautes températures de l'acier 15-5PH.

*NB : Sauf indication contraire, l'ensemble des essais du programme d'essai présenté ci-après ont été conduits en contrôle de charge, avec un signal sinusoïdal, à une fréquence de 20 Hz, la valeur de  $\Delta K$  initiale lors de la phase de pré-fissuration de chacun des essais est fixée à  $10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , à  $R = 0,1$ . Les essais ont été pilotés par ordinateur via le logiciel *Advanced Crack Growth*®.*

Le programme d'essai qui en découle rassemble 64 essais répartis comme suit :

- **Etape 1 : fissuration par fatigue de l'acier 15-5PH à l'état non vieilli**

**Essais sous amplitude de chargement constant (CA), Figure C-11-a :** A travers ces essais, nous nous sommes intéressés à l'influence du sens de prélèvement, à l'effet du rapport de charge ( $R$ ), et enfin à la différence air/vide à température ambiante. Ces environnements distincts sont donc :

- Air ambiant : sans contrôle des conditions environnementales, avec une température variant de  $20^\circ\text{C}$  à  $25^\circ\text{C}$  ;
- Vide secondaire, à une pression de  $3.10^{-9}$  bar.

**Essais sous amplitude de chargement variable (VA), Figure C-11-b :** Nous avons débuté avec un essai de surcharge périodique de type PREFFAS, qui nous servira de référence pour tous les essais sous VA. Il s'agit d'un essai avec une surcharge ponctuelle tous les 1000 cycles comme suit : (i) cyclage sous (CA) à  $R = 0,1$  pendant 999 cycles, (ii) application de la surcharge ( $\tau = P_{\text{pic}}/P_{\text{max}} = 1,7$ ), (iii) retour sous (CA).

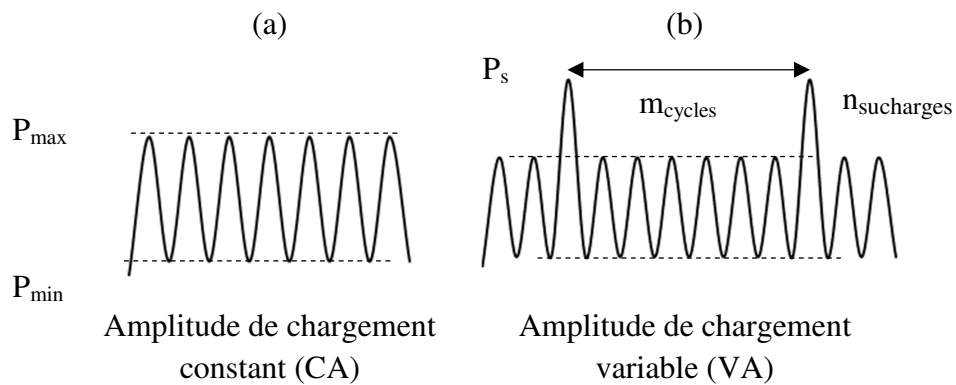
Les essais supplémentaires visent à : (i) améliorer la compréhension de l'effet de surcharge sur la vitesse de fissuration et enfin (ii) d'évaluer la contribution de l'effet retard

pour d'autres valeurs du rapport (nombre de cycles de base/ nombre de surcharges). Nous avons ainsi fait varier dans un premier temps le rapport de surcharge  $\tau$  (essai type I), ensuite la périodicité des surcharges (essai type II), puis le nombre de surcharge (essai type III), et enfin la rapport de charge du chargement de base (essai type IV). Cette caractérisation est complétée par des essais sous spectre qui fait l'objet du paragraphe suivant.

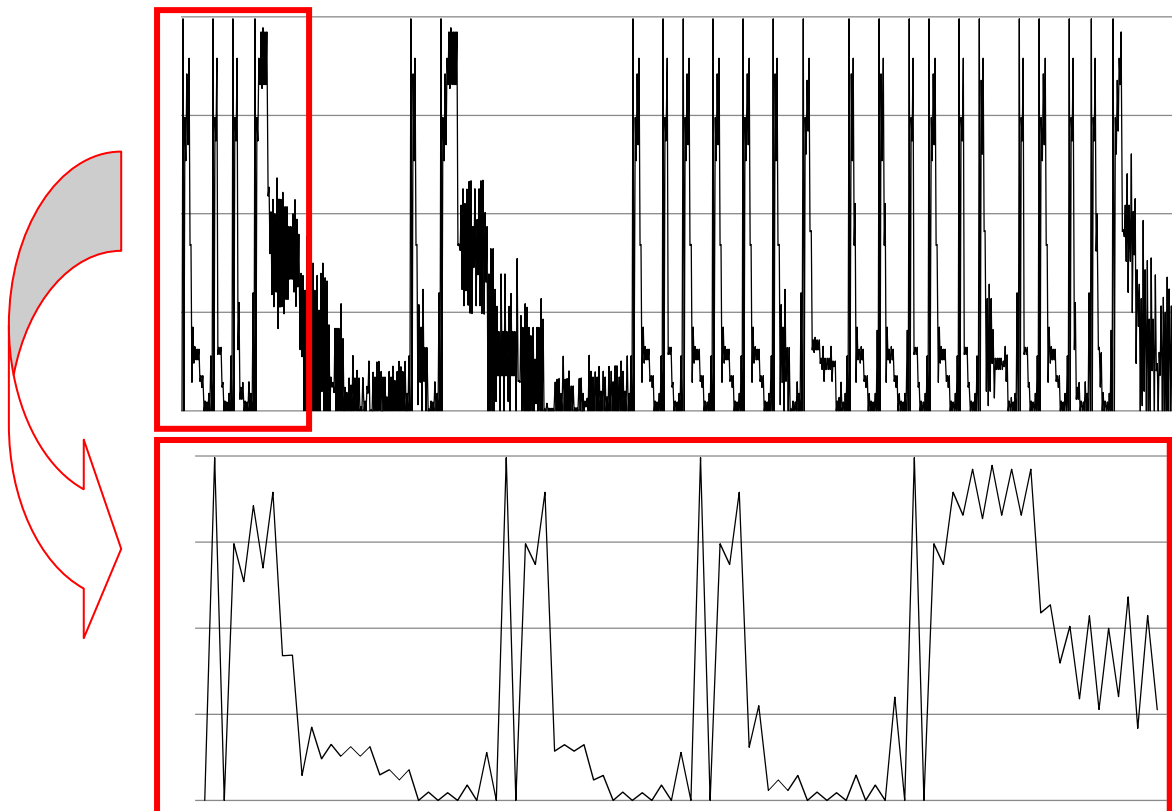
**Essais sous Spectre Mât Réacteur (SMR), Figure C-12 :** Le spectre aéronautique utilisé est un spectre appliqué sur les mâts réacteur d'avions commerciaux. Il a été fourni par Airbus Commercial Airplanes. Ce spectre représente une séquence de 4500 vols représentatifs des missions. Le fichier fourni contient 104906 cycles d'amplitude variable, tronquée à 0 et adimensionnée. Afin d'avoir une durée d'essai raisonnable sur une éprouvette CT40, la valeur maximale du spectre a été fixé à 5 kN. Le spectre est appliqué avec une fréquence de 10 Hz. Ces essais ont été effectués afin d'évaluer l'effet d'histoire de chargement représentative d'un chargement réel de mât de réacteur. Pour des raisons de confidentialité, il n'est mentionné aucune valeur sur le spectre (SMR), seule l'allure du spectre est présentée. L'ensemble des essais réalisés dans cette étape est consigné dans le **Tableau C-1**.

Type de chargement		Cycles de base				Surcharges			
		$P_{min}$ (kN)	$P_{max}$ (kN)	$\Delta P$ (kN)	$R$	$m$	$n$	$\tau$	$P_{pic}$ (kN)
CA		0,0359	0,395	3,558	0,01	—	—	—	—
		3,953	0,395	3,558	0,1*	—	—	—	—
		2,372	5,930	3,558	0,4	—	—	—	—
		8,302	11,860	3,558	0,7**	—	—	—	—
VA	PREFFAS	0,0359	0,395	3,558	0,1	999	1	1,7	6,720
	Type I	0,0359	0,395	3,558	0,1	999	1	1,3	5,139
		0,0359	0,395	3,558	0,1	999	1	2	7,907
	Type II	0,0359	0,395	3,558	0,1	99	1	1,7	6,720
		0,0359	0,395	3,558	0,1	9999	1	1,7	6,720
	Type III	0,0359	0,395	3,558	0,1	9999	10	1,7	6,720
Type IV	2,372	5,930	3,558	0,4	999	1	1,7	6,720	
SMR		0	5	104906 cycles d'amplitude variable = 4500 vols					
* : Essai réalisé dans deux sens de prélèvement (LT et TL)									
** : Essai réalisé sous air et sous vide à température ambiante									
$n$ : nombre de surcharges, $m$ : période des surcharges, $S_s$ : charge à la surcharge									

**Tableau C-1 – Programme d'essais de fissuration**



**Figure C-11 – Histoires de chargement appliquées (a) CA, (b) VA**



**Figure C-12 – Séquence typique observé sur des composants de mât-réacteur (SMR)**

- **Etape 2 : Etude de l'influence de la température**

Pour étudier l'influence de la température sur le comportement en fissuration sous (CA), les essais ont été conduits à 300°C, 350°C et 400°C. Les essais sous (VA) ont uniquement été réalisés à 300°C.

Par ailleurs, l'étude bibliographique a montré que la fréquence peut avoir un impact non négligeable sur la vitesse de propagation et les mécanismes de rupture à hautes températures (400°C et 500°C) dans les aciers inoxydables martensitiques à durcissement structural. Pour étudier l'effet de la fréquence dans le cas de l'acier 15-5PH, des essais de

fissuration supplémentaires à  $R = 0,1$  à  $\Delta K$  constant  $25 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  puis égal à  $35 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  ont été réalisés à  $300^\circ\text{C}$ , pour des fréquences allant de 0,002 à 20 Hz. Ce type d'essai permet de générer un ensemble de données de vitesses de propagation en fonction de la fréquence. Pour ces essais, lorsque la fissure a progressé de plus de 1 mm à une fréquence donnée, la fréquence de chargement est modifiée jusqu'à ce que toutes les fréquences choisies aient été appliquées sur le même échantillon. L'effet de fréquence a aussi été évalué sous (VA) à  $300^\circ\text{C}$ , seule la fréquence de 2 Hz a été testée sous chargement à  $\Delta P$  constant.

L'ensemble des essais réalisés dans cette étape est consigné dans le **Tableau C-2**.

Type de chargement	Chargement des cycles de base					Surcharges		
	$S_{min}$	$S_{max}$	$\Delta S$	$R$	$m$	$n$	—	—
CA	3,953	0,395	3,558	0,1*	—	—	—	—
	8,302	11,860	3,558	0,7**	—	—	—	—
PREFFAS	0,0359	0,395	3,558	0,1*	1000	1	1,7	6,72
SRM*	0	5	104906 cycles d'amplitude variable = 4500 vols					
* : Essai réalisé à $300^\circ\text{C}$								
** : Essai réalisé à $300^\circ\text{C}$ , $350^\circ\text{C}$ , $400^\circ\text{C}$								

**Tableau C-2 – Niveaux de contraintes appliquées lors de nos essais à hautes températures**

• **Etape 3 : Etude de l'influence du vieillissement**

La matrice de vieillissement est la même que celle des essais de comportement cyclique. Pour étudier l'influence du vieillissement sur la fissuration par fatigue, des essais de fissuration sous CA et VA ont été effectués aussi bien à l'ambiante et qu'à  $300^\circ\text{C}$ . Le **Tableau C-3** récapitule l'ensemble des essais réalisés sur matériaux vieillis.

Type de chargement	Chargement des cycles de base					Surcharges		
	$S_{min}$	$S_{max}$	$\Delta S$	$R$	$m$	$n$	$\tau$	$S$
CA	3,953	0,395	3,558	0,1	—	—	—	—
	8,302	11,860	3,558	0,7	—	—	—	—
PREFFAS	0,0359	0,395	3,558	0,1	1000	1	1,7	6,72
SMR	0	5	104906 cycles d'amplitude variable = 4500 vols					

**Tableau C-3 – Niveaux de contraintes appliquées sur les matériaux vieillis**

**C.3. Fissuration par fatigue sur matériau non vieilli**

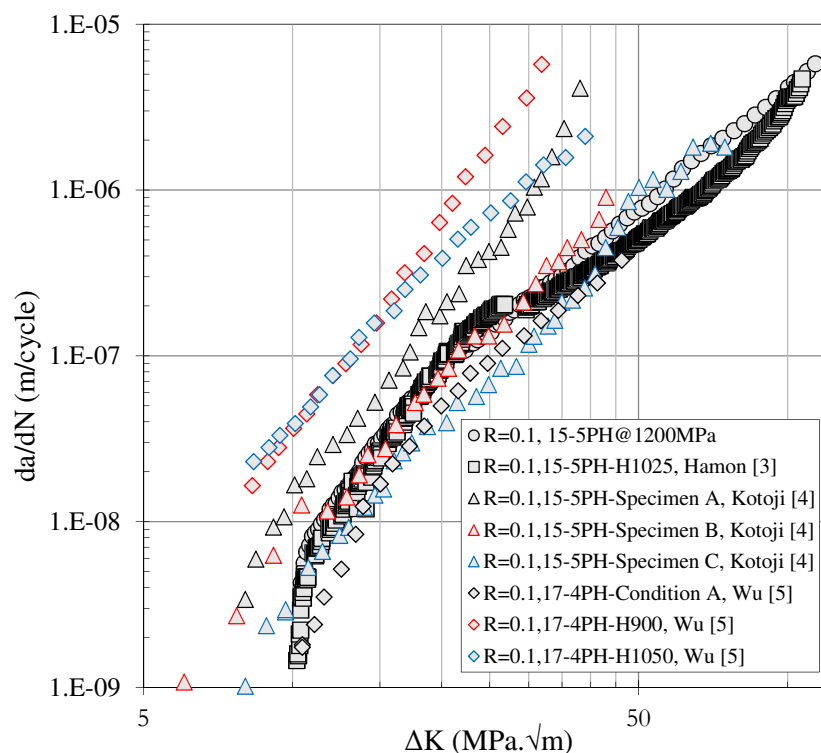
**C.3.1 Fissuration sous amplitude de chargement constant (CA)**

C.3.1.1. Essai de référence :  $R = 0,1$

La courbe de fissuration ( $da/dN = f(\Delta K)$ ) de l'acier 15-5PH non vieilli à température ambiante, pour un rapport de charge de  $R = 0,1$ , est présentée à la **Figure C-13**. Elle est comparée aux courbes de fissuration d'autres nuances d'aciers inoxydables martensitiques

durcis par précipitation, obtenues dans des conditions d'essais similaires [3-5]. Le **Tableau C-4** récapitule les traitements thermiques de l'ensemble de ces nuances. En comparant les nuances 15-5PH revenus, on constate que la nuance possédant la limite d'élasticité la plus élevée (Kotoji\_Specimen A) est moins résistante à la propagation de fissure et celle possédant la limite la moins élevée (Kotoji\_Specimen C). De plus, comme le montre la **Figure C-14**, les coefficients de la loi de Paris se trouvent eux aussi affectés par le traitement de revenu. Il en est de même dans le cas du 17-4PH. Notons aussi qu'à l'état revenu, la résistance à la propagation des fissures de la nuance 17-4PH est nettement inférieure à celle de l'acier 15-5PH.

L'examen de l'éprouvette testé à  $R = 0,1$  n'indique pas de déviation significative du chemin de fissuration tout au long de l'essai de fissuration (**Figure C-15**).

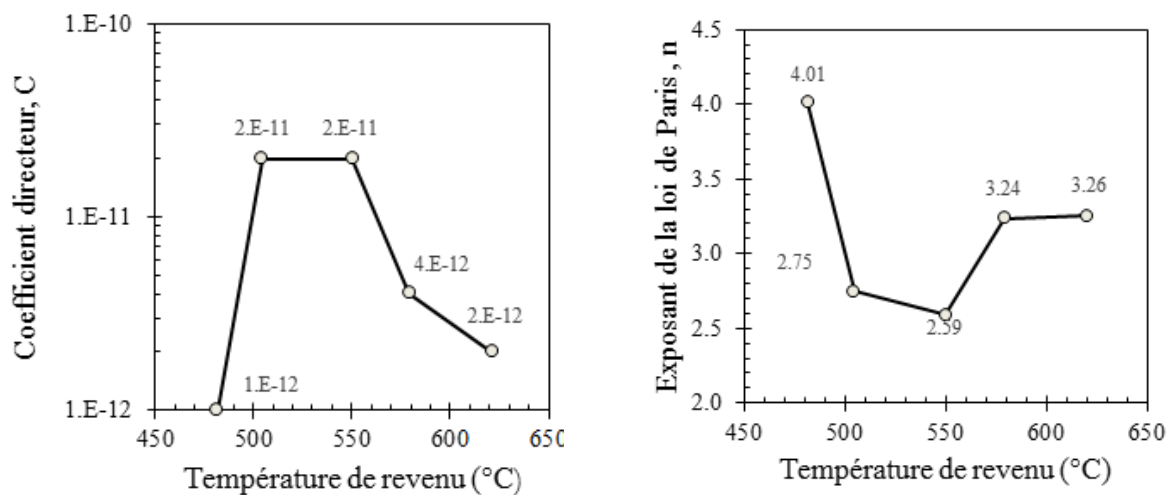


**Figure C-13 – Comparaison des courbes de fissuration par fatigue d'aciers inoxydables martensitiques durcis par précipitation à  $R = 0,1$ , à température ambiante**

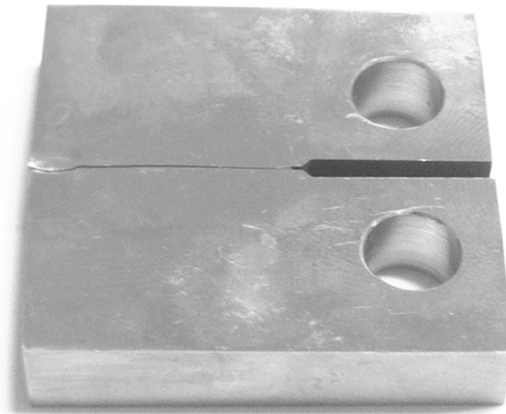


Références	Matériaux	Traitements thermiques		Propriétés mécaniques		
		Mise en solution	Durcissement Par précipitation	$R_{e0,2\%}$ (MPa)	$R_m$ (MPa)	Dureté (HV)
	15-5PH@1200MPa	1040°Cx1h	505°Cx4h	1195	1250	409
Hamon [3]	15-5PH-H1025MPa	1038°Cx1h	550°Cx4h	1176	1200	/
Kotoji [4]	15-5PH-Specimen A	1038°Cx1h	482°Cx1h	1262	1365	440
	15-5PH-Specimen B		579°Cx4h	1040	1073	360
	15-5PH-Specimen C		621°Cx4h	775	941	319
Wu [5]	17-4PH-Condition A	1038°Cx0,5h		992	1018	310
	17-4PH-H900		482°Cx1h	1381	1409	440
	17-4PH-H1050		621°Cx4h	880	966	300

**Tableau C-4 – Traitements thermiques et propriétés mécaniques monotones d'aciers inoxydables martensitiques durcis par précipitation étudiés en fissuration par fatigue [3-5]**



**Figure C-14 – Evolution des coefficients de Paris avec le traitement de revenu dans le cas de l'acier 15-5PH [3-5]**

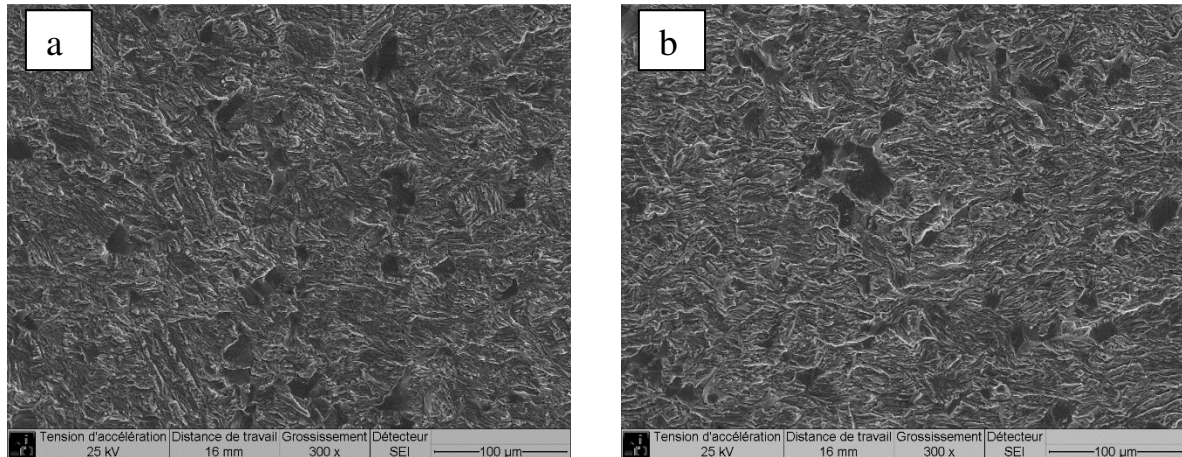


**Figure C-15 – Chemin de fissuration de l’acier 15-5PH à température ambiante pour un rapport de charge de  $R = 0,1$**

Les surfaces rompues ont ensuite été analysées au MEB en considérant 3 régimes de propagation :

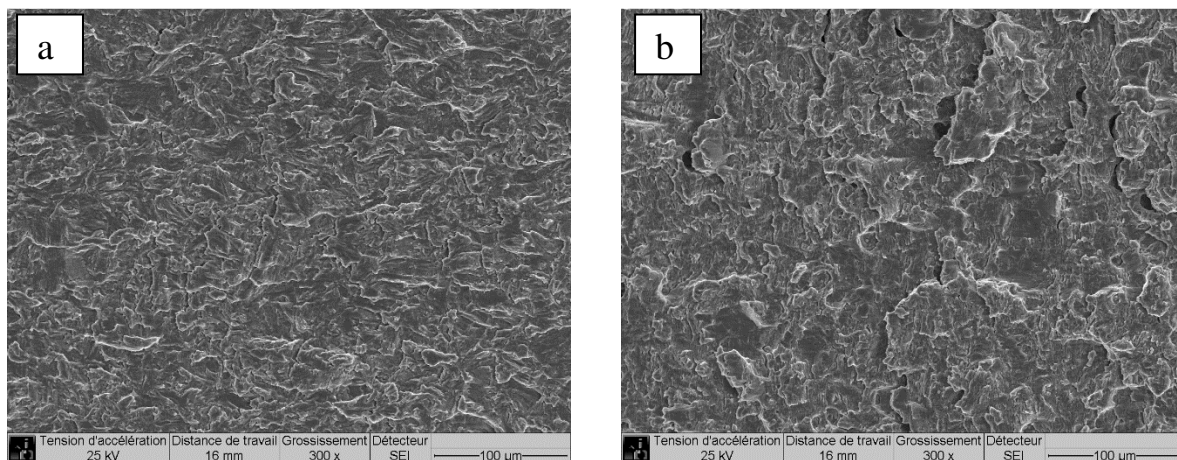
Zone 1 ( $10 < \Delta K < 20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ) : Dans toute cette plage, la surface de rupture présente un faciès principalement transgranulaire se développant macroscopiquement selon un plan normal à l’axe de chargement, caractéristique d’une propagation en stade II (**Figure C-16**). Cependant, on observe la présence de facettes intergranulaires isolées. La rupture transgranulaire ici s’apparente à du quasi-clivage.

Les surfaces de rupture des aciers martensitiques présentent souvent des facettes plates ressemblant à ceux observés en rupture par clivage. Ces facettes sont considérablement plus grandes que les caractéristiques de la microstructure de martensite (taille des lattes et tailles des paquets de lattes) et sont généralement transgranulaire par rapport aux anciens joints de grains d’austénite. En raison de la microstructure très complexe impliquée dans ces cas, aucune relation claire n’a été établie ici entre l’orientation de ces facettes et des plans cristallographiques spécifiques. Ainsi, le terme «quasi-clivage» sera utilisée dans la suite pour décrire cette classe particulière de rupture dans les aciers martensitiques trempés et revenus jusqu’à ce que les mécanismes impliqués dans leur formation soient établis définitivement.

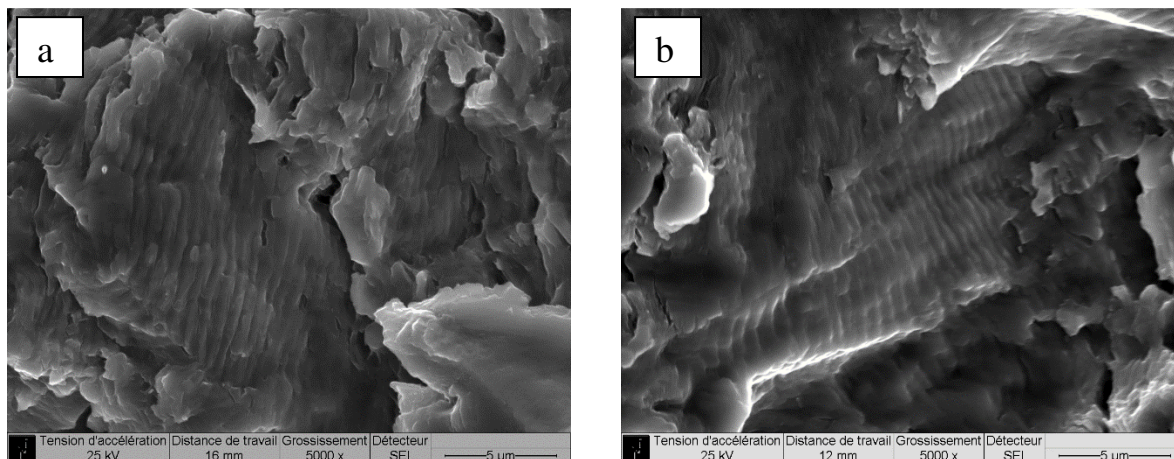


**Figure C-16 – Faciès de rupture de l'acier 15-5PH à l'état de réception, à température ambiante, à  $R = 0,1$  et  $f = 20$  Hz : (a)  $13 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , (b)  $16 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  (le sens de propagation est de la gauche vers la droite)**

Zone 2 (Pour  $20 < \Delta K < 90 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ) : A la différence de la zone 1, la rupture ici est principalement transgranulaire, **Figure C-17**. A cela s'ajoute la présence de stries de fatigue comme le montre la **Figure C-18**. Il n'est pas aisé d'observer des stries de fatigue sur tout le domaine de propagation des fissures de l'acier 15-5PH. Cependant, pour celles que nous avons pu mettre en évidence, les inter-stries mesurées s'accordent assez bien avec les vitesses macroscopiques comme le montre le **Tableau C-5**.



**Figure C-17 – Faciès de rupture de l'acier 15-5PH à l'état de réception, à température ambiante, à  $R = 0,1$  et  $f = 20$  Hz : (a)  $38,6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , (b)  $85,3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  (le sens de propagation est de la gauche vers la droite)**

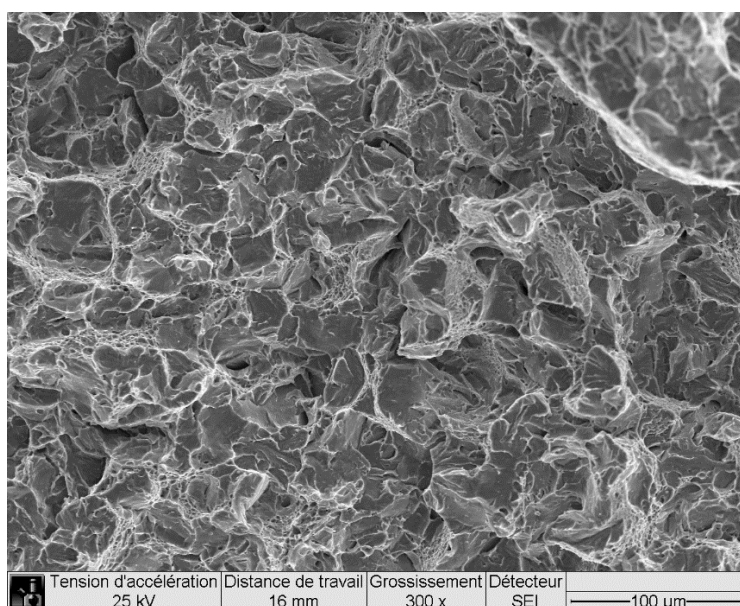


**Figure C-18 – Stries de fatigue observées lors de la fissuration par fatigue de l'acier 15-5PH à l'état de réception, à température ambiante, à  $R = 0,1$  et  $f = 20$  Hz :**  
**(a)  $\Delta K = 40,2$  MPa $\sqrt{m}$  et (b)  $\Delta K = 51,3$  MPa $\sqrt{m}$  (le sens de propagation est de la gauche vers la droite)**

	$\Delta K$ (MPa $\sqrt{m}$ )	$da/dN$ (m/cycle)	Interstries (m/cycle)
(a)	40,2	4,51e-07	3,60e-07
(b)	51,3	7,65e-07	6,44e-07

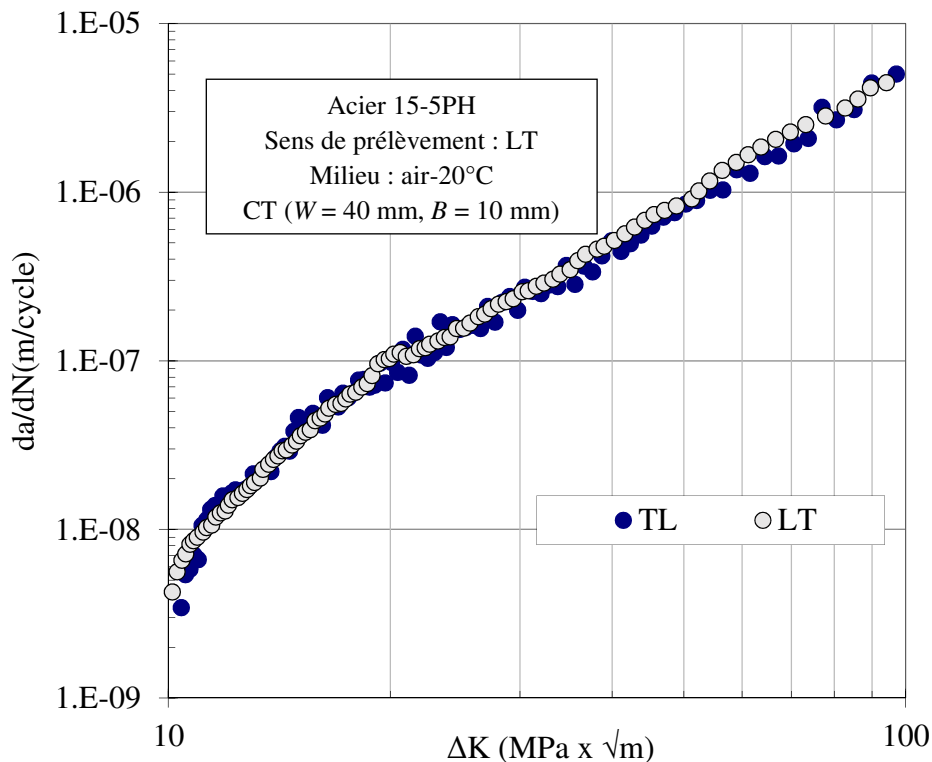
**Tableau C-5 – Tableau comparatif des vitesses macroscopiques et microscopiques (interstries) à différents valeurs d'amplitude du facteur d'intensité des contraintes**

Zone 3 (Pour  $\Delta K > 90$ MPa $\sqrt{m}$ ) : Dans cette zone, on observe principalement du clivage. Cependant, on note aussi la présence de cupules ductiles comme le montre la **Figure C-19**.



**Figure C-19 – Faciès de rupture de l'acier 15-5PH à l'état de réception, à température ambiante, à  $R = 0,1$  et  $f = 20$  Hz : 100 MPa $\sqrt{m}$  (le sens de propagation est de la gauche vers la droite)**

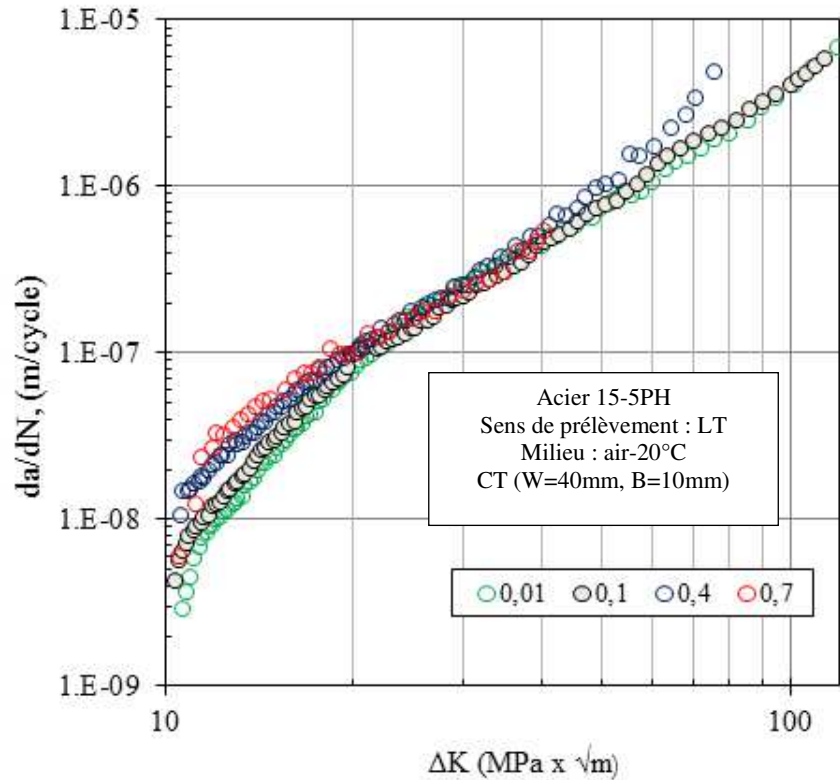
Dans les trois zones observées, les mécanismes de rupture obtenus sont en accord avec les observations réalisées par Hamon [3] et Kotoji et al [5]. Notons par ailleurs l'absence d'influence du sens de prélèvement sur la fissuration par fatigue de cet alliage, comme le montre la **Figure C-20** qui compare les courbes de fissuration par fatigue dans le LT et TL. Hamon [3] avait obtenu des résultats similaires.



**Figure C-20 – Comparaison des courbes de fissuration de l'acier 15-5PH non vieilli dans la direction TL et LT,  $R = 0,1$  et température ambiante**

### C.3.1.2. Influence du rapport de charge

Des essais de fissuration par fatigue ont été effectués à différents rapports de charge à savoir : 0,01, 0,1, 0,4 et enfin 0,7. Les courbes de fissuration ( $da/dN = f(\Delta K)$ ) obtenues sont comparées sur la **Figure C-21**. Cette figure témoigne d'un effet de la contrainte moyenne très faible, essentiellement sensible pour des valeurs d'amplitude facteur d'intensité des contraintes ( $\Delta K < 20 MPa\sqrt{m}$ ). Au-delà de cette valeur de  $\Delta K$ , les courbes de fissuration se rejoignent et suivent le même régime de Paris. Ce résultat est analogue avec ce qu'avait obtenu Hamon [3], sur l'acier 15-5PH-H1100.



**Figure C-21 – Comparaison des vitesses de fissuration par fatigue de l’acier 15-5PH à l’état de réception pour différentes valeurs du rapport de charge, à la température ambiante et  $f = 20$  Hz**

D’après d’Elber [6], dans le domaine de Paris, pour un chargement d’amplitude constant, la valeur de  $K_{ouv}$  n’est supposée dépendre que de  $R$ , par l’intermédiaire d’une expression  $U(R)$ , telle que :

$$\Delta K_{eff} = K_{max} - K_{ouv} = U(R) \cdot \Delta K \text{ soit } K_{ouv} = K_{max} (1 - U(R)) \times (1 - R) \quad (11)$$

Cette relation est supposée de la forme suivante :

$$U(R) = a \times R + b \quad (12)$$

Comme  $U(R)$  doit être croissant avec  $R$ , pour les domaines de  $R$  positifs, la condition limite théorique s’énonce :  $R \rightarrow 1 \implies U(R) \rightarrow 1$  (condition qui implique que  $K_{ouv} \rightarrow K_{min}$  lorsque  $R \rightarrow 1$ ). De ce fait il en résulte que  $a + b = 1$ . L’obtention de  $b$  est réalisée en sélectionnant deux rapports de charge significatifs  $R_1$  et  $R_2$  ( $R = 0,1$  et  $R = 0,7$  par exemple). Les valeurs  $a$  et  $b$  ainsi obtenues peuvent être affinées pour une meilleure précision à des rapports de charges intermédiaires, cela en comparant à  $\Delta K$  donné la vitesse de fissuration expérimentale et la vitesse prédite par l’emploi de la loi en  $\Delta K_{eff}$ . Le coefficient  $C$  de la loi en  $\Delta K_{eff}$  s’obtient en considérant un des essais utilisés, à  $R_1$  par exemple, et en calculant  $C_{R1}$  désigne le coefficient de la loi de Paris à  $R = R_1$ . Conformément aux restrictions posées à l’établissement de la loi en  $\Delta K_{eff}$ , son utilisation n’est possible que pour le stade de propagation qui correspond au droites de Paris. La loi effective obtenue est donc de la forme suivante :

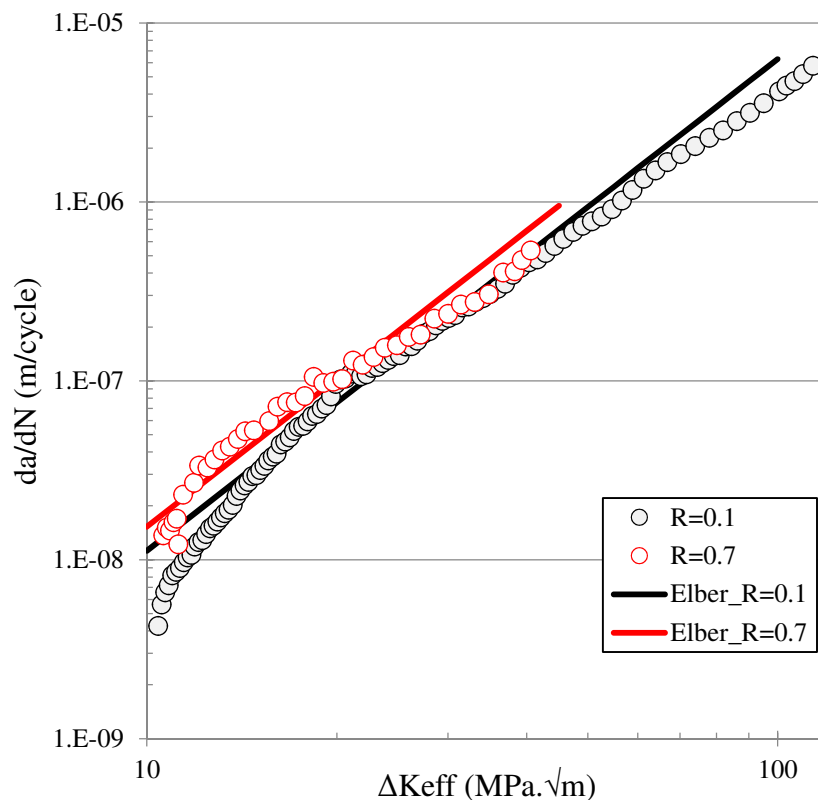


$$da/dN = C_{eff} \times \Delta K_{eff}^m \quad (13)$$

$R$	$C$	$m$	$a$	$b$
0,1	2e-11	2,7487		
0,7	6e-11	2,4491		
Loi effective	3,13e-11	2,7487	0,17	0,83

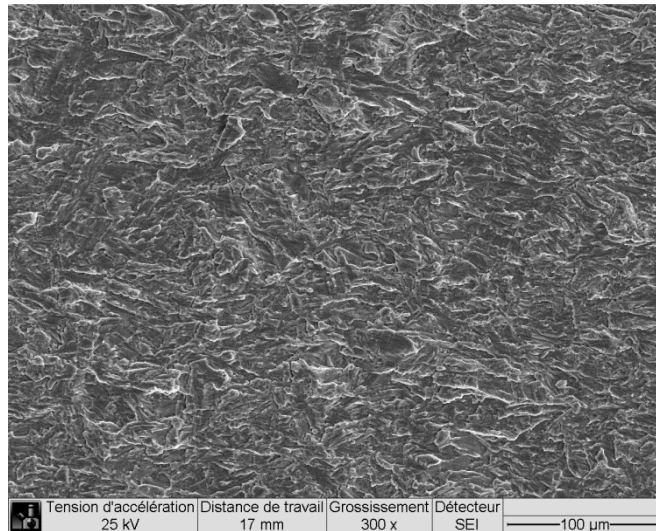
**Tableau C-6 – Coefficient des lois de Paris de l'acier 15-5PH à l'ambiante**

La **Figure C-22** compare les courbes de fissuration obtenues à différents rapport de charge aux courbes de fissuration établies avec les lois effectives. On retrouve ici un bon accord entre les vitesses de fissuration expérimentales et les vitesses de fissuration de la loi effective.

