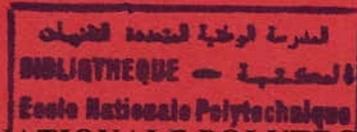


M0013/01

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE



ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE
Département De Métallurgie

THESE DE MAGISTER

Présentée par : Mr **OURARI Kamel**, Ingénieur d'Etat à l'ENP.

Thème :

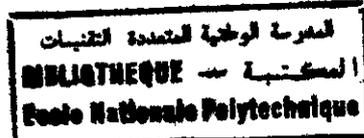
**Evolution microstructurale et mécanique d'un
acier allié au Chrome-Molybdène-Vanadium
(Z160CDV12) en conditions de fatigue thermique**

Proposé et dirigé par : Mr **K. ABADLI**, Chargé de cours à l'ENP

Soutenue le 28 juin 2001 devant le jury composé de :

Mr SALHI Essaid,	Maitre de Conférence (ENP)	Président
Mr BOUABDALLAH Mabrouk,	Maître de Conférence (ENP)	Examineur
Mlle AKKOU Malika,	Chargée de Cours (U. Tizi-Ouzou)	Examineur
Mr DJEGHLAL Med Elamine,	Chargé de Cours (ENP)	Examineur
Mr ABADLI Kamel,	Chargé de Cours (ENP)	Rapporteur

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE
Département De Métallurgie



THESE DE MAGISTER

Présentée par : Mr **OURARI Kamel**, Ingénieur d'Etat à l'ENP.

Thème :

**Evolution microstructurale et mécanique d'un
acier allié au Chrome-Molybdène-Vanadium
(Z160CDV12) en conditions de fatigue thermique**

Proposé et dirigé par : Mr **K. ABADLI**, Chargé de cours à l'ENP

Soutenue le 28 juin 2001 devant le jury composé de :

Mr SALHI Essaid,	Maitre de Conférence (ENP)	Président
Mr BOUABDALLAH Mabrouk,	Maître de Conférence (ENP)	Examineur
Mlle AKKOU Malika,	Chargée de Cours (U. Tizi-Ouzou)	Examineur
Mr DJEGHLAL Med Elamine,	Chargé de Cours (ENP)	Examineur
Mr ABADLI Kamel,	Chargé de Cours (ENP)	Rapporteur

Remerciements :

La présente étude a été réalisée au Laboratoire de *Structures des Matériaux Métalliques* du département de métallurgie de l'école nationale polytechnique (ENP) sous la direction de Mr ABADLI K. Je tiens à le remercier vivement pour les précieux conseils qu'il m'a prodigués tout au long de ce travail.

Que tous les enseignants du département de métallurgie trouvent ici l'expression de mes sincères reconnaissances pour m'avoir formé et permis d'être parmi eux pour mes formations de graduation et de post-graduation.

Mes plus vifs remerciements aux membres du département de métallurgie du centre de recherche et développement de Boumerdes (C.R.D), en particulier Mr NAOUI H., et à l'équipe du centre de soudage de Chéraga (C.S.C).

Que tous mes amis, tout particulièrement les Mrs SHISSEH A. et SMAALI M., ressentent ici mes plus sincères remerciements pour l'aide et la disponibilité qu'ils ont montrés à mon égard pour l'accomplissement de mes travaux de thèse.

Je reste très reconnaissant envers Mr SALHI E. pour l'honneur qu'il me fait en acceptant de présider à la soutenance de ma thèse et envers les membres du jury pour avoir montré de la disponibilité à juger ce travail.

Dédicaces.

Cette thèse, aussi modeste soit elle et plus qu'on le pense encore, n'aurait pas abouti sans l'encouragement et la patience infailibles de ma famille. Aussi, en guise de reconnaissance, je la dédie à :

Ma chère mère dont l'entêtement à mes hésitations n'a d'égal que la noblesse et l'innocence de ses sentiments,

Mon cher père dont le silence est aussi écouté et compris que ses paroles.

Et mes frères et sœurs pour l'aide, le dévouement et la compréhension qu'ils ne se sont jamais lassés de montrer à mon égard.

هدف عملنا هو دراسة التحولات البنيوية و الميكانيكية للفولاذ المزوج بالكروم و الموليبدان و الفناديوم الخاضع لعوامل الإرهاق الحراري. إن إختيار هذا النوع من الفولاذ (160CDV12) راجع إلى المميزات الميكانيكية الرفيعة التي يكتسبها أثناء إستعماله في الظروف الحرارية المرتفعة. لإنجاز هذا العمل ، إستعملنا جهاز تجريبي يضمن إنجاز سلسلة عمليات التسخين و التبريد مما يسمح لنا بإخضاع العينات الفولاذية إلى دورات حرارية.

بفضل تقنيات التمييز منها الدراسة المجهرية الضوئية و الإلكترونية (MEB) و التصرف الميكانيكي (درجة القساوة) تمكنا من تعيين التركيب الكيميائي و إتباع السلوك البنيوي و الميكانيكي للعينات الفولاذية أثناء الإرهاق الحراري.

Résumé :

L'objectif de notre travail consiste à étudier l'évolution structurale et mécanique d'un acier allié au Chrome-Molybdene-Vanadium soumis en conditions de fatigue thermique. Le choix de l'acier à outils Z160CDV12 est dicté par les bonnes caractéristiques mécaniques que celui-ci développe pendant le travail à chaud.

Pour mener l'étude à terme, nous avons réalisé un dispositif expérimental pouvant assurer une série de chauffages et refroidissements nous permettant ainsi de soumettre des échantillons de l'acier Z160CDV12 à des cycles thermiques.

Pour la caractérisation de la composition chimique, de l'évolution de la structure et des propriétés mécaniques de nos échantillons, nous avons utilisé la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage (MEB), l'EDAX, la diffraction X et les tests de dureté Rockwell (HRC) et de microdureté Vickers (HV).

Mots clés : Fatigue – Fatigue thermique – aciers à outils – Z160CDV12 – Cycles thermiques

Abstract

Our interest in the present work is to study the structural and mechanical behavior of a Chromium-Molybdenium-Vanadium alloyed steel under thermal fatigue conditions. The tool steel Z160CDV12, as material to study, is well known for high mechanical characteristics it presents even at high temperature services.

For that, a thermal fatigue testing mechanism was developed to make thermal cycling on Z160CDV12 samples possible.

Chemical composition, structural and mechanical evolution of the thermally cycled samples were made by optical microscopic, scanning electron microscopic (SEM) and radius X diffraction investigations. Rockwell hardness (HRC) and Vickers microhardness (HV) testing were also used to characterisation.

Sommaire

Introduction générale	1
Chapitre I : FATIGUE MECANIQUE	2
I.1. Symboles et définitions	2
I.1.1. Diagrammes d'endurance	4
I.1.2. Fatigue en contraintes imposées/en déformation imposée	5
I.2. La fatigue oligocyclique	7
I.2.1. Mécanismes d'accommodation et de fissuration en L.C.F	7
I.2.1.1 Accommodation du matériau	8
I.2.1.2 Amorçage et propagation des fissures	10
Chapitre II : LA FATIGUE THERMIQUE	12
II.1. La fatigue thermique pure	12
II.1.1. Définitions	12
II.1.2. Les contraintes d'origine thermique	13
II.1.3. Mécanismes de la fatigue thermique	15
II.1.3.1. Caractérisation des fissures	15
II.1.3.2. Microstructure	16
II.1.4. Influence des différents facteurs	16
II.1.4.1. Caractéristiques physiques et mécaniques	16
II.1.4.2. Facteurs métallurgiques	17
II.1.4.3. Facteurs d'environnement	18
II.2. Approches expérimentales de la fatigue thermique	20
II.2.1. Fatigue thermique et fatigue mécanique : les différences	20
II.2.2. La fatigue thermomécanique (TMF)	21
II.2.3. Modélisation	22
II.2.3.1. Prévisions de la L.C.F	22
II.2.3.2. Les modèles de la TMF	24
Chapitre III : COMPORTEMENT STRUCTURAL DES ACIERS ALLIES	27
III.1. Distribution des éléments d'addition dans les aciers	28
III.2. La cinétique de transformation γ/α	29
III.2.1. La formation de la ferrite	29
III.2.2. La réaction perlitique	30
III.3. Changements structuraux	31
III.3.1. Ferrite / agrégats de carbures	31
III.4. La transformation martensitique	32
III.4.1. Caractéristiques générales	32
III.4.2. L'influence des éléments d'addition	33
III.5. Structures de revenu	33
III.5.1. Introduction	33
III.5.2. Influence des éléments d'addition sur les carbures de fer	35
III.5.3. Formation des carbures alliés et durcissement secondaire	36
III.5.3.1 Revenu des aciers au Chrome	37
III.5.3.2 Revenu des aciers au Molybdène	38
III.5.3.3 Revenu des aciers au Vanadium	39