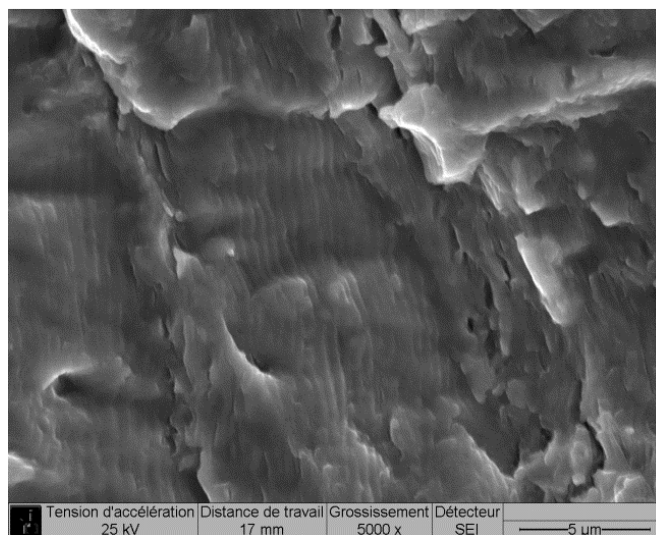


**Figure C-22 – Comparaison des vitesses de fissuration obtenues en essai avec les vitesses de fissuration établies au travers de la relation d'Elber**

Cet effet peu marqué du rapport de charge sur la vitesse de fissuration peut s'expliquer par le fait que l'acier 15-5PH présente un écrouissage cyclique principalement cinématique. Les faciès de rupture de l'ensemble des rapports de charge testés mettent en évidence une rupture transgranulaire, comme l'illustre la **Figure C-23**, qui montre un faciès de rupture à  $R = 0,7$  et pour un  $\Delta K$  de  $20,6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ . En ce qui concerne les facettes intergranulaires identifiées à  $R = 0,1$  à faible  $\Delta K$ , leur proportion est très faible à  $R = 0,7$ , comme le montre la **Figure C-23**. Nous avons aussi noté à  $R = 0,7$  la présence de stries de fatigue (**Figure C-24**).



**Figure C-23 – Faciès de rupture de l'acier 15-5PH à l'état de réception, à température ambiante, à  $R = 0,7$ ,  $f = 20$  Hz et  $\Delta K = 20,6$  MPa $\sqrt{m}$  (le sens de propagation est de la gauche vers la droite)**

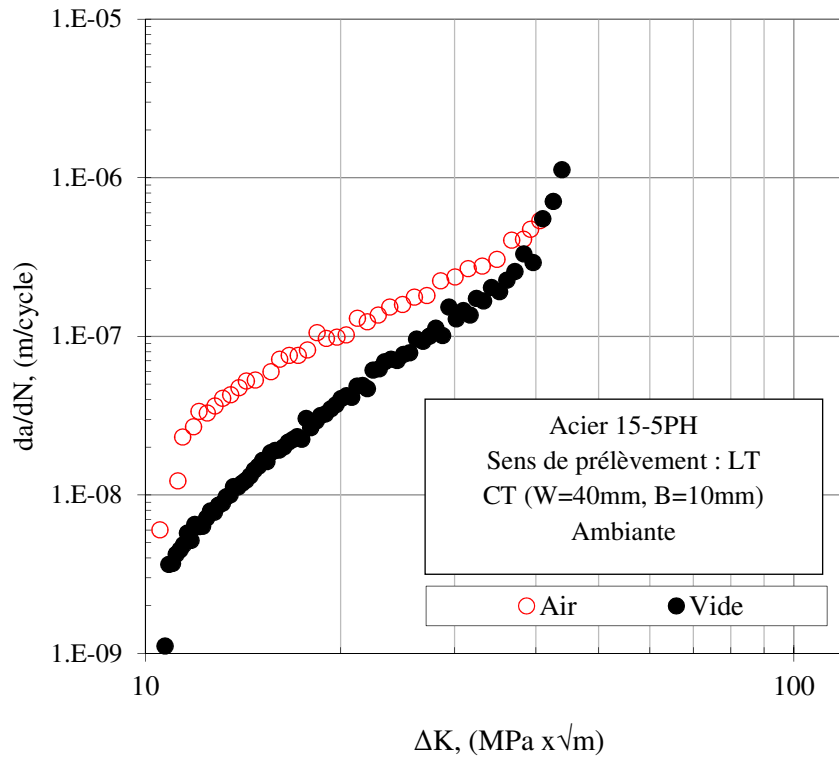


**Figure C-24 – Stries de fatigue observées lors de la fissuration par fatigue de l'acier 15-5PH à l'état de réception, à température ambiante, à  $R = 0,1$  et  $f = 20$  Hz et  $\Delta K = 32,8$  MPa $\sqrt{m}$  (le sens de propagation est de la gauche vers la droite)**

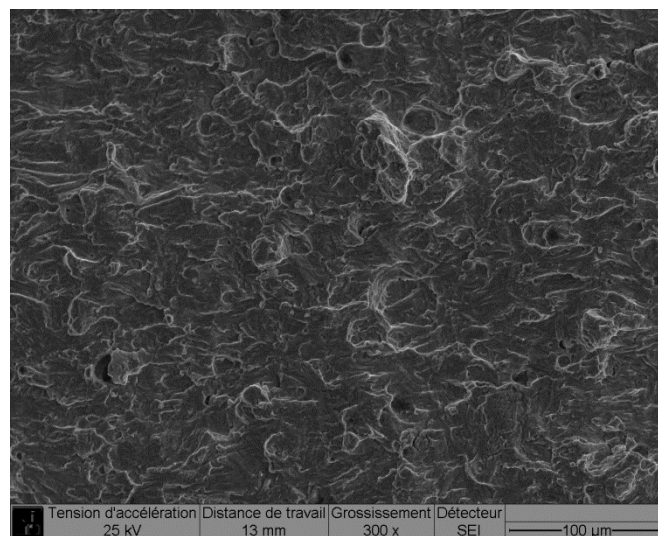
#### C.3.1.3. Effet d'environnement

La propagation des fissures par fatigue dans l'acier 15-5PH est tributaire des effets d'environnement à la température ambiante. La **Figure C-25** compare les courbes de fissuration obtenues sous air et sous vide, à l'ambiante pour un rapport de charge de 0,7. Sur toute l'étendue de  $\Delta K$  testée, les vitesses de fissuration obtenues sous air sont supérieures aux vitesses sous vide. Cette différence de vitesses est plus prononcée dans les faibles valeurs de  $\Delta K$ . Cependant, les observations au MEB de la surface rompue n'ont pas montré une particularité sur les mécanismes de fissuration. La surface rompue conserve un aspect transgranulaire, comme l'illustre la **Figure C-26** prise à un  $\Delta K = 30$ MPa $\sqrt{m}$ .





**Figure C-25 – Comparaison des courbes de fissuration à  $R = 0,7$  obtenus sous air et sous vide à la température ambiante sur l'acier 15-5PH à l'état de réception**

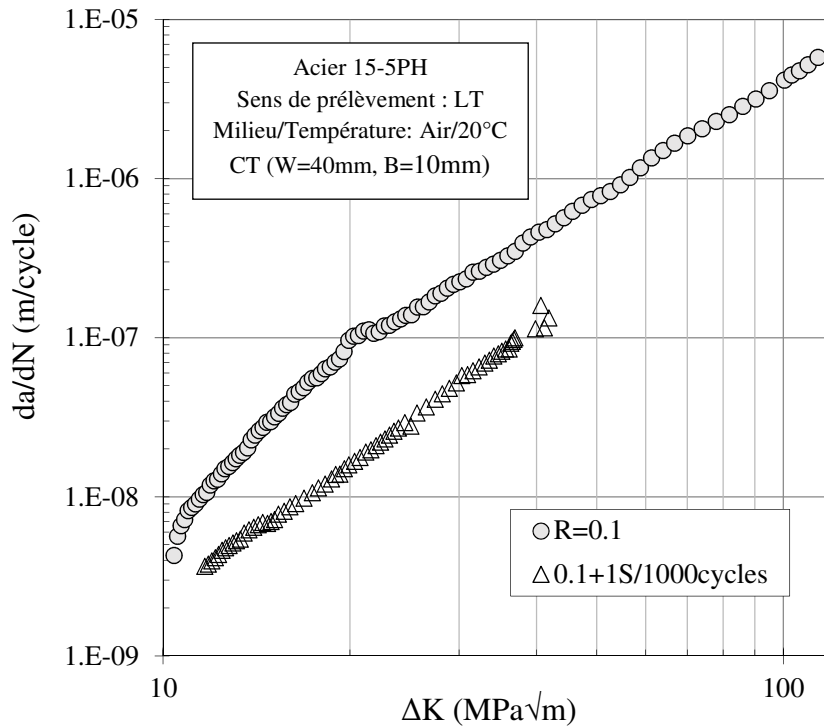


**Figure C-26 – Faciès de rupture de l'acier 15-5PH à l'état de réception sous vide, à température ambiante, à  $R = 0,7$ ,  $f = 20$  Hz et  $\Delta K = 25\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$  (le sens de propagation est de la gauche vers la droite)**

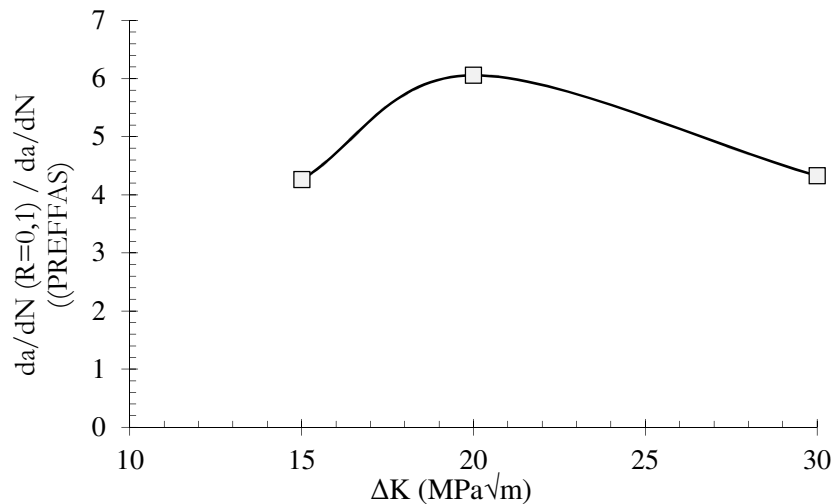
### C.3.2 Fissuration sous amplitude de chargement variable

#### C.3.2.1. Essai de référence (type PREFFAS)

La **Figure C-27** compare l'essai de référence à  $R = 0,1$  et l'essai type PREFFAS. Le résultat obtenu témoigne d'un effet significatif des surcharges répétées sur les vitesses de l'éprouvette propagation de l'acier 15-5PH. Cependant, en traçant la courbe d'évolution du retard pour différentes valeurs de  $\Delta K$ , on trouve que le retard est maximum aux alentours de  $\Delta K = 20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , comme le montre la **Figure C-28**.

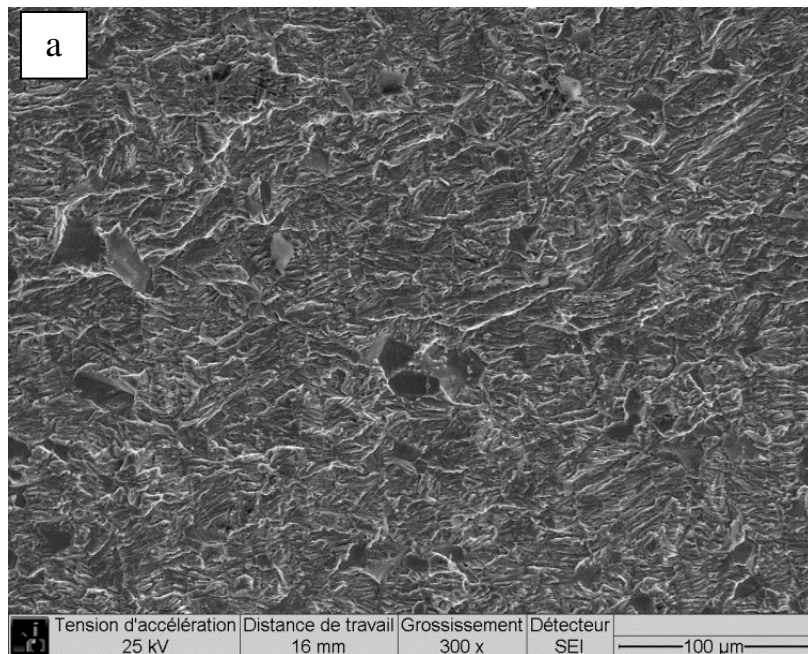


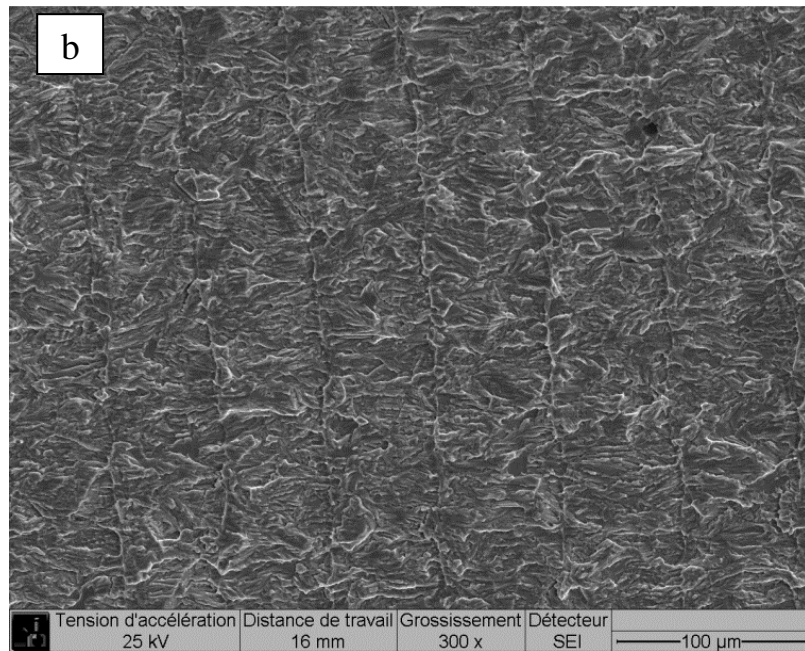
**Figure C-27 – Comparaison entre l'essai de fissuration sous amplitude de chargement constant à  $R = 0,1$  et l'essai sous surcharges périodiques de type PREFFAS à l'ambiante**



**Figure C-28 – Evolution du retard enregistré pour différentes valeurs de  $\Delta K$  lors d'un essai de type PREFFAS**

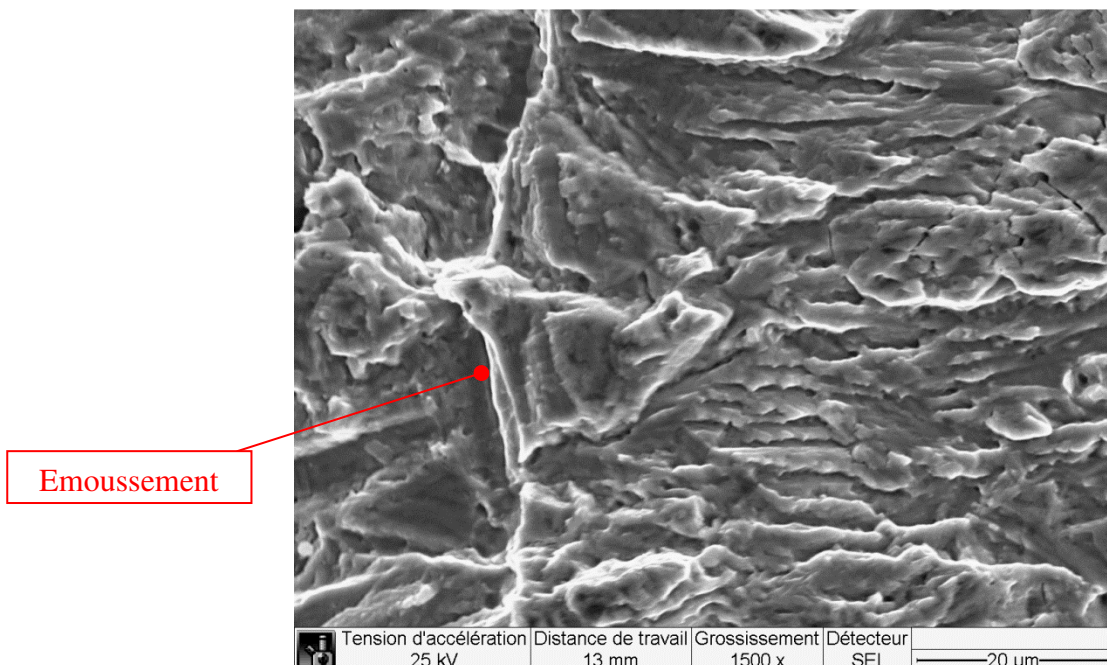
Tout comme sous (CA), le chemin de fissuration sous un chargement type PREFFAS est extrêmement plan. La surface de l'éprouvette rompue conserve un caractère transgranulaire. Toutefois, on distingue sur celle-ci la présence de marquages induits par l'application des surcharges périodiques (**Figure C-29-b**). Ils sont le résultat d'un étirement lors de la surcharge. Ces marquages sont visibles à faible grossissement en fin d'essai. Par contre, en début d'essai ( $\Delta K \geq 20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ), même à fort grossissement, il n'a pas été possible de les identifier clairement, (**Figure C-29-a**).





**Figure C-29 – Photographies MEB de la surface rompue de l’essai type PREFFAS à l’ambiante : (a) début d’essai ( $\Delta K = 15 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ), (b) en fin d’essai ( $\Delta K = 35 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ) (sens de propagation de la gauche vers la droite)**

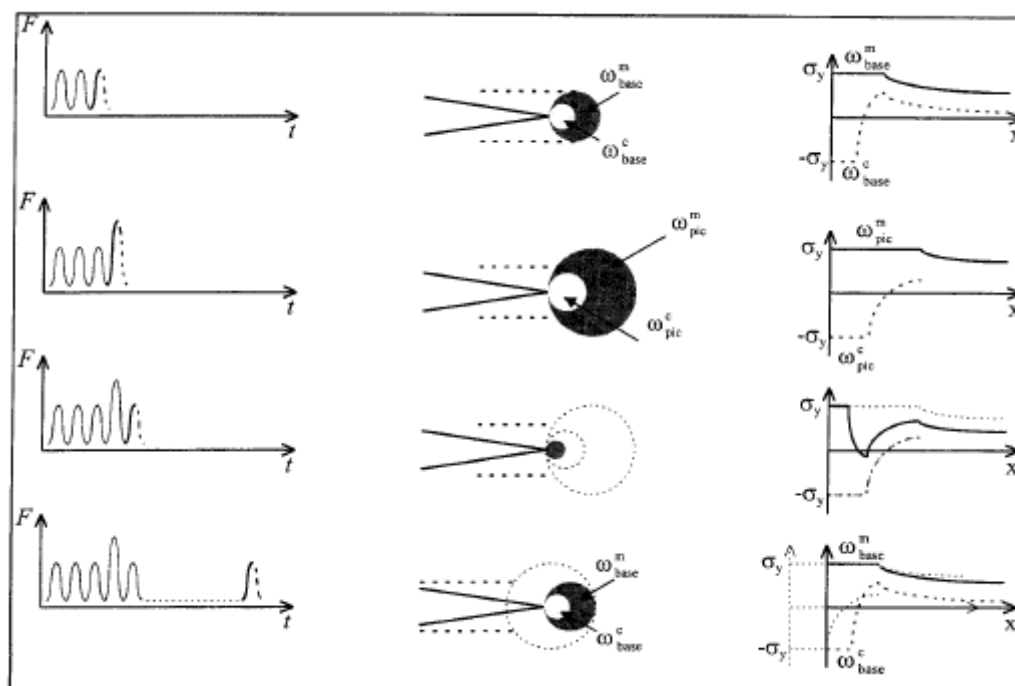
Au niveau des marquages, un marquage lié à l’émoussement provenant de l’application des surcharges peut être observé (**Figure C-30**). Juste après le marquage, nous n’avons pas pu distinguer de topographie particulière.



**Figure C-30 – Photographie MEB à faible grossissement, réalisé sur le surface rompu d’un essai type PREFFAS à l’ambiante, en fin d’essai ( $\Delta K = 35 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ) (sens de propagation de la gauche vers la droite)**

Il est possible de corrélérer les vitesses de fissuration moyennes par bloc de 1000 cycles en mesurant simplement la distance séparant deux marquages. Les inter-marquages mesurés, qui représentent l'avancée de la fissure par cycle, et rapportés sur les courbes de fissuration se superposent aux vitesses mesurées de façon macroscopique durant les essais.

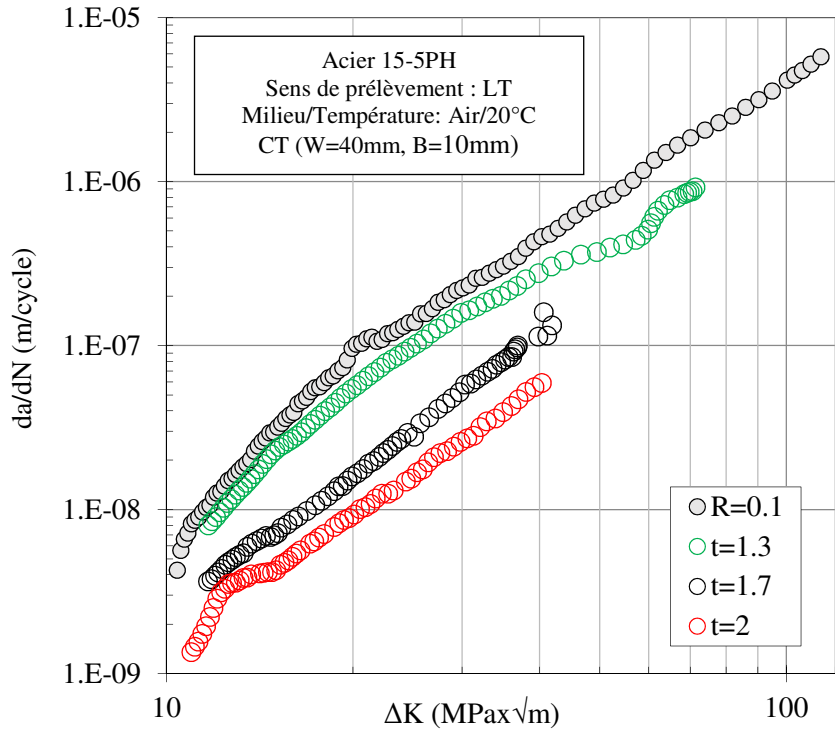
L'un des mécanismes couramment avancé dans la littérature pour expliquer l'effet retard observé après l'application d'une surcharge ou de plusieurs surcharges est basé sur la présence des contraintes résiduelles de compression. Il est bien connu que l'application d'une surcharge donne naissance à une zone plastifiée qui est le siège des contraintes résiduelles de compression. Plusieurs travaux, basés sur des mesures expérimentales ou sur des calculs numériques par éléments finis [7], ont montré l'évolution des contraintes à la pointe de la fissure avant, pendant et après l'application d'un cycle de surcharge. L'amplitude et l'étendue de ces contraintes de compression expliquent le retard à la propagation.



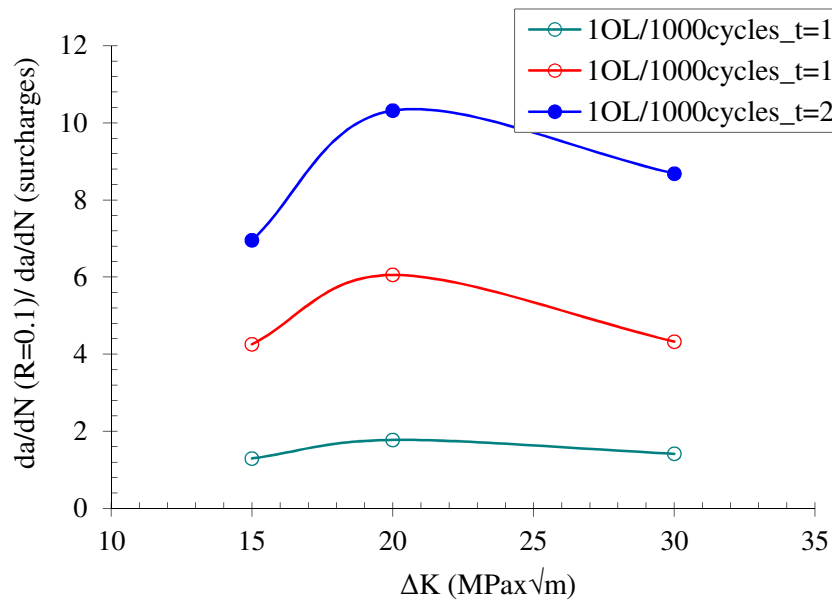
**Figure C-31 – Schématisation des zones plastifiées et des distributions de contraintes au fond de la fissure pour les charges maximale et minimale avant et après l'application du cycle de surcharge selon Matsuoka et Tanaka [7]**

### C.3.2.2. Variation du taux de surcharge

Nous avons réalisé des essais en variant le taux de surcharge tout en conservant une période de surcharge identique (1000 cycles). Deux taux de surcharges supplémentaires ont ainsi été considérés, à savoir  $\tau = 1,3$  et  $\tau = 2$ . Le résultat obtenu est celui de la **Figure C-32**. Comme cela était prévisible, un taux de surcharge 2 génère un retard plus important que celui obtenu pour 1,3 et 1,7.



**Figure C-32 – Comparaison du comportement en fissuration entre un chargement à amplitude constante à  $R = 0,1$ , deux chargements à amplitude variable de cycle base à  $R = 0,1$  et  $R = 0,4$ , comportant 1 surcharges d'un facteur 1,7 tous les 1 000 cycles ( $t = \tau$ )**

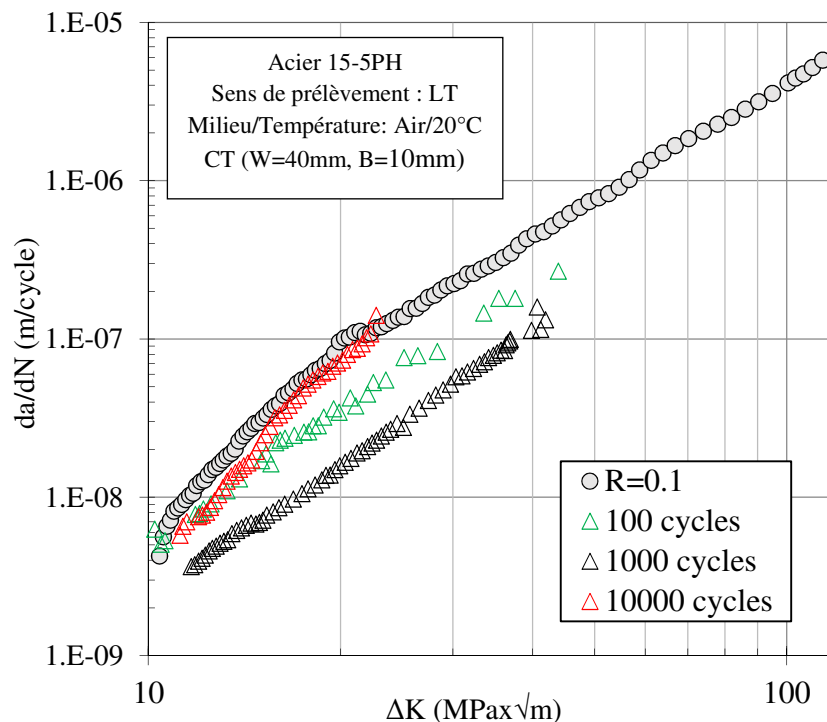


**Figure C-33 – Evolution du retard pour l'ensemble des taux des taux de surcharges lors d'un essai type PREFFAS (1 surcharge/1000 cycles)**



### C.3.2.3. Influence de la périodicité des surcharges (Essai type V)

Les courbes de fissuration pour trois périodes de surcharges distinctes à un rapport de surcharge identique de 1,7 sont présentées à la **Figure C-34**. Il s'agit des périodes suivantes : 1S/100 cycles, 1S/1000 cycles et 1S/10000 cycles. Sur toute l'étendue de  $\Delta K$ , un retard plus important est noté pour des surcharges répétées tous les 1000 cycles. Lorsque l'on applique 1S/100 cycles, l'effet retard devient insignifiant. Par ailleurs, lorsque l'on applique une surcharge appliquée 1S/10000 cycles, le résultat montre un effet retard moins important que celui observé lors de l'application de la surcharge tous les 1000 cycles.

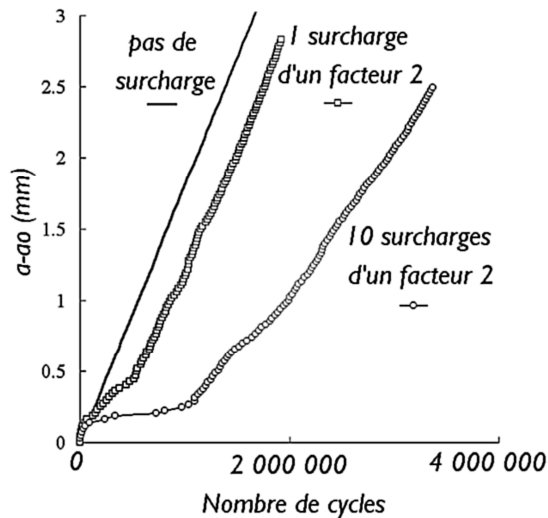


**Figure C-34 – Comparaison entre un chargement à amplitude constante à  $R = 0,1$ , trois chargements à amplitude variable de cycle base à  $R = 0,1+1$  surcharge  $\tau = 1,7$  tous les 100, 1000 et 10000 cycles, acier 15-5PH à l'état de réception, ambiante**

### C.3.2.4. Variation du nombre de surcharges (Type III)

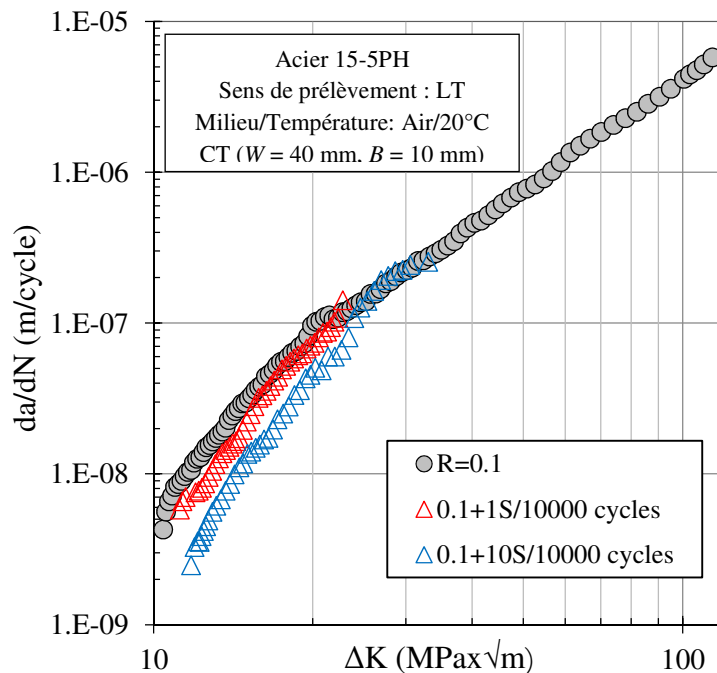
Après avoir étudié l'influence de la périodicité des surcharges nous nous sommes intéressés à l'effet que pouvait avoir le nombre de surcharge sur la vitesse de propagation. Dans les travaux de Pommier [8], l'essai à amplitude variable (2) permet de montrer qu'une augmentation du nombre de surcharges, si les surcharges sont rapprochées, conduit à une diminution voire à une annulation de l'effet retard. A l'inverse, si les surcharges sont très espacées ou uniques, l'augmentation du nombre de surcharges permet d'augmenter le retard (**Figure C-35**). En effet, les effets « longue distance » proviennent des contraintes résiduelles. Or, lorsque l'on applique plusieurs surcharges, la zone plastifiée créée par la surcharge est sollicitée cycliquement en déformation imposée. Le matériau subit donc un effet de relaxation de la contrainte moyenne et un écrouissage cyclique, qui produisent tous les deux

une augmentation des contraintes résiduelles de compression dans la zone plastique et donc une augmentation des effets de retard « longue distance ».



**Figure C-35 – Comparaison entre la propagation d’une fissure sous l’effet des cycles de base, soit après l’application d’une seule surcharge, de 10 surcharges ou sans surcharge (316L,  $f=20$  Hz, ambiante) [8]**

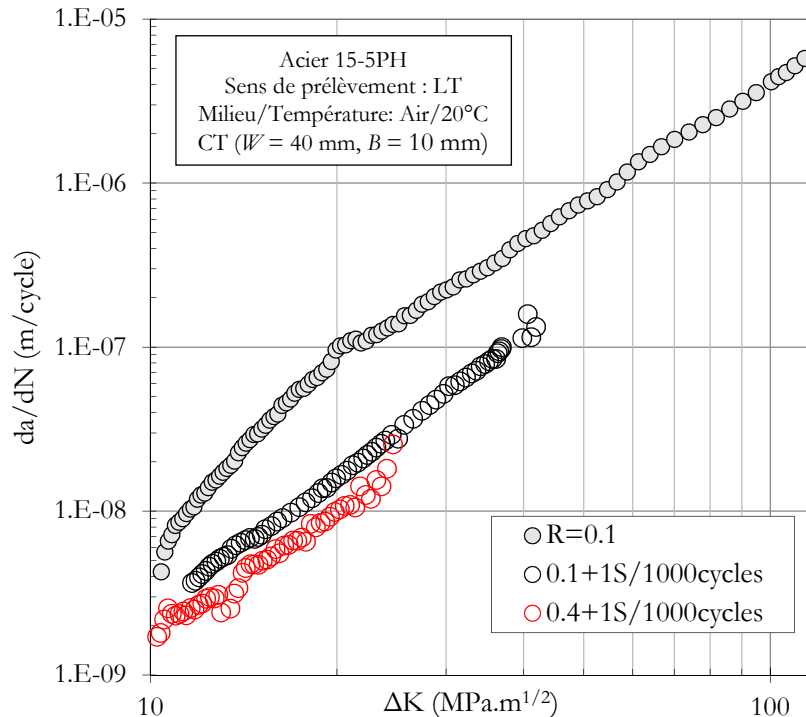
Pour cela, nous avons effectué un essai avec 10 surcharges répétées tous les 10000 cycles. Les résultats sont présentés sur la **Figure C-36**. Dans le paragraphe précédent il a été montré que l’application d’une surcharge tous les 10000 cycles n’engendre quasiment pas de retard sur toute l’étendue de  $\Delta K$  investiguée. Il apparaît ici que l’application de 10 surcharges engendre un retard plus marqué.



**Figure C-36 – Comparaison du comportement en fissuration sous CA à  $R = 0,1$  et des courbes sous à  $R = 0,1$  avec 1S/1000cycles et 10S/10000 cycles ( $\tau = 1,7$ )**



La **Figure C-37** compare l'essai de référence à  $R = 0,1$  aux essais de surcharge périodique type PREFFAS avec un chargement de base  $R = 0,1$  et à  $R = 0,4$ . Le résultat obtenu témoigne d'un effet retard plus important en changeant lorsque l'on augmente le rapport de charge du cycle de base.



**Figure C-37 – Comparaison du comportement en fissuration sous CA à  $R = 0,1$  et des courbes sous à  $R = 0,4$  avec 1S/1000cycles ( $\tau = 1,7$ )**

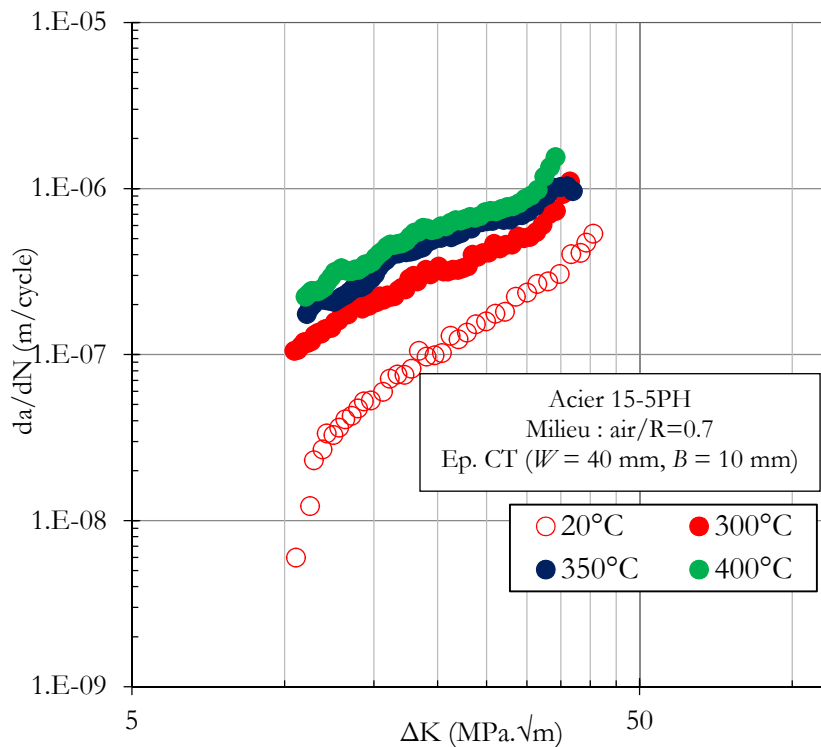
**Synthèse :**

À l'ambiante la nuance d'acier 15-5PH de notre étude présente un comportement en fissuration similaire à celui des aciers inoxydables de la même famille. On y retrouve une dépendance peu marquée à l'effet de contrainte moyenne. Pour les valeurs de  $\Delta K > 10 \text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ , il est possible de rendre compte de cet effet de rapport de charge à l'aide de la relation d'Elber. L'essai sous (CA) avec des surcharges périodiques d'un taux de 1,7 tous les 1000 cycles nominaux montre un effet retard sur les cinétiques de propagation, avec un facteur de ralentissement moyen est de 4,51. Les essais de surcharge périodique avec un taux de 1,7 tous les 100,10000 cycles nominaux montrent aussi un effet retard, mais ceux-ci restent inférieurs à celui observé tous les 1000 cycles. Enfin, l'application de 10 surcharges avec un taux de 1,7 tous les 9990 cycles nominaux montre un effet retard sur les cinétiques de fissuration plus important que pour 1 surcharge tous les 9999 cycles. L'augmentation du rapport de charge du chargement de base n'a pas un impact significatif sur les vitesses de propagation.

### C.3.3 Comportement en fissuration à hautes températures

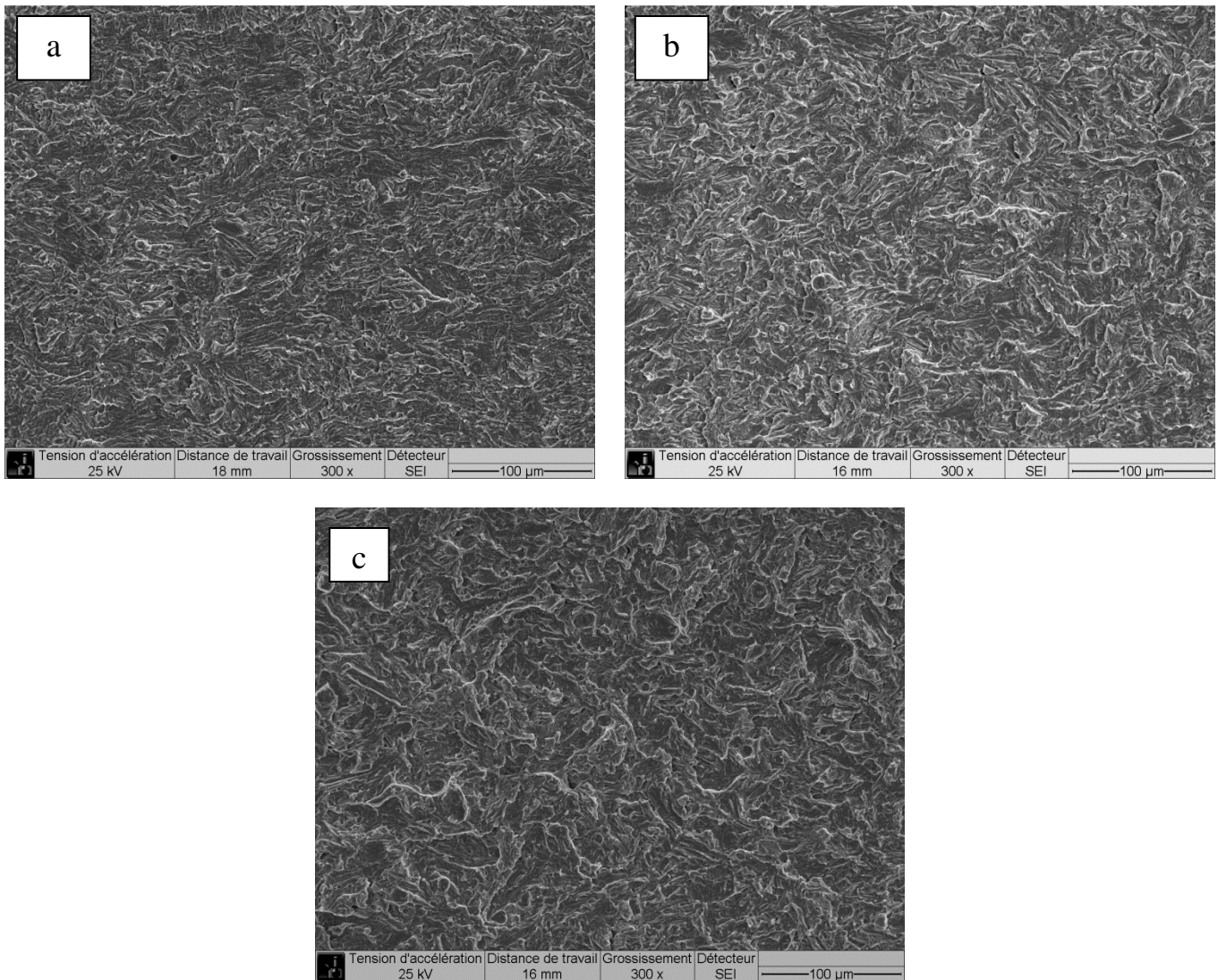
#### C.3.3.1. Fissuration sous amplitude de chargement constant (CA)

Les courbes de fissuration par fatigue de l'acier 15-5PH déterminées à différentes températures (ambiante, 300°C, 350°C et 400°C) pour des conditions d'essai de  $R = 0,7$  et  $f = 20$  Hz sont représentées sur la **Figure C-38**. Comme observé par Hsu et Lin [4] dans l'alliage 17-4PH, sur toute l'étendue de  $\Delta K$  testée, on note une augmentation de la vitesse de propagation avec l'élévation de la température. Cette augmentation de vitesse est très marquée lors du passage de la température ambiante à 300°C. Au-dessus de 300°C, l'augmentation des vitesses est moins marquée.



**Figure C-38 – Courbe de fissuration – comparaison des courbes de fissuration à  $R = 0,7$  de l'acier 15-5PH non vieilli pour différentes températures**

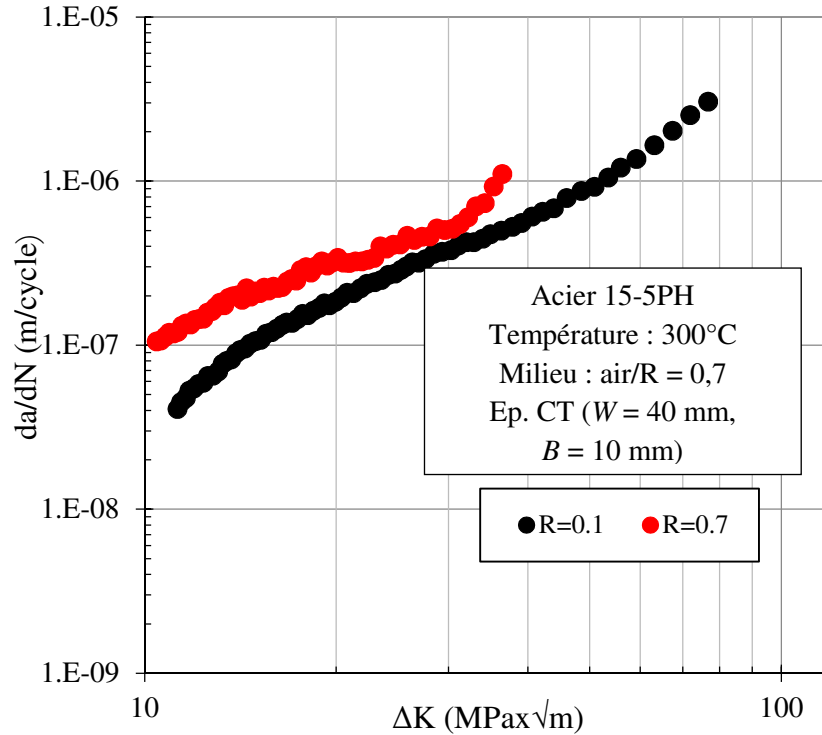
Le mécanisme de rupture par fatigue n'est cependant pas modifié avec la température d'essai sur toute l'étendue de  $\Delta K$  investiguée. En effet, comme le montre la **Figure C-39**, on conserve ici un mécanisme de propagation principalement transgranulaire pour l'ensemble des températures d'essai.



**Figure C-39 – Photographies MEB, prises à  $\Delta K = 23 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  sur les surfaces rompues à  $R = 0,7$  de l'acier 15-5PH pour différentes températures. (a) 300°C, (b) 350°C et (c) 400°C**

#### C.3.3.1.1. Effet du rapport de charge

La **Figure C-40** compare les essais de fissuration réalisés sous (CA) à  $R = 0,1$  et  $R = 0,7$  à 300°C. On constate au travers de celle-ci que, l'effet du rapport de charge observé en température est similaire à celui observé à 20°C. En ce sens qu'il ne se manifeste que pour les valeurs basses de l'amplitude du facteur d'intensité des contraintes alors que les courbes tendent à se rejoindre lorsque l'on atteint le domaine de Paris.

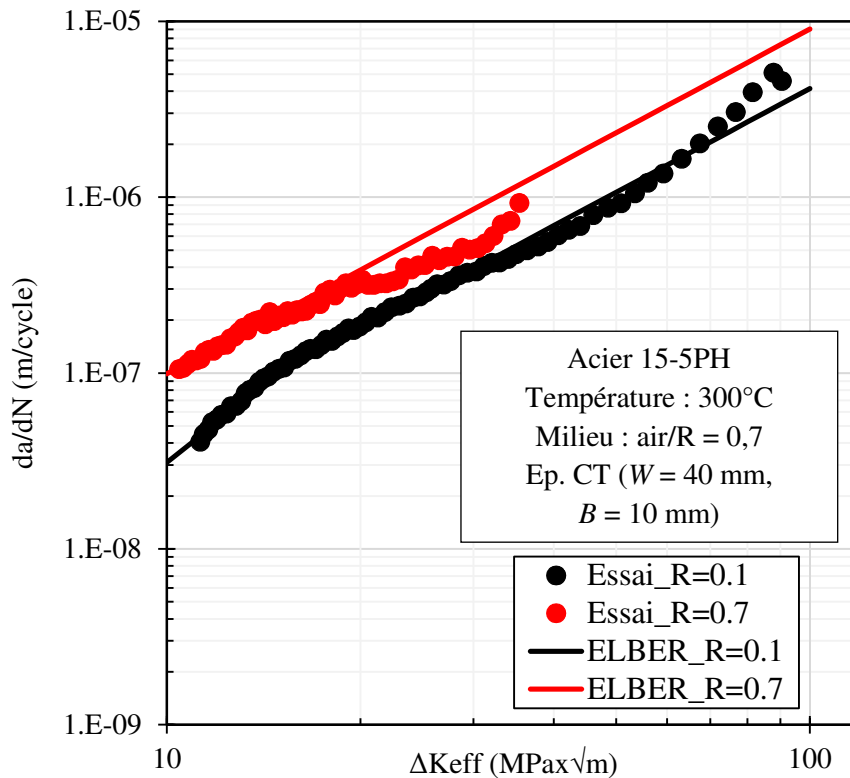


**Figure C-40 – Influence du rapport de charge sur la vitesse de fissuration de l’acier 15-5PH non vieilli à 300°C**

En adoptant le raisonnement utilisé en température ambiante, sous avons identifié les coefficients ambiante à 300°C (**Tableau C-7**). Une relation de type Elber est aussi suffisante ici pour prendre en compte l’effet de la contrainte moyenne en température (**Figure C-41**)

<i>R</i>	<i>C</i>	<i>m</i>	<i>a</i>	<i>b</i>
0,1	3e-10	2,142		
0,7	2e-09	1,5807		
Loi effective	6,18e-10	2,142	0,32	0,68

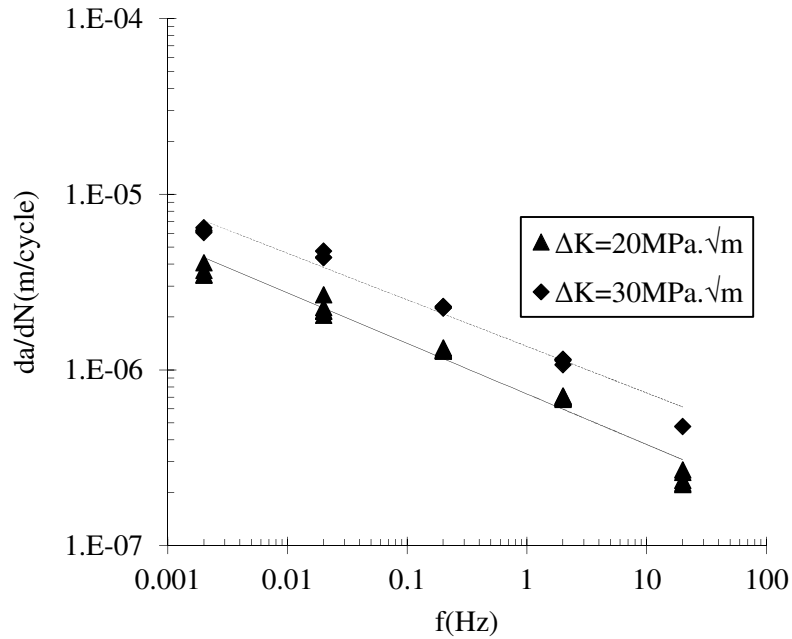
**Tableau C-7 – Coefficient des lois de Paris de l’acier 15-5PH à 300°C**



**Figure C-41 – Comparaison de la loi de propagation effective d'Elber à 300°C avec les résultats expérimentaux**

#### C.3.3.1.2. Effet de la fréquence

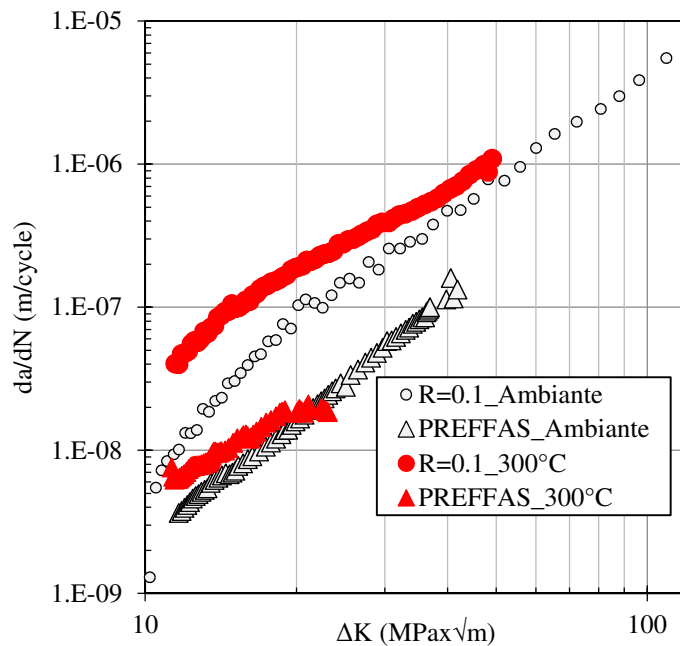
Nous avons étudié l'influence de la fréquence sur la vitesse de propagation de l'acier 15-5PH à 300°C sous (CA). L'acier 15-5PH présente une dépendance marquée à la fréquence à 300°C, comme le montre la **Figure C-42**. En effet, en variant la fréquence de 20 à 0,002Hz à une valeur de  $\Delta K$  donnée, nous observons une augmentation de la vitesse de fissuration. Les travaux de Hsu et Lin [9] ont mis en évidence un effet similaire dans le cas de l'acier 17-4 PH pour des températures de 400°C et 500°C.



**Figure C-42 – Influence de la fréquence sur les vitesses de fissuration à 300°C non vieilli**

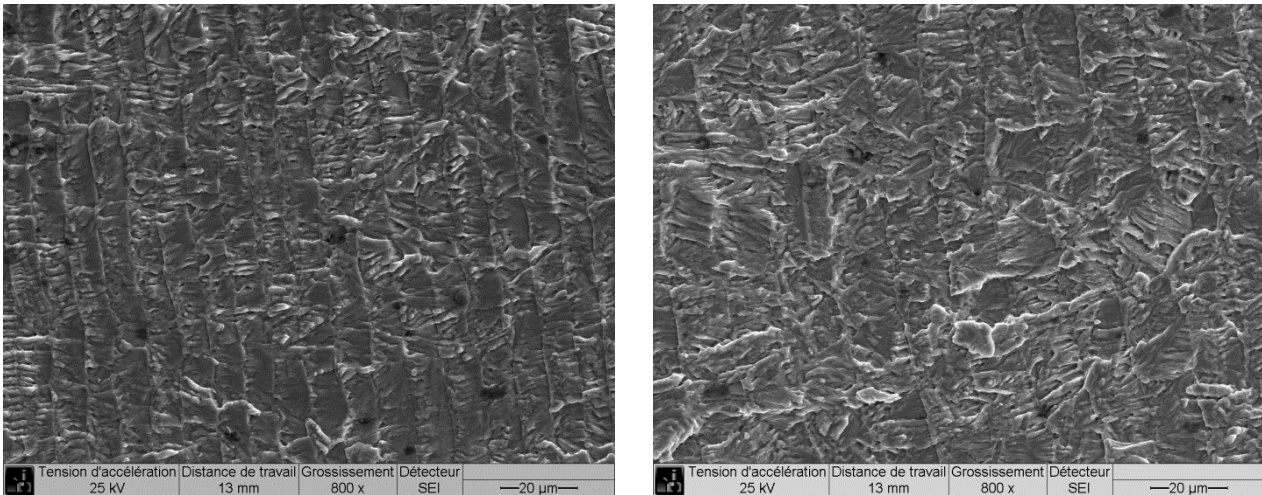
C.3.3.2. Fissuration sous amplitude de chargement variable (VA) à haute température

Sous amplitude de chargement variable, la **Figure C-43** présente la courbe d'un effet retard obtenu à 300°C lors d'un essai type PREFFAS. Le retard observé à 300°C est plus important que celui observé à température ambiante. En effet, le ratio  $C_{R=0,1}/C_{PREFFAS}$  est égal à 5 à 20°C tandis qu'il est égal à 10 à 300°C.



**Figure C-43 – Influence de la température (300°C) sous un essai type PREFFAS**

Les observations en microscopie MEB de l'éprouvette rompue à 300°C (**Figure C-44**) mettent en évidence ici des marquages générés par les surcharges plus facilement identifiables qu'à l'ambiante. Il est en outre possible de corréler les distances inter-marquage avec la vitesse de propagation macroscopique, comme cela a été réalisé sur à l'ambiante.



**Figure C-44 – Marques de surcharges observées sur la surface de rupture sous chargement type PREFFAS à 300°C**

**Synthèse :**

*L'influence de la température sur la fissuration par fatigue de l'acier 15-5PH sous (CA) s'apparente à celle observé sur la plupart des matériaux métalliques en ce sens qu'elle augmente la vitesse de propagation des fissures. L'effet du rapport de charge est correctement décrit au travers de la relation d'Elber. Sous un chargement type PREFFAS, nous avons également identifié un effet retard. Ce retard est d'ailleurs deux fois plus important à 300°C qu'à température ambiante. En effet, le ratio  $C_{R=0,1}/C_{PREFFAS}$  est de 5 à 20°C et de 10 à 300°C.*

#### **C.4. Fissuration par fatigue sur matériau vieilli**

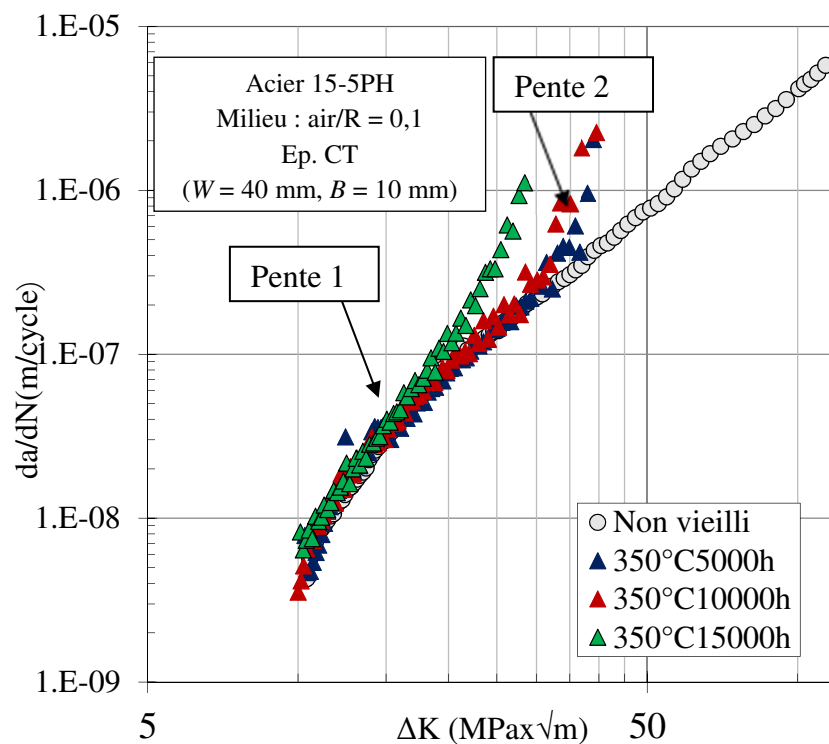
Ce paragraphe est consacré à l'étude de l'influence du vieillissement sur le comportement en fissuration par fatigue sous amplitude de chargement constante et variable de l'acier 15-5PH. La matrice de vieillissement est identique à celle des essais de comportement cyclique.

##### ***C.4.1 Comportement sous amplitude de chargement constant***

Considérons tout d'abord les essais réalisés à  $R = 0,1$ , à l'ambiante. La **Figure C-45**, **Figure C-46** présentent respectivement les courbes de fissuration  $da/dN-\Delta K$  des états vieillis à 350°C et 325°C comparées à celle du matériau non vieilli. On constate, au travers de ces figures, que pour chacune des températures de vieillissement considérées, les vitesses de fissuration des matériaux vieillis et non vieillis sont similaires, mais sur une étendue de valeurs de  $\Delta K$  qui elle dépend des conditions de vieillissement. Plus précisément, il apparaît que le vieillissement n'a pas d'influence sur la vitesse de propagation stable mais réduit l'étendue du

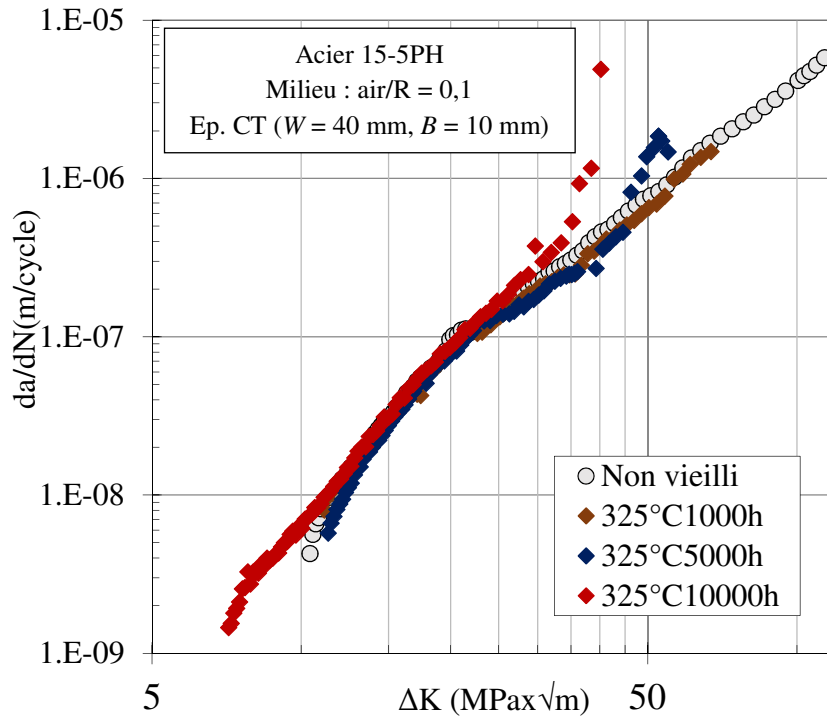
domaine de propagation stable par l'abaissement de la valeur critique du facteur d'intensité des contraintes ( $K_{Icrit}$ ) traduisant le passage en zone de rupture instable. A titre d'exemple, lorsque le matériau est vieilli à 350°C/5000 h, la valeur de  $K_{Icrit}$  est réduite de 60% environ. Cette réduction est à la fois fonction du temps et de la température de vieillissement. Ainsi, pour un temps de vieillissement donné, plus la température de vieillissement est élevée, plus importante sera la réduction du  $K_{Icrit}$ . Ce résultat est aussi observé sur les états vieillis à 400°C, mais pour des besoins de clarté nous avons décidé de détailler ces résultats en annexe (**Annexe 2**). Ce comportement pourrait être généralisé à l'ensemble des nuances de 15-5PH. En effet, les cinétiques de propagation de l'acier 15-5PH durci à 1200 MPa et l'acier 15-5PH forgé durci à 1700 MPa sont quasi-identiques (**Annexe 3**).

Par ailleurs, tel qu'observé à l'état vieilli à 350°C, on note pour certaines conditions de vieillissement, une augmentation de vitesse de propagation en fin d'essai, augmentation de vitesses traduite par un changement de pente.



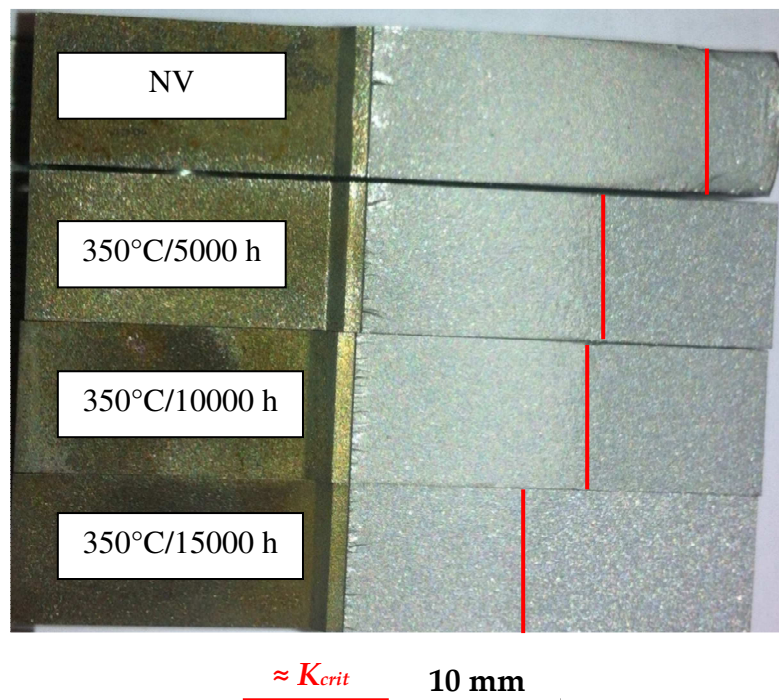
**Figure C-45 – Comparaison des courbes de fissuration par fatigue de l'acier 15-5PH vieilli à 350°C et la courbe de l'acier 15-5PH non vieilli**





**Figure C-46 – Comparaison des courbes de fissuration par fatigue de l'acier 15-5PH vieilli à 325°C et la courbe de l'acier 15-5PH non vieilli**

L'observation des surfaces rompues des états vieillis à  $R = 0,1$  met aussi en évidence cette chute de  $K_{Icrit}$ . En effet, en mettant côte à côte les surfaces de rupture produites pour des conditions similaires sur des matériaux ayant subi différents vieillissements pour une température de vieillissement donnée, on visualise directement cette réduction du domaine de propagation stable par le changement d'aspect. Une illustration est celle de la **Figure C-47** qui compare les surfaces des éprouvettes rompues à  $R = 0,1$  à l'état non vieilli et aux états vieillis à 350°C.



**Figure C-47 – Comparaison des surfaces rompues des matériaux vieillis à 350°C à l’ambiante pour un rapport de charge de  $R = 0,1$**

Ces résultats s’apparentent à ceux obtenus par Knott et Ritchie [10] lors de leurs travaux sur la propagation des fissures par fatigue dans un acier faiblement allié soumis à une fragilisation par revenu. L’influence de la contrainte moyenne sur la vitesse de propagation avait été examinée et des comparaisons entre les conditions de revenu fragilisantes et non fragilisantes avaient été effectuées. Alors que les vitesses de propagation sont insensibles à la contrainte moyenne à l’état non fragilisé, les vitesses de fissuration des conditions fragilisées sont nettement plus rapides et fortement influencées par le niveau de la contrainte moyenne. Les effets observés sont attribués à la présence de mode de rupture statique qui se produit en association avec la formation classique de stries par fatigue. Les auteurs montrent en outre que des modes statiques analogues peuvent expliquer les effets de contraintes moyenne et l’augmentation des vitesses de fissuration observés dans une variété de matériaux dont la résistance à rupture est faible. La fragilisation au revenu dans cet alliage est causée par le pourcentage de phosphore et est à l’origine d’une chute de la ténacité. En fissuration par fatigue, ce phénomène occasionne une augmentation de la vitesse de propagation de fissures dans la région proche de la rupture finale associée à l’apparition, sur les surfaces de rupture, d’îlots sombres attribués à un mode de rupture statique. Ces îlots correspondent en fait à de la rupture intergranulaire. Ces îlots sont absents des surfaces de rupture du matériau non fragilisé.

Dans le cadre du projet PREVISIA, des essais de ténacité à température ambiante sur matériau vieilli à 290°C, à 350°C et à 370°C pour des temps d’exposition allant jusqu’à 15000 h ont été effectués par Hughes [11]. Les résultats de ces essais sont mentionnés dans

le **Tableau C-8**. On observe bien une diminution de la ténacité du matériau en fonction du degré de vieillissement. On remarque notamment que celle-ci est très importante après 1000 h de vieillissement :

- de l'ordre de 80 MPa√m pour les vieillissements à 350 et 370°C, ce qui représente quasiment 60% de la ténacité à l'état de réception ;
- et de l'ordre de 40 MPa√m pour le vieillissement à 290°C.

L'allongement de la durée du vieillissement jusqu'à 15000 h a une influence moins importante sur la ténacité, même si cette dernière continue de diminuer. Ainsi, après 5000 h de vieillissement à 350 ou 370°C, la ténacité chute de 70% par rapport à l'état initial. Au bout de 15000 h de vieillissement à 350°C, la ténacité ne vaut plus que 33 MPa√m, représentant environ un quart de la valeur initiale.

Temps (h) et température (°C) de vieillissement	NV	290°C				350°C				370°C	
		1000	5000	10000	15000	1000	5000	10000	15000	1000	5000
$K_{IC}$ (MPa√m)	144	107	92	73	60	62	43	34	33	63	41

**Tableau C-8 – Evolution de la ténacité de l'acier 15-5PH avec le vieillissement [11]**

Les observations des faciès de rupture nous renseignent sur le mode de rupture statique de l'acier 15-5PH, **Figure C-48** et **Figure C-49**: les surfaces de rupture montrent globalement un aspect de plus en plus fragile au fur et à mesure du vieillissement. Plus précisément, on observe une contribution plus importante du clivage dans le processus de rupture au détriment des cupules. De plus, pour les températures les plus hautes et le temps de vieillissement le plus long, un processus d'ouverture des anciens joints de grains austénitiques et des joints de familles de lattes est observé. Suggérant que le vieillissement abaisse la cohésion des interfaces aux joints de grains.

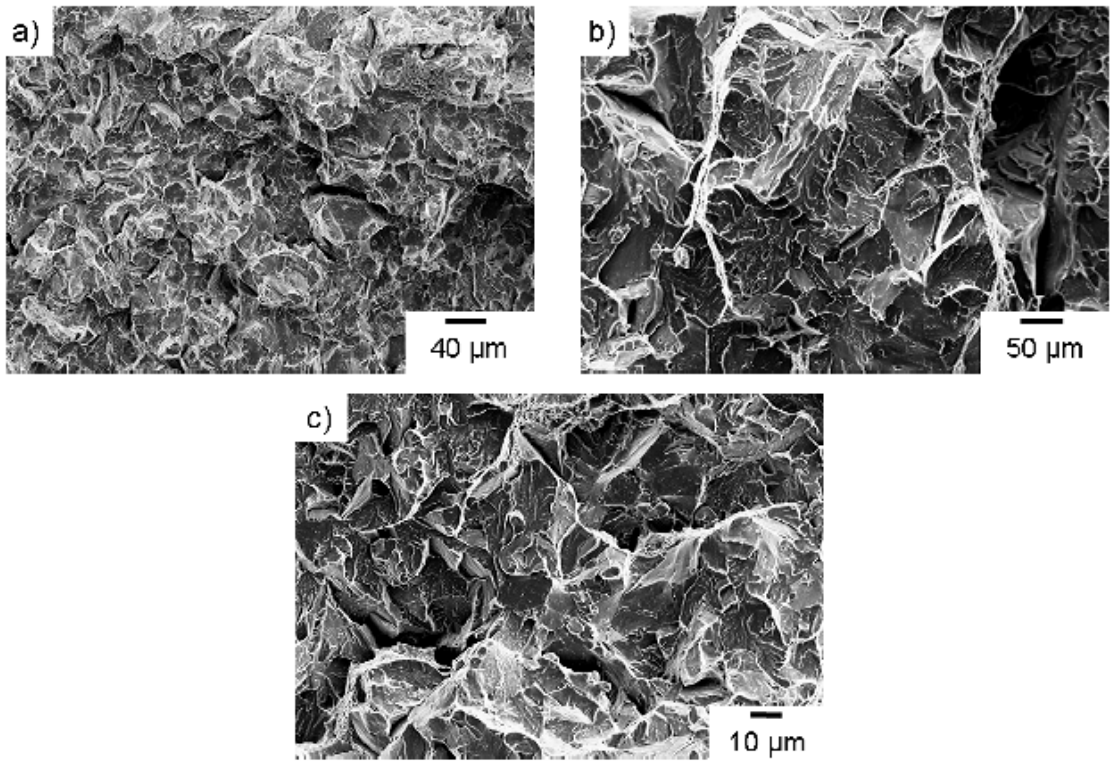
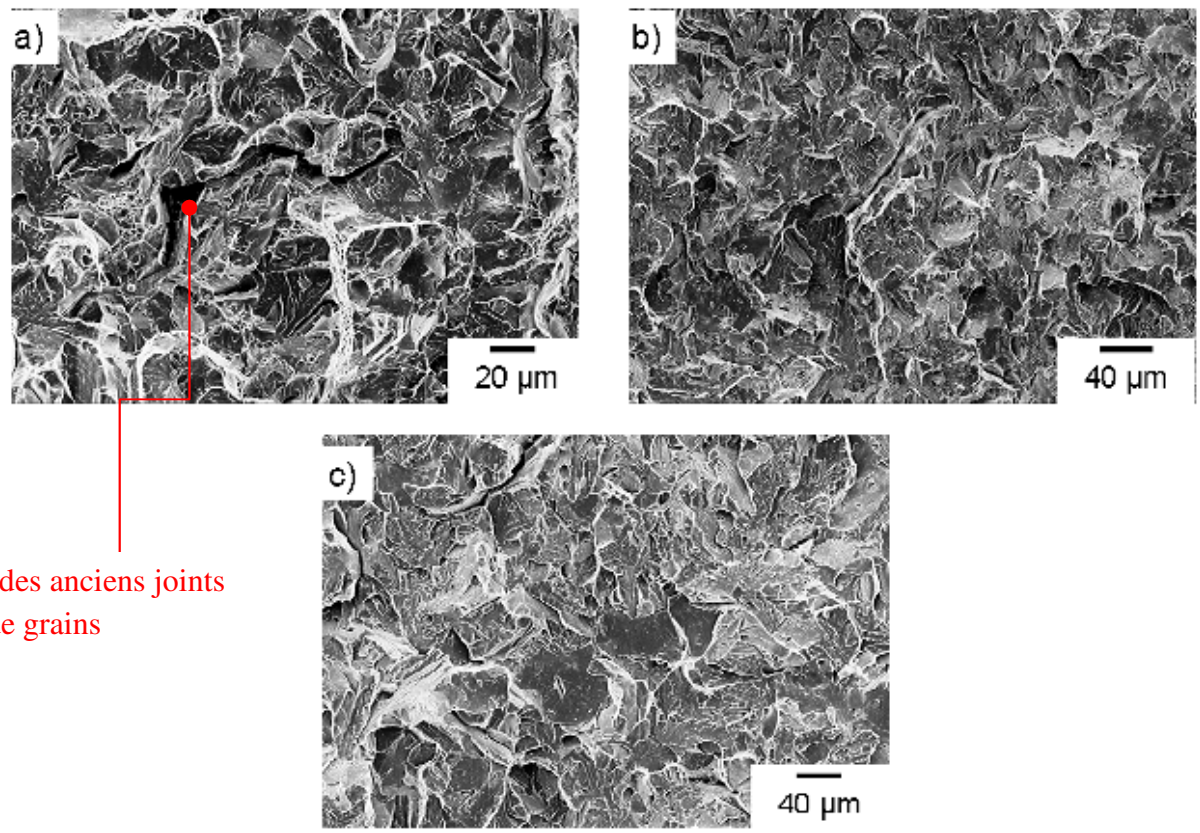


Figure C-48 – Mécanisme de rupture statique de l'acier 15-5PH vieilli à 290°C à l'ambiante. (a) 1000 h, (b) 5000 h, (c) 10000 h [11]



Ouverture des anciens joints de grains

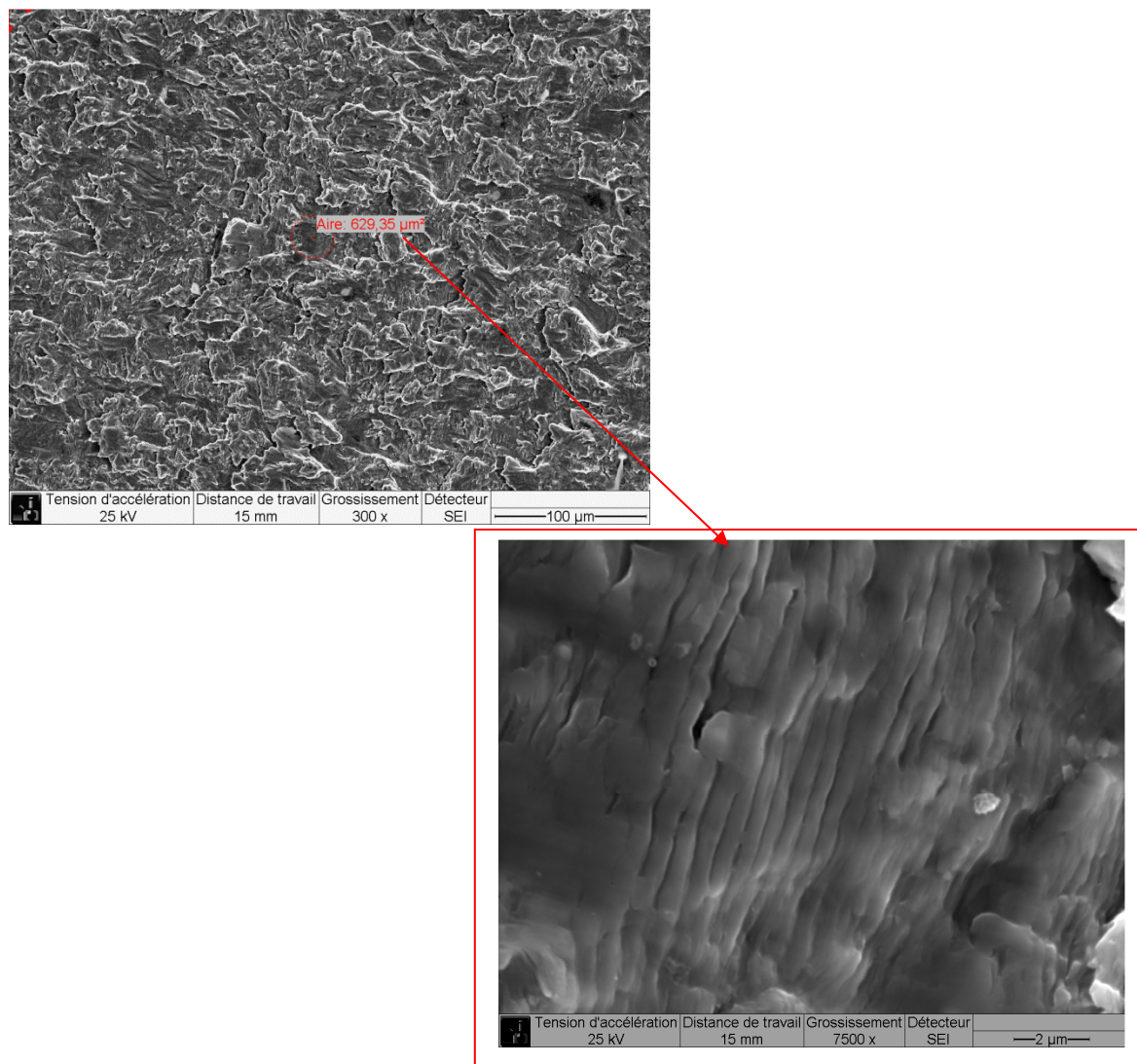
Figure C-49 – Mécanismes de rupture statique de l'acier 15-5PH vieilli à 350°C à l'ambiante. (a) 1000 h, (b) 5000 h, (c) 10000 h [11]



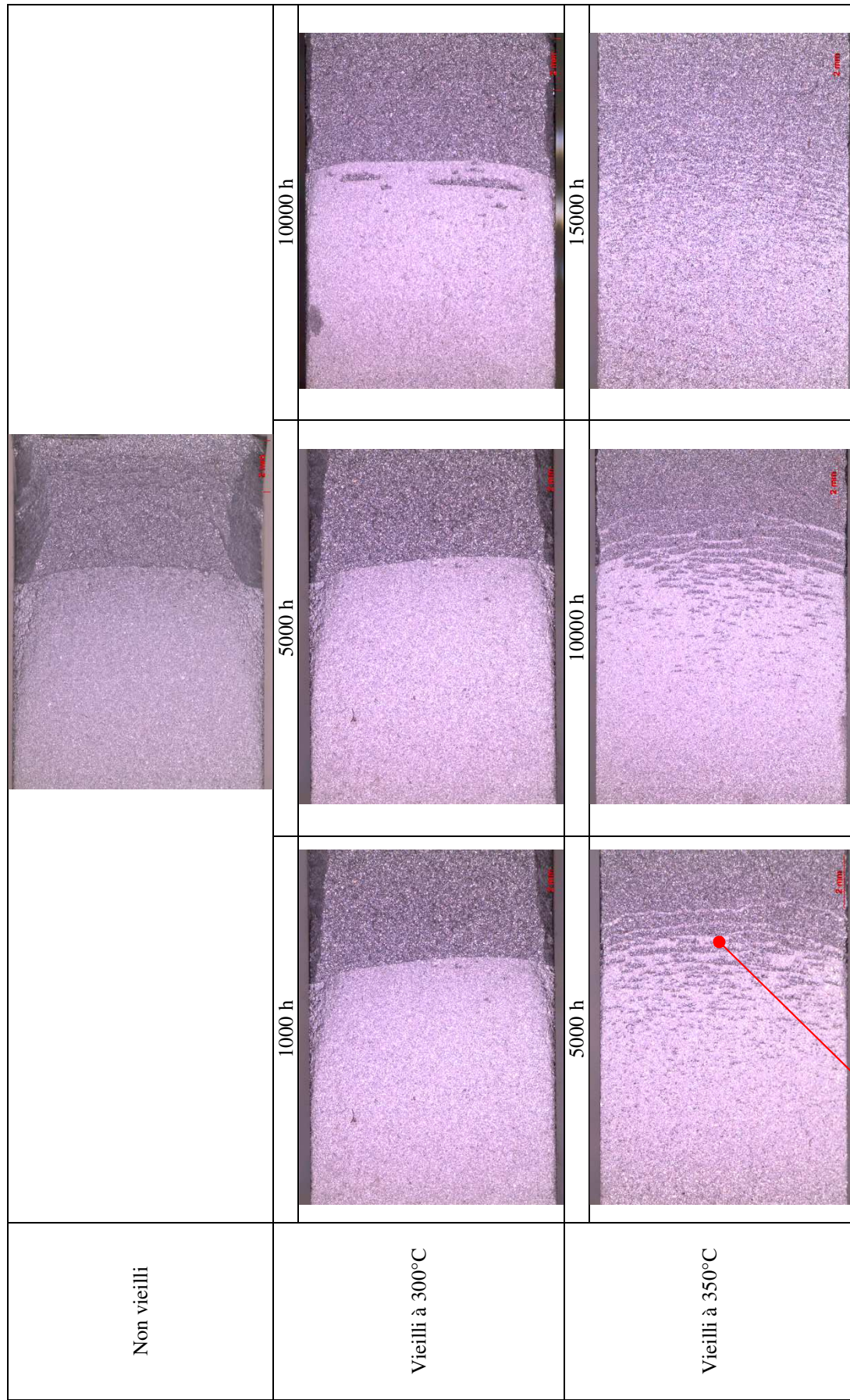
La chute de  $K_{Icrit}$  retrouvée sur les états vieillis en fissuration par fatigue est intimement liée à la chute de la ténacité observée avec le vieillissement.

Afin de mieux comprendre les phénomènes conduisant à l'effet du vieillissement dans la région précédant la rupture finale (**Figure C-51**). Des observations locales des surfaces rompues à  $R = 0,1$  ont été effectuées sur l'ensemble des états vieillis. Par souci de clarté, nous avons choisi de ne présenter ici que trois états métallurgiques : l'état non vieilli, les états vieillis à 300°C et enfin ceux vieillis à 350°C.

Dans un premier temps, nous avons comparé, à une échelle équivalente en microscopie optique, les régions précédant la rupture finale pour chacun des états vieillis mentionnés précédemment. Les résultats obtenus sont consignés dans la **Figure C-50**. On note immédiatement que les surfaces rompues de l'état de réception et les états vieillis à 300°C présentent la même topographie. On retrouve un mécanisme purement transgranulaire avec la présence de stries de fatigue.