Chapitre IV : DISPOSITIF EXPERIMENTAL	40
IV.1. Description du dispositif	41
IV.1.1. Composants du dispositif	42
IV.1.2. Principe de fonctionnement	43
IV.1.3. Essais à vide du four	44
IV.1.3.1. Courbe de premier chauffage	44
IV.1.3.2. Evolution du gradient ($T_{\text{four}} - T_{\text{échantillons}}$)	45
IV.1.3.3. Test de cyclage thermique	45
Chapitre V: LE MATERIAU ETUDIE	47
V.1. Caractérisation chimique	47
V.2. Propriétés générales du Z160CDV12	49
V.3. Structures d'équilibre	50
V.4. Stabilité des carbures	51
V.5. Traitements thermiques du Z160CDV12	52
Chapitre VI : PROCEDURE EXPERIMENTALE	54
VI.1. Préparation des échantillons	56
VI.1.1. Polissage et méthodes d'attaque des échantillons	56
VI.1.2. Structure de l'état brut	57
VI.1.3. Structure de l'état trempé	58
VI.1.4. Structure de revenu	59
VI.2. Techniques de caractérisation	60
VI.2.1. Analyse de la composition chimique	60
VI.2.1.1. Dosage du carbone	60
VI.2.1.2. Analyse par fluorescence X	61
VI.2.2. Observations métallographiques	61
VI.2.3. La diffraction des rayons X	62
VI.2.4. Caractérisation mécanique par essais de dureté	63
VI.2.4.1. Tests de dureté Rockwell	63
VI.2.4.2. Tests de microdureté	63
Chapitre VII : RESULTATS ET INTERPRETATIONS	65
VII.1. Cycles thermiques utilisés	65
VII.2. Caractérisation structurale par diffraction X	66
VII.2.1. Etats brut et de référence	66
VII.2.2. Spectre DRX d'un échantillon cyclé	68
VII.3. Caractérisation mécanique par la dureté	69
VII.3.1. Tests de dureté	69
VII.3.2. Tests de microdureté	72
VII.4. Caractérisations métallographiques	73
Conclusion générale	76
Références bibliographiques	

INTRODUCTION GENERALE



Au début du 19^{ème} siècle, on avait remarqué qu'un matériau métallique, soumis à des charges répétitives, rompait sous des contraintes qui sont de loin plus faibles que celle nécessaire à sa rupture par chargement monotone. La fissuration par fatigue, ou rupture par fatigue, est définie comme étant l'apparition de fissures progressives et la croissance de celles-ci jusqu'à la rupture dans un matériau chargé dynamiquement[1].

La complexité et l'évolution du phénomène de la fatigue avec la technologie a fait que celui-ci reste un domaine qui préoccupe les Ingénieurs depuis 150 ans. Déjà au milieu du 19^{ème} siècle, des approches quantitatives sur l'endommagement par fatigue commençaient à apparaître en Europe. En 1952, A. WÖHLER a défini la notion de 'limite d'endurance' sous cycle d'amplitude fixe. Celle-ci a permis de réaliser certaines structures capables de tenir aux sollicitations cycliques et elle était, surtout, à la base de la conception du diagramme de GOODMAN qui représente le développement méthodologique pour la prédiction de l'endurance à la fatigue des composants[2].

Actuellement, avec une industrie de plus en plus exigeante en matière de sécurité et le travail de composants dans un environnement encore plus complexe : tenue sous sollicitations cycliques variables, rôle du milieu et de la température, superposition de cycles mécaniques à des cycles thermiques, ...etc, les études, tant théoriques qu'expérimentales, indiquent que 90% des ruptures de composants en service sont dues à l'endommagement par fatigue[1].

Bien que notre travail, dans le cadre du présent projet, soit axé principalement à l'étude de la fatigue thermique pure, il est néanmoins important d'aborder d'abord la fatigue sous l'angle mécanique. Cette dernière reste la base de toutes les autres branches de la fatigue récemment soumises à l'étude. De nos lectures d'articles récents qui traitent des nouvelles branches de la fatigue, la théorie mécanique de celle-ci reste l'outil de base pour expliquer le comportement d'un matériau sujet à des sollicitations thermiques ou thermomécaniques cycliques. Cette importance est d'autant plus remarquable lorsqu'on veut passer du stade expérimental pur vers la conception de modèles mathématiques qui puissent prédire la capacité d'endurance d'un matériau sous sollicitations thermomécaniques diverses.

LA FATIGUE MECANIQUE

L'expérience industrielle montre que les ruptures de pièces de machines ou de structures en fonctionnement normal sont le plus souvent dues à la fatigue. Celle-ci est particulièrement insidieuse du fait de son caractère progressif masqué. Ceci est d'autant plus grave que la fissuration par fatigue conduit très souvent à une rupture brutale qui peut être dangereuse.

Afin de préciser les différents aspects de la fatigue des métaux, nous allons décrire l'évolution chronologique des études de fatigue en présentant les résultats d'essais effectués sur de petites éprouvettes sollicitées en conditions simples. Nous décrirons ensuite les modifications structurales qui accompagnent les cycles d'effort et, enfin, nous énumérerons les principaux facteurs dont dépend l'endurance d'une pièce, qu'ils soient d'ordre métallurgique, ou dépendants des conditions d'environnement.

I-1. SYMBOLES ET DEFINITIONS

On entend par *fatigue ou endommagement par fatigue* la modification des propriétés mécaniques des matériaux consécutive à l'application de cycles d'efforts, cycles dont la répétition peut conduire à la rupture des pièces constituées de ces matériaux[3]

Les approches théoriques du phénomène définissent certains paramètres qu'il convient de résumer. Les contraintes seront donc définies par :

- l'amplitude maximale atteinte au cours d'un cycle, σ ,
- la valeur moyenne de la contrainte, σ_m ,
- le rapport de la contrainte minimale à la contrainte maximale, $R = \sigma_{min} / \sigma_{max}$,
- et enfin, on distingue souvent la composante alternative, σ_a , de la composante statique σ_m , avec : $\sigma_a = (\sigma_{max} - \sigma_{min}) / 2$.

Suivant les valeurs de σ_m et σ_a , on distingue les essais sous sollicitations (figure 1.1) :

- alternée symétrique : $\sigma_m = 0$ $R = -1$,
- alternée dissymétrique : $0 < \sigma_m < \sigma_a$, $-1 < R < 0$,
- répétée : $\sigma_m = \sigma_a$, $R = 0$,
- ondulée : $\sigma_m > \sigma_a$, $0 < R < 1$.

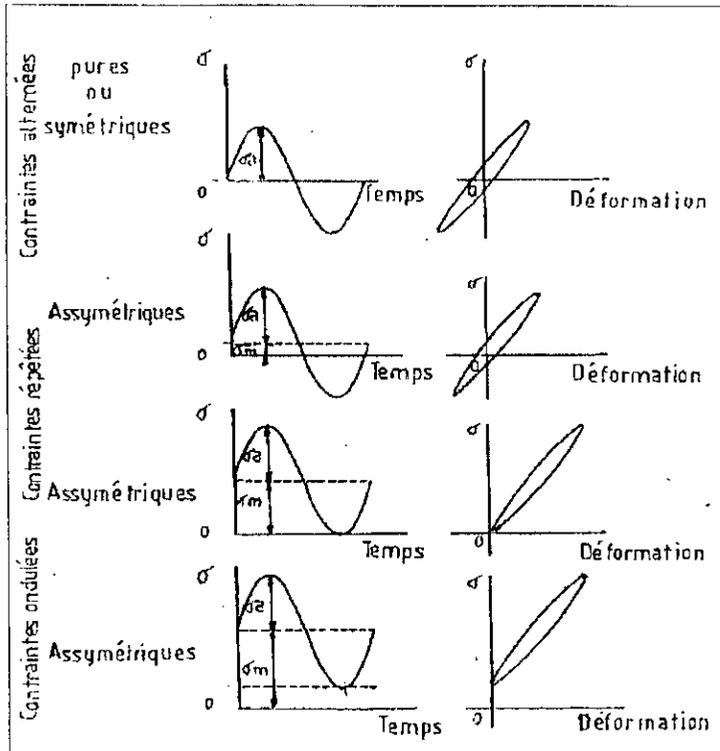


Figure (1.1) : Différents cas de sollicitation : efforts-temps, effort-déformation.