**Figure C-50 – Photographies MEB, prises à  $\Delta K = 23 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  sur la surface rompue de l'acier 15-5PH vieilli à 300°C pendant 5000 h à  $R = 0,1$  à l'ambiante**



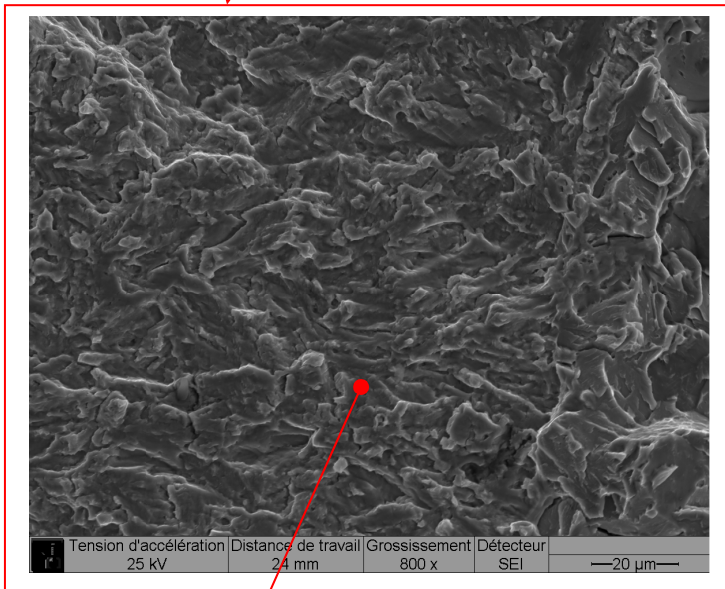
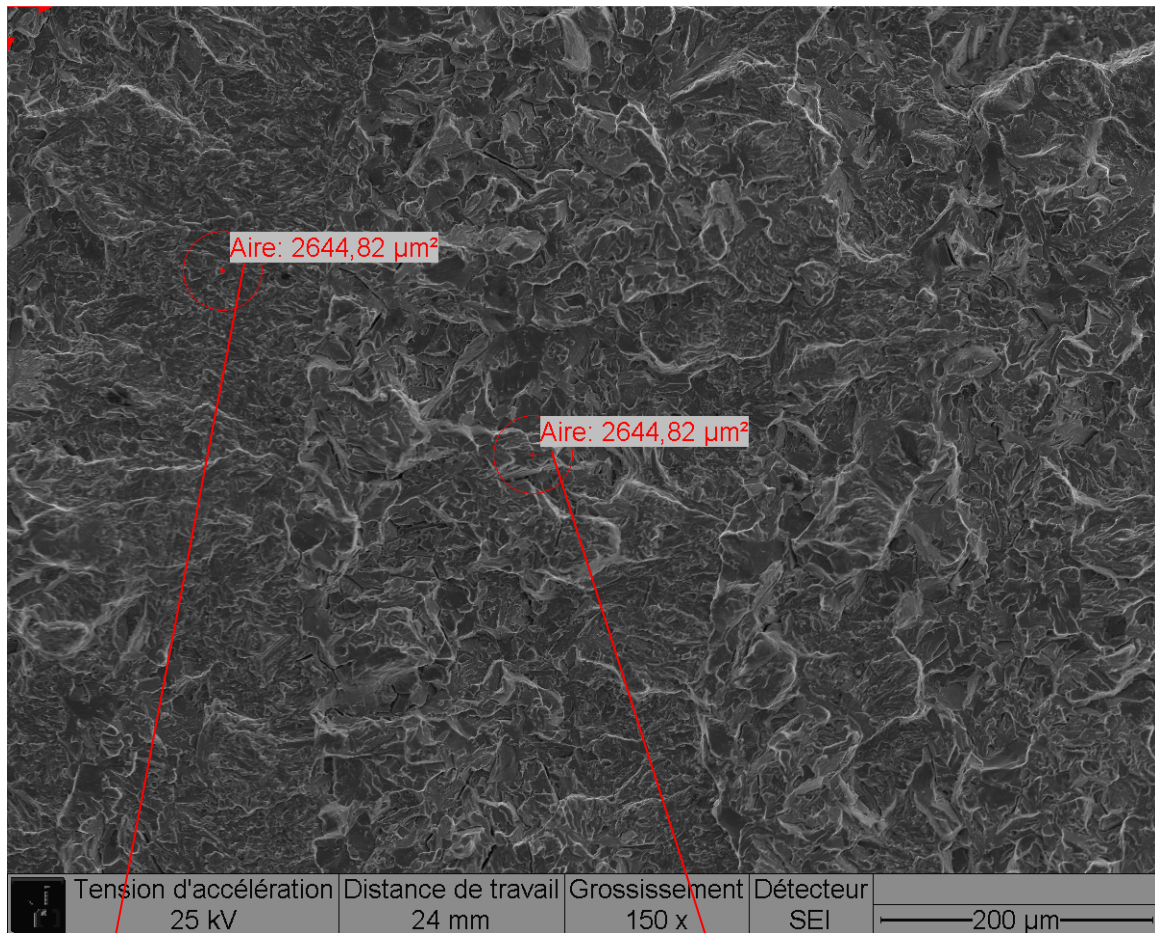
**Figure C-51 – Surfaces de rupture de l'acier 15 PH pour différentes conditions de vieillissement en microscopie optique**

**Ilots de rupture statique**

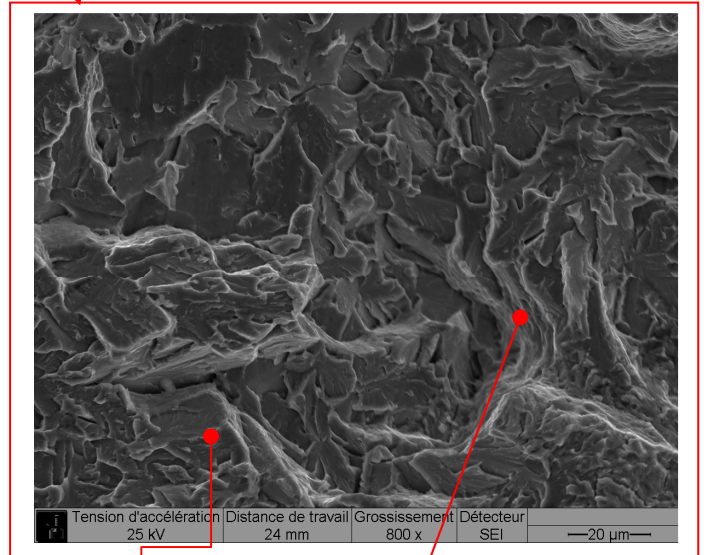
A contrario, sur les surfaces de rupture correspondant aux états vieillis à 350°C, hormis de la rupture transgranulaire, la région précédant la rupture finale présente une topographie particulière. On distingue en effet des îlots de rupture statique caractérisés par du clivage, des ouvertures des anciens joints de grains austénitiques (**Figure C-52**) et des facettes intergranulaires (**Figure C-53**).

Ces îlots de rupture statique sont associés à l'accélération de vitesse que nous observons sur les courbes de propagation des matériaux vieillis à 350°C et à 325°C que nous avons observé précédemment. L'absence d'îlots pour les vieillissements à 300°C se traduit par une pente unique sur les courbes de propagation des matériaux vieillis à 300°C. A 350°C, la présence d'îlots engendre des sauts de vitesse comme ceux observés sur la courbe de propagation de fissures de matériaux vieillis à 350°C. Les mêmes remarques peuvent être effectuées à 325°C et à 400°C.





Rupture transgranulaire

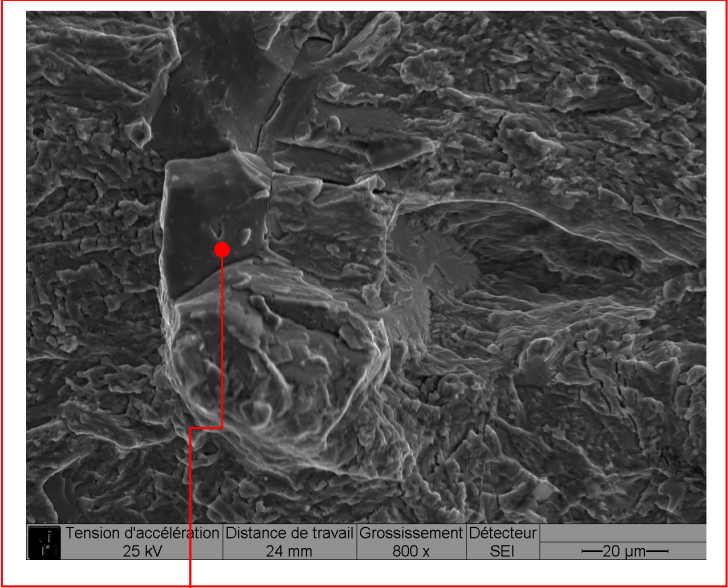


Ouverture des anciens joints de grains

Rupture par clivage

Figure C-52 – Photographies MEB, prises à  $\Delta K = 23 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  sur la surface rompue de l'acier 15-5PH vieilli à  $350^\circ\text{C}$  pendant 5000 h à  $R = 0,1$  à l'ambiante

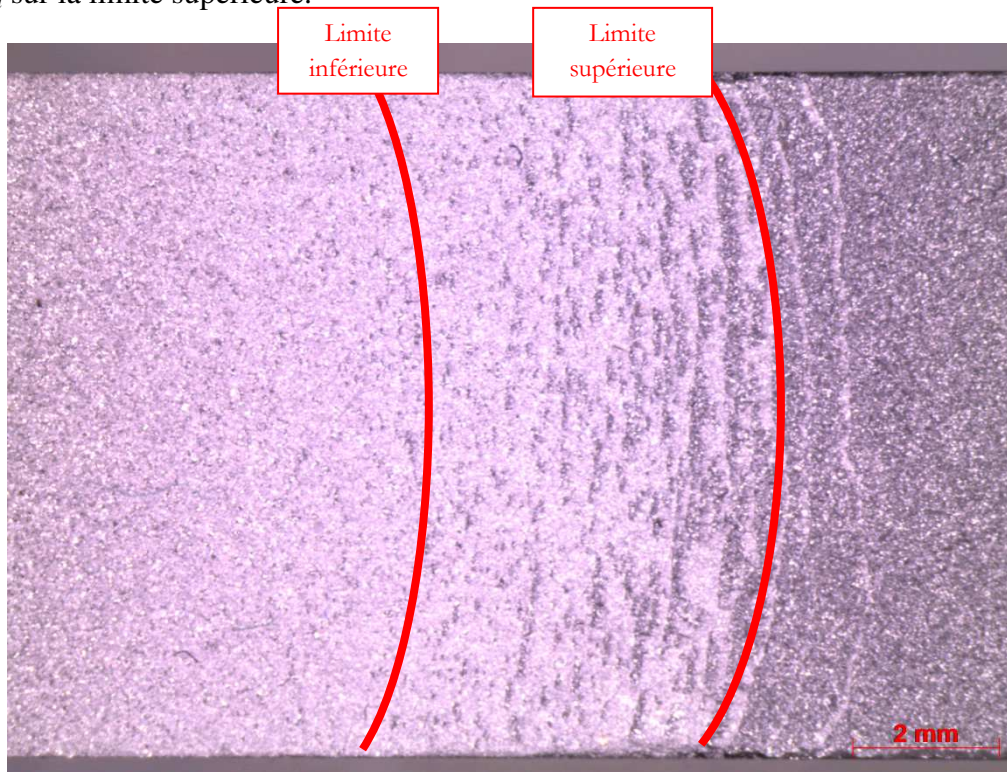




Facettes intergranulaires

Figure C-53 – Photographies MEB, prises à  $\Delta K = 23\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$  sur la surface rompue de l'acier 15-5PH vieilli à 350°C pendant 5000 h à  $R = 0,1$  à l'ambiante

Il n'est cependant pas aisé de déterminer la valeur de  $K_{Icrit}$  à partir de laquelle, nous avons commencé à voir des îlots. En effet, comme le montre la **Figure C-54**, ces îlots sont bornés par une limite inférieure et supérieure. Nous avons considéré pour nos comparaisons la valeur de  $K_{Icrit}$  sur la limite supérieure.



**Figure C-54 – Frontière de d'apparition d'îlots de rupture statique observés sur la surface de rupture de l'acier 15-5PH vieilli à 350°C/5000 h (sens de propagation de la gauche vers la droite)**

Les valeurs estimées de  $K_{Icrit}$  correspondant à chaque condition de vieillissement sont consignées dans le **Tableau C-9**. Ces informations peuvent également être visualisées sur un graphique montrant l'évolution du  $K_{Icrit}$  en fonction du temps de vieillissement pour chacune des températures de vieillissement. On constate au travers de la **Figure C-55**, qu'à 350°C une saturation du vieillissement semble se produire à partir de 10000 h.

Conditions de vieillissement	300°C			325°C			350°C			400°C		
	1000 h	5000 h	1000 h	1000 h	5000 h	10000 h	5000 h	10000 h	15000 h	100 h	500 h	1000 h
$K_{Icrit}$ (MPa√m)	92	69	66	68	49	49	45	45	41	87	44	30

**Tableau C-9 – Evolution de la valeur du facteur d'intensité des contraintes critique en fonction du vieillissement**

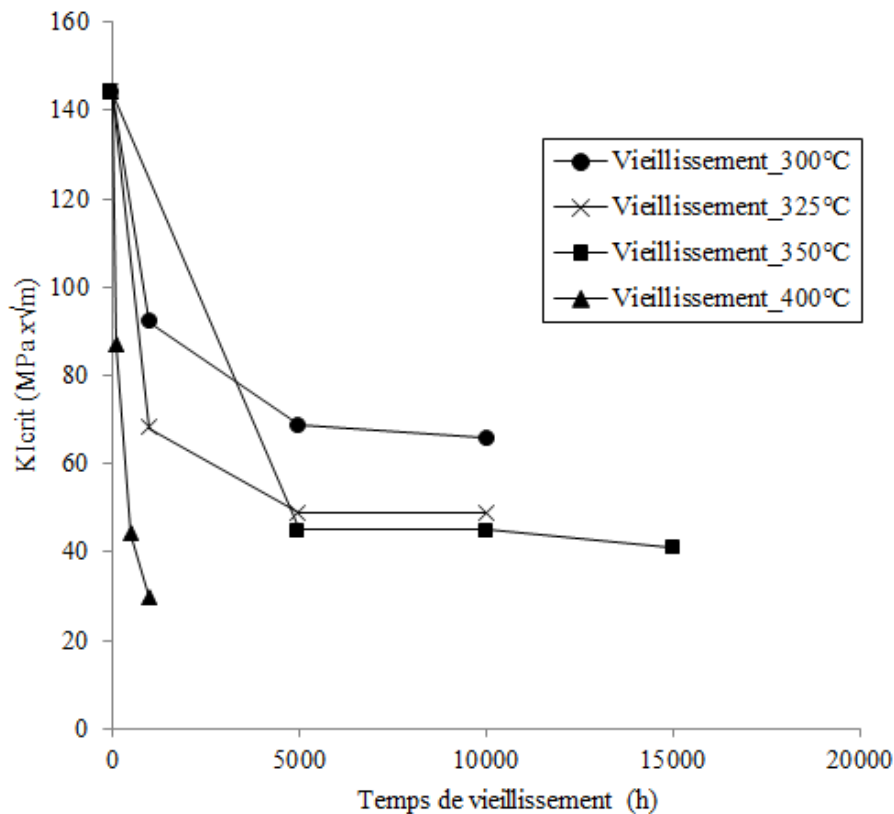


Figure C-55 – Evolution du  $K_{Icrit}$  en fonction du vieillissement à la température ambiante

#### C.4.1.1. Effet du rapport de charge

L'étude de l'influence du rapport de charge sur la propagation des fissures par fatigue de l'acier 15-5PH aux états vieillis a été menée au travers des comparaisons entre un essai à  $R = 0,1$  et  $R = 0,7$ . Les essais à  $R = 0,7$  sur matériaux vieillis ont été particulièrement délicats à réaliser du fait de la chute de  $K_{Icrit}$  précédemment identifiée à  $R = 0,1$ . De ce fait, pour assurer une zone de propagation stable suffisamment étendue pour effectuer nos comparaisons, nous avons débuté certains essais sur matériaux vieillis à des valeurs de  $\Delta K$  inférieures à  $10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ . Ainsi, pour l'état vieilli à  $325^\circ\text{C}/5000 \text{ h}$ , la valeur de  $\Delta K$  initiale était de  $8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , tandis que pour l'état vieilli à  $350^\circ\text{C}/5000 \text{ h}$  la valeur de  $\Delta K$  était de  $5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ . La **Figure C-56** compare les courbes de fissuration à  $R = 0,7$  des états vieillis à  $300^\circ\text{C}$ ,  $325^\circ\text{C}$  et  $350^\circ\text{C}$  pour un temps d'exposition de  $5000 \text{ h}$  avec la courbe de l'état non vieilli. Les conclusions obtenues à  $R = 0,1$  restent valides à  $R = 0,7$ . Par ailleurs, cet impact du vieillissement sur la ténacité peut modifier fortement l'exposant ( $m$ ) de la loi de Paris pour les forts rapports de charge. La **Figure C-57** met en évidence ce phénomène. En effet sur l'état vieilli à  $325^\circ\text{C}/5000 \text{ h}$ , on passe ainsi de  $m = 3,1065$  à  $R = 0,1$  à  $m = 4,022$ . Les résultats obtenus par Knott et Ritchie [10] avaient aussi révélé un résultat similaire (**Figure C-58**).



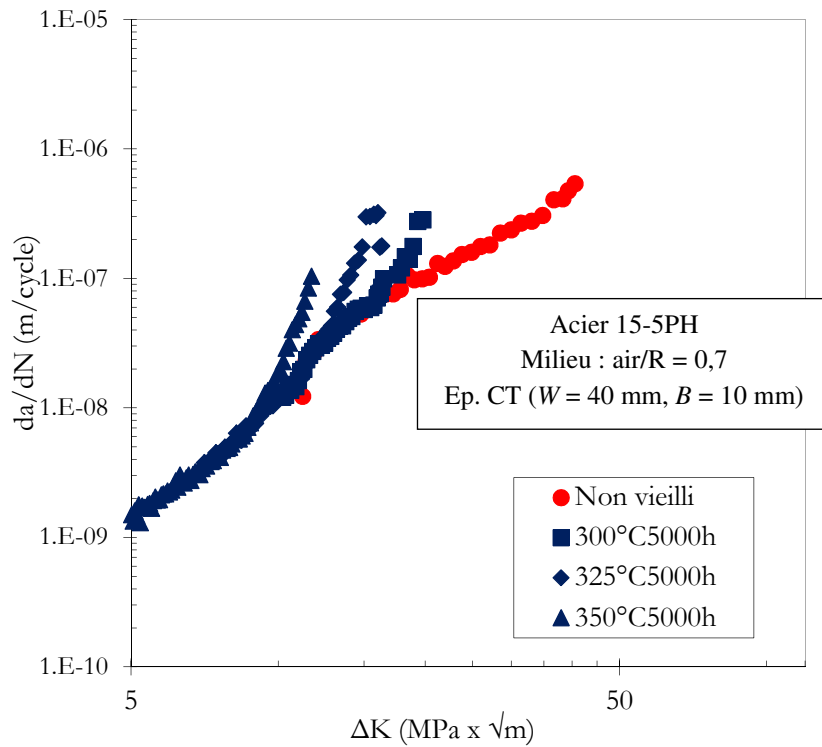


Figure C-56 – Comparaison des courbes de fissuration par fatigue des matériaux vieillis et non vieillis à température ambiante pour un rapport de charge de  $R = 0,7$

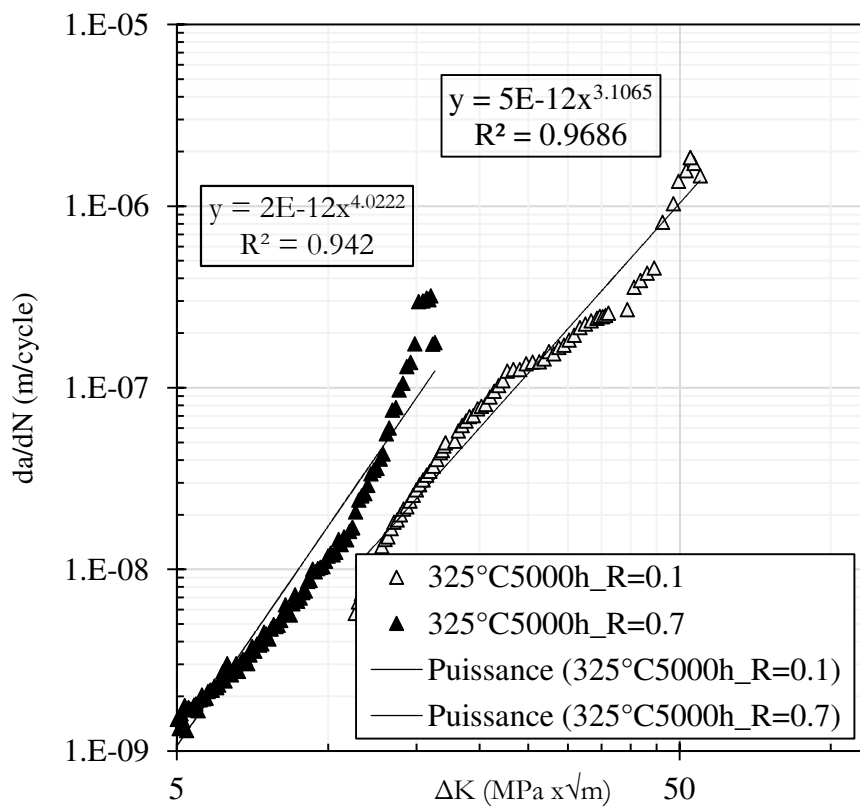
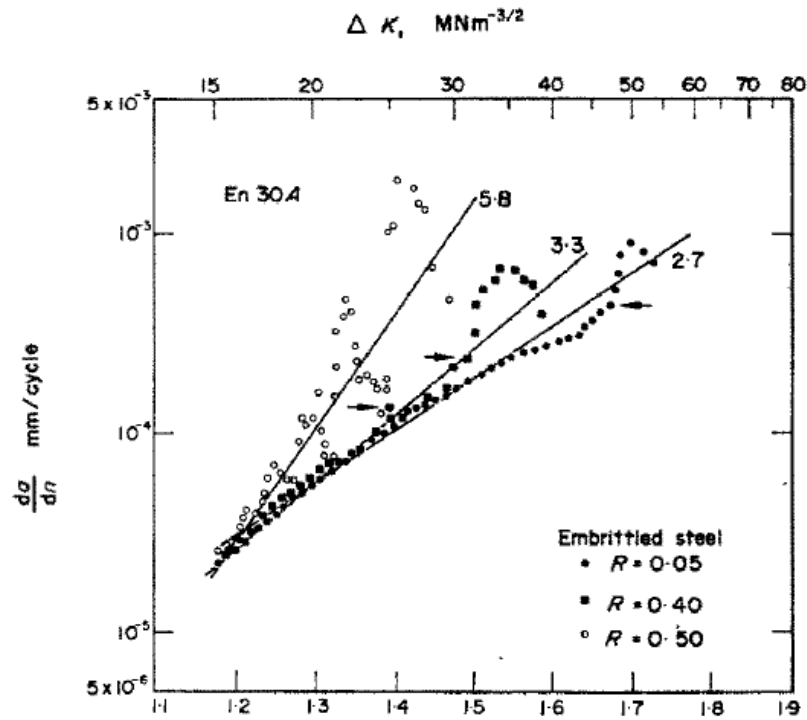


Figure C-57 – Comparaison des courbes de fissuration par fatigue des matériaux vieillis à température ambiante pour un rapport de charge de  $R = 0,7$



**Figure C-58 – Influence du rapport de charge sur le comportement en fissuration d'un acier faiblement allié fragilisé par revenu [10]**

La chute de  $K_{Icrit}$  et les accélérations de vitesse notées précédemment en fin d'essai sont également observées à  $R = 0,7$ . En outre, pour un état de vieillissement donné, une contrainte moyenne plus élevée favorise la formation d'îlots de rupture statique. A titre d'illustration, les observations réalisées au microscope optique de l'état vieilli  $300^{\circ}C/5000$  h à  $R = 0,1$  ne présentaient pas d'îlots de rupture statique, tandis qu'à  $R = 0,7$ , ces îlots sont présents en quantité significative. Pour l'état vieilli à  $350^{\circ}C/5000$  h, un constat similaire est réalisé, **Figure C-59**. Des observations plus fines de la zone précédant la rupture finale au MEB des éprouvettes vieillis à  $300^{\circ}C/5000$  h, testé à  $R = 0,7$ , montrent des résultats similaires à ceux obtenus à  $R = 0,1$ , **Figure C-63**.


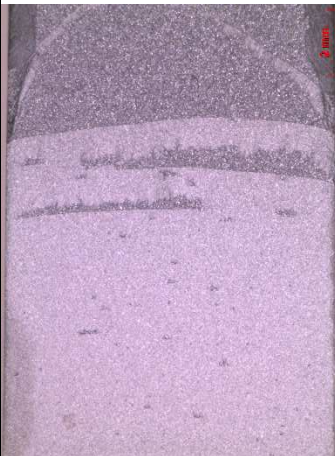
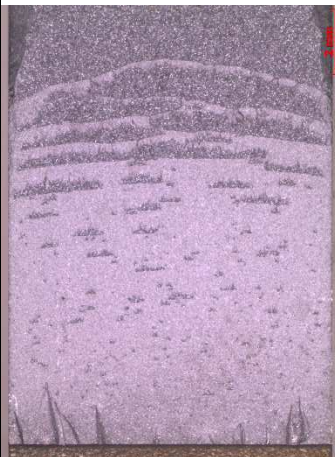

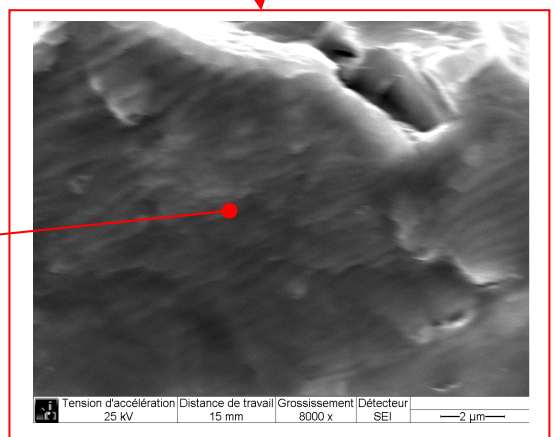
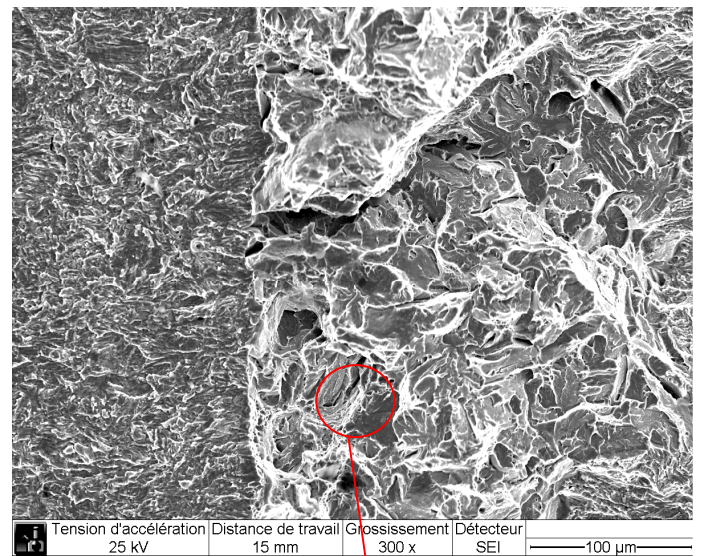
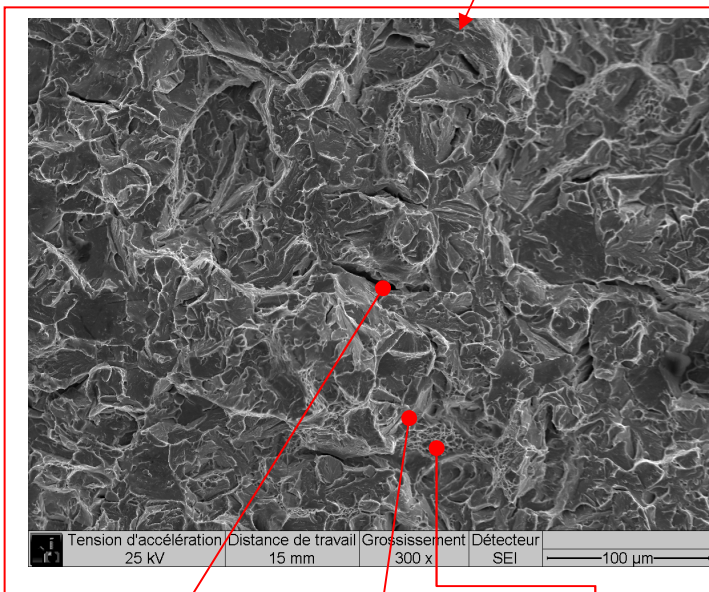
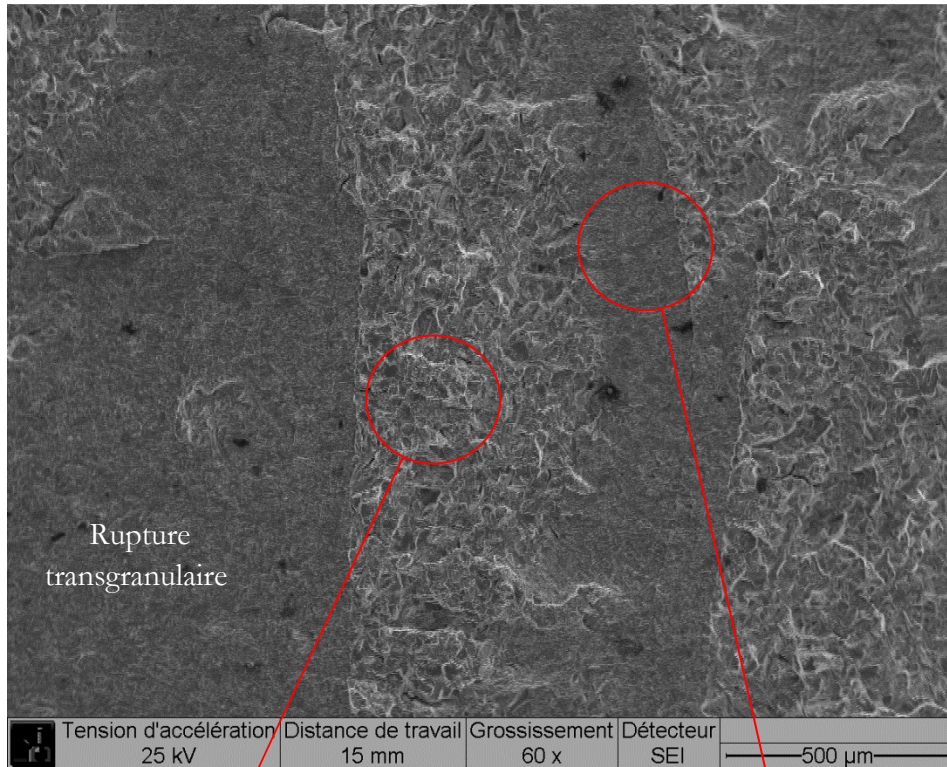
Non vieilli	
Vieilli à 300°C	<div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="text-align: center;"> <p>1000 h</p>  </div> <div style="text-align: center;"> <p>5000 h</p>  </div> </div>
Vieilli à 350°C	<div style="text-align: center;"> <p>5000 h</p>  </div>

Figure C-59 – Surfaces rompues à l’ambiante de l’acier 15-5PH pour différentes conditions de vieillissement





Ouverture d'anciens joints de grains d'austénite

Clivage

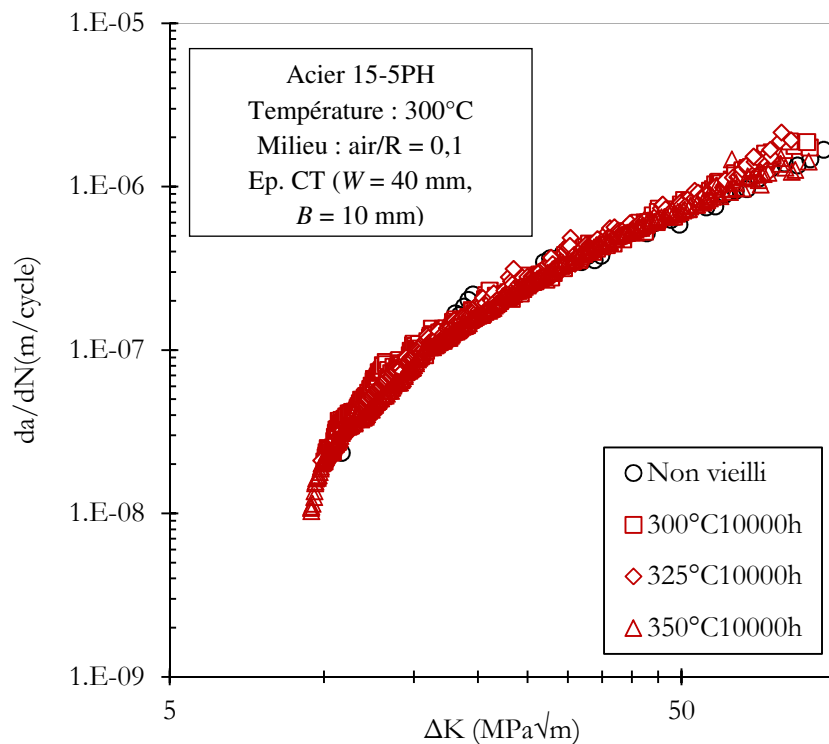
Cupules

Stries

**Figure C-60 – Photographies MEB, prises à  $\Delta K = 23\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$  sur la surface rompue de l'acier 15-5PH vieilli à 350°C pendant 5000 h à  $R = 0,7$  à l'ambiante**

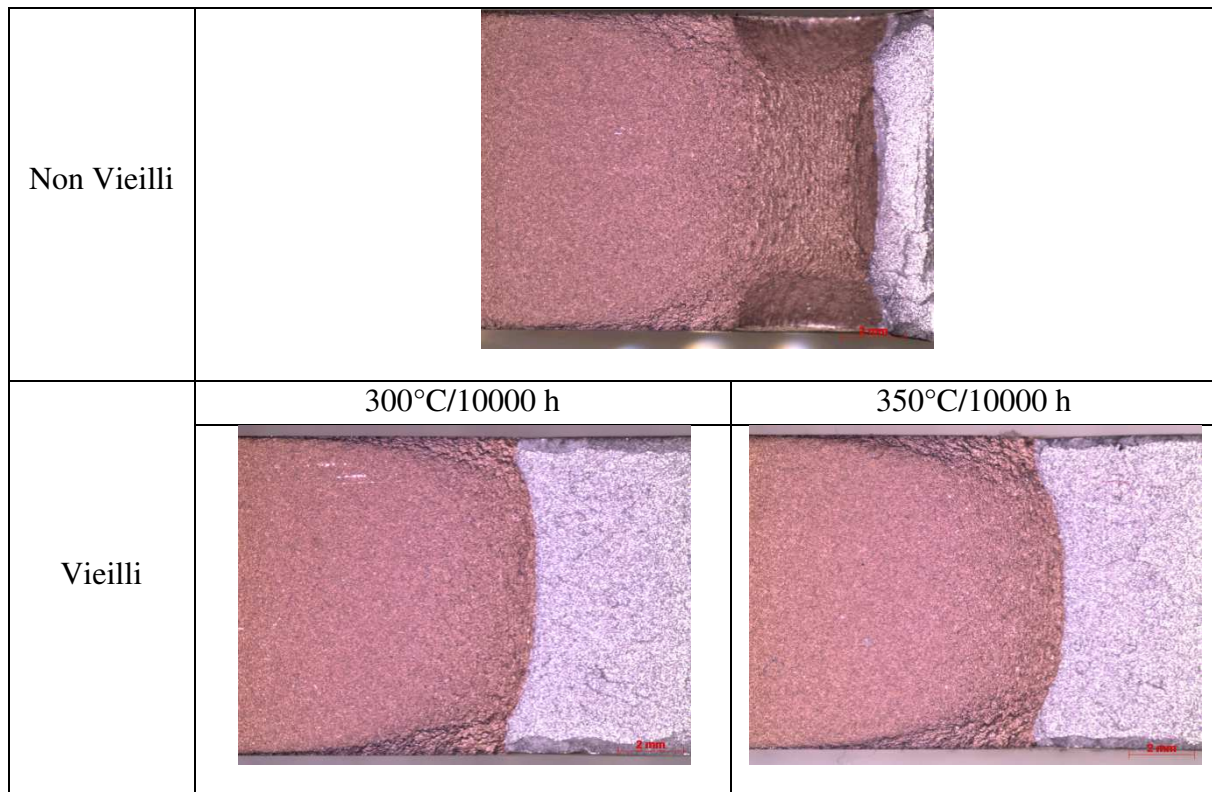
#### C.4.1.2. Effet de la température

Considérons maintenant les résultats des essais réalisés à  $R = 0,1$ , mais cette fois-ci à  $300^{\circ}\text{C}$ . La **Figure C-61** compare les courbes de fissuration des états vieillis à  $350^{\circ}\text{C}$ ,  $325^{\circ}\text{C}$  et  $300^{\circ}\text{C}$  pour un temps d'exposition de 10000 h, comparées à celle de l'état non vieilli. On note là encore une parfaite superposition des courbes de fissuration de l'acier 15-5PH non vieilli et vieillis sur tout le domaine de propagation exploré. Contrairement aux résultats obtenus à température ambiante, aucun phénomène de rupture précoce, associée à une chute de  $K_{Icrit}$ , ni aucune accélération de la propagation à l'approche de la rupture finale ne sont notés à  $300^{\circ}\text{C}$  sur matériaux vieillis. Les observations au microscope optique des surfaces rompues à  $R = 0,1$  des états vieillis à  $300^{\circ}\text{C}/10000\text{ h}$  et à  $350^{\circ}\text{C}/10000\text{ h}$  confirment ce constat, comme le montre les surfaces de rupture présentées sur la **Figure C-62**. En effet, ces surfaces présentent toutes à  $300^{\circ}\text{C}$  le même aspect en ce sens qu'elles sont exemptes d'îlots de rupture statique avant la rupture finale. Les résultats obtenus à  $R = 0,1$  restent valables à  $R = 0,7$ .



**Figure C-61 – Courbe de fissuration-comparaison des courbes de fissuration par fatigue à  $300^{\circ}\text{C}$  de l'acier 15-5PH vieilli et la courbe de l'acier 15-5PH non vieilli à  $R = 0,1$**

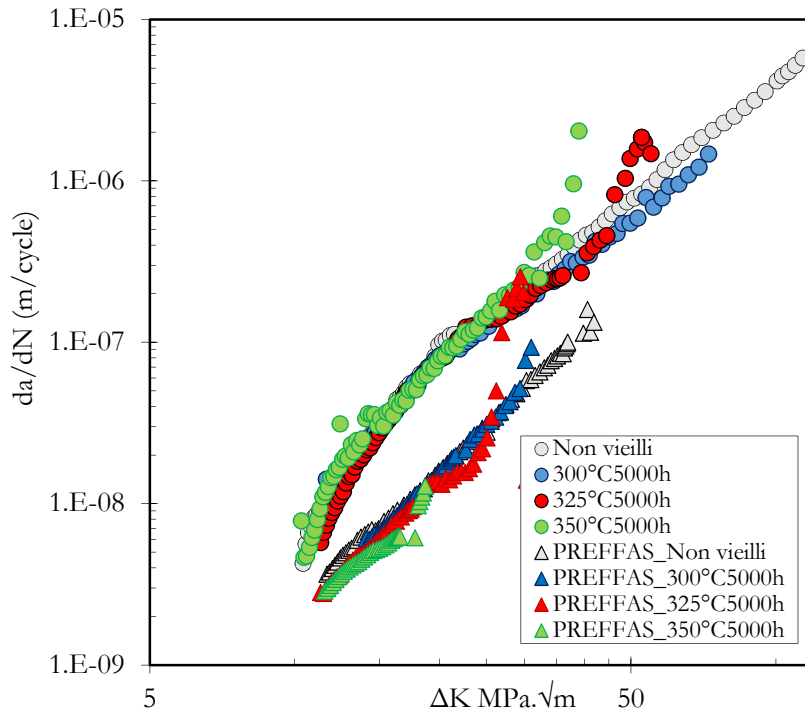




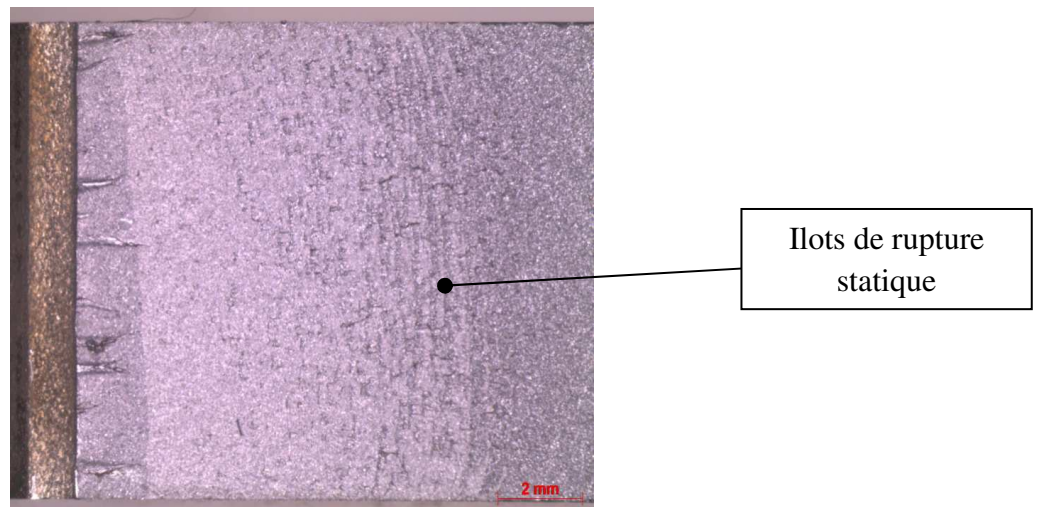
**Figure C-62 – Surfaces rompues à 300°C de l'acier 15-5PH pour différentes conditions de vieillissement**

#### C.4.1.3. Fissuration sous amplitude de chargement variable

L'étude de l'impact du vieillissement sur l'effet retard dans l'acier 15-5PH a été réalisée aux travers d'essais type PREFFAS à température ambiante sur les matériaux vieillis. Les résultats obtenus sont présentés sur la **Figure C-63** qui compare le retard enregistré sur l'acier 15-5PH non vieilli à ceux obtenus sur l'acier 15-5PH vieilli à 300°C, 325°C et 350°C pendant 5000 h. On s'aperçoit que les courbes retardées des états vieillis et non vieilli se superposent, indiquant que le retard généré par les surcharges répétées sur les états vieillis est donc identique à celui généré sur l'état non vieilli. On retrouve en outre la rupture prématurée identifiée à  $R = 0,1$  à l'ambiante sur les éprouvettes surchargées des matériaux vieillis. Tout comme à  $R = 0,1$ , la surface de rupture produite sous surcharges répétées présente des îlots de rupture statique près de la rupture finale, en accord avec l'accélération de la propagation notée en fin d'essai **Figure C-64**.