Les déformations interviennent éventuellement dans le cas de la fatigue plastique. En général, la fatigue se produit sans déformation plastique d'ensemble mais de façon très localisée d'abord autour des défauts, à fond d'entaille ou en surface, ensuite à l'extrémité d'une fissure formée. Ceci rend la mesure de la déformation extrêmement difficile[3]. La durée de vie est généralement mesurée par le nombre de cycles à rupture 'N'. L'exécution de 'n' cycles ($n < N$) entraîne un certain endommagement de la pièce qu'il est important de chiffrer car il détermine sa capacité de vie résiduelle.

On appelle *endurance* la capacité de résistance à la fatigue des pièces et des assemblages. Le caractère dangereux de la fatigue est dû au fait que la rupture peut se produire à des contraintes relativement faibles, souvent bien inférieures à la résistance à la traction et même à la limite élastique du métal, lorsque l'application de celles-ci est répétée plusieurs fois.

1.1.1. Diagrammes d'endurance

L'essai de fatigue le plus anciennement connu consiste à soumettre un ensemble d'éprouvettes à des cycles d'efforts périodiques (généralement sinusoïdaux), d'amplitudes maximales (σ) variables et de fréquence constante, et à noter le nombre de cycles (N) auxquels il y a rupture. On obtient alors la courbe de wöhler représentée par la figure(1.2) ci-dessous :

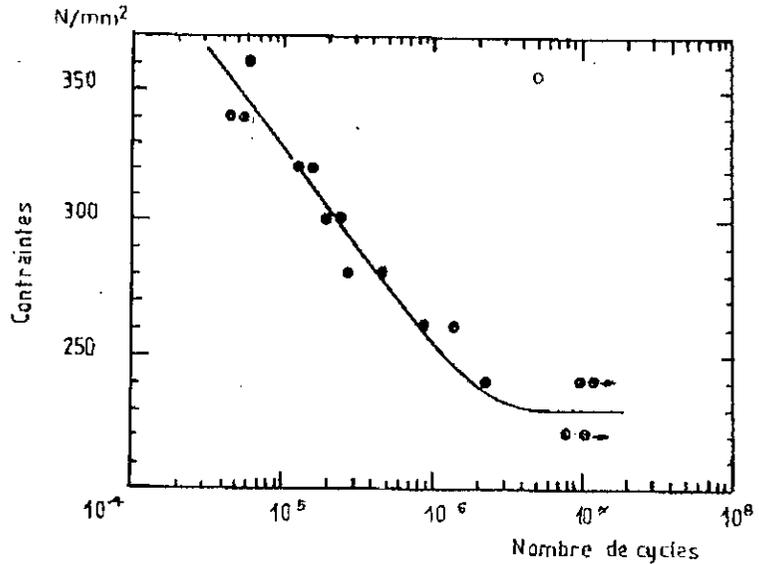


Figure (1.2) : Courbe de wöhler, $\sigma_{\max}=f(N)$, d'un acier doux essayé en flexion plane [3].

Sur cette courbe, notée aussi par courbe S-N (stress-number of cycles), on distingue trois domaines :

- une zone de fatigue oligocyclique, sous fortes contraintes, où la rupture survient après un petit nombre de cycles et est précédée d'une déformation plastique notable,
- une zone de fatigue (ou d'endurance limitée), où la rupture est atteinte,
- une zone d'endurance illimitée ou zone de sécurité, sous faibles contraintes: la rupture ne se produit qu'à partir de 10^7 à 10^9 cycles qui sont supérieurs à la durée de vie envisagée pour la pièce.

Vu l'importance du premier domaine sur le plan expérimental, nous allons le traiter de manière plus détaillée au chapitre suivant.

Quant à la zone d'endurance limitée, où la rupture apparaît 10^5 à 10^7 cycles sans être accompagnée d'une déformation plastique d'ensemble mesurable, nombres d'expressions ont été proposées pour relier N_r à σ ;

- la relation de Weibull : $N_r(\sigma - \sigma_D)^n = A$,
avec $n = 1$ ou 2 selon les métaux.
- et celle de Bastenaire[4] : $N_r + B = \frac{Ae^{-C(\sigma - \sigma_D)}}{\sigma - \sigma_D}$

où σ_D est la limite d'endurance qui borne inférieurement ce domaine, A , B et C des paramètres caractéristiques de la nature de l'acier et des conditions d'essai.

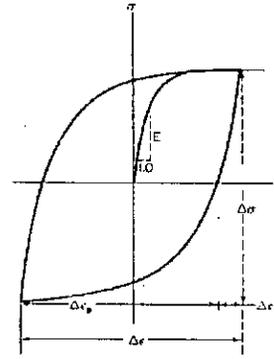
Contrairement à certains matériaux, comme l'Aluminium, qui présentent un passage très progressif du domaine de fatigue au domaine de sécurité, les aciers ferritiques présentent des courbes (σ, N) à coudes très accentués qui se situent généralement entre 10^6 et 10^7 cycles. Dans ce cas, il est possible de déterminer la limite d'endurance même si réellement, à cause du caractère aléatoire des ruptures qui caractérisent ce domaine, la détermination est nécessairement statistique[4].

Il est à noter, enfin, que la dispersion des résultats des essais de fatigue est un fait d'expérience. Celle-ci provient des nombreuses causes liées à l'hétérogénéité des matériaux, aux défauts superficiels, à la présence de contraintes résiduelles, aux variations de température et de milieu au cours de l'essai, ... etc.

I.1.2. Fatigue sous contrainte imposée Et fatigue en déformation imposée

On s'intéressera d'avantage sur l'analyse en déformation imposée de la fatigue, mais il convient de définir l'analyse en contraintes imposées d'abord pour mieux saisir la différence entre les deux approches.

L'étude de l'endommagement par l'analyse en contraintes imposées démarre de l'hypothèse que la déformation du matériau, au cours du cyclage, soit principalement élastique. Les déformations plastiques locales sont négligées. Cette approche, jugée satisfaisante tant que les approximations précédentes restent valides, débouche sur une analyse où toutes les contraintes sont élastiques[5]. Par contre, l'approche en déformation imposée tient compte aussi bien des déformations élastiques que plastiques d'un matériau soumis à un essai. Celle-ci, bien que développée pour la fatigue oligocyclique, reste intéressante pour le traitement de la fatigue à longues durées de vie. Pour cette approche on exploite les données recueillies sur les boucles d'hysteresis caractérisant les couples contraintes-déformations. La figure(1.3) représente un exemple d'hysteresis et éclaire les notions de : déformation totale($\Delta\varepsilon_T$), déformation plastique($\Delta\varepsilon_P$), déformation élastique($\Delta\varepsilon_e$) et de champ de contraintes($\Delta\sigma$).



Figure(1.3) : représentation schématique d'un hysteresis du couple (σ, ε) .

Une série de tests en cyclage, avec une déformation totale différente pour chaque test, nous permet de récupérer le nombre de cycles nécessaires à la rupture pour chaque amplitude de déformation fixée.

L'amplitude de déformation *plastique* est liée au nombre de cycles à rupture N_r par :

$$\frac{\Delta \varepsilon_p}{2} = \varepsilon'_f \cdot (2N_r)^c \quad (1.1)$$

où ε'_f est le coefficient de ductilité à la fatigue,
c : exposant de ductilité

De façon similaire, et du fait que les déformations *élastiques* sont principalement responsables du comportement d'un matériau soumis à une fatigue de longue durée où l'analyse par contraintes imposées est plus appropriée, le comportement élastique est décrit par l'équation suivante :

$$\frac{\Delta \sigma}{2} = \sigma'_f \cdot (2N_r)^b \quad (1.2)$$

où σ'_f et b représentent respectivement le coefficient et l'exposant de résistance à la fatigue.