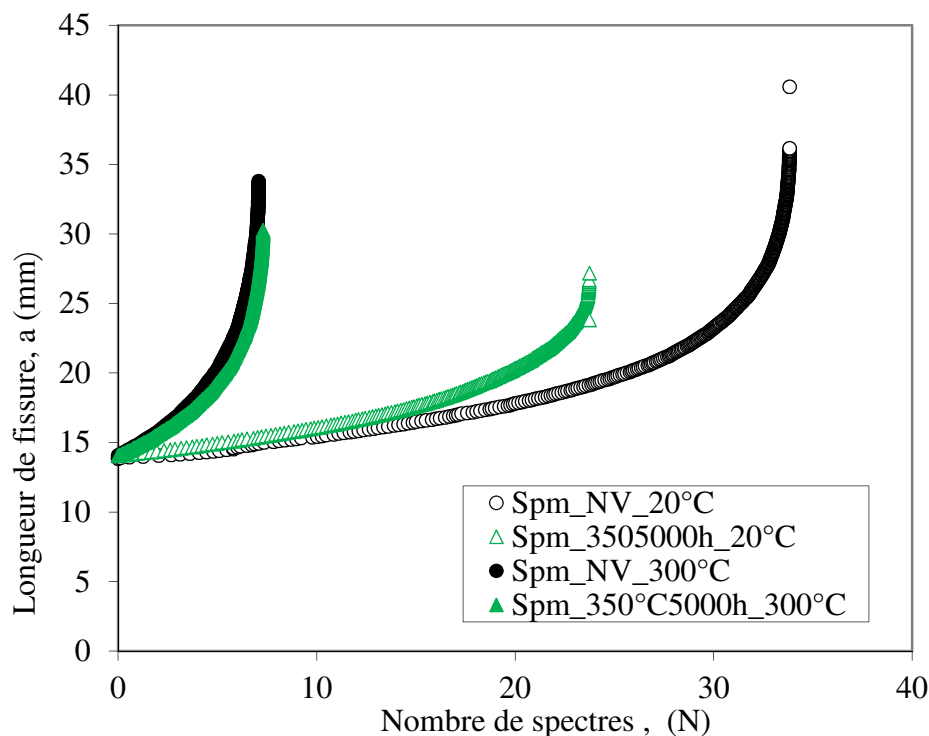


**Figure C-63 – Influence du vieillissement sur l’effet retard engendré par chargement de surcharges répétées type PREFFAS à température ambiante.**



**Figure C-64 – Surface rompue de l’acier 15-5PH vieilli à 350°C/5000 h sous un essai type PREFFAS à température ambiante.**

Quatre essais ont été réalisés sous spectre SMR, dont deux à température ambiante et deux à 300°C, sur les matériaux non vieilli et vieilli à 350°C/5000 h. La **Figure C-65** montre les résultats obtenus. Ce résultat est en accord avec les observations réalisées jusqu’ici, en ce sens que le vieillissement n’a pas d’effet à 300°C et réduit le domaine de propagation à 20°C. La durée de vie passe ainsi de 33 et de 25 spectres respectivement sur les matériaux non vieilli et vieilli à 300°C/5000 h à 20°C. N’ayant qu’effectué qu’un seul essai par condition des résultats supplémentaires sont néanmoins nécessaires pour conforter ce résultat.



**Figure C-65- Comparaison de durée de vie sous spectre (SMR) en l'état non vieilli et l'état vieilli à 350°C/5000 h à l'ambiante et 300°C**

L'absence d'effet du vieillissement sur l'effet retard montré ici est, en première analyse, en accord avec l'absence d'effet du vieillissement sur le comportement cyclique contrôlant les mécanismes de retard en pointe de fissure.

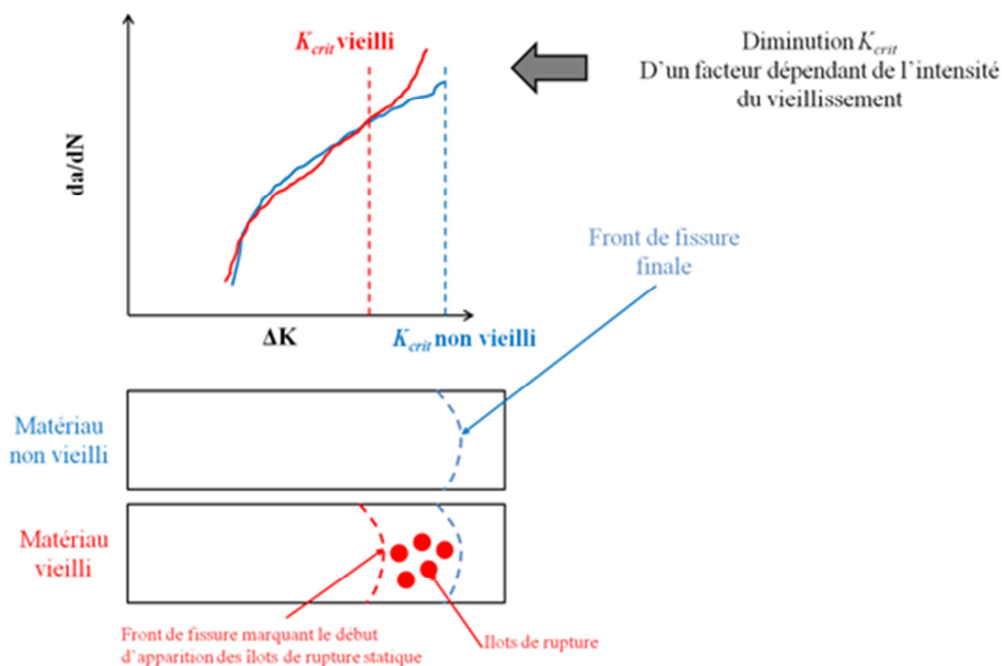
#### ***C.4.2 Quelques éléments de discussion sur l'effet du vieillissement et du rapport de charge sur la propagation des fissures de fatigue de l'acier 15-5PH aux états vieillis à température ambiante***

Les résultats présentés ici sur l'effet du vieillissement s'apparentent à ceux obtenus par Knott et Ritchie sur la propagation des fissures par fatigue dans un acier faiblement allié soumis à une fragilisation par revenu. L'influence de la contrainte moyenne sur la vitesse de propagation y a été examinée et des comparaisons entre les conditions de trempe fragilisantes et non fragilisantes ont été effectuées. Alors que les vitesses de propagation sont insensibles à la contrainte moyenne à l'état non fragilisé, les vitesses de fissuration dans les conditions fragilisantes sont nettement plus rapides et fortement influencées par le niveau de la contrainte moyenne. Ces effets sont attribués à la présence de mode de rupture statique qui se produit en association avec les formations classiques de stries par fatigue. La fragilisation au revenu dans cet alliage est causée par ségrégation du phosphore à l'origine d'une chute de la ténacité. En fissuration par fatigue, ce phénomène occasionne une augmentation de la vitesse de propagation de fissures dans la région proche de la rupture finale associée à l'apparition, sur les surfaces de rupture, d'îlots sombres attribués à un mode de rupture statique. Ces îlots correspondent en fait à de la rupture intergranulaire, comparable aux observations faites sur les éprouvettes de ténacité.

Dans le domaine dit de « Paris », le mécanisme de propagation des fissures par fatigue correspond à la formation de strie au cours d'un cycle. Ce mécanisme ne paraît pas affecté par le vieillissement, comme en témoigne notamment le faible effet du rapport de charge sur la vitesse de propagation observé à faible valeurs de  $\Delta K$ .

La sensibilité de la propagation des fissures observées ici correspond à une dégradation de la résistance à la fissuration induite par l'activation d'un mode de rupture statique qui se superpose au mécanisme de formation des stries, notamment à fort rapport  $R$ . La vitesse de propagation des fissures devient nettement dépendante du rapport de charge lorsque les modes de rupture statique interviennent. De telles situations se présentent lorsque l'acier est sollicité en-dessous de sa température de transition ductile-fragile [10]. Les résultats obtenus au cours de cette étude viennent soutenir fortement cet effet de la composante de rupture «statique» sur la propagation des fissures par fatigue. Dans les états vieillis, l'augmentation du rapport de charge favorise l'apparition de facettes de clivage et de décohésions inter granulaires qui se traduit par une augmentation de la vitesse de propagation.

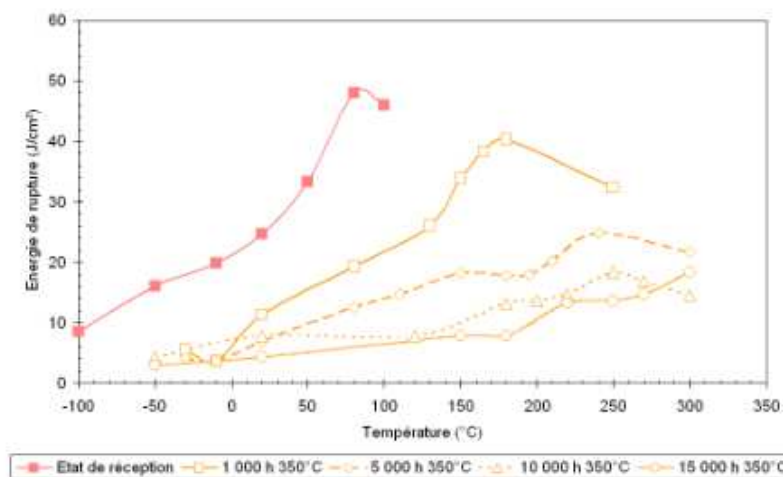
Un raisonnement identique peut être appliqué dans le cas de l'acier 15-5PH. En effet, comme le récapitule la **Figure C-66**, des îlots de rupture statique ont été identifiés sur l'acier 15-5PH. Ces îlots sont bornés et l'intervalle des bornes dépend du l'intensité du vieillissement. Les lignes ci-dessous se proposent de dresser quelques pistes d'explication pour ce phénomène.



**Figure C-66 – Scénario de rupture de l'acier 15-5PH vieilli**

### C.4.3 Vers une compréhension du lien entre ténacité et vieillissement : fragilité intergranulaire de l'acier 15-5PH avec le vieillissement

La présence d'ilots de rupture statique à l'ambiante sur les éprouvettes vieilles rompues pourrait s'expliquer en analysant l'évolution des courbes de transition ductile-fragile avec le vieillissement. Hughes [11] a quantifié l'évolution de la température de transition ductile-fragile (TTDF) de l'acier 15-5PH vieilli à 290°C, 350°C et 370°C pour des temps d'exposition allant jusqu'à 15000 h. Le résultat obtenu pour l'état vieilli à 350°C est consigné dans la **Figure C-67**.



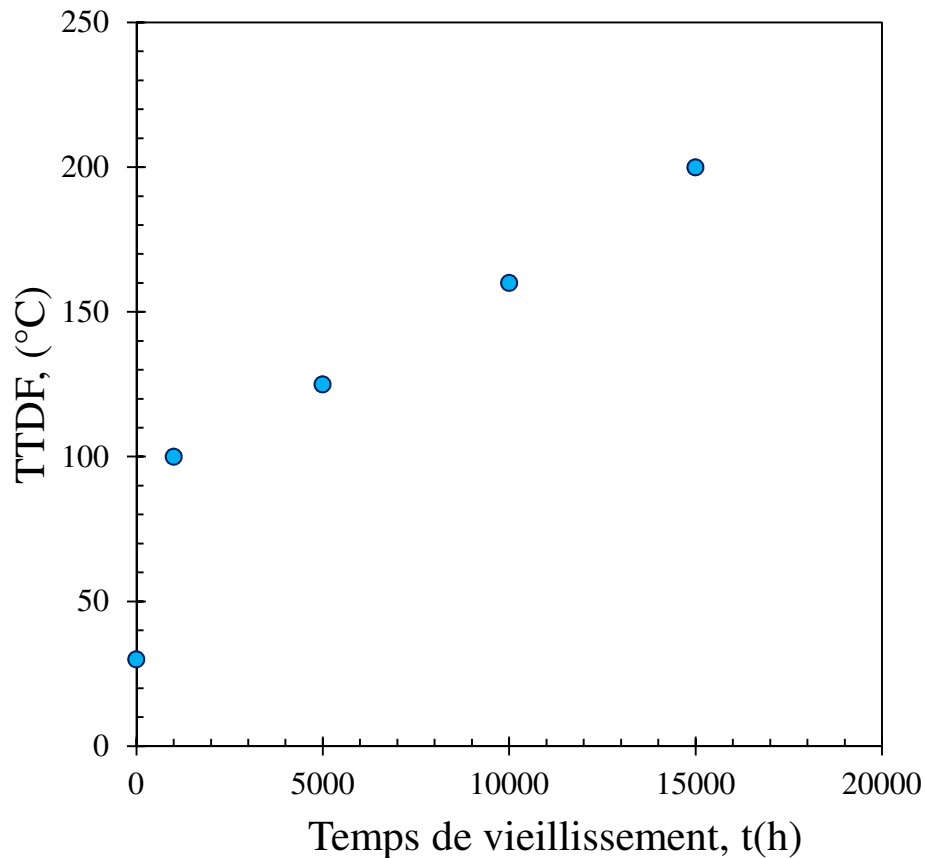
**Figure C-67 – Evolution de la température de transition ductile-fragile de l'acier 15-5PH en cours de vieillissement à 350°C [11]**

Le récapitulatif des résultats obtenus est consigné dans le **Tableau C- 10**.

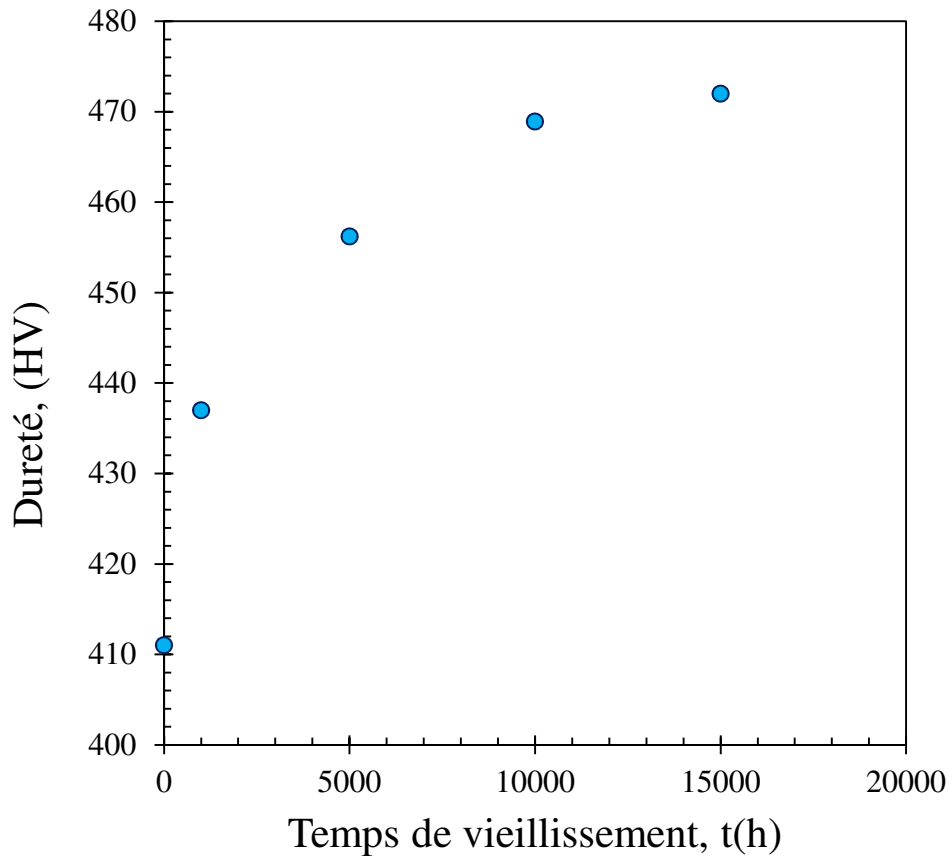
Vieillissement			
Température	Temps (h)	Dureté (HV)	TTDF (°C)
290°C	0	411	30
	1000	418	80
	5000	423	90
	10000	433	100
	15000	434	100
350°C	0	411	30
	1000	439	80
	5000	464	120
	10000	469	130
	15000	472	170
370°C	0	411	30
	1000	439	80
	5000	464	120

**Tableau C- 10 – Evolution de la dureté (HV) et de la transition ductile-fragile (TTDF) [11]**

La **Figure C- 68** fait apparaître l'évolution de la TTDF en fonction du vieillissement à 350°C. Cette figure présentée appelle quelques observations. Tout d'abord, on constate une augmentation systématique de la température de transition au cours du vieillissement à 350°C, il en est de même à 290°C et 370°C. Cette augmentation est plus importante pour les durées de vieillissement plus grandes. L'évolution de la température de transition dépend en partie de celle de la dureté (**Figure C-69**). Au cours du vieillissement, la démixtion fer-chrome induit un durcissement matriciel. La forme des cinétiques de durcissement laisse penser que la dureté tend de façon asymptotique vers une valeur limite.



**Figure C- 68 – Evolution de la température de transition ductile-fragile de l'acier 15-5PH en cours de vieillissement à 350°C**

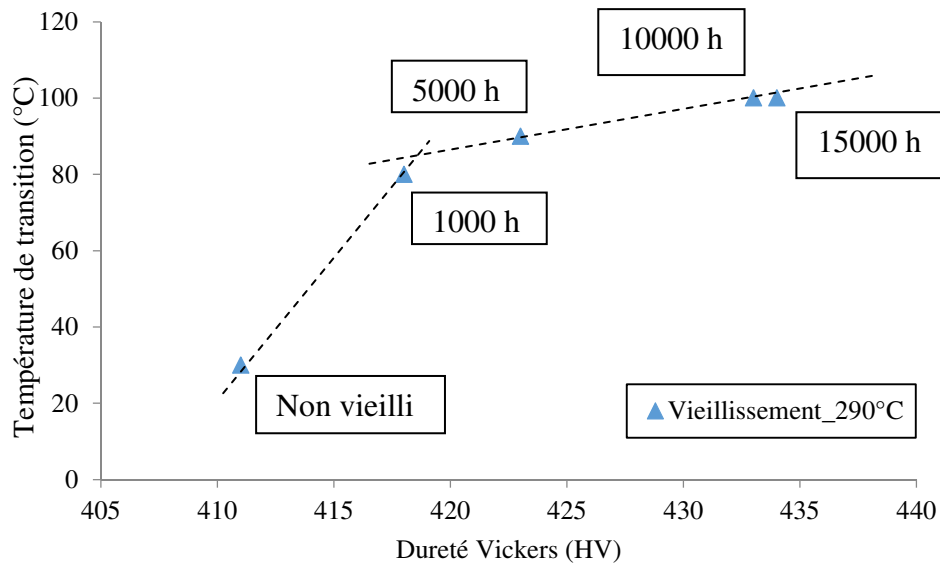


**Figure C-69 – Evolution de la dureté- de l'acier 15-5PH en cours de vieillissement à 350°C [11]**

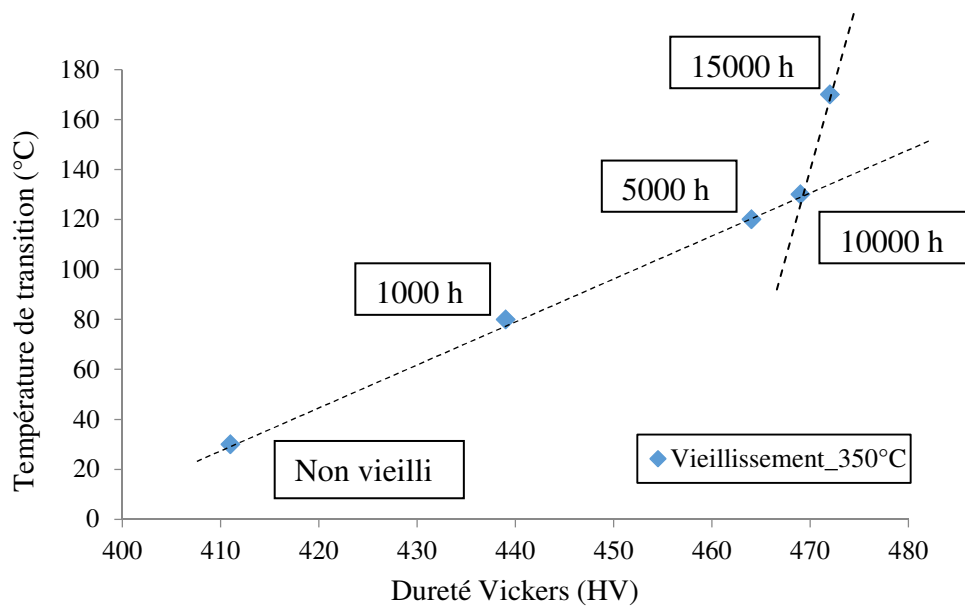
L'augmentation importante de la température de transition ductile-fragile avec le vieillissement peut s'expliquer par une diminution de la cohésion des joints de grains sous l'effet de la ségrégation d'impuretés [12-14]. Deux phénomènes distincts peuvent être à l'origine de l'augmentation importante de la température de transition :

- Le durcissement matriciel lié à la décomposition spinodale ;
- La ségrégation intergranulaire du phosphore.

Une manière simple d'évaluer la contribution de chacun de ces phénomènes consiste à placer les points correspondant aux différents états de vieillissement dans un diagramme dureté - température de transition (**Figure C-70**, **Figure C-71** et **Figure C-72**).

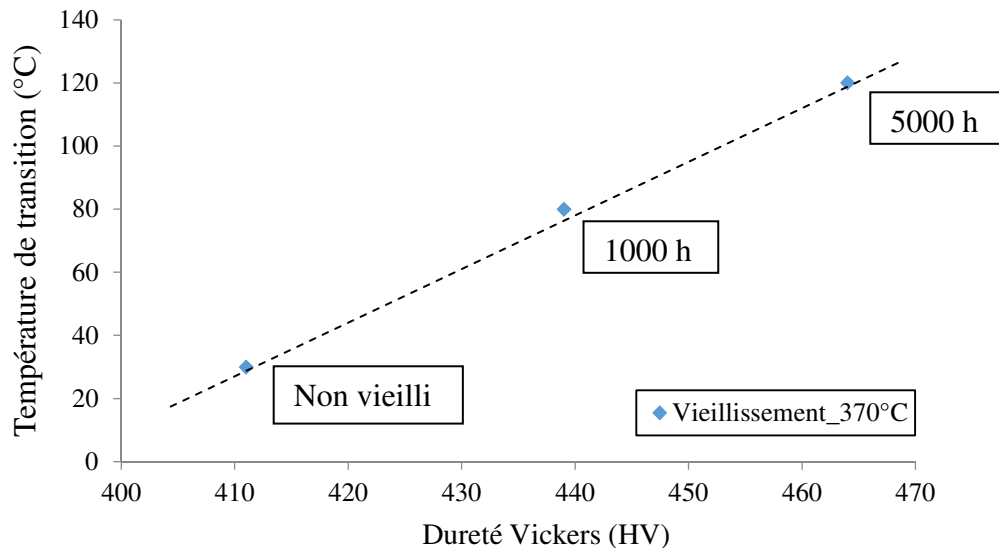


**Figure C-70 – Evolution de la température de transition ductile-fragile de l’acier 15-5PH en cours de vieillissement à 290°C [11]**



**Figure C-71 – Evolution de la température de transition ductile-fragile de l’acier 15-5PH en cours de vieillissement à 350°C [11]**





**Figure C-72 – Evolution de la température de transition ductile-fragile de l'acier 15-5PH en cours de vieillissement à 370°C [11]**

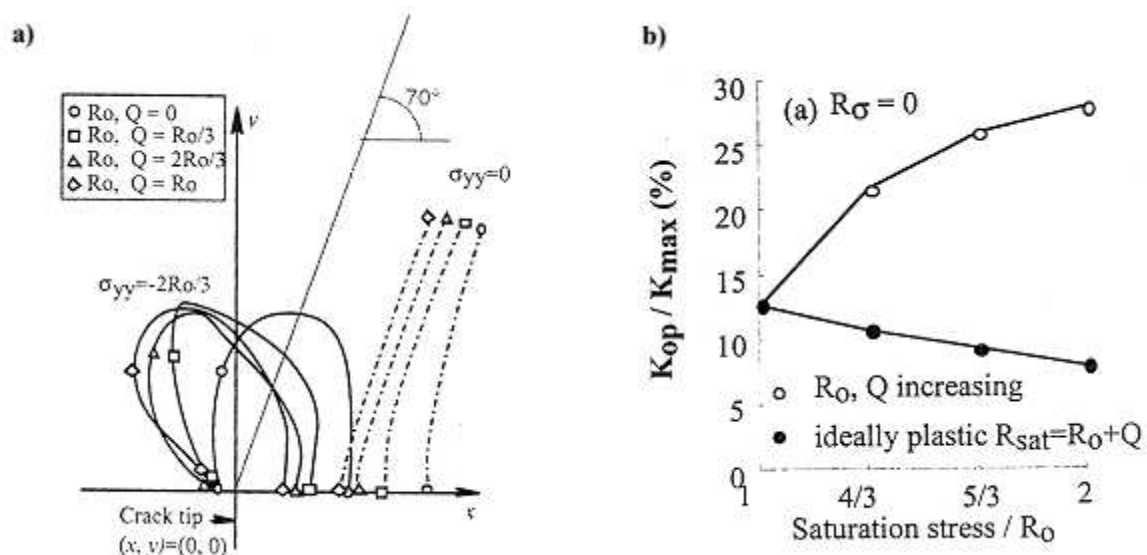
Avant vieillissement, la température de revenu conditionne complètement la dureté de l'acier 15-5PH et sa température de transition ductile-fragile. Après vieillissement, la situation est plus complexe. En supposant une variation linéaire de la température de transition avec la dureté, si le durcissement en cours de vieillissement était la seule cause d'augmentation de la température de transition, nous devrions avoir une unique pente sur chacune des courbes  $TTDF = f(\text{Dureté})$ . Or, les courbes  $TTDF = f(\text{Dureté})$ , des conditions de vieillissement à 290°C et 350°C laissent apparaître deux pentes. Pour le vieillissement à 290°C, cette seconde pente intervient aux alentours de 5000 h tandis que pour le vieillissement 350°C, elle intervient aux alentours de 10000 h. En outre, les résultats des essais Charpy de Hugues [2] (**Figure C-48** et **Figure C-49**) ont mis en évidence le caractère intergranulaire de la rupture, signature d'une diminution de la cohésion des joints de grains, qui se traduit par une augmentation de la température de transition ductile-fragile. On pourrait donc attribuer la variation de pente à la fragilité intergranulaire liée à la ségrégation du phosphore. Les îlots de rupture statique observés sur les éprouvettes de fissuration ne seraient qu'une conséquence de ce phénomène. Une évaluation de la cinétique de ségrégation reste nécessaire pour confirmer ce résultat.

#### ***C.4.4 Relation essai de comportement cyclique, fissuration par fatigue et vieillissement***

Pour comprendre l'influence du comportement cyclique sur le comportement en fissuration par fatigue de l'acier 15-5PH avec prise en compte du vieillissement. Nous nous basés sur les travaux de Pommier. Pommier a mis en évidence la contribution de chacun des écrouissages sur le niveau d'ouverture de la fissure. Elle a ainsi calculé par éléments finis les niveaux d'ouverture de deux matériaux ayant un comportement identique en traction, mais dont l'un possède un écrouissage cinématique et l'autre un écrouissage isotrope. Le matériau possédant un écrouissage cinématique voit sa limite d'élasticité diminuée lors de l'inversion

du sens de la déformation, induisant ainsi une déformation plastique en retour supérieure à celle du matériau présentant un comportement isotrope. L'étendue de la zone plastifiée en pointe de fissure est réduite et les contraintes résiduelles de compression sont plus faibles, ce qui réduit le niveau de fermeture. Par ailleurs, Pommier [8] a montré que cette tendance s'accroît lorsque le rapport  $\sigma_{max}/\sigma_0$  est plus important. Elle explique de façon plus précise le mécanisme de fermeture de fissure lié à l'écroutissage isotrope. Pour cela, Pommier a calculé par éléments finis les tailles de zone plastifiée de matériaux possédant une même cission critique ( $R_0 = constante$ ) mais avec un écroutissage croissant. Le résultat obtenu indique que la zone plastifiée, située en à l'avant de la pointe de fissure pour un matériau plastique parfait ( $Q = 0$ ), bascule progressivement au-dessus du sillage lorsque l'écroutissage augmente, comme le montre la **Figure C-73**. La surface déformée plastiquement augmente par la même occasion. L'emplacement et la taille de la zone plastifiée d'un matériau à écroutissage cinématique influence fortement le niveau d'ouverture de fissure. En revanche, pour un matériau plastique parfait, l'augmentation de la limite d'élasticité provoque une diminution de la fermeture de fissure du fait de la réduction de la taille de zone plastifiée. Dans tous les cas, la fermeture de fissure du matériau écroutissable est donc supérieure à celle du matériau plastique parfait. Toutefois, le niveau de fermeture de fissure est plus faible pour un matériau présentant un écroutissage cinématique qu'un alliage présentant un écroutissage isotrope.

Dans le cas de l'acier 15-5PH, nous avons observé, très peu d'effet de rapport de charge lors de la fissuration de cet alliage, donc très peu d'effet de fermeture. Ce résultat est en cohérence avec l'absence de l'effet d'écroutissage isotrope ; laissant ainsi un écroutissage à dominance cinématique. Par ailleurs, le fait de retrouver un écroutissage cinématique identique ici pour l'ensemble des vieillissements expliquerait les effets retards identiques observés.



**Figure C-73 – (a) Evolution de la zone plastique avec l'augmentation de l'écroutissage isotrope et (b) influence de l'écroutissage isotrope et de la cission critique sur le niveau de fermeture de fissure [15]**

**Synthèse :**

*A température ambiante, pour une température de vieillissement donnée ( $290^{\circ}\text{C} < T < 400^{\circ}\text{C}$ ), les vitesses de fissuration par fatigue des matériaux vieillis et non vieillis sont identiques dans le domaine de propagation stable, quel que soit le temps de vieillissement. Cependant, l'étendue de ce domaine est fortement réduite par le vieillissement. Cette réduction est d'autant plus marquée que le degré de vieillissement est important et s'accompagne de la formation, sur les surfaces de rupture, d'îlots caractéristiques de l'activation d'un mode de rupture statique venant se superposer à l'endommagement cyclique. Il apparaît donc que le vieillissement n'affecte guère le comportement en fissuration tant que celui-ci reste principalement gouverné par la déformation cyclique en pointe de fissure. L'effet du rapport de charge sur la vitesse de propagation n'est pas profondément modifié par le vieillissement dans le domaine de propagation stable. Néanmoins, l'augmentation du rapport de charge se traduit par une présence plus marquée d'îlots de rupture statique pour une condition de vieillissement donnée.*

*A  $300^{\circ}\text{C}$ , pour une température de vieillissement donnée ( $290^{\circ}\text{C} < T < 400^{\circ}\text{C}$ ), les vitesses de fissuration par fatigue sur les états vieillis et non vieillis sont là encore identiques, quelle que soit la durée de vieillissement, avec un effet du rapport  $R$  peu marqué comme à température ambiante. En outre, aucune rupture prématurée n'est notée sur les matériaux vieillis. Sous amplitude de chargement variable, un effet retard similaire est observé sur les matériaux vieillis et les matériaux vieillis indépendamment du degré de vieillissement.*

*L'application de surcharges périodiques se traduit, sur le matériau à l'état de réception, comme attendu par un effet retard fonction notamment du taux de surcharge, de la périodicité des surcharges. Cet effet est en outre conservé à  $300^{\circ}\text{C}$ . L'intensité du retard n'est par ailleurs nullement affectée par le vieillissement à  $20^{\circ}\text{C}$  comme à  $300^{\circ}\text{C}$ . A température ambiante cependant, l'effet du mode de rupture statique reste sensible sous ce type de chargement. Cela se traduit notamment par une réduction de la durée de vie sous spectre représentatifs sur matériau vieilli par rapport à l'état de réception, alors qu'à  $300^{\circ}\text{C}$  les durées de vie sont identiques.*

*Le mode de rupture statique pourrait être dû à de la fragilité intergranulaire dû à la ségrégation du phosphore.*

---

## Bibliographie

- [1] A. Standard, "E647-95," *1995 ASTM annual book of standards*, vol. 3, p. 578, 1995.
- [2] J. Donald and J. Ruschau, "Direct current potential difference fatigue crack measurement techniques," *Fatigue crack measurement: techniques and applications*, pp. 11-37, 1991.
- [3] F. Hamon, "Modélisation du comportement mécanique en fissuration d'alliages aéronautiques," ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique-Poitiers, 2010.
- [4] K. C. Hsu and C. K. Lin, "Effects of  $R$ -ratio on high-temperature fatigue crack growth behavior of a precipitation-hardening stainless steel," *International Journal of Fatigue*, vol. 30, no. 12, pp. 2147-2155, 2008.
- [5] A. Kotoji, F. Atsushi, T. Motoji, and C. Mincheol, "A fracture mechanical behaviour of aged 15Ni-5Cr Stainless steels," presented at the The 15th International Conference on Structural Mechanics in Reactor technology, Séoul, Korea, 1999.
- [6] W. Elbert, "The significance of fatigue crack closure," in *Damage Tolerance in Aircraft Structures: A Symposium Presented at the Seventy-Third Annual Meeting American Society for Testing and Materials, Toronto, Ontario, Canada, 21-26 June 1970*, 1971, vol. 486, p. 230: ASTM International.
- [7] S. Matsuoka, K. Tanaka, and M. Kawahara, "The retardation phenomenon of fatigue crack growth in HT80 steel," *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 8, no. 3, pp. 507-523, 1976.
- [8] S. Pommier, "Plane strain crack closure and cyclic hardening," *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 69, no. 1, pp. 25-44, 2002.
- [9] K. C. Hsu and C. K. Lin, "Influence of frequency on the high-temperature fatigue crack growth behavior of 17-4 PH stainless steels," *Materials transactions*, vol. 48, no. 3, pp. 490-499, 2007.
- [10] R. O. Ritchie and J. F. Knott, "Mechanisms of fatigue crack growth in low alloy steel," *Acta Metallurgica*, vol. 21, no. 5, pp. 639-648, 1973.
- [11] J. Hugues, "Vieillissement thermomécanique d'un acier martensitique inoxydable à durcissement structural," University of Toulouse, 2014.
- [12] S. Takayama, T. Ogura, S.-C. Fu, and C. McMahon, "The calculation of transition temperature changes in steels due to temper embrittlement," *Metallurgical Transactions A*, vol. 11, no. 9, pp. 1513-1530, 1980.
- [13] R. Mulford, C. McMahon, D. Pope, and H. Feng, "Temper embrittlement of Ni-Cr steels by phosphorus," *Metallurgical Transactions A*, vol. 7, no. 8, pp. 1183-1195, 1976.
- [14] M. Guttman, "The role of residuals and alloying elements in temper embrittlement," *Philosophical Transactions of the Royal Society of London A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, vol. 295, no. 1413, pp. 169-196, 1980.
- [15] S. Pommier, "A study of the relationship between variable level fatigue crack growth and the cyclic constitutive behaviour of steel," *International journal of fatigue*, vol. 23, pp. 111-118, 2001.



**Chapitre D :**  
**Simulation numérique de la propagation de  
fissures par fatigue dans l'acier 15-5PH**



---

## Chapitre D

# Simulation numérique de la propagation de fissures par fatigue dans l'acier 15-5PH

---

<b>D.1. CHOIX DU MODELE DE FISSURATION PAR FATIGUE.....</b>	<b>225</b>
<b>D.2. LE MODELE INCREMENTAL POUR DE LA DUREE DE VIE EN FISSURATION PAR FATIGUE DE L'ACIER 15-5PH.....</b>	<b>225</b>
D.2.1. MODELISATION DU PROBLEME A L'AIDE DES ELEMENTS FINIS ET IDENTIFICATION DES PARAMETRES.....	226
D.2.1.1. Identification de la loi d'émoussement .....	226
D.2.1.2. Identification du paramètre $\alpha$ de la loi de fissuration .....	228
D.2.2. RESULTATS DES SIMULATIONS.....	228
D.2.2.1. Influence du taux de surcharge.....	228
D.2.2.2. Influence de la période de surcharge.....	229
D.2.2.3. Influence du nombre de surcharge .....	230
D.2.2.4. Influence du rapport de charge du chargement de base.....	230
D.2.3. COMPARAISON MODELE INCREMENTAL ET MODELE PREFFAS .....	231
D.2.3.1. Modélisation de l'éprouvette .....	231
D.2.3.2. Identification de la loi effective pour les simulations du modèle PREFFAS .....	231
D.2.3.3. Comparaison Modèle incrémental et PREFFAS .....	234
<b>D.3. MODELISATION DE LA FISSURATION PAR FATIGUE SUR MATERIAUX VIEILLIS .....</b>	<b>236</b>
D.3.1. UTILISATION DE L'EQUATION D'HOLLOMON-JAFFE POUR LA PREDICTION DES PROPRIETES MECANQUES MONOTONES DE L'ACIER 15-5PH APRES UN VIEILLISSEMENT THERMIQUE LONG.....	237
D.3.2. DISCUSSION .....	245
D.3.2.1. Unicité du paramètre $C$ .....	245



<i>D.3.2.2. Réévaluation du paramètre C</i> .....	246
<b>BIBLIOGRAPHIE</b> .....	<b>252</b>

# Simulation numérique de la propagation de fissures par fatigue dans l'acier 15-5PH

---

## D.1. Choix du modèle de fissuration par fatigue

La prévision du comportement en fissuration sous chargements d'amplitude variable nécessite l'utilisation d'un modèle qui soit d'une part capable de prédire l'avancée sous chargement d'amplitude variable et qui soit d'autre part compatible avec des simulations numériques en grand nombre de cycles. De ce fait, il s'agit d'établir un compromis entre complexité du modèle et rapidité des calculs. De plus dans le cas de l'acier 15-5PH, celui-ci doit être à même de prendre en compte la chute de  $K_{Icrit}$  observée avec le vieillissement.

Lorsque le chargement est à amplitude variable, la vitesse de fissuration dépend donc, d'un certain nombre de grandeurs caractéristiques de l'histoire de chargement. Le modèle choisi doit permettre d'en rendre compte. Il s'agit donc de choisir entre les modèles PREFFAS, ONERA, CORPUS, les approches de type Strip Yield et le modèle incrémental de Pommier. Sur la base de critères tels que la complexité de mise en œuvre et nombre important de paramètres à identifier, ou encore l'absence d'expérience sur ces modèles au sein du laboratoire, nous avons finalement décidé de nous focaliser sur les deux modèles suivants : le modèle PREFFAS et le modèle incrémental de Pommier. Il est à noter que nous disposons d'informations suffisantes pour la mise en œuvre de ces deux modèles.

Pour le modèle PREFFAS, une description complète se retrouve dans les travaux de Davy [1]. Ce modèle a été implémenté dans le logiciel d'analyse en tolérance aux dommages Crack-Kit© développé par Airbus Innovation Works. L'hypothèse de stationnarité du modèle PREFFAS constitue cependant une limite majeure du modèle. Des spectres de chargement constitués de séquences non-répétées ne peuvent en effet pas être traités avec PREFFAS. La solution réside donc dans des modèles tels que le modèle incrémental. La description de l'algorithme se trouve dans les thèse d'Hamam [2] et de Ruiz Sabariego [3] et un exécutable a été mis à disposition dans le cadre de ces travaux par le LMT Cachan.

## D.2. Le modèle incrémental pour de la durée de vie en fissuration par fatigue de l'acier 15-5PH

La **Figure D-1** récapitule les différentes étapes de traitement du modèle. Elle a été proposée par Hamam [2]. La mise en place du modèle incrémental conduit à l'utilisation de 8 paramètres matériaux pour décrire correctement l'évolution de l'émoussement en pointe de fissure en fonction du chargement appliqué à la structure. La loi de fissuration retenue par le modèle n'apportant qu'un paramètre supplémentaire. C'est donc en tout pas moins de 9 paramètres qui vont permettre de simuler la propagation des fissures à l'aide du modèle incrémental. Cette identification a été réalisée au LMT-Cachan. Nous décrirons ici la procédure utilisée. Dans un premier temps, nous présentons le modèle éléments finis qui permet de réaliser les calculs nécessaires à l'identification de la loi d'émoussement. Nous expliquerons ensuite le principe d'identification du paramètre matériau  $\alpha$ .

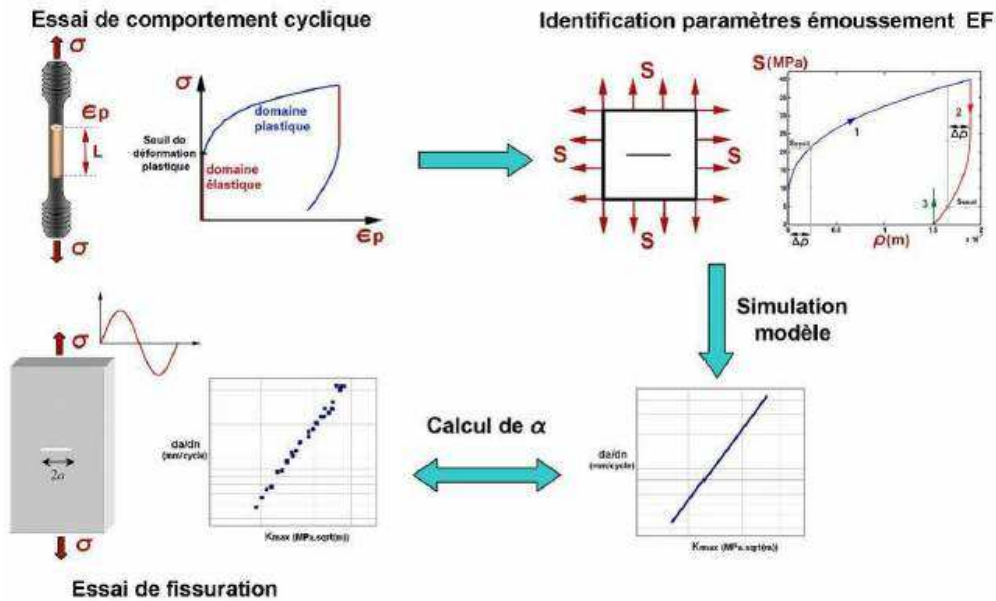


Figure D-1 – Démarche générale du modèle incrémental [2]

### D.2.1. Modélisation du problème à l'aide des éléments finis et identification des paramètres

Le modèle éléments finis utilisé pour réaliser les calculs nécessaires à l'établissement de la loi d'érousement du matériau étudié est une plaque carrée de 2 m de côté avec une fissure plane à fond droit au centre de grand axe :  $2a = 20$  mm. Avec les symétries du problème seul un quart de la plaque est modélisé, comme le montre la **Figure D-2**.