L'amplitude de déformation *élastique* est le rapport de la contrainte élastique sur le module de Young du matériau :

$$\frac{\Delta \varepsilon_e}{2} = \frac{\Delta \sigma}{2E} = \sigma'_f \cdot \frac{(2N_r)^b}{E} \quad (1.3)$$

et puis :

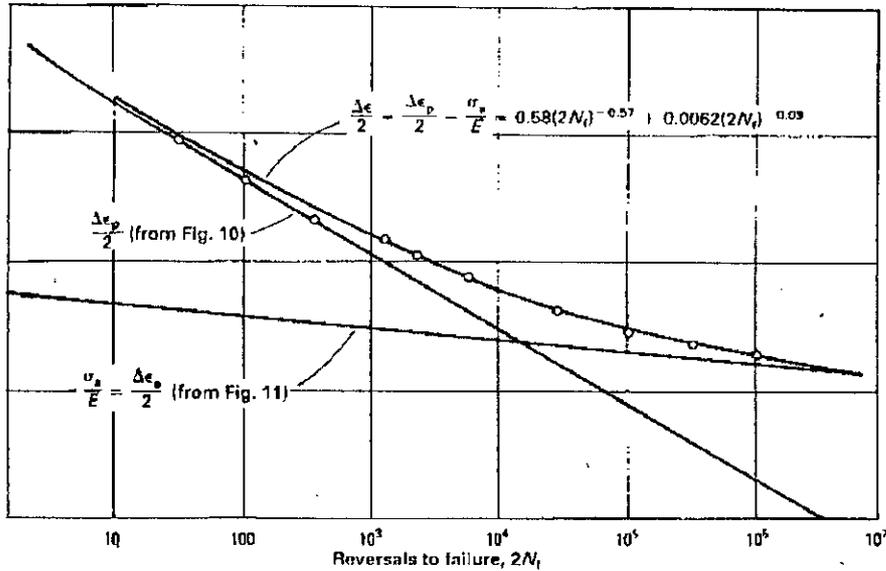
$$\frac{\Delta \varepsilon}{2} = \frac{\Delta \varepsilon_e}{2} + \frac{\Delta \varepsilon_p}{2}$$

ce qui nous donne l'équation finale reliant l'amplitude de déformation totale au nombre de cycles à la rupture, voire la figure(1.4), :

$$\frac{\Delta \varepsilon}{2} = \frac{1}{2} \cdot \sigma'_f \cdot (2N_r)^b + \varepsilon'_f \cdot (2N_r)^c \quad (1.4)$$

D'après l'équation(1.4) et la figure(1.4), pour des essais de fatigue oligocyclique(de l'ordre de 10^3 cycles à rupture), l'approche par analyse en déformation imposée est plus appropriée. On utilise alors l'équation(1.1). Par contre, pour des essais de fatigue de

longues durées, le terme élastique domine et par conséquent, le comportement en fatigue est mieux décrit par l'analyse sous contrainte imposée. Cette dernière est représentée par l'équation(1.2).



Figure(1.4) : courbe déformation totale-nombre de cycles à rupture pour L'acier AISI-ASE 4340 [5].

I.2. LA FATIGUE OLIGOCYCLIQUE (L.C.F)

Il est généralement admis que ce domaine correspond à des contraintes élevées et supérieures à la limite élastique du matériau. Le nombre de cycles à la rupture s'étend de $1/4$ jusqu'à 10^4 ou 10^5 . L'utilisation des résultats de la fatigue oligocyclique permet d'analyser plus finement le comportement des matériaux et de mieux comprendre des phénomènes métallurgiques complexes tels que : les concentrations de contraintes, propagation de fissures, consolidation, ... etc.

I.2.1. Mécanismes d'accommodation et de fissuration en L.C.F

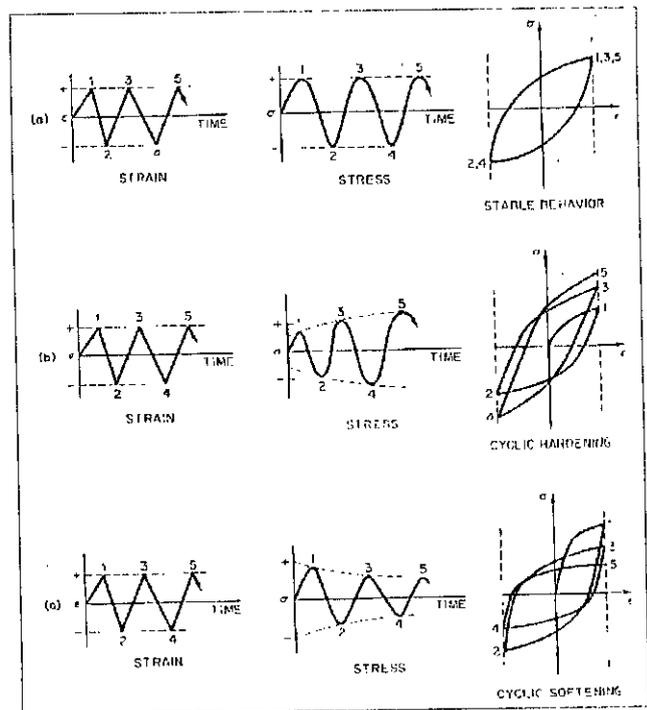
En fatigue oligocyclique, la durée de vie peut être décomposée en différents stades qui sont : l'accommodation, l'amorçage puis la propagation des fissures qui conduit à la rupture finale. Lors d'un essai L.C.F, la contrainte et par conséquent la déformation plastique évoluent progressivement vers un état stable où le couple (σ, ϵ) de vient constant avec la suite des cycles. Ce stade d'accommodation, schématisé par la figure(1.5), représente 10 à 50% de la durée de vie de l'éprouvette et se produit de deux manières : il peut y avoir durcissement ou adoucissement cyclique suivant l'état initial

du matériau. Cette période chevauche celle de l'amorçage de la fissuration qui se traduit par la formation de microfissures localisées le plus souvent à la surface de l'éprouvette.

L'étude détaillée de ces trois stades reste très importante. La période d'accommodation permet de rapprocher le comportement mécanique du matériau et son évolution microstructurale. Et comme la durée de vie totale enregistrée sur les courbes de résistance de Manson-Coffin intègre à la fois le temps nécessaire pour l'amorçage et celui correspondant à la propagation des fissures, il est nécessaire de bien distinguer les facteurs mécaniques et métallurgiques prépondérants pour chacune de ces périodes.

I.2.1.1. Accommodation du matériau.

Le stade d'accommodation a été largement étudié dans divers alliages monophasés. Un nombre d'études ont également été consacrées aux cas des alliages durcis par précipitation d'une deuxième phase. Dans ce dernier cas, on distingue les alliages renfermant des particules qui peuvent être franchies par cisaillement par les dislocations de celui des alliages à précipités qui ne peuvent être coupés par les dislocations.



Figure(1.5) :représentation schématique d'un durcissement et d'un adoucissement cyclique.

Pour décrire le mécanisme d'accommodation dans les alliages durcis par précipitation, il convient de résumer ce comportement dans le cas d'alliages à solutions solides. Le comportement de celles-ci dépend de leur état initial : à l'état recuit ou précrouis.

L'état recuit d'un matériau conduit à un durcissement en fatigue. Lors de la déformation cyclique, des sous-structures apparaissent et sont caractérisées par le regroupement des dislocations en bandes. Au fur et à mesure que la contrainte s'élève, la densité de ces regroupements augmente et évolue vers un arrangement cellulaire des dislocations. Ce dernier est d'autant plus parfait que la déformation est importante. Un

autre phénomène important est celui de la formation de *bandes de glissement intenses* qui accompagnent le stade de saturation. Il se traduit par une déformation hétérogène localisée dans ces bandes.

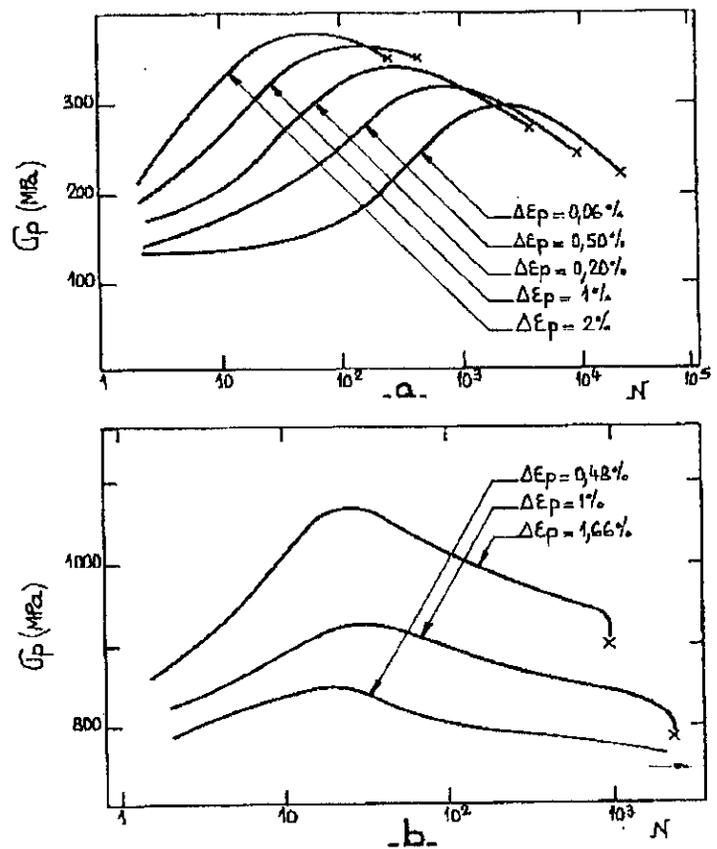
Quant à un état initial prédéformé, on observe généralement un adoucissement dès que le taux d'écroutissage est supérieur à la déformation cyclique imposée. Cette instabilité mécanique s'accompagne d'une instabilité microstructurale qui a été largement étudiée[6]. Ces études, menées sur le Cuivre et le Nickel, ont montré que les cellules de dislocations introduites lors de la prédéformation monotone se réorganisent dans leurs taille et perfection au cours de la déformation cyclique.