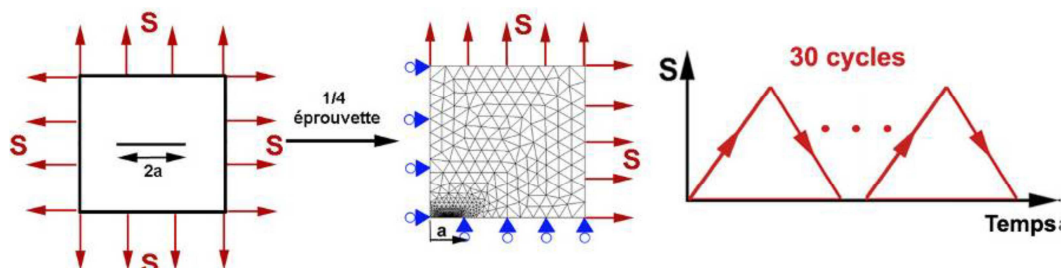


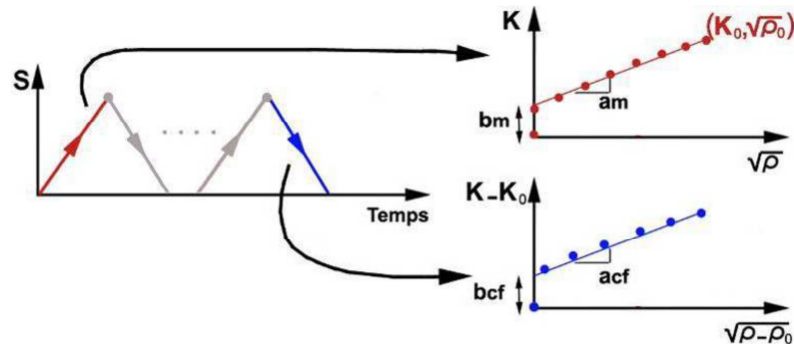
Figure D-2 – Présentation du modèle éléments finis pour l'identification des paramètres de la loi d'érousement [2]

Avant d'effectuer les calculs sur le modèle éléments finis, il faut au préalable connaître le comportement en traction-compression cyclique du matériau (calcul élasto-plastique) étudié ainsi que son comportement en traction simple (calcul élastique). La loi de comportement considérée ici est celle obtenue dans le **Chapitre B**.

#### D.2.1.1. Identification de la loi d'érousement

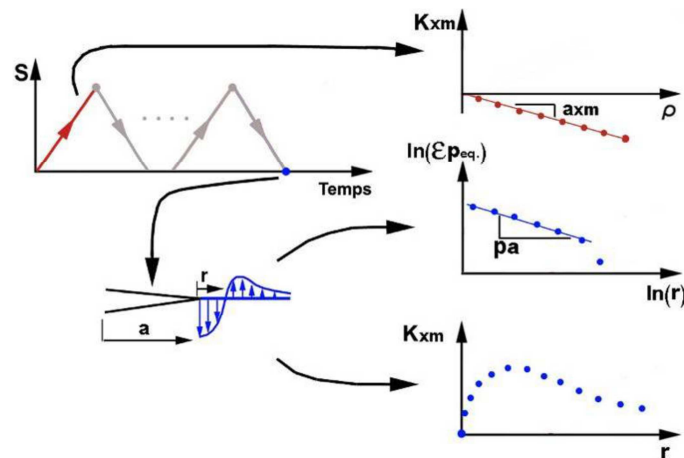
Une fois le comportement cyclique du matériau connu, l'identification de la loi d'érousement peut être menée. Des cycles de charge-décharge sont appliqués lors du calcul par la méthode des éléments finis. Le nombre de cycles doit être assez élevé pour se situer dans une boucle stabilisée pour la partie cyclique (dans le cas présent  $N = 30$  cycles). Les résultats du calcul sont ensuite post-traités afin d'identifier les paramètres. Les résultats de la

première montée en charge servent à l'identification des paramètres  $a_m$  et  $b_m$  en traçant l'évolution de l'érousement plastique en fonction du chargement appliqué (en  $K$ ). La dernière décharge permet quant-à-elle de déterminer les paramètres de la plasticité cyclique ( $a_c$  et  $b_c$ ). Une illustration est celle de la **Figure D-3**.



**Figure D-3 – Identification des paramètres  $a_m$ ,  $b_m$ ,  $a_c$  et  $b_c$  [2]**

L'évolution du point de contact  $K_{xm}$  en fonction de l'érousement permet d'identifier le paramètre  $a_{xm}$ . L'identification de  $P_a$  est réalisée à partir de l'évolution de la déformation plastique équivalente en fonction de la distance à la pointe de fissure. L'évolution du point de contact en fonction de l'extension permet de déterminer les paramètres  $k_a$  et  $k_b$  et de vérifier la valeur de  $P_a$ . Une illustration est celle de la **Figure D-4**.



**Figure D-4 – Identification des paramètres  $a_{xm}$ ,  $P_a$ ,  $k_a$  et  $k_b$  [2]**

Les paramètres d'érousement obtenus pour l'acier 15-5PH sont récapitulés dans le **Tableau D-1**.

Paramètres	$a_m$	$b_m$	$a_{cf}$	$b_{cf}$	$a_{xm}$	$P_a$	$k_a$	$k_b$
15-5PH	50	8	117	2.8	1.653	-0.006	-0.06	0.023

**Tableau D-1 – Paramètres de la loi d'érousement pour l'acier 15-5PH**

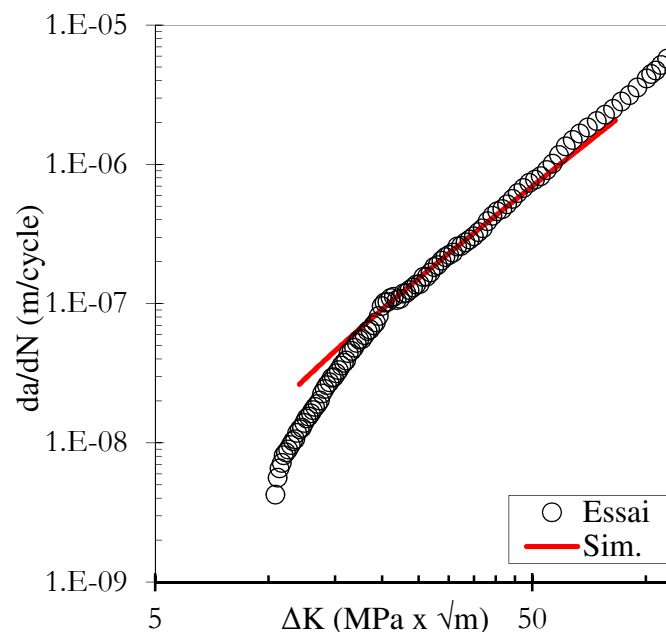
$a_m$  (MPa $\sqrt{m}/\mu\text{m}$ ),  $b_m$  (MPa $\sqrt{m}$ ),  $a_{cf}$  (MPa $\sqrt{m}/\mu\text{m}$ ),  $b_{cf}$  (MPa $\sqrt{m}$ ),  $a_{xm}$  (MPa $\sqrt{m}/\mu\text{m}$ ),  $P_a$  (MPa $\sqrt{m}/\mu\text{m}$ ),  $k_a$  (MPa $\sqrt{m}/\mu\text{m}$ ),  $k_b$  (MPa $\sqrt{m}/\mu\text{m}$ ).

La loi d'éroulement est donc identifiée pour l'acier 15-5PH non vieilli, seul le paramètre  $\alpha$  de la loi de fissuration reste à déterminer.

#### D.2.1.2. Identification du paramètre $\alpha$ de la loi de fissuration

L'identification de la loi d'éroulement plastique en pointe de fissure permet d'identifier l'unique paramètre de la loi de fissuration. L'identification de ce paramètre est très simple puisqu'il ne suffit que d'un essai de fissuration à amplitude de chargement constant pour l'identifier. Pour identifier ce coefficient pour l'acier 15-5PH, nous avons utilisé l'essai à rapport de charge  $R = 0,1$ . Ensuite, il suffit d'effectuer une première simulation avec  $\alpha = 1$ , de superposer la courbe de vitesse obtenue avec l'essai et déterminer à  $\Delta K$  équivalent le ratio de vitesse.

Nous avons ainsi obtenu un paramètre  $\alpha = 2,85$  pour l'acier 15-5PH. La **Figure D-5** montre la comparaison entre la courbe simulée et les données expérimentales. On constate un bon accord entre l'essai et le calcul.



**Figure D-5 – Comparaison essai/calcul pour l'ajustement du paramètre  $\alpha$  ( $R = 0,1$  à température ambiante)**

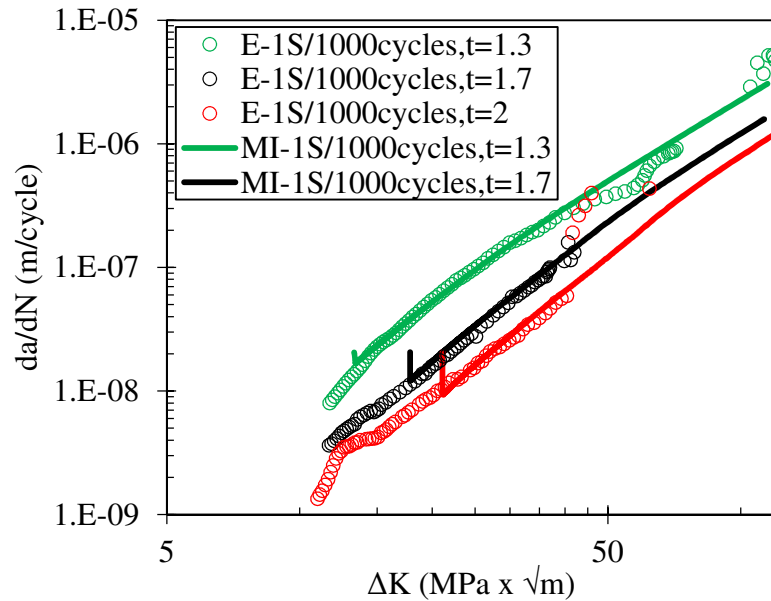
### D.2.2. Résultats des simulations

Après l'identification des paramètres initiaux du modèle, nous comparons ici les résultats de simulation obtenus et les essais expérimentaux pour les différents types de chargements sous amplitude de chargement variable.

#### D.2.2.1. Influence du taux de surcharge

La **Figure D-6** compare sur un diagramme  $da/dN = f(\Delta K)$ , les résultats de simulation obtenus avec le modèle incrémental et les essais de fissuration sous VA avec variation du taux de surcharge. Le modèle incrémental permet dans ce cas de rendre compte de manière

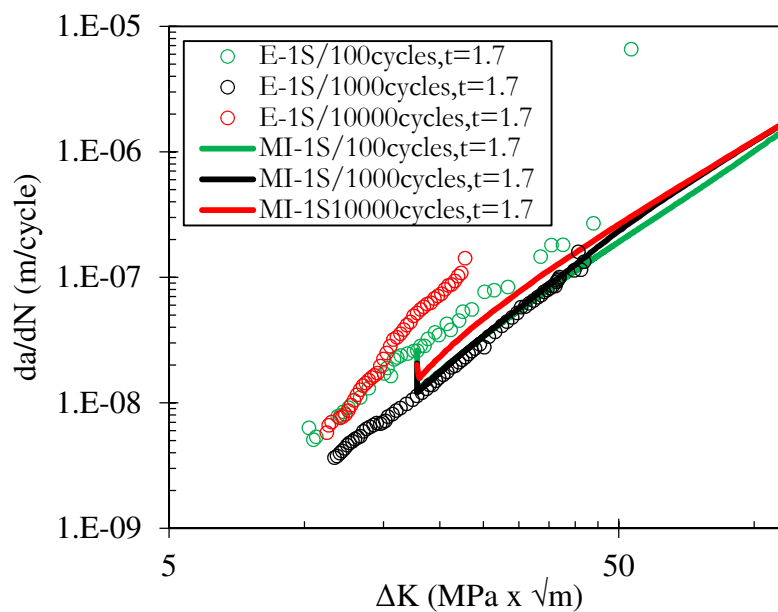
satisfaisante de l'effet retard en lui-même, mais aussi de son évolution avec le taux de surcharge. Les courbes expérimentales et simulées sont confondues.



**Figure D-6 – Comparaison essai et simulation pour la prise en compte de l'influence du taux de surcharge**

#### D.2.2.2. Influence de la période de surcharge

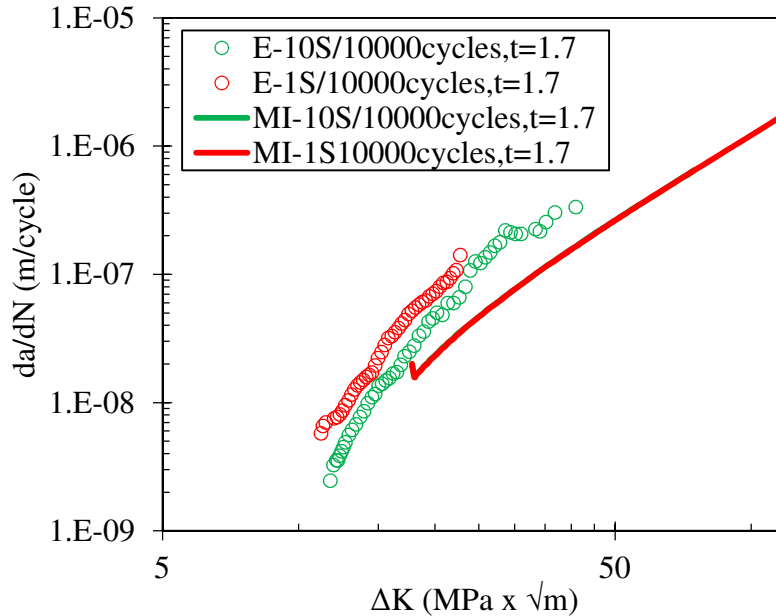
La **Figure D-7** compare sur un diagramme  $da/dN = f(\Delta K)$ , les résultats de simulation obtenus avec le modèle incrémental et les essais de fissuration sous VA avec variation de la période de surcharge. Le modèle incrémental permet là encore de rendre compte correctement de l'effet retard en fonction de la périodicité. Les courbes expérimentales et simulées sont confondues.



**Figure D-7 – Comparaison essai et simulation pour la prise en compte de l'influence de la période de surcharge**

D.2.2.3. Influence du nombre de surcharge

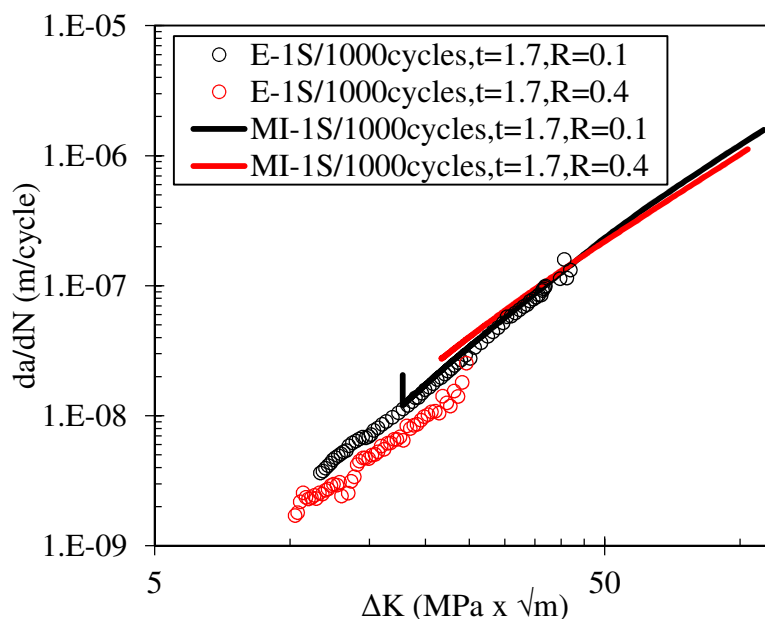
L'influence du nombre de surcharges dans une séquence a ensuite été étudiée. Les comparaisons essai-simulation sont présentées sur la **Figure D-8**. Le premier constat que l'on peut faire est que cette version du modèle incrémental ne prédit pas convenablement l'influence du nombre de surcharges.



**Figure D-8 – Comparaison essai et simulation pour la prise en compte de l'influence du nombre de surcharge**

D.2.2.4. Influence du rapport de charge du chargement de base

En ce qui concerne l'influence du rapport de charge du chargement de base, les résultats obtenus à travers le modèle incrémental ne sont pas satisfaisant lorsque le rapport de charge du chargement de base vaut 0,4. Comme l'illustre la **Figure D-9**.



**Figure D-9 – Comparaison essai et simulation pour la prise en compte de l'influence du rapport de charge du chargement de base**

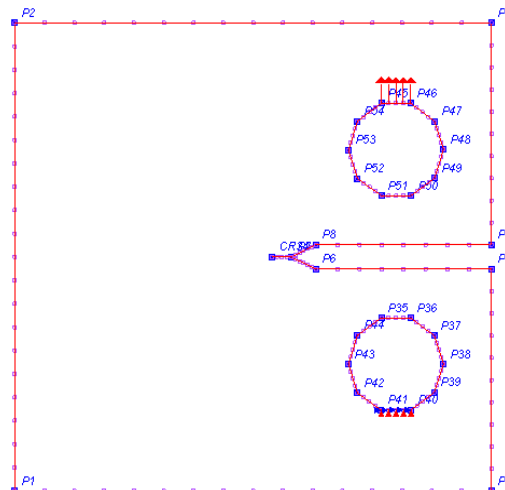
### D.2.3. Comparaison modèle incrémental et modèle PREFFAS

Nous comparons ici le modèle incrémental et le modèle PREFFAS, modèle actuellement utilisé par Airbus pour ses analyses en tolérances aux dommages. Le modèle PREFFAS est simple à identifier car il ne nécessite que deux essais pour l'identification des paramètres  $a$  et  $b$  traduisant la fermeture de fissure. Ces essais sont :

- Un essai sous (CA) à  $R = 0,1$  ;
- Un essai avec des surcharges répétées d'un taux ( $\tau = K_{pic}/K_{max}$ ) de 1,7 tous les 1000 cycles.

#### D.2.3.1. Modélisation de l'éprouvette

Les simulations à l'aide du modèle PREFFAS ont été réalisées à l'aide de Crack-kit© (logiciel de fissuration EADS) sur une éprouvette standard type ASTM CT40 ( $W = 40$  mm,  $B = 10$  mm,  $D = 10$  mm,  $a_0 = 12$  mm) en 15-5PH, **Figure D-10**. Les chargements appliqués sont identiques à ceux des essais.



**Figure D-10 – Modèle de CT40 utilisé dans le logiciel Crack-kit©**

#### D.2.3.2. Identification de la loi effective pour les simulations du modèle PREFFAS

La calibration repose dans un premier temps sur l'identification des paramètres de la loi de Paris des essais mentionnés ci-dessus. A l'aide des points expérimentaux (**Figure D-11**), on obtient donc les couples de paramètres de la loi de Paris ( $C_1$  et  $m_1$ ) et ( $C_2$ ,  $m_2$ ) pour l'essai à  $R = 0,1$  et l'essai avec surcharges répétées respectivement. Ainsi :

- Pour l'essai à  $R = 0,1$ ,  $da/dN = 2.10^{-11}(\Delta K)^{2,7487}$  ( $C_1 = 2.10^{-11}$  et  $m_1 = 2,7487$ ) ;
- Pour l'essai avec des surcharges répétées,  $da/dN = 3.10^{-12}(\Delta K)^{2,827}$  ( $C_2 = 3.10^{-12}$  et  $m_2 = 2,827$ ).

Le formalisme du modèle PREFFAS implique que l'exposant de la loi de Paris doit être identique pour les deux essais d'identification. Cependant, dans le cas de l'acier 15-5PH, les coefficients  $m_1$  et  $m_2$  présentent une légère différence. Nous considérerons par la suite le

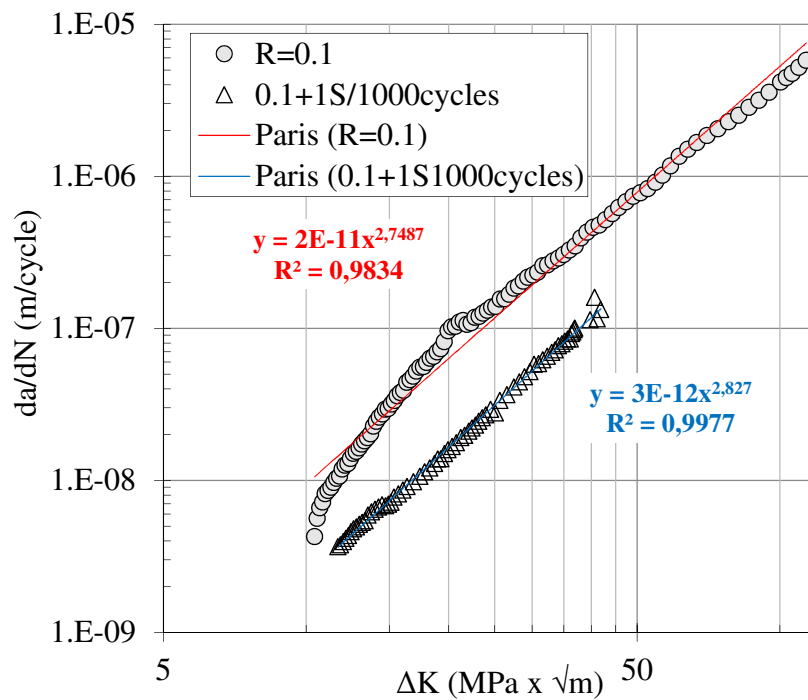


coefficient  $m_1 = 2,7487$  comme exposant de la loi de Paris des deux essais d'identification, en considérant l'essai à  $R = 0,1$  comme étant notre essai de référence. La valeur moyenne du coefficient  $C_2$  calculée avec  $m_2 = m_1$  est de  $C_2 = 4,42937.10^{-12}$ . On trouve alors un coefficient de retard ( $T_R = C_1/C_2$ ) = 4,51. Ce coefficient permet d'accéder à la valeur du coefficient  $b$ , à partir d'une abaque issue des travaux de Davy [1]. Selon cette abaque, pour un couple  $b$  et  $m$  ne correspond qu'une valeur de  $C_1/C_2$ , **Figure D-12**. En faisant l'hypothèse que  $a + b = 1$ , on a alors  $a = 0,32$ . La loi effective est définie comme ci-dessous :

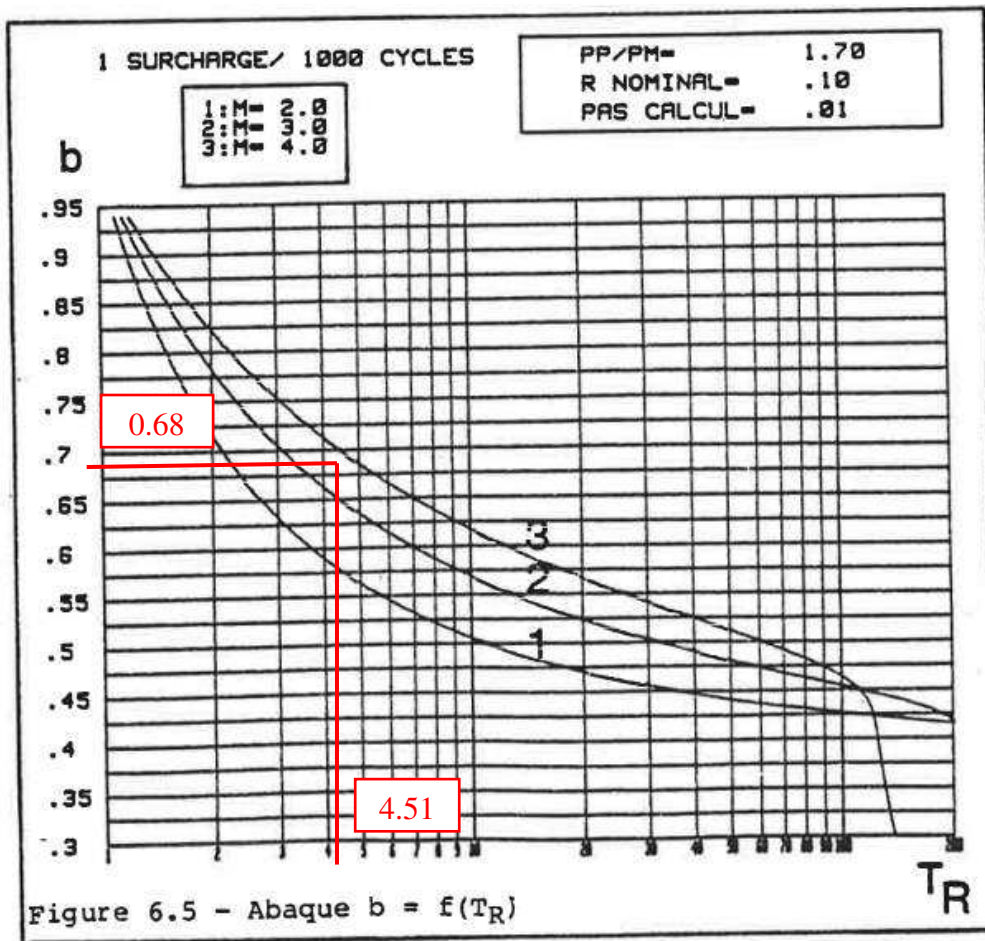
- $da/dN = C(\Delta K_{eff})^{m_1} = C(U\Delta K)^{m_1}$

Pour  $R = 0,1$ , on a  $da/dN = C_1(\Delta K)^{m_1}$ , on obtient ainsi la valeur de  $C$  :

- $C = C_1/(Um) = C_1/(0,1a + b)$

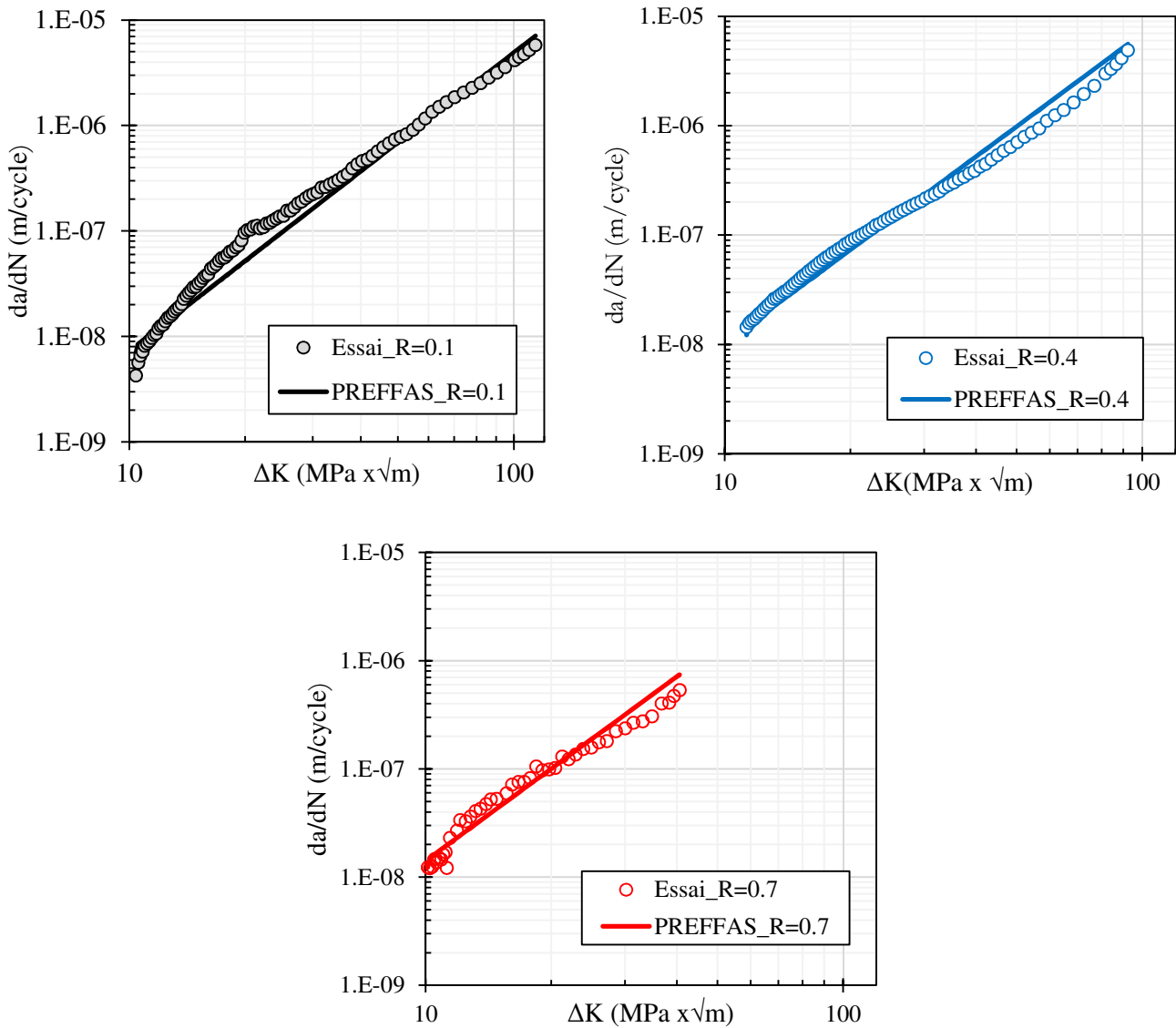


**Figure D-11 – Identification des lois de Paris sur les essais à  $R = 0,1$  et  $R = 0,1+1S1000$  cycles**



**Figure D-12 – Abaques  $b = f(T_R)$  [1]**

Pour vérifier la calibration du modèle et valider l'hypothèse  $a + b = 1$  dans le cas de l'acier 15-5PH, nous avons examiné l'effet du rapport de charge au travers de la loi effective identifiée pour le modèle PREFFAS, **Figure D-13**. L'effet du rapport de charge est bel et bien pris en compte au travers de la loi effective identifiée. L'hypothèse  $a + b = 1$  reste donc valide dans le cas de l'acier 15-5PH.

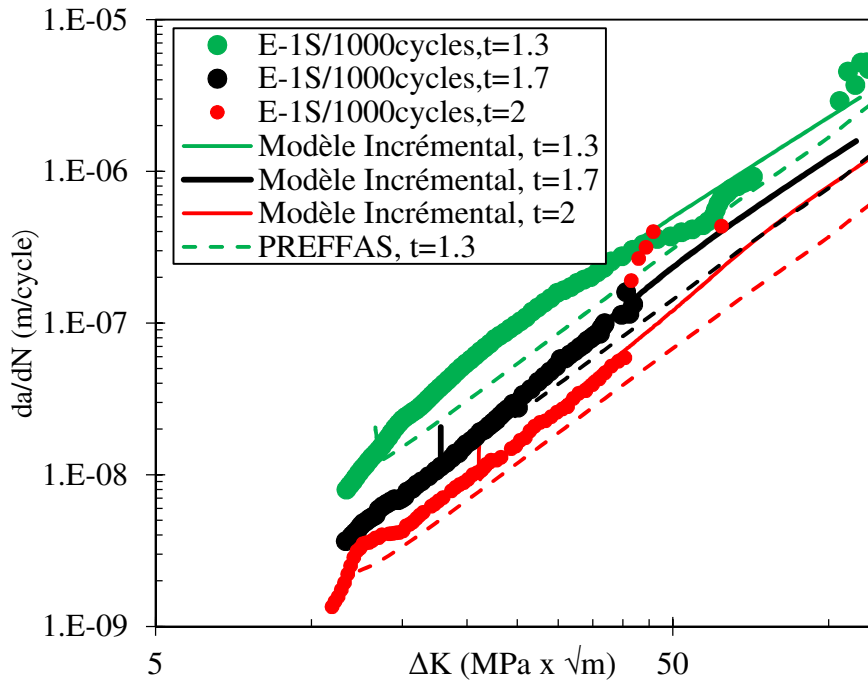


**Figure D-13 – Comparaison des courbes expérimentales et des prévisions PREFFAS à  $R = 0,1$ ,  $R = 0,4$  et  $R = 0,7$**

### D.2.3.3. Comparaison Modèle incrémental et PREFFAS

#### D.2.3.3.1. Effet du taux de surcharge

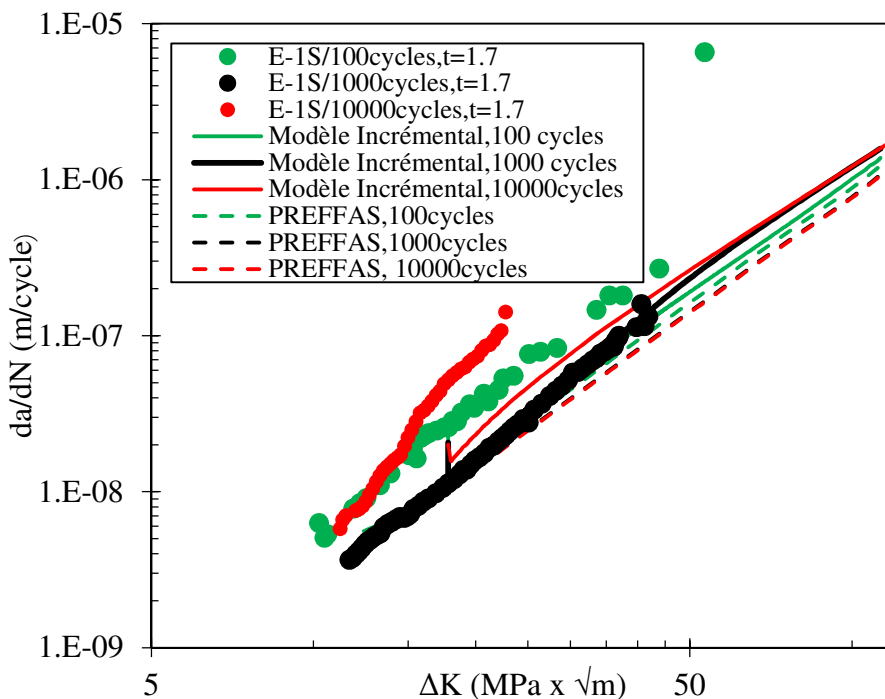
Dans le cas de la variation du taux de surcharge le modèle PREFFAS et le modèle incrémental, présentent des résultats similaires. On retrouve ici des pentes de droite de Paris comparable aux pentes expérimentales, **Figure D-14**. Cependant le modèle incrémental présente une meilleure corrélation aux données d'essai. Dans la plupart des cas le modèle tend toutefois à sous-estimer les vitesses.



**Figure D-14 – Comparaison entre le modèle incrémental et le modèle PREFFAS pour la prédiction de l’effet du taux de surcharge ( $t$ )**

#### D.2.3.3.2. Effet de la périodicité des surcharges

Dans le cas de la variation de la périodicité des surcharges, le modèle PREFFAS et le modèle incrémental présentent des résultats similaires. On retrouve notamment des pentes de droite de Paris comparables à celles des essais. Cependant le modèle incrémental présente un meilleur accord aux données d’essai. Sur la plupart des cas le modèle à sous-estimer les vitesses, **Figure D-15**.



**Figure D-15 – Comparaison entre le modèle incrémental et le modèle PREFFAS pour prédiction de l’effet de la périodicité de surcharges**

### D.3. Modélisation de la fissuration par fatigue sur matériaux vieilliss

Les résultats des essais de fissuration sur l'acier 15-5PH aux états vieilliss ont montré que le vieillissement n'avait pas d'influence sur la vitesse de fissuration stable de cet alliage, y compris sous chargement à amplitude variable. Ces similitudes peuvent être reliées à l'absence de modification profonde du vieillissement sur le comportement cyclique qui découle en fait directement du durcissement initial. Cependant, le vieillissement a un impact considérable sur l'étendue du domaine de propagation stable. Prendre en considération le vieillissement dans une analyse en tolérance aux dommages sur l'acier 15-5PH reviendrait donc principalement à prédire l'évolution du facteur d'intensité des contraintes critique et la ténacité avec le vieillissement. Les paragraphes qui suivent ont pour objet de proposer une démarche pour la prédiction des propriétés mécaniques monotone et cyclique. Les mécanismes microstructuraux à l'origine de l'évolution des propriétés mécaniques se situant à une échelle très fines, une approche basée sur une transition d'échelle s'avère très complexe à mettre en œuvre. Nous avons donc opté pour une approche macroscopique en équivalence temps-température. Nous avons sélectionné à cet effet dans la littérature deux approches d'équivalence temps-température pour prédire l'évolution du comportement monotone macroscopique en fonction vieillissement thermique dans les aciers inoxydables martensitiques.

L'approche de Guttman-Yrieix [4] : Cette approche permet, connaissant la composition chimique, la microstructure, le traitement thermique initial et les caractéristiques initiales des aciers, de calculer aisément leurs propriétés après vieillissement en fonction de la durée et de la température de maintien. Elle permet notamment de déterminer la fragilisation due à la précipitation  $\alpha'$  à partir des variations du durcissement de l'acier. Le modèle montre, en effet, que les évolutions de la limite d'élasticité ou de la résistance à la traction  $\Delta R$ , de la résilience au palier ductile et de la température de transition  $\Delta TT$  sont proportionnelles au durcissement Vickers ( $\Delta HV_{30}$ ). La démarche consiste à déterminer le durcissement maximal que peut subir une nuance d'acier donnée, sachant que celui-ci est proportionnel à la fraction volumique de phase affectée par la précipitation  $\alpha'$  et à la quantité en sursaturation de chrome et molybdène en solution solide. La cinétique de durcissement structural est caractérisée par un paramètre temps- température  $P(t,T)$ , basé sur une loi d'Arrhénius, fonction de la température et du temps de maintien. Ce modèle s'appuie sur les résultats expérimentaux de vieillissement de huit nuances industrielles, vieillis entre 300 et 450°C pendant des durées allant jusqu'à 10000 ou 70000 heures selon les nuances considérées (le modèle a d'abord été établi sur des états maintenus jusqu'à 30000 h, puis il a été vérifié pour les durées les plus longues).

L'approche d'Hollomon et Jaffe [5] : Hollomon et Jaffe ont publié des travaux sur l'équivalence temps-température dans le cas du revenu de la martensite. Cette équivalence suit un formalisme semblable à celui de l'équation de diffusion. Cette approche permet d'estimer des combinaisons de temps et de température qui produisent un degré équivalent de revenu. Elle a été employée dans une large gamme de conditions de revenu, couvrant un domaine de températures allant au moins de 95°C à 750°C, pour des durées allant au moins de 0,6 secondes à 100 heures. Son utilisation pour les vieillissements thermiques longs est assez récente, on le retrouve dans les travaux de Vasudevan [6] et de K.G Samuel [7].

Nous donnerons la préférence ici au modèle originel d'Hollomon-Jaffe, du fait des données expérimentales actuellement à notre disposition, mais aussi pour juger de son applicabilité dans le contexte de cette étude.

### ***D.3.1. Utilisation de l'équation d'Hollomon-Jaffe pour la prédiction des propriétés mécaniques monotones de l'acier 15-5PH après un vieillissement thermique long***

La démarche consiste dans un premier temps à prédire l'évolution des propriétés mécaniques avec le vieillissement et ensuite d'employer les résultats obtenus pour simuler le comportement cyclique des matériaux vieillis.

Pour prédire l'évolution des propriétés mécaniques monotones avec le modèle d'Hollomon-Jaffe sur l'acier 15-5PH, nous utilisons les résultats obtenus par Hugues [8]. Ses résultats rassemblent des valeurs de propriétés de traction, de dureté, de ténacité pour des temps de vieillissement allant de 290°C à 370°C et des temps d'exposition allant jusqu'à 15000 h. Comme nous l'avons souligné, le vieillissement thermique dans l'acier 15-5PH conduit à des changements substantiels des propriétés mécaniques en traction, reflétant ainsi l'évolution de sa microstructure. Les valeurs moyennes (à partir d'un minimum de deux tests) de la limite d'élasticité de l'état vieilli et des états non vieillis et en fonction de la température sont respectivement consignées dans le **Tableau D-2** et le **Tableau D-3**.