Jusqu'à présent, les études entreprises pour l'explication des mécanismes d'accommodation dans les solutions solides s'accordent sur un certain nombre d'observations qu'on résume par : le stade de durcissement est régi par un phénomène de multiplication des défauts, les dislocations et autres défauts ponctuels. Ce comportement, d'apparence semblable à celui rencontré pendant la déformation monotone, soulève cependant un problème particulier qui est celui de la *réversibilité de la déformation* ; une partie des dislocations assurant la déformation en traction pouvant elles-mêmes assurer une partie de la déformation ultérieure en compression. Cet aspect de la réversibilité de la déformation cyclique est encore mal connu[7]. Des expériences récentes montrent que dans le régime stabilisé, outre que la sous-structure des dislocations ne se modifie pas en cours du cyclage, la déformation se produit en grande partie de façon réversible par un mouvement en aller et retour des dislocations à l'intérieur des cellules[8].

Les alliages renforcés par précipitation, quant à eux, présentent des accommodations liées directement à la nature de l'interaction dislocations-particules. On distingue tout d'abord l'accommodation due au cisaillement des particules par les dislocations. Dans ce cas, des études des alliages Al-Cu[9] et d'autres alliages à base de Nickel[10] montrent un phénomène de durcissement suivi par une déconsolidation progressive, comme témoigne la figure(1.6) ci-dessous. L'interprétation de ce comportement est la suivante : tout d'abord la période de durcissement a essentiellement les mêmes origines que celles des solutions solides, c'est à dire la multiplication des défauts, cette dernière pouvant être accélérée par la présence des précipités qui entravent le glissement des dislocations dans la matrice. Quant à la déconsolidation, ou l'adoucissement, ce phénomène est plus caractéristique puisqu'il a été mis en évidence dans d'autres alliages. Diverses explications ont été avancées pour en rendre compte. L'hypothèse d'une dissolution des précipités dans les bandes de glissement a été souvent retenue[5] sans être clairement mise en évidence. D'autres auteurs[3] pensent plutôt à une diminution progressive du durcissement attribuée à une décroissance de *l'ordre* à l'intérieur des particules. Des observations au microscope électronique montrent que la déformation reste localisée dans des bandes. A l'intérieur de celles-ci des mouvements en aller et retour des dislocations diminuent

progressivement l'aire moyenne occupée par les particules et, par conséquent, conduit à une diminution de la contrainte nécessaire pour un cisaillement de celles-ci. De façon schématique, le comportement observé est la somme de deux phénomènes antagonistes : la perte de durcissement due au cisaillement pouvant l'emporter sur le durcissement dû aux dislocations dans la solution solide.

On termine par l'accommodation dans le cas où les particules sont contournées par les dislocations. Des études [9,10] sur des alliages renfermant de gros précipités montrent un stade de consolidation rapide suivi d'un régime de saturation. Ce comportement est caractéristique des systèmes à particules non cisillées. dans ce cas, contrairement au cisaillement, la répartition des bandes de déformation est beaucoup plus homogène à l'échelle du grain, les dislocations ne trouvant plus de points faibles pour cheminer dans le cristal.



Figure(1.6) : exemples d'alliages renfermant des précipités cisillés: (a) Al-Cu[3], (b) Waspaloy[4].

1.2.1.2. Amorçage et propagation des fissures

Bien que l'étude de l'amorçage des fissures en fatigue oligocyclique soit moins développée que celle relative au domaine des grandes de vie, il semble que la nature des sites d'amorçage soit la même dans les deux cas. On observe généralement que l'amorçage se produit à la surface de l'éprouvette de façon transgranulaire ou intergranulaire. Les joints de grains peuvent constituer des sites d'amorçage d'autant plus "privilegiés" que la déformation est importante [11], même en l'absence de

fragilisation de ceux-ci liée à l'environnement /oxydation en fatigue à chaud. Lors d'un amorçage transgranulaire, les bandes de glissement intenses sont les sites naturels d'amorçage des fissures. Ces bandes débouchent à la surface de l'éprouvette par la formation d'intrusion et d'extrusion de matière.

Les mécanismes qui contrôlent l'amorçage dans les bandes de glissement ne sont pas encore parfaitement élucidés. Mais dans le cas des alliages durcis par précipitation, on pense que la nature des interactions dislocations-précipités sera primordiale. Le cisaillement des particules entraîne la localisation de la déformation dans un nombre restreint de bandes et aura pour conséquence une formation accrue des intrusions et extrusions. Cette conclusion qualitative, en accord avec des études[12] effectuées sur un alliage base Nickel où on jouait sur la taille des précipités γ' (Ni₃TiAl) pour faire varier l'hétérogénéité de la déformation, indique que le nombre de cycles à l'amorçage est d'autant plus élevé que la déformation est répartie de manière homogène.

Les microfissures amorcées à partir des bandes de glissement et appelées de type "I", en fait elles sont classées en 4 types suivant leur longueur en surface, commencent à se former à 10% de la durée de vie à rupture. Des études confirment que la profondeur des fissures à $0.9N_r$ est inférieure à la taille de grain. Ceci est spécifique à la fatigue oligocyclique où l'évolution des microfissures a lieu essentiellement en surface avant qu'une propagation en volume n'induisse la rupture. Certains auteurs estiment même que le changement fatigue oligocyclique-endurance limitée n'est pas d'abord lié au nombre de cycles à rupture (10^4 par exemple) mais à une inversion de l'influence surface/volume. En endurance limitée, la coalescence en surface est quasi impossible étant donné le faible nombre de microfissures.

Chapitre II

LA FATIGUE THERMIQUE

Dans le chapitre précédent a décrit le phénomène de fatigue dans le cas simple d'une sollicitation mécanique extérieure. Dans ce chapitre, nous traiterons du phénomène de fatigue thermique pure. Nous compléterons notre étude par aborder la fatigue thermomécanique qui est le cas rencontré en industrie.

II.1. LA FATIGUE THERMIQUE PURE

II.1.1. Définitions

La fatigue thermique désigne le phénomène de fissuration progressive des matériaux soumis à des variations cycliques de température. La fissuration se produit sous l'effet de déformations et de contraintes d'origine thermique.

La fatigue thermique est une caractéristique des matériaux ductiles (aciers, alliages de Nickel, ...). Elle se produit en général pour des régimes thermiques stationnaires et à des températures moyennement élevées, à $T/T_f \cong 0.5$, T_f étant la température absolue de fusion du métal. Le choc thermique, qui est l'apparition de fissures au premier cycle thermique, est une caractéristique des matériaux fragiles (fontes, céramiques, ...). Un régime thermique transitoire et brutal est souvent associé à ce dernier cas et se produit même à des températures plus basses.

Comme phénomène, la fatigue thermique se produit fréquemment dans les structures qui supportent des variations de températures et de contraintes, telles que les chambres de combustion des moteurs, outils de mise en forme des matériaux (filères, cylindres de laminage, poinçons, ...), lingotières, installations travaillant

normalement à chaud et subissant des arrêts de fonctionnement (aubes de turbines, réacteurs nucléaires), bords d'attaque des avions et fusées, ...etc.

La fissuration thermique, bien qu'admissible dans certains domaines tant qu'elle ne dépasse pas un certain seuil, reste généralement intolérable pour la simple raison qu'en présence d'autres facteurs tels que les contraintes appliquées ou un environnement agressif, elle se trouve accentuée et peut induire des ruptures brutales et dangereuses.

II.1.2. Les contraintes d'origine thermique

On distingue trois types de contraintes d'origine thermique :

- 1)- les contraintes dues à un mouvement empêché,
- 2)- les contraintes induites par une variation brutale de la température superficielle,
- 3)- les contraintes dues à un gradient thermique, le deuxième type est un cas particulier de celui-ci.