	Température d'essai			
	-50°C	20°C	150°C	350°C
Etat de réception	1196	1054	910	818

**Tableau D-2 – Limite d'élasticité ( $R_{e0,2\%}$ ) de l'acier 15-5PH en fonction de la température d'essai [8]**

Temps	Vieilli à 290°C				Vieilli à 350°C				Vieilli à 370°C			
	-50°C	20°C	150°C	350°C	-50°C	20°C	150°C	350°C	-50°C	20°C	150°C	350°C
1000 h	1178.3	1069	967.7	802.3	1188	1123	966	932	1249	1210	1094	928
5000 h	1154	1162	962	811	1131	1182	1087	930	1359	1214	1137	974
10000 h	1232	1156.3	1009	857	1344	1266	1132	964				
15000 h	1266	1186	1004	862	1463	1318	1190	1021				

**Tableau D-3 – Limite d'élasticité ( $R_{e0,2\%}$ ) de l'acier 15-5PH aux états vieillis en fonction du vieillissement [8]**

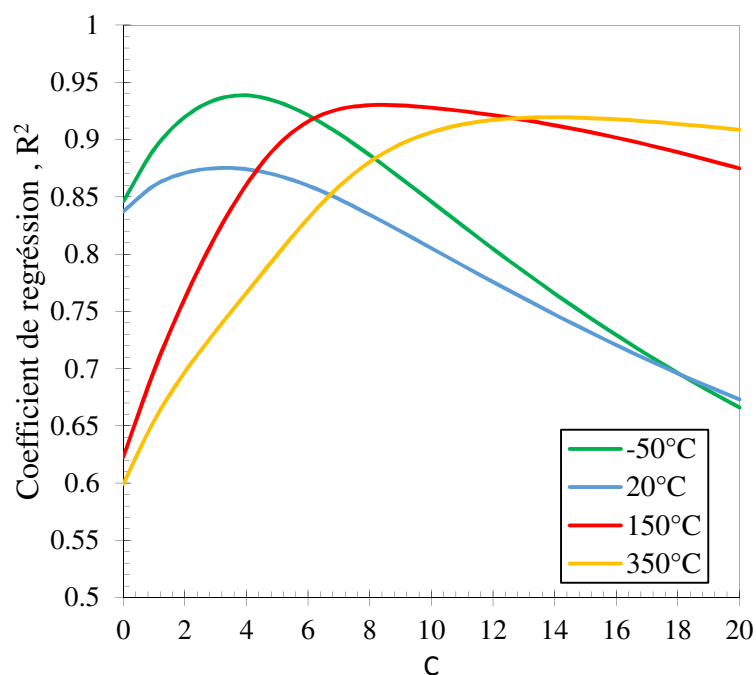
Les effets du vieillissement thermique peuvent donc s'exprimer en utilisant le paramètre de d'Hollomon-Jaffe (P) :

$$P = T_A \left( \log_{10} t_a + C \right) \quad (1)$$

Où  $T_A$  (en K) et  $T_a$  (en h), représentent respectivement la température et le temps de vieillissement et  $C$ , une constante à déterminer. Selon K.G Samuel [7], avec ce paramètre (P), la dépendance de  $R_{e0,2\%}$  avec le vieillissement thermique pourrait être exprimée en utilisant un polynôme de degrés 3 :

$$R_{0.2\%} = a_0 + a_1P + a_2P^2 + a_3P^3 \quad (2)$$

Toutefois il est possible d'augmenter le degré du polynôme. Pour une valeur fixée de  $C$ , les coefficients du polynôme ont été déterminés à partir de la méthode des moindres carrés. La valeur de la constante  $C$  a été modifiée pour obtenir l'ajustement polynomial donnant le meilleur coefficient de corrélation ( $R^2$ ). Les variations du coefficient de corrélation ( $R^2$ ) avec la constante  $C$  sont présentées à la **Figure D-16**, pour chacune des températures d'essai de traction. La valeur de  $C$  correspondant au coefficient de corrélation le plus élevé, les valeurs optimales pour des constantes  $C$  ainsi déterminées sont présentées dans le **Tableau D-4**. Dans certains cas de figure, ce coefficient peut-être indépendant de la température de l'essai de traction [7]. Nous avons choisi pour nos prévisions la moyenne des coefficients : 7,25.



**Figure D-16 – Variation du coefficient de corrélation pour l'ajustement du polynôme de degrés 3 en fonction de la constante  $C$  aux différentes températures d'essai**

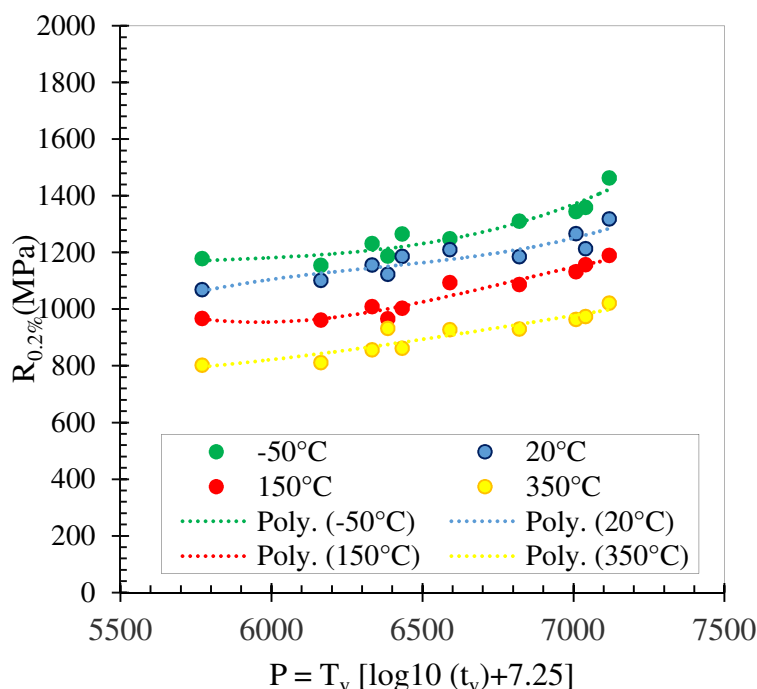
	Température			
	-50°C	20°C	150°C	350°C
$C$	3	4	8	14

**Tableau D-4 – Variation de la constante  $C$  d'Hollomon-Jaffe avec la température d'essai**

Après l'identification du paramètre  $C$ , il est donc possible d'identifier les polynômes traduisant l'évolution de  $R_{e0,2\%}$  avec  $P$  pour l'ensemble des températures d'essai, **Tableau D-5**. Une représentation graphique de cette évolution est présentée à la **Figure D-17**. Toutes ces courbes traduisent une augmentation de  $R_{e0,2\%}$  avec  $P$ .

Température d'essai (°C)	Paramètres du polynôme			
	$a_0$	$a_1$	$a_2$	$a_3$
-50°C	$-9.10^{-8}$	0,0015	8,636	-15688
20°C	$-1.10^{-7}$	-0,0022	14,049	-28997
150°C	$-1.10^{-7}$	0,0026	-17,451	39326
350°C	$-1.10^{-8}$	-0,003	-1,9789	4858,3

**Tableau D-5 – Paramètres du polynôme obtenus pour la limite d'élasticité à 0,2% ( $R_{e0,2\%}$ ) à différentes températures d'essai**



**Figure D-17 – Variation de la limite d'élasticité à 0,2% ( $R_{e0,2\%}$ ) en traction avec le paramètre d'Hollomon-Jaffe pour différentes températures d'essai**

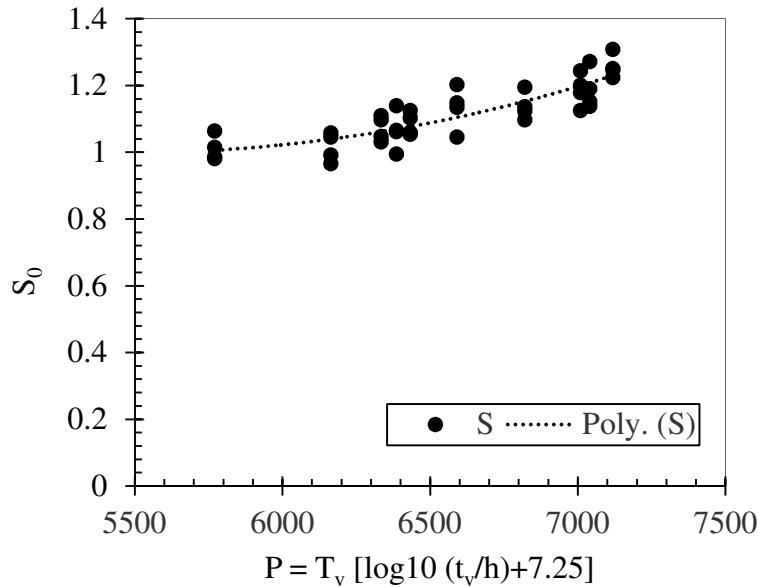
Une analyse similaire a été effectuée par Vasudevan et al. [6] et K. G. Samuel [7] lors de leurs études sur l'alliage D9 soumis au vieillissement thermique. L'augmentation de la limite d'élasticité avec  $P$  a été attribuée en partie à la précipitation de TiC au cours du vieillissement.  $R_0$  dépendait à la fois de la microstructure développée au cours du vieillissement, et également de la température d'essai. Par ailleurs, K. G. Samuel [7] a montré qu'il est possible d'indexer la variation de la microstructure en utilisant un rapport de la limite d'élasticité défini comme suit :

$$S_0 = \left( \frac{R_0 \text{ états vieillis}}{R_0 \text{ non vieilli}} \right) \quad (3)$$

La **Figure D-18** montre que le tracé de  $S_0$  en fonction de  $P$  conduit à une courbe maîtresse ayant la même évolution que celle observée pour chacune des températures d'essai. La corrélation optimale entre  $S_0$  et  $P$  déterminée dans notre cas est définie comme suit :

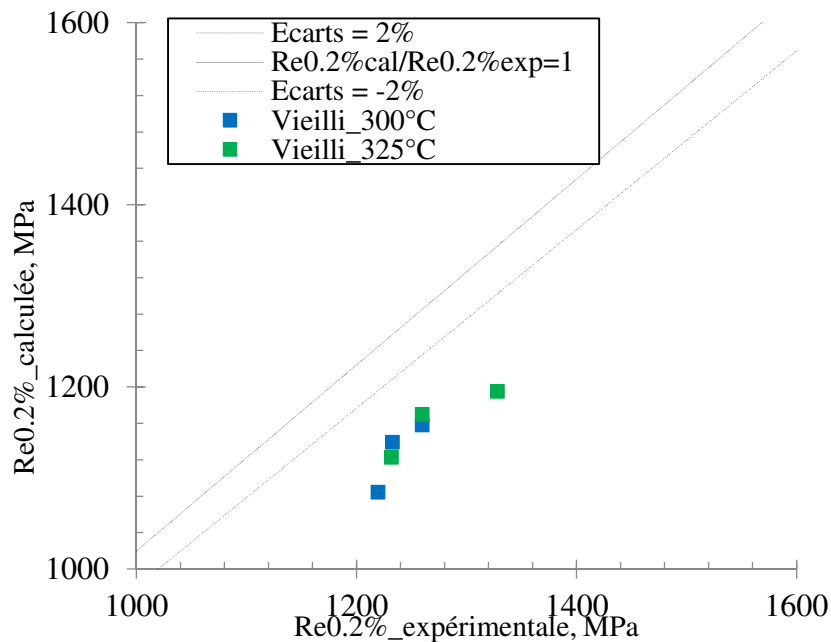


$$S_0 = 2.090 - 0.0002P + 2 \times 10^{-8} P^2 + 6 \times 10^{-12} P^3 \quad (4)$$



**Figure D-18 – Variation du rapport de limite d'élasticité en traction avec le paramètre d'Hollomon-Jaffe pour différentes températures d'essai**

Ayant identifié l'évolution de la limite d'élasticité en traction pour les vieillissements à 290°C, 350°C et 370°C des résultats d'Hugues [8]. Nous avons fait une prévision de l'évolution des propriétés mécaniques à 300°C et 325°C. Le résultat obtenu est celui de la **Figure D-19**. On remarque que cette modélisation sous-estime l'évolution de la limite d'élasticité à 300°C et 325°C.



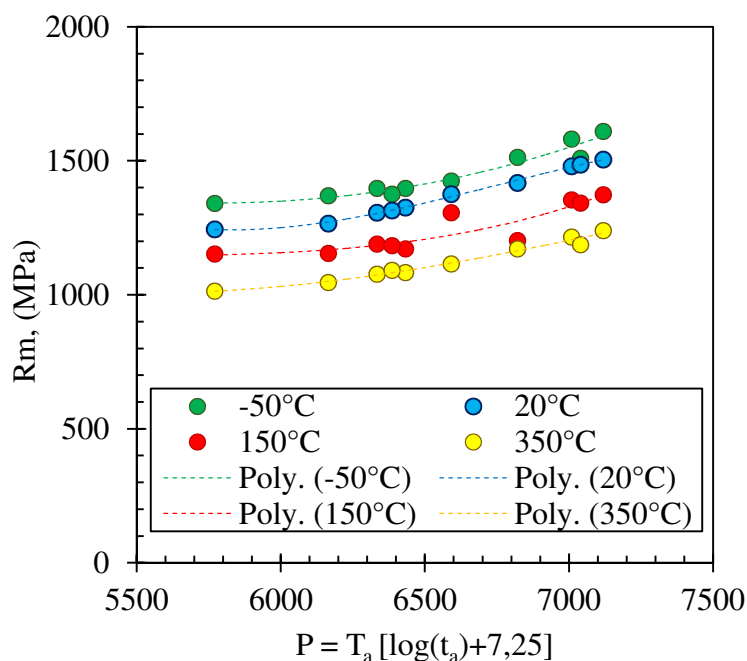
**Figure D-19 – Estimation de la limite d'élasticité pour les vieillissements à 300°C et 325°C au travers de la méthodologie d'équivalence temps/température**

Nous avons ensuite exploré la possibilité de générer des courbes maîtresses pour la résistance maximale en traction. Pour la contrainte maximale en traction, les résultats obtenus par Hugues [8] sont mentionnées dans le **Tableau D-6**. Les courbes paramétriques

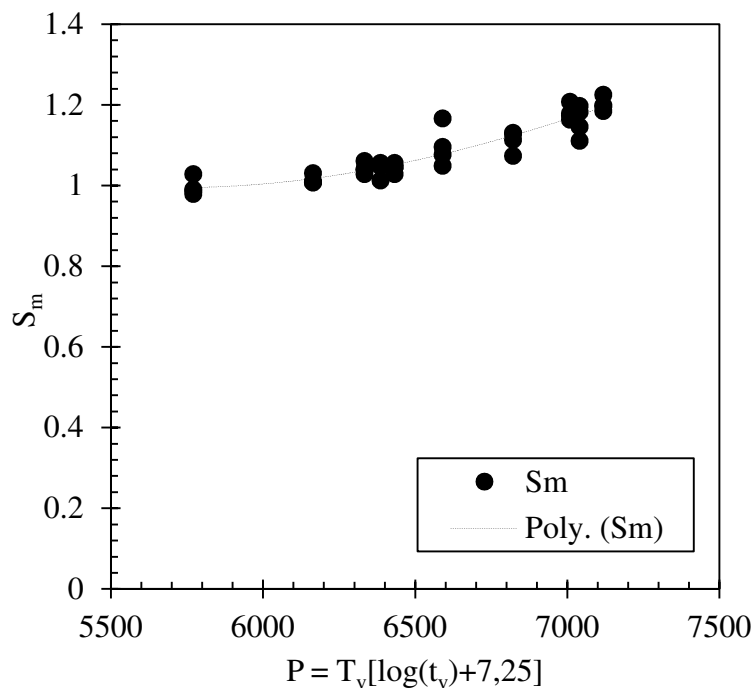
d'Hollomon-Jaffe correspondantes sont présentées sur la **Figure D-20** et la **Figure D-21**. De toute évidence, il est possible d'utiliser l'approche paramétrique d'Hollomon-Jaffe pour décrire les effets de vieillissement thermique sur la résistance maximale en traction.

Temps	Vieilli à 290°C				Vieilli à 350°C				Vieilli à 370°C			
	-50°C	20°C	150°C	350°C	-50°C	20°C	150°C	350°C	-50°C	20°C	150°C	350°C
1000 h	1341,3	1244	1152,3	1014,3	1376	1315	1184	1091	1425	1376	1307	1115
5000 h	1369,3	1266	1155	1046	1513	1417	1203	1171	1509	1489	1342	1187
10000 h	1397	1306,7	1189	1076,7	1581	1480	1354	1216				
15000 h	1397	1326	1172	1082,7	1610	1505	1373	1240				

**Tableau D-6 – Résistance maximale à la traction ( $R_m$ ) de l'acier 15-5PH aux états vieillis en fonction de la température d'essai [8]**



**Figure D-20 – Variation de la résistance maximale à la traction en traction avec le paramètre d'Hollomon-Jaffe pour différentes températures d'essai**



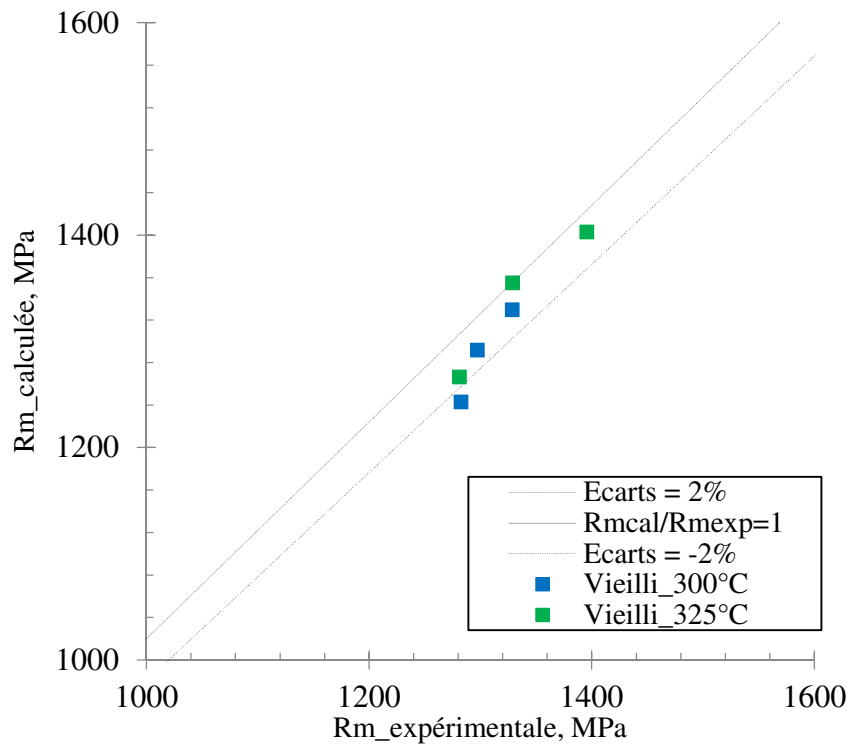
**Figure D-21 – Variation de la limite d'élasticité en traction avec le paramètre d'Hollomon-Jaffe pour différentes températures d'essai**

Les paramètres des polynômes pour l'ensemble des températures pour la résistance maximale en traction sont présentés dans le **Tableau D-7**.

Température d'essai (°C)	Paramètres du polynôme			
	$a_0$	$a_1$	$a_2$	$a_3$
-50°C	$6,10^{-9}$	$2,10^{-5}$	-0,8915	4503,6
20°C	$-1,10^{-7}$	0,0021	-13,83	31355
150°C	$5,10^{-8}$	-0,0007	4,0852	-6326,6
350°C	$-2,10^{-8}$	0,0005	-3,4648	8711,2

**Tableau D-7 – Paramètres du polynôme obtenus pour la contrainte maximale à différents températures d'essai**

Ayant identifié l'évolution de la contrainte maximale en traction pour les vieillissements à 290°C, 350°C et 370°C des résultats d'Hugues. Nous avons fait une prévision de l'évolution des propriétés mécaniques à 300°C et 325°C. Le résultat obtenu est celui de la **Figure D-22**. Contrairement à la limite d'élasticité, ce modèle prédit bien l'augmentation de la contrainte maximale en traction avec le vieillissement à 300°C et 325°C.



**Figure D-22 – Estimation de la contrainte maximale en traction pour les vieillissements à 300°C et 325°C au travers de la méthodologie d'équivalence temps/température**

Les résultats obtenus pour l'allongement à rupture sont consignés dans la **Figure D-23**. Une courbe maîtresse n'a pu être obtenue dans ce cas, comme le montre la **Figure D-24**. Il convient de noter que ce résultat est en accord avec ceux de K. G. Samuel [7] pour l'alliage D9. Tout porte à croire que  $S_0$  et  $S_m$  dépendent de la microstructure initiale, et que donc les paramètres  $S_0$  et  $S_m$  réussissent l'indexation de la microstructure développée après le vieillissement thermique. L'allongement à rupture est lié aux mécanismes d'endommagement induits par la déformation de l'éprouvette. Il semblerait que ces mécanismes ne soient pas reflétés dans  $P$ . Cependant, la dispersion observée sur  $S_a$  suggèrent qu'une formulation de ce type ne permet pas de rendre compte de l'évolution du A%. Une modélisation plus détaillée est nécessaire pour mieux cerner cette question.

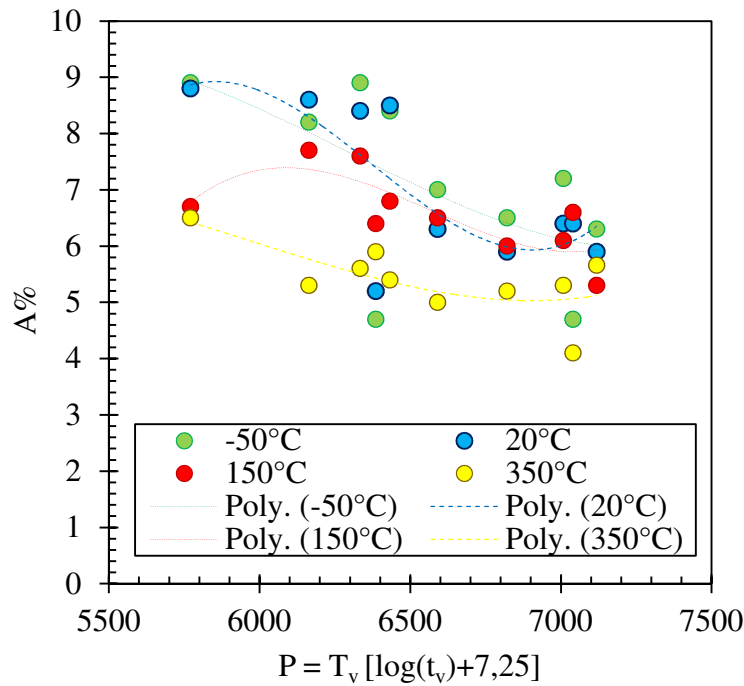


Figure D-23 – Variation de l'allongement en traction avec le paramètre d'Hollomon-Jaffe pour différentes températures d'essai

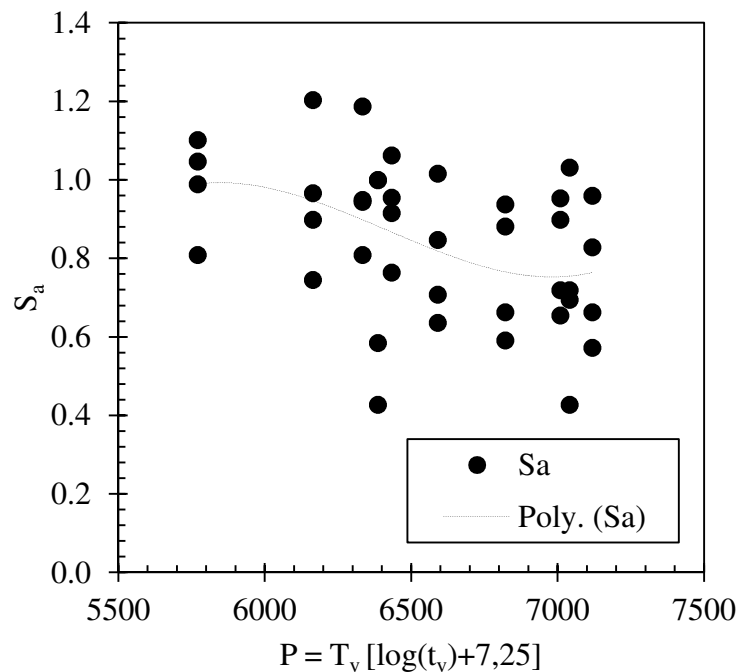
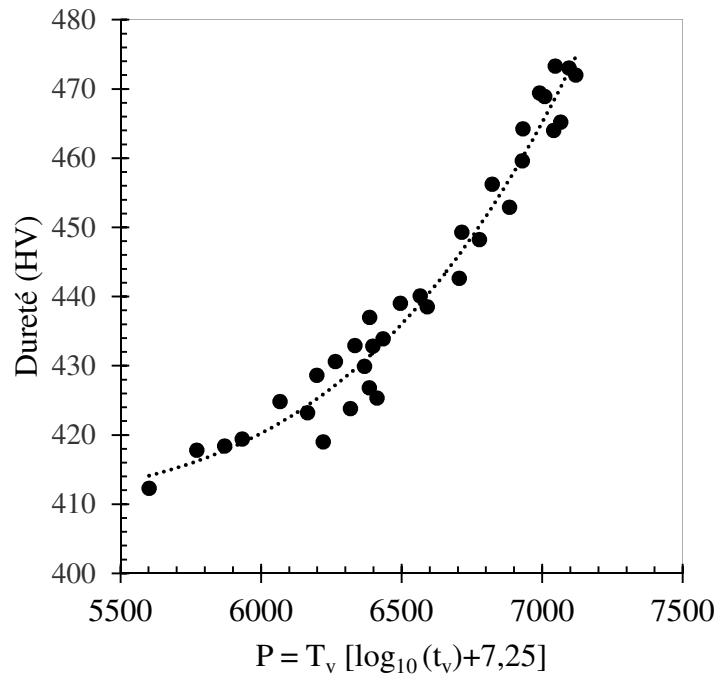
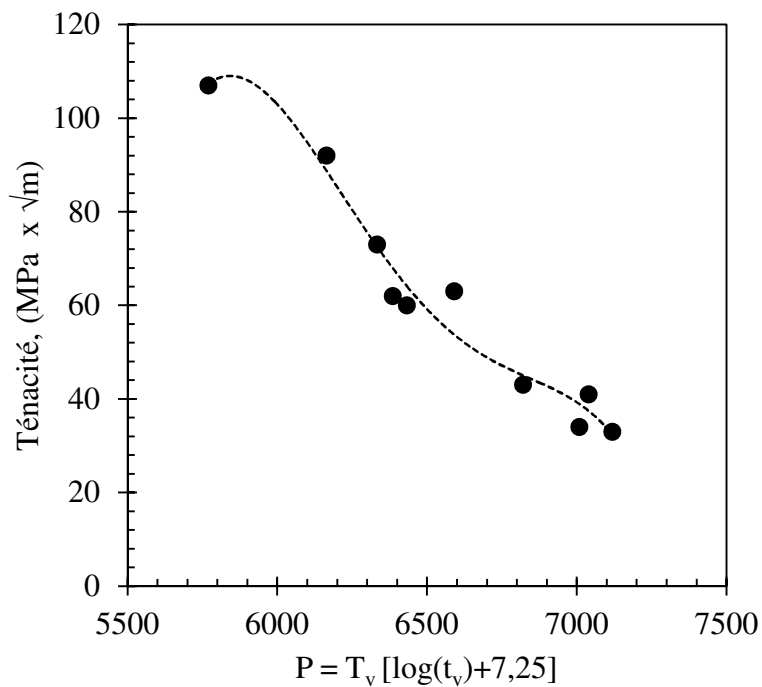


Figure D-24 – Variation du rapport d'allongement en traction avec le paramètre d'Hollomon-Jaffe pour différentes températures d'essai

Intéressons-nous maintenant aux résultats de dureté et de ténacité. Pour cela nous nous sommes servis des données d'Hugues [9]. Les **Figure D-25** et **Figure D-26** montrent respectivement les évolutions de la dureté et de la ténacité respectivement en fonction du paramètre d'Hollomon-Jaffe. On constate ici que la valeur de la constante  $C = 7,25$  permet de rendre compte de l'évolution de la ténacité et de la dureté avec le vieillissement.



**Figure D-25 – Variation de la dureté avec le paramètre d’Hollomon-Jaffe pour différentes températures d’essai**



**Figure D-26 – Variation de la ténacité avec le paramètre d’Hollomon-Jaffe pour différentes températures d’essai**

### **D.3.2. Discussion**

#### **D.3.2.1. Unicité du paramètre C**

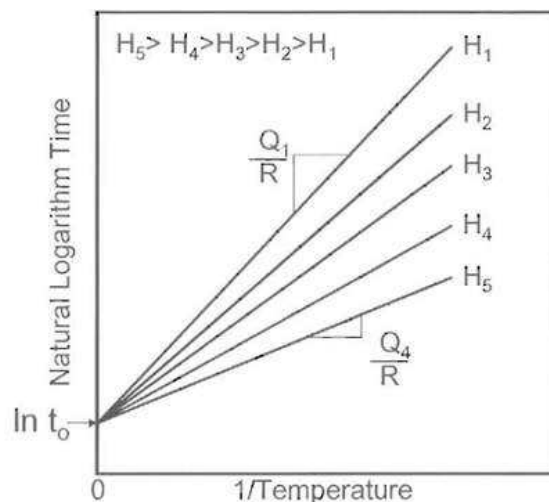
Dans la relation d’Hollomon et Jaffe, le paramètre *C* est considéré comme une constante du matériau et diminue de manière linéaire avec l’augmentation de la teneur en

carbone. Dans la littérature, plusieurs auteurs mettent en avant des variations inexplicables de ce paramètre [10], [11] et [12]. La pratique est donc de choisir empiriquement la valeur de  $C$  pour avoir une meilleure corrélation calcul/essai.

Dans les travaux de référence d'Hollomon-Jaffe [5], la dureté a été exprimée sous la forme d'une fonction de diffusion  $H = f\left(T \times \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right)\right)$ , avec  $Q$  l'énergie d'activation, et  $C$  une constante caractéristique de l'acier étudié et  $R$  est la constante des gaz parfaits. Cependant, lorsque Hollomon et Jaffe ont calculé la valeur de  $Q$ , ils ont trouvé qu'elle n'était pas constante. La valeur de  $Q$  variait avec la dureté, d'environ 209 kJ/mol à 20HRC à 50 kJ/mol 65HRC (HRC : Dureté Rockwell). L'analyse d'Hollomon et Jaffe diverge donc de la forme habituelle de l'équation de diffusion et utilise une valeur de  $Q$  fonction de la dureté. Hollomon et Jaffe [5] ont en outre affirmé que la valeur de l'expression  $t \times \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right)$ , est constante pour toutes les duretés, qu'ils ont appelé «  $t_0$  », comme indiqué dans l'équation (5). L'équation (5) est non conforme à l'équation de diffusion typique dans lesquelles  $Q$  est constant et la valeur de  $t_0$ , ou la constante de diffusion, devrait augmenter avec le temps ou la température.

$$t_0 = t \times \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) = \text{constante} \quad (5)$$

En supposant que  $t_0$  dans l'équation (5) est une constante, il s'agit simplement d'un réarrangement mathématique pour arriver à l'expression finale de l'équation d'Hollomon-Jaffe,  $T(\log t + c)$ , où  $c = -\log t_0$ .

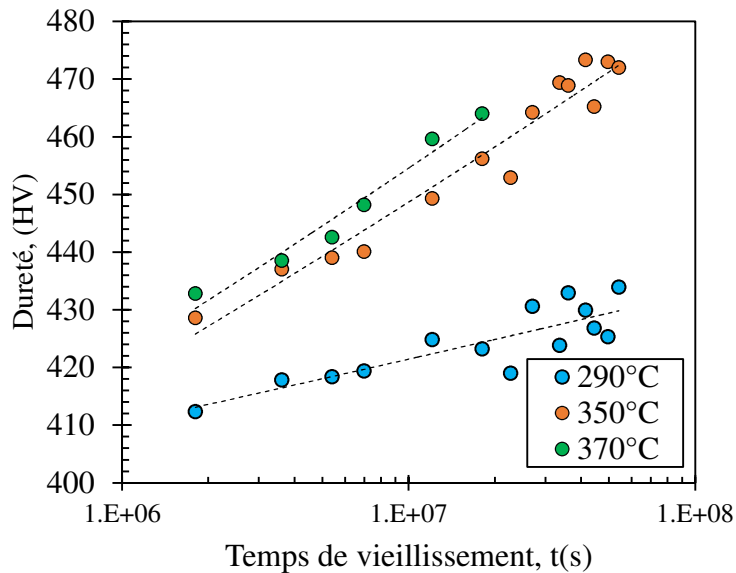


**Figure D-27 – Variation de la ténacité avec le paramètre d'Hollomon-Jaffe pour différentes températures d'essai [13]**

#### D.3.2.2. Réévaluation du paramètre $C$

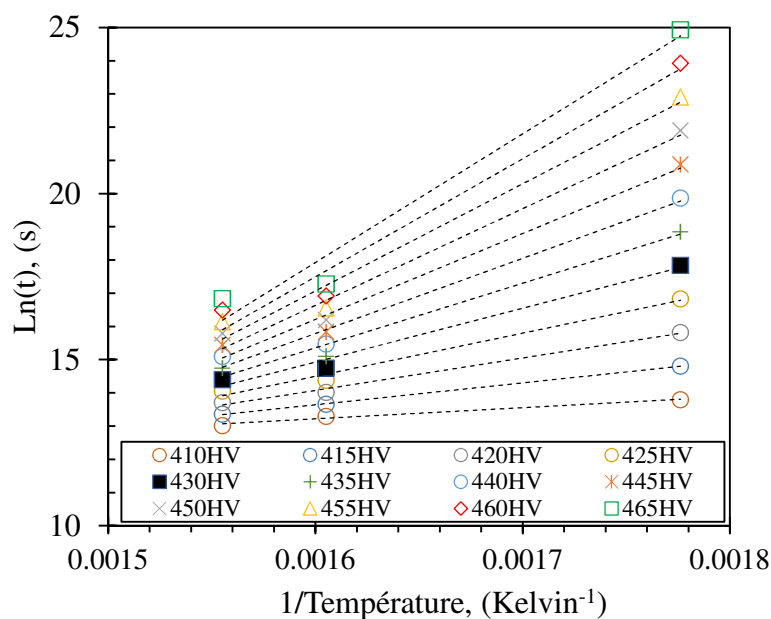
G. A. Thomas et al. [13] ont mené une étude dans le but d'évaluer la valeur  $C$  et comprendre ses origines. Pour cela, ils sont partis des données expérimentales utilisées

initialement par Hollomon-Jaffe. [5]. En se basant sur ce raisonnement, nous sommes partis des résultats de dureté de Hugues [8], nous avons identifié une nouvelle valeur de  $C$  suivant cette méthodologie. Afin d'obtenir suffisamment de données pour cette étude, les données de dureté ont été interpolées en fonction du temps de vieillissement sur une échelle logarithmique pour chaque température. Les résultats de cette interpolation sont représentés sur la **Figure D-28**.



**Figure D-28 – Evolution de la dureté avec le temps et la température de vieillissement**

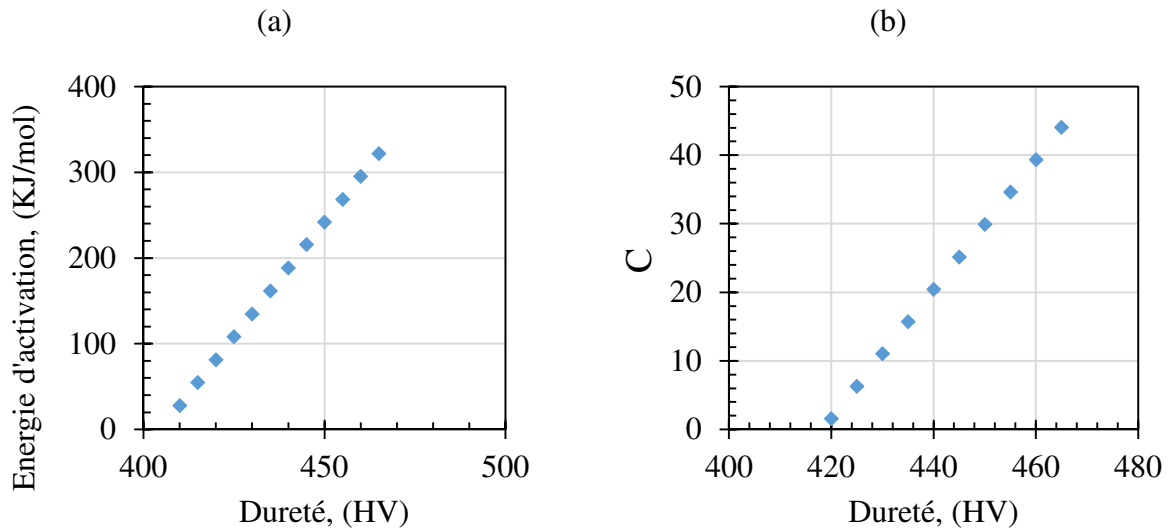
Les données de dureté ont été tracées en fonction de l'inverse de la température en utilisant les données interpolées, **Figure D-29** Des régressions linéaires ont été effectuées pour chaque série de dureté, afin de déterminer les énergies d'activation et les valeurs de  $C$  associées. Ces régressions linéaires ont été effectuées sur une plage dureté allant de 410 à 465 HV.



**Figure D-29 – Illustration graphique du modèle d'Hollomon-Jaffe dans le cas de l'acier 15-5PH**

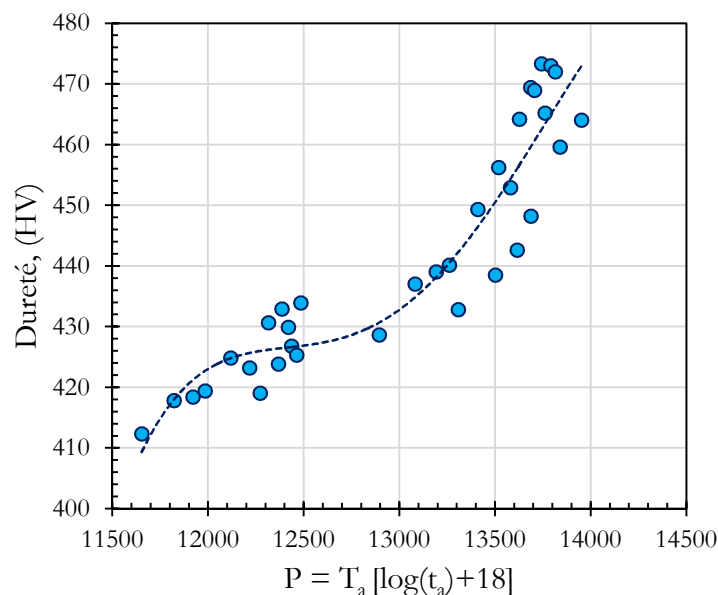


L'énergie d'activation à chaque niveau de dureté a été déterminée à l'aide de la pente de chaque régression linéaire de la **Figure D-29** et en multipliant par la constante des gaz parfaits,  $R$ , étant donné que la pente est égale à  $Q/R$ . L'énergie d'activation est représentée sur la **Figure D-30-a** en fonction de la dureté. La valeur moyenne d'énergie d'activation sur cette gamme de valeurs de dureté est 155 kJ/mol. Cette valeur est proche de celle obtenue par Couturier [2]. La valeur de  $C$  pour chaque niveau de dureté a été déterminée à partir de l'interception, pour donner, de chaque régression lin en utilisant  $c = -\log t_0$ . L'évolution de  $C$  avec la dureté, représentée à la **Figure D-30-b**, fournit une valeur de  $c$  moyenne de 18.



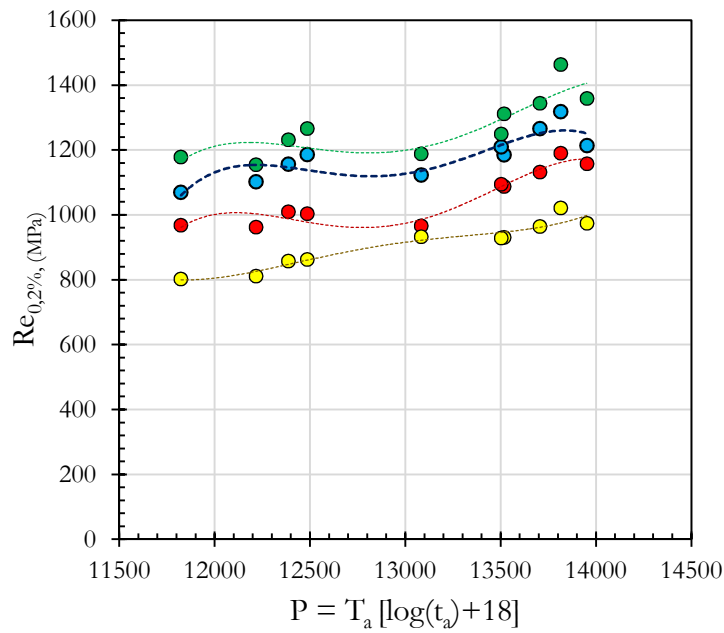
**Figure D-30 – Evolution avec la dureté : (a) énergie d'activation, (b) paramètre d'Hollomon-Jaffe  $C$**

Cette nouvelle valeur de  $C$  permet d'obtenir une nouvelle courbe maitresse différente de celle obtenue en **Figure D-31**.

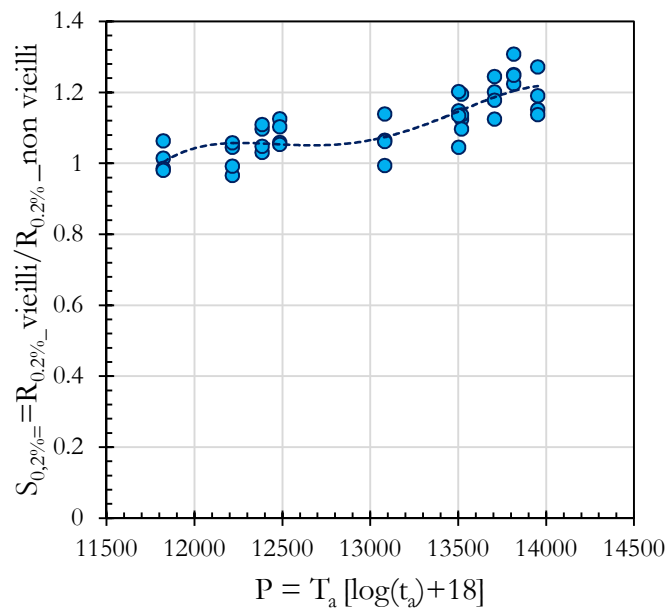


**Figure D-31 – Variation de la dureté en traction avec le paramètre d'Hollomon-Jaffe après réévaluation des paramètres**

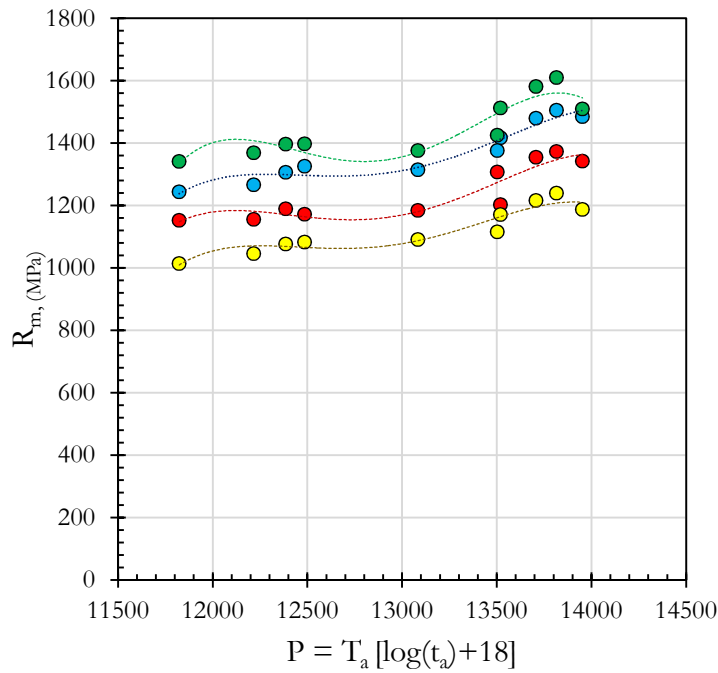
A l'instar de la dureté, de nouvelles courbes maitresses peuvent aussi être établies avec la limite d'élasticité (**Figure D-32** et **Figure D-33**) et la contrainte maximale en traction (**Figure D-34** et **Figure D-35**).