L'analyse quantitative de ces contraintes reste simple tant qu'elles sont élastiques, mais les calculs deviennent compliqués lorsque celles-ci sont plastiques.

Dans le premier type de contraintes, la température est uniforme dans tout le matériau. Des contraintes apparaissent lorsque l'expansion, ou la contraction, est empêchée. Ainsi, pour une élévation de température de ΔT , un barreau se dilate et la déformation, ε , vaut :

$$\varepsilon = \alpha \Delta T \quad (2.1)$$

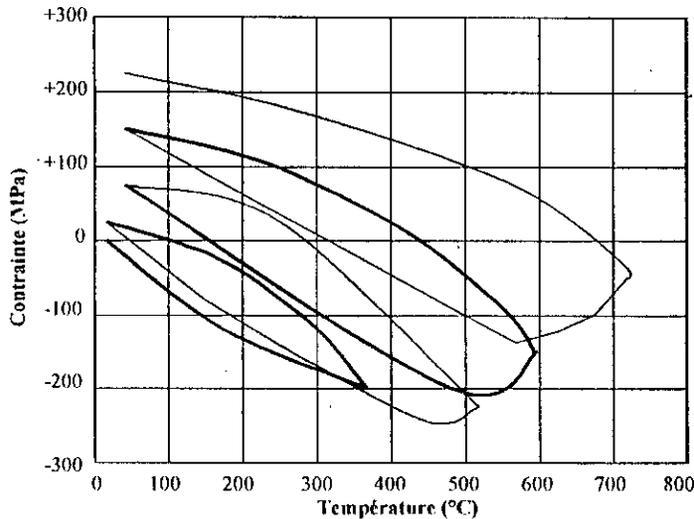
En empêchant le barreau de se dilater librement, il apparaît une contrainte de compression, σ_{th} ;

$$\sigma_{th} = E \cdot \varepsilon = E \cdot \alpha \Delta T \quad (2.2)$$

α et E sont respectivement le coefficient de dilatation et le module de Young du matériau.

La pièce peut être un élément dans une structure qui est à une température uniforme et où les éléments constitutifs possèdent des coefficients de dilatation différents. A l'échelle du matériau, ce sera le cas des matériaux polycristallins dont le coefficient de dilatation est anisotrope (Etain, Zinc, Uranium, ...) et les matériaux polyphasés dont les phases constituantes ont des coefficients ' α ' différents : chaque élément de volume, grain ou phase, ne peut se dilater librement.

En pratique, on mesure les contraintes thermiques en soumettant généralement un barreau, dont les deux bouts sont rigidement fixés, à une série de cycles thermiques. L'évolution des contraintes thermiques en fonction de la température est généralement comme celui de la figure(2.1). Dans ce test, la température maximale du cyclage augmente à chaque nouveau cycle.



Figure(2.1) : contraintes thermiques induites dans un barreau rigidement fixé et soumis à quatre cycles thermiques[13].

Au chauffage du premier cycle, on constate que la contrainte (compression) maximale est de même grandeur que la limite élastique du barreau. Ceci explique le retour à l'état presque initial du niveau de contraintes pendant le refroidissement. Au second cycle, la contrainte induite au chauffage dépasse la limite élastique. Une déformation plastique se produit et par conséquent, au cours du refroidissement, des contraintes *résiduelles* de traction persistent dans le barreau. Pour les deux autres cycles, le même processus se répète avec plus de déformations plastiques (contraction) par chauffage suivies de plus importantes contraintes résiduelles de traction au cours des refroidissements.

Le cyclage d'un élément crée donc un champ de contrainte et de déformations qui évolue progressivement jusqu'à un état critique à partir duquel on assiste à l'apparition de microfissures qui se propagent et pouvant provoquer la décohésion totale de l'élément. Fait important, les fissures apparaissent pendant l'étape de refroidissement et aux températures relativement basses et ce, à cause des contraintes de traction qui y sont maximales.

Ce processus est une caractérisation simple d'un phénomène, en réalité plus complexe, qu'est l'endommagement par fatigue thermique. Ce dernier est, à plusieurs

égards, semblable à ce qui se passe lorsqu'on a affaire à la fatigue conventionnelle à température constante.

II.1.3. Mécanismes de la fatigue thermique

A chaque fois qu'un matériau soit soumis à des sollicitations thermiques cycliques, des contraintes internes s'y développent et il suffit que celles-ci dépassent localement un seuil admissible (par exemple : la limite élastique) pour que des déformations plastiques s'y accumulent durant le cyclage et favorisent alors la fissuration du matériau. Bien avant la rupture, les symptômes de la fatigue commencent par les premières décohésions interatomiques donnant naissance à des microfissures. La croissance et la propagation de celles-ci entraînent la formation d'un réseau de craquelures qui provoque des décohésions macroscopiques du matériau.

II.1.3.1. Caractérisation des fissures

Par observation au microscope optique et au M.E.B de la surface et des coupes d'éprouvettes ayant subi des cyclages thermiques, on a constaté que les premières fissures produites se rassemblent pour former un réseau de craquelures. On rencontre le même phénomène dans les aciers à outils pour travail à chaud. Les fissures se rejoignent en cours du cyclage thermique, à la fois à la surface de l'éprouvette et dans les différents plans perpendiculaires à cette surface, ce qui provoque un décohésion à l'échelle macroscopique du matériau.

L'observation de la forme des fissures (profondeur, ...) indique que celle-ci dépend du matériau. Ceci s'explique, éventuellement, par les différences entre les propriétés thermomécaniques (comportement viscoplastique, ...) et rhéologiques des matériaux[14].

La fatigue thermique s'accompagne souvent de phénomènes de corrosion et d'absorption chimique. L'oxygène et l'humidité ambiante provoquent la formation de couches d'oxydes au cours du cyclage thermique. Même si ces couches protègent, par la suite, le matériau contre l'action de son environnement, elles peuvent aussi être à l'origine de la fissuration. Les couches d'oxydes sont généralement plus fragiles que l'éprouvette, et les contraintes thermiques induites à la surface peuvent dépasser la limite admissible et entraîner la fissuration des couches d'oxydes susceptible de se propager dans le matériau.

II.1.3.2. Microstructures.

Il est probable que l'effet le plus important qui apparaît au cours du cyclage thermique est celui dû au vieillissement. La plupart des alliages pour hautes températures ne sont pas en équilibre métallurgique dans leur condition de travail. En fait beaucoup d'entre eux doivent leur bonnes propriétés à haute température à leur état métastable. Les passages à des températures élevées permettent au matériau de réarranger sa microstructure vers un état d'équilibre. ainsi les constituants en solution solide tendent fréquemment à précipiter et ils peuvent alors changer radicalement les propriétés du matériau. La précipitation au joint de grains par exemple, peut réduire sa ductibilité, particulièrement lors de la fatigue-fluage.

Un des autres effets du travail à chaud et à froid est de rendre le matériau sujet à la recristallisation. Lorsque les grains se brisent, à la suite de la déformation plastique accumulée, l'énergie est emmagasinée dans les plans de glissement et les joints de grains. Par chauffage ultérieur, le matériau tend à se recristalliser pour atteindre l'état d'énergie minimale et s'accompagne souvent du phénomène de grossissement du grain. Des études microstructurales[15] effectuées sur deux aciers destinés au travail à chaud révèlent, après essais en cyclages thermiques entre 15 et 700°C, des phénomènes de germination et croissance de cémentite le long des aiguilles de martensite. Cette dernière disparaît progressivement et laisse place à l'apparition de formes coalescées de carbures. Ceci explique la diminution notable des caractéristiques mécaniques des aciers testés.

II.1.4. Influence des différents facteurs

D'après notre étude bibliographique, cinq types de facteurs contrôlent le comportement des matériaux ductiles sous contraintes thermiques cycliques. Il s'agit, d'une part, de facteurs propres au matériau : tels que les paramètres physiques de base, les caractéristiques mécaniques et la structure métallurgique, et d'autre part, des conditions de travail des composants, principalement l'environnement et le type du cycle thermomécanique imposé. Pour une étude explicite, nous présentons ces facteurs en trois grandes classes.

II.1.4.1. Caractéristiques physiques et mécaniques

La diffusivité thermique, $K/(\rho C_p)$ où K , ρ , C_p sont respectivement la conductivité thermique, la masse volumique et la chaleur spécifique du matériau, reflète la grandeur physique principale pour le choix d'un matériau. Il est clair qu'à un accroissement de la conductivité thermique d'un matériau, correspond alors une diminution des gradients thermiques générés et donc des contraintes induites aussi.

Certains auteurs[15,16,17] avancent comme solution aux problèmes de la fatigue thermique, le choix de matériaux présentant des rapports $E\alpha/K$ assez faibles.

Quant aux caractéristiques mécaniques, les études révèlent que la résistance à la fatigue thermique augmente si on arrive à réduire l'amplitude de la déformation plastique induite au cours du cyclage thermique. Ceci s'obtient par un choix d'un matériau ayant une limite d'écoulement élevée à toutes les températures du cycle thermique. While[18] a constaté que pour les grandes valeurs de déformation thermique, le comportement d'un matériau est dominé par la ductilité à la température de service, tandis que, pour les faibles déformations, la résistance mécanique se montre plus importante. D'après cet auteur, ainsi que d'autres études[19], la résistance à la fatigue thermique est améliorée si la ductilité peut être augmentée sans diminuer de la résistance. La nature antagoniste de ces deux comportements incite donc à un compromis pour une bonne tenue à la fatigue.

Dans le domaine des aciers à outils utilisés pour le travail à chaud, les travaux les plus récents[20,21,22] indiquent que la limite d'élasticité à chaud et la résistance au revenu sont les paramètres les plus importants pour la tenue en fatigue thermique, tandis que la ductilité ou la tenacité sont de moindre importance.

II.1.4.2. Facteurs métallurgiques

Une des raisons de l'importance de la structure métallurgique sur la tenue en fatigue est que celle-ci présente des sites préférentiels pour l'amorçage et la propagation des fissures qui accélèrent souvent le processus d'endommagement. Pour les superalliages, l'influence de la solidification dendritique et surtout des carbures interdendritiques a été observée[23,24] sur l'amorçage des fissures. L'effet de la précipitation de carbures de types MC et $M_{23}C_6$ sur la vitesse de propagation des fissures a été mis en évidence aussi[25].

L'existence de sites d'amorçage et de propagation des fissures est vraisemblablement due à la grande fragilité des particules de seconde phase et à la création, localement, de niveaux de contraintes plus élevées.

L'influence des joints de grain comme sites préférentiels d'oxydation n'est pas négligeable aussi. Ceci a pour conséquence, la création d'entailles d'oxydes conduisant à des concentrations de contraintes qui favorisent, par la suite, l'amorçage des fissures thermiques.

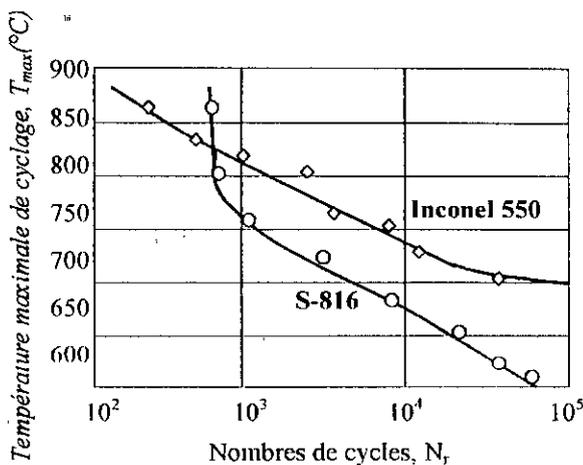
II.1.4.3. Facteurs d'environnement

Pour l'influence de l'environnement, nous allons axer notre étude sur deux paramètres principaux, à savoir : les variations de températures (vitesse de chauffage, température maximale du cycle, ...) et le temps de maintien aux hautes températures.

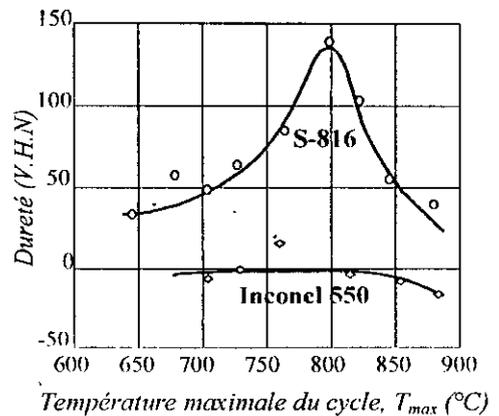
Mais avant, signalons d'abord l'influence d'un milieu agressif sur la résistance à la fatigue thermique d'un matériau. Aux températures élevées des cycles thermiques, des couches d'oxydes se forment souvent sur les surfaces des composants et à cause de leurs résistances mécaniques très faibles, elles subissent une fragmentation cellulaire qui joue un rôle dans l'amorçage des fissures et la morphologie de l'endommagement.

Comme nous l'avons signalé ci-dessus, en plus de la nature plus ou moins agressive du milieu, le domaine des températures imposées aux cycles thermiques reste très important. Dès que la température moyenne (ou maximale pour une différence de températures donnée) augmente suffisamment, les propriétés métallurgiques dépendant de la température seront modifiées. Enfin, au fur et à mesure que la température maximale augmentera, la déformation tendra à se localiser dans les parties les plus chaudes.

La figure(2.2) montre l'influence de la température maximale sur le nombre de cycles amenant la rupture. L'essai, effectué sur deux alliages pour hautes températures S-816 et Inconel 550, montre que de légers changements dans la température maximale modifiaient beaucoup l'endurance de ces aciers. Mais à partir de 800°C, un changement avait très peu d'effet sur l'endurance de S-816. Ce comportement est



Figure(2.2) : endurance de deux alliages en fonction de la température maximale du cycle[25].



Figure(2.3) : influence de la température maximale du cycle sur la dureté de l'Inconel 550 et l'alliage S-816 [25]

traduit en termes de variations de la dureté en fonction de la température maximale du cycle, représenté par la figure(2.3).

Pour l'alliage S-816 l'écroutissage est évident jusqu'à 800°C, température à partir de laquelle la dureté décroît. A ce stade, la croissance de l'endurance est due probablement au vieillissement qui augmente la ductilité. De tels effets bénéfiques de vieillissements n'apparaissent pas dans l'Inconel 550, et l'endurance diminue nettement avec l'augmentation de la température.

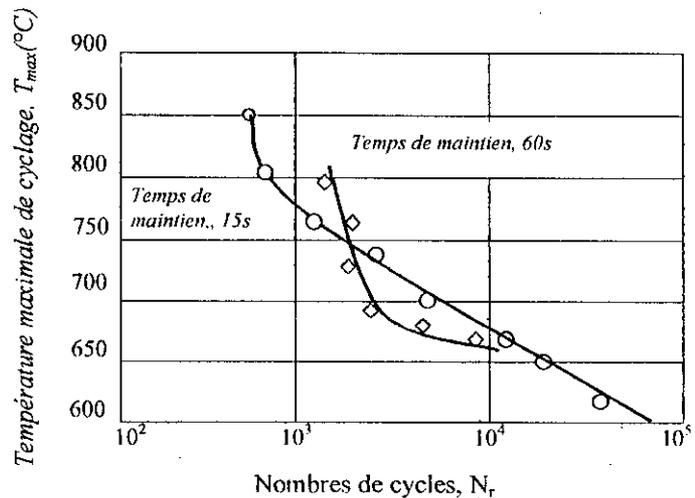
L'autre facteur, non moins important, est le temps de maintien à la température maximale du cycle. Sur des éprouvettes maintenues longtemps à hautes températures, les effets du fluage, ainsi que les effets métallurgiques dépendant du temps, se font généralement sentir.

Des expériences[26] menées sur l'acier inoxydable de type 347 montrent que le nombre de cycles à rupture diminuait quand le temps de maintien à haute température augmentait. Toutefois, il y a dispersion considérable dans les résultats et l'interprétation est difficile parce que plusieurs facteurs sont affectés par l'augmentation des temps de maintien. En particulier, les temps de maintien très lents qui reflètent beaucoup mieux la réalité de travail des pièces et, donc, des effets métallurgiques que cela entraîne.

D'autres études[27] ont été effectuées sur l'alliage S-816, la figure(2.5) montre qu'une augmentation du temps de maintien peut aussi bien augmenter que diminuer le nombre de cycles à rupture. Cela dépend de la température maximale du cycle.

L'important sur vieillissement à haute température de cet acier fait que son endurance augmente en présence de

temps de maintien. Le contraire se produit aux basses températures. On s'accorde à dire que la métallurgie propre à chaque matériau gouverne son comportement dans une grande majorité.



Figure(2.5) : influence du temps de maintien à la température maximale du cycle sur l'endurance de l'alliage S-816 [27].