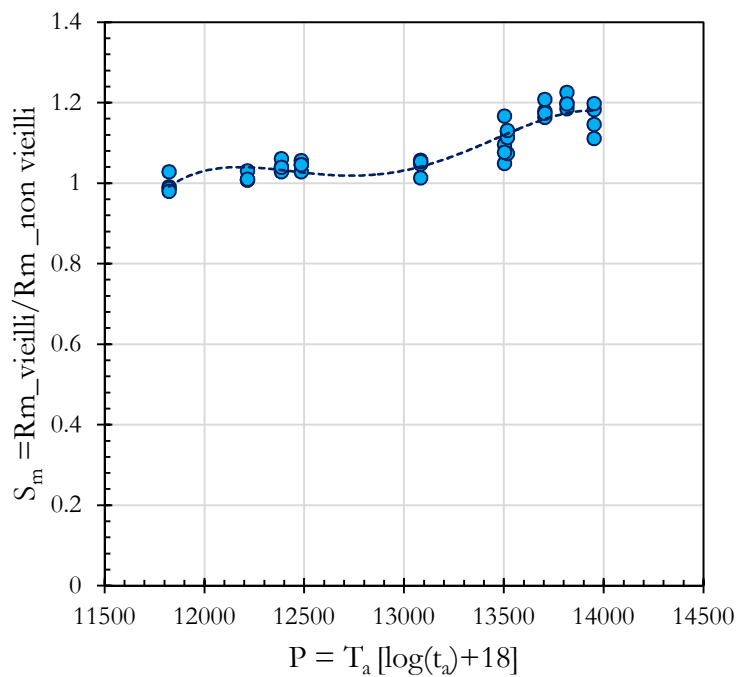
**Figure D-32 – Variation de la limite d'élasticité avec le paramètre d'Hollomon-Jaffe après réévaluation des paramètres**



**Figure D-33 – Variation du rapport de limite d'élasticité avec le paramètre d'Hollomon-Jaffe après réévaluation des paramètres**



**Figure D-34 – Variation de la contrainte maximale en traction avec le paramètre d’Hollomon-Jaffe après réévaluation des paramètres**



**Figure D-35 – Variation du rapport de contrainte maximale en traction avec le paramètre d’Hollomon-Jaffe après réévaluation des paramètres**

Nous pensons donc qu’il est difficile définir une valeur unique de  $C$  du faite du formalisme de la méthodologie d’Hollomon et Jaffe. Cependant les résultats obtenus au travers de la méthodologie développer par K. G. Samuel [7] permettent d’envisager de bonnes prévisions.

---

**Synthèse :**

*Il est possible de mettre en évidence l'effet retard observé lors des essais de fissuration par fatigue sur l'acier 15-5PH lors de surcharges répétées avec le modèle incrémental. En effet, le modèle incrémental parvient à traduire l'effet de la variation du taux de surcharges sur la vitesse de fissuration. Cependant, il a du mal à traduire la variation de la période des surcharges. Sa comparaison avec le modèle montre des résultats quasiment identiques, ce qui montre qu'il peut-être une alternative au modèle PREFFAS pour les analyses sur spectre.*

*Pour mettre en évidence les effets du vieillissement sur la fissuration par fatigue de l'acier 15-5PH, une approche d'équivalence temps-température de type Hollomon-Jaffe est suffisante pour prédire l'augmentation de la limite d'élasticité de la dureté et la chute de ténacité observée avec le vieillissement. Le paramètre d'Hollomon-Jaffe est la seule variable d'ajustement. Un bon choix du paramètre C permet une assez bonne réconciliation calcul/essai.*

## Bibliographie

- [1] D. Aliaga, A. Davy, and H. Schaff, "A simple crack closure model for predicting fatigue crack growth under flight simulation loading," *ASTM STP*, vol. 982, pp. 491-504, 1988.
- [2] F. Frémy, "Fissuration par fatigue en mode mixte I+ II+ III non proportionnel dans l'acier 316L: approche expérimentale et modélisation des effets de la plasticité," École normale supérieure de Cachan-ENS Cachan, 2012.
- [3] J.-A. Ruiz-Sabariago, "Modèle incrémental de prévision de la durée de vie en fissuration par fatigue: traitement des cycles complexes anisothermes en fatigue-oxydation," Paris 6, 2008.
- [4] B. Yrieix and M. Guttmann, "Aging between 300 and 450° C of wrought martensitic 13–17 wt-% Cr stainless steels," *Materials science and technology*, vol. 9, no. 2, pp. 125-137, 1993.
- [5] J. Hollomon and L. Jaffe, "Time-temperature relations in tempering steel," *Trans. AIME*, vol. 162, pp. 223-249, 1945.
- [6] M. Vasudevan, S. Venkadesan, P. V. Sivaprasad, and S. L. Mannan, "Use of the Larson-Miller parameter to study the influence of ageing on the hardness of cold-worked austenitic stainless steel," *Journal of nuclear materials*, vol. 211, no. 3, pp. 251-255, 1994.
- [7] K. G. Samuel and S. K. Ray, "Larson–Miller correlation for the effect of thermal ageing on the yield strength of a cold worked 15Cr–15Ni–Ti modified austenitic stainless steel," *International journal of pressure vessels and piping*, vol. 83, no. 6, pp. 405-408, 2006.
- [8] J. Hugues, "Vieillissement thermomécanique d'un acier martensitique inoxydable à durcissement structural," University of Toulouse, 2014.
- [9] J. Hugues, "Vieillissement thermomécanique d'un acier inoxydable martensitique à durcissement structural," 2014.
- [10] G. Roberts, A. Grobe, and C. Moersch, "The tempering of high alloy tool steels," *TRANSACTIONS OF THE AMERICAN SOCIETY FOR METALS*, vol. 39, pp. 521-548, 1947.
- [11] C. Roberts, B. Averbach, and M. Cohen, "The mechanism and kinetics of the first stage of tempering," *Trans. ASM*, vol. 45, pp. 576-604, 1953.
- [12] R. Grange and R. Baughman, "Hardness of tempered martensite in carbon and low alloy steels," *Trans. Am. Soc. Met.*, vol. 48, pp. 165-197, 1956.
- [13] G. Thomas, J. Speer, D. Matlock, G. Krauss, and R. Hackenberg, "Time–temperature equivalence in martensite tempering," in *Proceedings of International Conference on Martensitic Transformations (ICOMAT-08)*. TMS, Warrendale, PA, USA, 2010, pp. 595-600.

## **Conclusions et perspectives**



## Conclusion et perspectives

---

Cette étude a été menée dans le cadre du projet ANR PREVISIA. Elle avait pour objectif d'étudier le comportement en fissuration par fatigue de l'acier 15-5PH sous conditions représentatives de service, non seulement en termes de température d'emploi, de sollicitation à amplitude de chargement variable, mais également en termes de vieillissement. En effet une exposition prolongée à des températures variant de 290°C à 450°C génère des évolutions de la structure métastable désignée sous le terme générique de « vieillissement ». Si des études antérieures ont montré qu'un tel vieillissement provoque une fragilisation du matériau se caractérisant par une chute de la ductilité, de la résilience et de la ténacité du matériau, à notre connaissance aucune étude n'a été consacrée à l'impact du vieillissement sur les propriétés de tolérance aux dommages, notamment la résistance à la fissuration. L'objectif de cette étude était donc d'examiner ce point.

Afin de mener à bien cette étude, nous nous sommes appuyés sur une caractérisation poussée de la microstructure du matériau et des propriétés mécaniques de base de l'acier 15-5PH en fonction des conditions de vieillissement réalisée par les autres partenaires du projet, notamment via les travaux de Hughes [1] et Couturier [2]. Pour notre part, nous nous sommes plus particulièrement intéressés au comportement cyclique de l'acier 15-5PH, en étudiant principalement l'influence de la température et du vieillissement. Nous avons tout d'abord étudié le comportement cyclique, puis le comportement en fissuration de l'acier en fonction de la nature du chargement, la température et le vieillissement. En dernier point, nous avons mené des simulations numériques de fissuration par fatigue avec un modèle de propagation sélectionné dans la littérature et proposé une démarche pour la prévision des propriétés monotones et cyclique de l'acier 15-5PH vieilli.

L'apport de ce travail à la connaissance du comportement en fissuration des aciers inoxydables martensitique durcis par précipitation porte principalement sur les points suivants :

- **Comportement cyclique des aciers inoxydables martensitiques en fonction du vieillissement et de la température**

A la température ambiante et sous amplitude de déformation imposée symétrique ( $R_\epsilon = -1$ ), le comportement cyclique de l'acier 15-5PH stabilise très rapidement (15 cycles). En outre, l'érouissage cyclique est principalement de type cinématique. De ce fait une loi de comportement considérant un érouissage cinématique non linéaire s'avère suffisante pour rendre compte du comportement cyclique de ce matériau. En contrainte imposée, une adaptation élastique est notée aux alentours de 100 cycles pour une contrainte imposée de 1250 MPa ( $R_\sigma = 0$ ).

Pour les températures de 300°C et 400°C, on note une baisse du niveau des contraintes maximales et une légère variation du module d'Young. Le comportement à 300°C met en outre en évidence un effet inverse de la vitesse de déformation, en ce sens que l'abaissement de la vitesse de déformation est synonyme de niveaux de contraintes plus importants. Ce comportement a été attribué à un effet de vieillissement dynamique. Ce phénomène mériterait toutefois d'être étudié plus en détails, nous y reviendrons sur les pistes d'approfondissement.

Le comportement cyclique de l'acier 15-5PH vieilli s'apparente à celui de l'acier 15-5PH à l'état de réception pour l'ensemble des conditions de vieillissement examinées. En effet, tout comme à l'état de réception, on observe une stabilisation rapide du comportement



cyclique des états vieillis sous chargement cyclique asymétrique. Cependant, les niveaux de contraintes atteints pour les matériaux vieillis sont supérieurs à ceux obtenus à l'état de réception. Cette évolution de contrainte est dépendante de la durée et de la température de vieillissement. A titre d'exemple, pour une température de 325°C, plus le temps de vieillissement est grand, plus élevée sera la contrainte stabilisée. La déformation cyclique ne semble pas entraînée de démodulation de la décomposition spinodale. Pour deux températures de vieillissement, à savoir 325°C et 350°C, pour un même temps de vieillissement de 5000 h, les niveaux de contrainte sont plus importants à 350°C. Cette augmentation du niveau de contrainte a été attribuée à un effet de la décomposition spinodale de la martensite au cours du vieillissement. Au-delà du durcissement induit par le vieillissement, il a été montré que l'érouissage cyclique de cet alliage n'est pas impacté par le vieillissement. En effet, l'évolution du centre de la surface (érouissage cinématique) entre matériau vieilli et non vieilli est identique. L'érouissage cinématique de l'acier n'est donc pas influencé par le vieillissement, aussi bien à la température ambiante qu'à 300°C.

- **Fissuration par fatigue de l'acier 15-5PH avec le vieillissement et la température**

Sous amplitude de chargement constante, le comportement en fissuration de l'acier 15-5PH présente un effet de rapport de charge peu marqué. Cet effet n'est sensible que pour des valeurs de  $\Delta K$  inférieures à 20 MPa $\sqrt{m}$ . L'augmentation de la température d'essai provoque une augmentation des vitesses de propagation aussi bien sur les matériaux vieillis que non-vieilli. Cette augmentation est marquée de la température ambiante à 300°C, alors qu'entre 300°C et 400°C sont plus atténués.

Le comportement en fissuration de l'acier 15-5PH est par ailleurs sensible aux effets de surcharge. Il a en outre été montré que la diminution de la période des surcharges diminue de l'effet retard global. L'augmentation du nombre de surcharge pour une période de surcharge fixe génère quant à elle un retard plus important. Il en est de même en augmentant le rapport de charge du chargement de base pour un même taux de surcharge.

Il a aussi été montré que le vieillissement thermique n'a pas d'influence sur les vitesses de propagation stable. En effet, les courbes de fissuration des matériaux vieillis et non vieillis se superposent parfaitement, aussi bien sous chargement à amplitude constante que variable. En revanche, le vieillissement est à l'origine, à température ambiante, d'une réduction du domaine de propagation de fissure stable, particulièrement drastique pour les conditions de vieillissement les plus sévères. Cette réduction est due à une diminution de la valeur  $K_{crit}$  (valeur du facteur d'intensité des contraintes qui marque le début de la fissuration en zone 3 sur une courbe de fissuration) en relation avec la chute de ténacité. La propagation stable peut alors être séparée en deux domaines :

- Un domaine à basse vitesse ( $K_{max} < K_{crit}$ ) la vitesse d'avancée du matériau vieilli est superposée à la vitesse d'avancée du matériau à l'état de réception (domaine A) ;
- un domaine associé à une rupture de pente ( $K_{max} > K_{crit}$ ) (domaine B).

Dans le domaine A, malgré l'augmentation de la limite d'élasticité avec le vieillissement, les vitesses de fissuration des matériaux vieillis et non vieillis sont similaires. Ils présentent des faciès de rupture principalement transgranulaire se développant macroscopiquement selon un plan normal à l'axe de chargement de type quasi-clivage.

Dans le domaine B, l'augmentation de la vitesse de propagation observée sur l'acier 15-5PH aux états vieillis est associée à l'apparition d'un mode de rupture particulier dit « statique » engendrant des modifications du mécanisme de propagation des fissures. En effet,

---

on note la présence de facettes intergranulaires au sein d'une surface transgranulaire, mais également d'ouverture d'anciens joints de grains et de cupules dans la région précédant la rupture finale. L'apparition d'îlots de rupture statique a été corrélée à la rupture de pente observée sur les courbes de fissuration. Ces corrélations sont valables aussi bien sous amplitude de chargement constant que variable. La fraction surfacique occupée par ces îlots, et donc la contribution du mode de rupture associé, est fonction du temps et de la température de vieillissement à l'ambiante. Ces observations sont uniquement valables à température ambiante. En effet, à 300°C, la température d'essai est supérieure à la température de transition fragile-ductile pour toutes les conditions de vieillissement considérées.

Le vieillissement n'ayant aucun effet sur le comportement cyclique, il n'a par conséquent aucun effet sur la propagation des fissures stables, aussi bien sous amplitude de chargement à amplitude constante que variable. Par ailleurs, il fait chuter drastiquement la ténacité. Une simulation du comportement en fissuration de l'acier 15-5PH passe donc par une description correcte des effets retard observés sur le matériau non vieilli, et une prise en compte de l'effet du vieillissement sur la ténacité.

- **Modélisation de la propagation des fissures**

Cette partie de l'étude avait pour but de proposer un modèle pouvant prendre en considération les effets combinés sous chargement à amplitude de chargement variable, de la température de fonctionnement et du vieillissement induit par des longues durées d'exposition. Notre choix s'est orienté sur le modèle incrémental développée au LMT Cachan du fait de son analyse instantanée et non cycle-à-cycle, mais aussi qu'il permet a priori de prendre en compte les modifications du comportement cyclique avec le vieillissement et la température en pointe de fissure. Les résultats obtenus avec ce modèle sont prometteurs. Nous avons pu notamment rendre compte de l'influence du taux de surcharge. Pour les autres paramètres d'influence, même si le modèle se rapproche des observations expérimentales, une identification plus fine des paramètres conduirait à un meilleur accord avec les données expérimentales. Une étude comparative du modèle incrémental par rapport au modèle PREFAS montre des capacités prédictives similaires dans le cas de l'acier 15-5PH étudié à l'état de réception. Nous avons en outre proposé une méthodologie pour la prise en compte de l'évolution des propriétés monotones et cycliques avec le vieillissement, à température ambiante et à 300°C, propriétés qui constituent ensuite des données d'entrée au modèle incrémental. Cette méthodologie est basée sur une loi d'équivalence temps/température de type Hollomon et Jaffe. Cette loi a été établie et étalonnée sur la base de nombreux essais réalisés par Hugues [2]. La validité du modèle a alors été démontrée pour quantifier l'évolution au cours du vieillissement des propriétés monotones et cycliques de 290°C à 370°C jusqu'à 15000 h entre -50°C et 300°C.

- **Du point de vue industriel**

Concernant le dimensionnement en tolérance aux dommages des structures concernées, l'absence d'effet du vieillissement sur la propagation stable ne nécessite pas de revoir profondément les lois de propagation utilisées. Cependant, l'effet marqué sur la ténacité limite ce domaine de propagation stable pour les températures inférieures à la transition fragile/ductile. La conséquence est que, pour ces températures vues au moins en transitoire, le critère d'arrêt dans la procédure de prédiction se trouve affecté, ce qui se traduit par une réduction de la durée de vie en propagation plus ou moins importante suivant les configurations structurales mais qu'il conviendra de prendre en compte dans la définition des intervalles d'inspection.

## Perspectives

Quelques pistes d'approfondissement de ce travail de recherche peuvent être tracées.

Tout d'abord, nous avons montré dans cette étude que le comportement cyclique du matériau n'était pas affecté par le vieillissement en analysant l'évolution du centre de la surface de charge avec le vieillissement. Cependant, il serait opportun de vérifier que les mécanismes de déformation activés à des niveaux de déformation donnés sont effectivement identiques sur les matériaux vieillis et le matériau à l'état de réception, notamment à hautes températures. En effet, nous avons vu qu'un effet de DSA intervient. Il est donc important d'identifier à quels niveaux de déformation et sur quelle plage de température ce mécanisme est significatif dans l'acier 15-5PH sous différents états métallurgiques. La présence d'un effet de DSA est susceptible d'impacter le comportement en fissuration à chaud. Il existe en outre une possibilité de couplage entre ce phénomène et les effets de fréquence, d'environnement et de temps de maintien.

Il serait aussi intéressant de mieux appréhender l'interaction plasticité - décomposition spinodale. Une des approches intéressantes à investiguer serait celle des simulations de type champs de phase. Sur les alliages Fe-Cr, Li [3] a noté une accélération de la décomposition spinodale avec la densité des dislocations. Cette simulation de champ de phase a été effectuée en utilisant l'équation de diffusion Cahn-Hilliard. Le champ de contrainte des dislocations a été calculé dans l'espace réel via le formalisme de Stroh, tandis que le champ de contrainte induite par l'inhomogénéité de composition chimique et l'équation de diffusion ont été calculées numériquement dans l'espace de Fourier. Dans la même veine, il pourrait être intéressant d'investiguer sur la possible démodulation de la décomposition spinodale par déformation cyclique comme observé sur la ferrite.

En fissuration par fatigue, même si de nombreux résultats ont été obtenus à l'ambiante et à 300°C, une étude plus consistante à 300°C sous amplitude de variable serait nécessaire, en s'intéressant notamment aux effets de fréquence et de temps de maintien, aussi bien sous vide que sous air, afin de séparer les effets d'environnement et l'influence intrinsèque du vieillissement. Par ailleurs, le mécanisme de rupture « statique » mis en évidence sur les états vieillis, mériterait d'être précisé, notamment par rapport aux mécanismes de vieillissement mis en évidence par les différentes études du projet. Une modélisation de la chute de ténacité au travers d'approches locales de la rupture telles que celle développé par Pineau et P. Joly [4] serait intéressante à investiguer. Ce type d'approches montre des résultats encourageants sur les prédictions de la probabilité de rupture aciers inoxydables austéno-ferritiques vieillis. Il s'agirait donc d'étendre cette approche aux aciers inoxydables martensitiques vieillis.

En termes de modélisation, les simulations menées à l'aide du modèle incrémental sont prometteuses, même si sa mise en œuvre présente encore quelques limites. En particulier, un travail complémentaire reste à faire sur une identification plus fine des paramètres du modèle. En effet, avec la version du modèle incrémental utilisée dans cette thèse il n'y a pas une unicité des paramètres traduisant l'évolution du champ des contraintes résiduelles tout au long de la propagation. En effet, l'absence de l'égalité de Schwartz dans les équations aux dérivées partielles reliant l'incrément d'avancée de fissure, l'émoussement en pointe de fissure au facteur d'intensité issu des contraintes résiduelles implique une incohérence mathématique dans le modèle. Cela a donc un impact sur la qualité des prévisions. Des travaux sont en cours de développement au LMT-Cachan dans le but d'avoir un modèle plus robuste et permettant d'avoir un jeu unique de paramètre pour un matériau donné. En ce qui concerne la prédiction des propriétés mécanique des matériaux vieillis, la méthode basée sur

---

une équation de type d'Hollomon-Jaffe semble être la voix à suivre en vue d'établir une équivalence temps/température. Cependant, aucun lien n'est établi avec le mécanisme de décomposition spinodale identifié comme étant à l'origine de la fragilisation. Il serait donc intéressant de voir dans quelle mesure une telle corrélation peut être établie. Une piste à suivre consisterait à considérer une distance caractéristique de diffusion comme paramètre d'équivalence temps/température [5].

### **Bibliographie**

- [1] J. Hugues, "Vieillissement thermomécanique d'un acier martensitique inoxydable à durcissement structural," University of Toulouse, 2014.
- [2] L. Couturier, University of Grenoble, 2014.
- [3] Y.-S. Li, S.-X. Li, and T.-Y. Zhang, "Effect of dislocations on spinodal decomposition in Fe–Cr alloys," *Journal of nuclear materials*, vol. 395, no. 1, pp. 120-130, 2009.
- [4] P. Joly, "Etude de la rupture d'aciers inoxydables austéno-ferritiques moulés, fragilisés par vieillissement à 400 C," Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1992.
- [5] G. Thomas, J. Speer, D. Matlock, G. Krauss, and R. Hackenberg, "Time–temperature equivalence in martensite tempering," in *Proceedings of International Conference on Martensitic Transformations (ICOMAT-08)*. TMS, Warrendale, PA, USA, 2010, pp. 595-600.



## **Annexes**



# Annexes

## 1. Etude du comportement cyclique

Le **Tableau 1** et le **Tableau 2** récapitule les écarts sur les niveaux de contraintes en fonction des coefficients d'érouissage pour l'ensemble des vieillissements testés à 300°C et à l'ambiante.

325°C/1000 h					325°C/5000 h					325°C/10000 h				
$\Delta\sigma/2$	$\Delta\sigma/2$	Ec.%	$\Delta\sigma/2$	Er.%	$\Delta\sigma/2$	$\Delta\sigma/2$	Ec.%	$\Delta\sigma/2$	Er.%	$\Delta\sigma/2$	$\Delta\sigma/2$	Ec.%	$\Delta\sigma/2$	Er.%
essai	$n' = 0,0299$	$n' = 0,0308$	essai	$n' = 0,0274$	$n' = 0,0308$	essai	$n' = 0,0252$	$n' = 0,0308$	essai	$n' = 0,0252$	$n' = 0,0308$	essai	$n' = 0,0252$	$n' = 0,0308$
1254,7	1258,7	-0,3	1257,0	-0,2	1291,6	1294,8	0,3	1288,0	0,3	1308,8	1317,8	-0,7	1304,1	0,4
1287,9	1286,6	0,1	1285,8	0,2	1325,4	1325,4	0,2	1322,4	0,2	1357,1	1354,1	0,2	1348,6	0,6
1307,6	1303,5	0,3	1303,3	0,3	1346,6	1343,1	0,3	1342,4	0,3	1382,8	1372,7	0,7	1371,5	0,8
1319,6	1315,7	0,3	1315,9	0,3	1360,3	1355,6	0,3	1356,5	0,3	1395,6	1385,1	0,8	1386,8	0,6
1326,5	1325,2	0,1	1325,8	0,1	1367,4	1365,2	0,0	1367,3	0,0	1398,4	1395,4	0,2	1399,6	-0,1
1332,0	1333,1	-0,1	1333,9	-0,1	1372,6	1373,0	-0,3	1376,1	-0,3	1399,5	1402,7	-0,2	1408,6	-0,7
1334,1	1339,5	-0,4	1340,6	-0,5	1372,9	1379,6	-0,8	1383,5	-0,8	1395,2	1409,5	-1,0	1417,1	-1,6

$\Delta\sigma/2$  en MPa

Ec. : Ecart

**Tableau 1 – Ecart sur les niveaux de contrainte en fonction du l'exposant d'érouissage cyclique  $n'$  pour l'ensemble des vieillissements testés à la température ambiante**

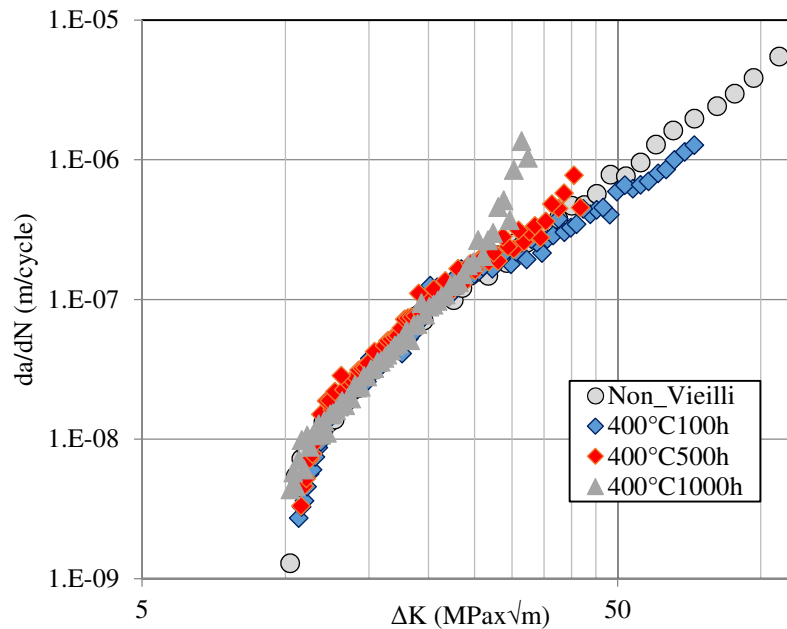
325°C/1000 h					325°C/5000 h					350°C/10000 h				
$\Delta\sigma/2$	$\Delta\sigma/2$	Ec.%	$\Delta\sigma/2$	Er.%	$\Delta\sigma/2$	$\Delta\sigma/2$	Ec.%	$\Delta\sigma/2$	Er.%	$\Delta\sigma/2$	$\Delta\sigma/2$	Ec.%	$\Delta\sigma/2$	Er.%
essai	$n' = 0,0703$	$n' = 0,0572$	essai	$n' = 0,0648$	$n' = 0,0572$	essai	$n' = 0,0349$	$n' = 0,0572$	essai	$n' = 0,0349$	$n' = 0,0572$	essai	$n' = 0,0349$	$n' = 0,0572$
1018,2	1005,8	1,2	1020,8	-0,3	1056,7	1038,7	1,7	1048,6	0,8	1099,4	1105,8	-0,6	1071,6	2,5
1066,3	1050,2	1,5	1057,4	0,8	1109,4	1086,9	2,0	1091,5	1,6	1146,3	1141,7	0,4	1129,3	1,5
1093,5	1080,0	1,2	1081,6	1,1	1136,6	1117,8	1,7	1118,9	1,6	1169,1	1161,7	0,6	1161,9	0,6
1113,4	1102,8	1,0	1100,2	1,2	1155,6	1142,1	1,2	1140,3	1,3	1187,0	1176,3	0,9	1186,0	0,1
1125,2	1121,5	0,3	1115,4	0,9	1164,4	1161,2	0,3	1157,1	0,6	1195,2	1187,5	0,6	1204,5	-0,8
1132,7	1136,9	-0,4	1127,9	0,4	1171,4	1176,5	-0,4	1170,6	0,1	1196,7	1196,5	0,0	1219,5	-1,9
1140,4	1150,5	-0,9	1138,8	0,1	1175,6	1189,8	-1,2	1182,3	-0,6	1197,3	1204,1	-0,6	1232,3	-2,9
1145,8	1161,8	-1,4	1147,9	-0,2	1180,0	1201,0	-1,8	1192,1	-1,0	1195,9	1210,6	-1,2	1243,3	-4,0

**Tableau 2 – Ecart sur les niveaux de contrainte en fonction de l'exposant d'érouissage cyclique  $n'$  pour l'ensemble des vieillissements testés à 300°C**



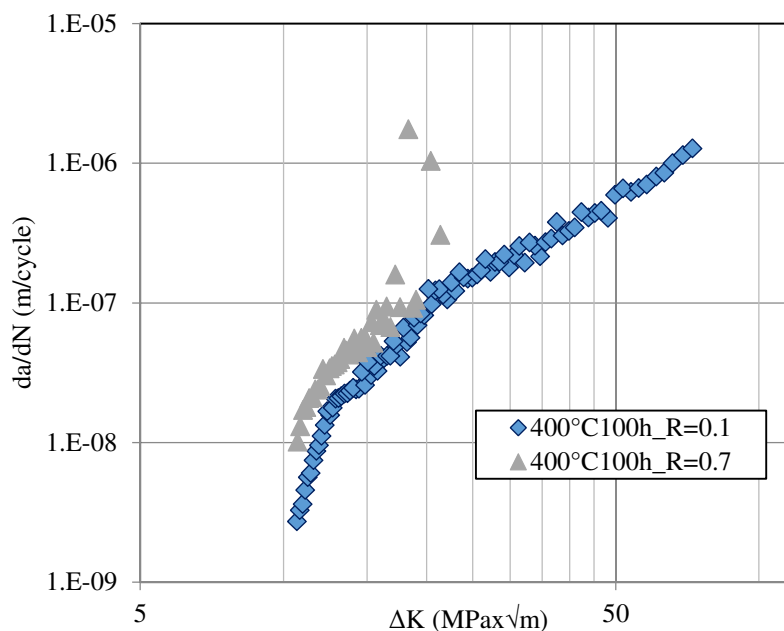
## 2. Essai de fissuration sur l'acier 15-5PH vieilli à 400°C

La **Figure 1** présente les résultats des essais de fissurations réalisés sur l'acier 15-5PH vieilli à 400°C. La durée des vieillissements était de 100 h, 500 h et 1000 h. Deux rapports de charge ont été testés à savoir 0,1 et 0,7. Les résultats obtenus sont conformes à ce obtenu dans le **Chapitre C**.



**Figure 1 – Mise en évidence de l'effet de vieillissement à 400°C sur la fissuration par fatigue de l'acier 15-5PH à  $R = 0,1$  à température ambiante**

L'effet du rapport de charge reste aussi très peu marqué comme le montre la **Figure 2**.



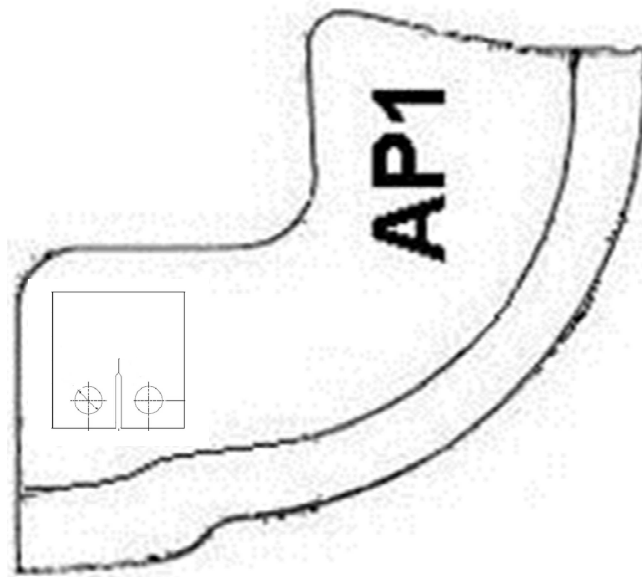
**Figure 2 – Mise en évidence de l'effet du rapport de charge pour l'acier 15-5PH vieilli à 400°C**

### 3. Essai de fissuration sur l'acier 15-5PH forgé durci à 1070 MPa

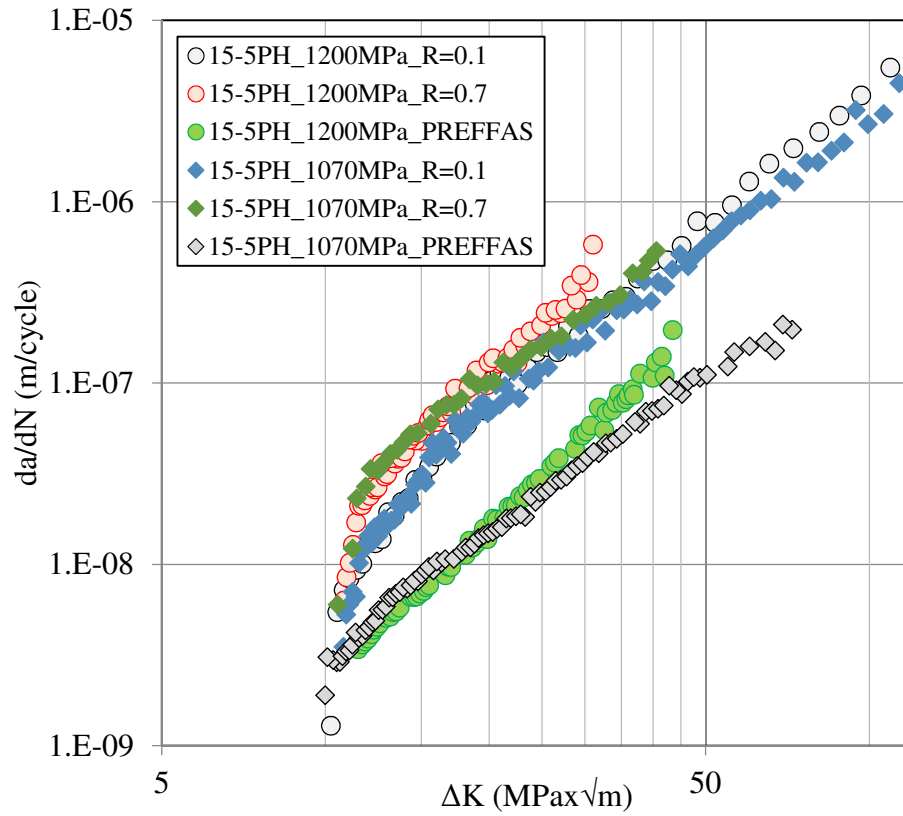
Nous avons mené des essais de fissuration sur une autre nuance d'acier 15-5PH. Cette nuance est forgée et durcie à 1070 MPa. Ils ont été prélevés dans le bloc présenté à la **Figure 3**, suivant le sens de prélèvement de la **Figure 4**. Les résultats obtenus sont analogue à ceux obtenus sur la nuance durcie à 1200MPa. En effet, comme le montre la **Figure 5**, les courbes de fissuration à  $R = 0,1$  et  $R = 0,7$  se superposent. Il en est de même pour l'effet retard.



**Figure 3 – Bloc de 15-5PH forgé durci à 1070 MPa**



**Figure 4 – Plan de prélèvement de l'éprouvette CT**



**Figure 5 – Comparaison des courbes de fissuration obtenues sur l'acier 15-5PH durci à 1200 MPa et l'acier 15-5PH forgé durci à 1070 MPa**



# **Titre : Etude expérimentale et simulation numérique la propagation des fissures par fatigue dans un acier inoxydable martensitique durci par précipitation (15-5PH) sous conditions représentatives des conditions de service : chargement variable, vieillissement et température**

**Présentée par :** Loic DIMITHE ABOUMOU  
**Directeurs de thèse :** Gilbert HENAFF et Mandana ARZAGHI

**Résumé :** Reliant le moteur à turboréacteur à la voilure de l'avion, le mât-réacteur est une véritable « pièce maîtresse » de l'avion. En effet, il transmet tous les efforts de l'avion au moteur. Il est soumis à des variations de températures allant de -40°C en croisière à 290°C voir 400°C lors des phases de décollage. En plus, le mât-réacteur est à la merci de contraintes vibratoires très élevées qui, n'étant pas correctement maîtrisées lors des analyses en tolérances aux dommages, peuvent conduire à la ruine de l'appareil. Entre 290°C et 400°C, la martensite constitutive des composants en acier inoxydable martensitique durci par précipitation (15-5PH) du mât-réacteur, subit donc un vieillissement par transformation microstructurale. Ce vieillissement a un impact considérable sur les propriétés mécaniques, à savoir à une augmentation de la limite d'élasticité et de la contrainte à rupture aux dépens d'une réduction drastique de la ténacité et la ductilité. Afin de compléter la caractérisation des effets du vieillissement sur les propriétés mécaniques tout en considérant que ces structures sont dimensionnées suivant un principe de tolérance aux dommages, l'objectif de ce travail est d'étudier la résistance à la fissuration par fatigue de cet acier en fonction du vieillissement et de la température d'essai. La démarche adoptée repose sur une connaissance des comportements monotone et cyclique pour analyser les mécanismes en fissuration. Des essais de comportement cyclique ont ainsi été effectués à la température ambiante et à 300°C à différents niveaux de déformation imposés, sur l'acier 15-5PH dans son état de réception, puis pour des conditions vieillissement réalisées entre 300°C et 400°C et des temps d'exposition allant jusqu'à 10 000h. Les résultats obtenus mettent en évidence l'absence d'influence du vieillissement sur l'érouissage cyclique de l'acier 15-5PH, aussi bien à température ambiante qu'à 300°C. Pour la plage de valeurs de  $\Delta K$  balayée, le comportement en fissuration de l'acier 15-5PH sous amplitude de chargement constante n'est pas modifié par le vieillissement. Cependant, l'étendue du domaine stable de propagation est quant à elle réduite en fonction du degré de vieillissement à température ambiante. Cette réduction est due à la chute de ténacité du matériau avec le vieillissement. Les surfaces de rupture sont majoritairement transgranulaires pour toutes les conditions examinées. Toutefois, les régions proches de la rupture finale de certains états vieillis présentent des îlots de rupture statique à la température ambiante. Ces îlots sont inexistant à 300°C. Par ailleurs, sous l'effet de surcharges répétées, un effet retard sur la vitesse de fissuration a été mis en évidence. Ce retard est fonction à la fois du taux de surcharge, de la période de surcharge, du nombre de surcharge et du rapport de charge du chargement de base, mais est insensible au vieillissement. Par ailleurs, on dénote une fois de plus, une réduction de l'étendue du domaine de propagation stable à température ambiante. Des simulations de la propagation des fissures sous amplitude de chargement variable ont été effectuées à l'aide du modèle incrémental de prévisions de durées de vie en fissuration développé au LMT-Cachan. Les résultats issus de ce modèle ont ensuite fait l'objet d'une comparaison avec le modèle PREFFAS utilisé chez AIRBUS. Le modèle incrémental rend bien compte de certains effets de surcharges répétées. Il se révèle en outre moins conservatif que le modèle PREFFAS. Une méthodologie de prise en compte dans le modèle incrémental des effets de vieillissement fondée sur une équivalence temps/température de type Hollomon-Jaffe est enfin proposée.

**Mots clés :** 15-5PH, vieillissement thermique, fissuration par fatigue, comportement cyclique, chargement variable, température, simulation numérique, équivalence temps/température

**Abstract:** Connecting the turbofan engine to the wing of the aircraft, the engine pylon is a true « masterpiece » of the aircraft. Indeed, it transmits all the aircraft engine efforts. It is subject to temperature variations from -40°C in cruise to 290°C-400°C during takeoff and landing. In addition, the engine pylon is a prey to very high vibratory stresses, which should be properly taken into account during damage tolerances analysis to avoid the loss of the aircraft. Between 290°C and 400°C, the martensite of components in precipitation-hardenable stainless steel (15-5 PH) of engine pylon undergoes microstructural transformation (« ageing »). This ageing has a significant impact on the mechanical properties, characterized by an increase in yield strength and tensile stress and drastic reduction in toughness and ductility. To complete the characterization of the effects of ageing on the mechanical properties while considering that these structures are designed according to a principle of damage tolerance, the aim of this work is to study the fatigue crack growth behavior (FCGB) of this material according to the ageing conditions and the test temperature. The approach is based on knowledge of monotonous and cyclic behavior to analyze the fatigue crack mechanisms. The Cyclic behavior tests have been carried out at room temperature and 300°C at different strains imposed levels, on the 15-5PH steel in its as-received and then to the ageing conditions realized, between 300°C and 400°C and exposure times of up to 10 000h. The results highlight the lack of influence of ageing on the cyclic hardening of 15-5 PH steel, both at room temperature to 300°C. For the range of  $\Delta K$  values tested, the FCGB of the 15-5PH steel under constant load amplitude is not affected by ageing. However, the extent of the stable propagation domain is itself reduced according to the degree of aging at room temperature. This reduction is due to the fall of fracture toughness due to ageing. The fracture surfaces are mainly transgranular for all conditions examined. However, the areas close to the final rupture of some ageing statements present islands indicative of a static failure mode at room temperature. These islands are absent to 300°C. Under the effect of repeated loads, a delayed effect on the crack velocity has been demonstrated. This delay is a function of the overload rate, overload period, the number of overloads and the baseline load ratio, but insensitive to ageing. Furthermore, a reduction in the extent of the area stable propagation is also noticed at room temperature. Fatigue crack growth simulations under variable amplitude loading were made through the incremental model for damage tolerance analysis developed by LMT-Cachan. The model results were then subject to a comparison with the PREFFAS model used at AIRBUS. The incremental model is well aware of some of the effects of repeated overloads. It also proves less conservative than the model PREFFAS. For taking account the effects of ageing in the incremental model, simply report the hardening observed on old material, the cyclic hardening parameters are not affected. A methodology based on time/temperature equivalence provided by Hollomon-Jaffe - and taking into account the effects of ageing in the incremental model is finally proposed.

**Keywords:** 15-5PH, thermal ageing, fatigue crack growth, cyclic behavior, variable amplitude loading, temperature, numerical simulation, time/temperature equivalence