II.2. APPROCHES EXPERIMENTALES DE LA FATIGUE THERMIQUE.

Introduction

Les études expérimentales de la fatigue thermique ont pour but essentiel de sélectionner des matériaux en fonction de leur résistance à des types de chargements mécaniques et thermiques précis ou de prévoir le comportement de structures, ou de parties de structures, en reconstituant sur éprouvettes les efforts que ces mêmes structures supportent. La donnée la plus intéressante à prédire reste la durée de vie d'un matériau soumis à des cycles thermiques ou thermomécaniques .

Pour des raisons de difficultés expérimentales, la tendance générale est à l'utilisation de données et de modèles issus d'essais de fatigue oligocyclique isotherme (à basses ou hautes températures). Mais certains cas nécessitent des essais de fatigue thermomécanique.

II.2.1. Différences entre les fatigues thermique et mécanique

A cause de la ressemblance par plusieurs aspects entre la fatigue thermique et la fatigue mécanique isotherme à haute température, les théories élaborées sur le mécanisme de la première forme de fatigue la distingue peu de sa seconde forme. Coffin[26] mit en évidence le rôle des dislocations au joint des grains par mouvement alterné, dislocations qui, d'une façon inexplicée, entraînent des fissures le long des plans de ce mouvement. Clauss et Freeman[27] pensaient que la fatigue thermique se développait en deux stades qui sont : l'écroutissage du matériau consécutif à l'allongement ou à une précipitation cristalline, et la cassure des liaisons atomiques lorsque le matériau a été suffisamment écrouti.

Ces deux théories devraient, si elles étaient entièrement valables, s'appliquer aussi bien à la fatigue mécanique qu'à la fatigue thermique. Cependant, entre les deux types de fatigue il existe des différences importantes qui devraient être mentionnées lorsqu'on applique à un type d'essai les résultats de l'autre type :

- 1- en fatigue sous contraintes thermiques, la déformation plastique se concentre dans les parties les plus chaudes qui doivent, par conséquent, absorber non seulement leur dilatation propre mais, du fait de leur faible limite élastique, également celles induites dans d'autres parties.
- 2- En cas de fatigue mécanique à température élevée, l'écoulement plastique en compression est bénéfique[28] et rend le matériau capable de mieux supporter l'écoulement plastique en tension. Inversement, pour une éprouvette immobilisée et soumise à un gradient thermique, l'écoulement plastique en compression se

localise dans les parties les plus chaudes et accroît donc leur section. Tandis que, au refroidissement, l'écoulement en traction s'accroît dans les zones les moins chauffées. Au cours des cycles suivants, il en résultera un gonflement de la partie chaude et un amincissement de la partie adjacente[27].

3- La variation cyclique de la température a, en elle même, un effet important sur le matériau. Celui-ci, bien que très notable dans les systèmes cristallins non cubiques, tels que le Zinc et l'Uranium, reste difficilement décelable dans les aciers. Des études [29] sur le comportement d'un acier au Nickel-Chrome indiquent qu'à la température maximale du cycle, il y avait dissolution de carbures dans le réseau. Aux plus basses températures, des carbures précipitaient de nouveau, mais au lieu de précipiter sous forme de fines particules, ils aggloméraient avec les plus grosses particules non dissoutes. Le cyclage thermique produisait alors une agglomération de la structure carbure.

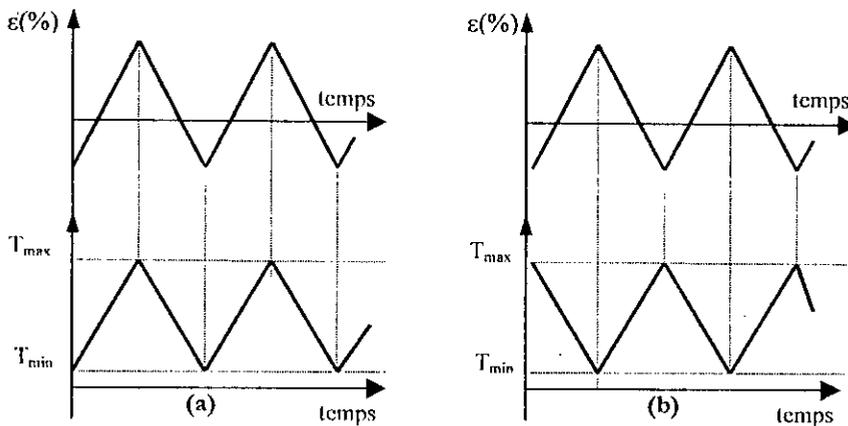
Ainsi, on s'attend à avoir un phénomène différent lors d'un essai de fatigue à une température élevée et constante.

On peut conclure que, même si les essais de fatigue mécanique à cycle lent peuvent être utiles pour déduire le comportement d'un matériau en fatigue thermique, les différences entre les deux types d'essais sont suffisamment grandes pour diminuer la valeur de la comparaison, au moins dans certains matériaux et pour certaines amplitudes de variation de température. On constate généralement que, pour une même déformation plastique moyenne par cycle, l'endurance peut être moindre à la fatigue thermique qu'à la fatigue mécanique.

II.2.2. La fatigue thermomécanique

La fatigue thermomécanique (T.M.F) consiste à soumettre un matériau à des cycles thermiques et mécaniques en phase ou hors phase. Contrairement aux essais de fatigue isotherme, les essais T.M.F rendent compte de tous les phénomènes d'endommagement qui surviennent pendant l'action simultanée du couple température-déformation. Sous de telles conditions, des ruptures par oxydation, aussi bien en surface qu'à l'intérieur, et des fissures intergranulaires ont été généralement observées.

Lors d'un essai T.M.F, en plus des facteurs définis en fatigue isotherme, le mode de cyclage, cycles mécaniques et thermiques en phase ou hors phase - voire la figure(2.6), est d'une importance prépondérante pour la capacité de résistance d'un matériau.



Figure(2.6) : exemples de cycles mécaniques et thermiques en phase(a),et hors phase(b).

Scheffer[30] montre en effet, sur l'alliage Λ -286, que la durée de vie en cyclage en phase est inférieure à celle obtenue lors d'essais déphasés. Bill[30] parvient aux mêmes conclusions sur le superalliage MAR M200. De plus, il apparaît que les durées de vie en fatigue thermomécanique sont inférieures à celles obtenues en fatigue isotherme à la plus haute température du cycle thermique[26,27].

II.2.3. Modélisation

Il est pratiquement impossible de reproduire à l'échelle de laboratoire les conditions réelles de travail des matériaux aux températures élevées. Que ces derniers soient soumis à des cycles thermiques purs ou en combinaison avec des cycles mécaniques avec ou sans périodes de maintien, il faudrait des années pour pouvoir déceler un changement dans leurs propriétés mécaniques ou microstructurales. De ce fait, toutes les approches expérimentales se servent nécessairement des essais de fatigue oligocyclique(L.C.F) et pour prévoir le comportement de tel matériau, des modèles mathématiques ont été élaborées. Ceci justifie peut être l'importance de la théorie de la fatigue oligocyclique décrite au chapitres précédents. Nous allons expliquer le principe de quelques méthodes d'extrapolation et qui démarrent toutes des essais de la L.C.F à basses ou hautes températures.

II.2.3.1. Prévisions de la L.C.F

Le niveau de température atteint pendant les essais de la L.C.F est extrêmement important car il affecte un grand nombre de propriétés du matériau telles que la ductilité, le coefficient de dilatation linéique ainsi que le module de Young. Aux hautes températures, les phénomènes physiques activés thermiquement, tels que le fluage et l'oxydation, s'ajoutent au phénomène de fatigue pure. A déformation totale imposée, ils sont caractérisés par une diminution de la durée de vie du

matériau[28,31]. Les calculs d'extrapolation tiennent compte de l'interaction de tous ces phénomènes. Plusieurs méthodes ont été proposées depuis les années 1950, nous allons décrire l'approche la plus importante. Cette dernière tient compte de l'influence de la fréquence des cycles, puisqu'elle varie par l'introduction de périodes de maintien (fluage), et de la température.

Coffin[32] a donc introduit des coefficients correcteurs et formulé son équation sous la forme :

$$\Delta \varepsilon_T = \frac{AC_2^n}{E} N_r^{-\beta n} \nu^{k_1 + (1-K)\beta n} + C_2 N_r^{-\beta} \nu^{(1-K)\beta} \quad (2.3)$$

où
$$\nu = \frac{1}{\tau + \tau_H}$$

le premier et le second terme de la partie droite représentent les composantes élastiques et plastiques respectivement.

C_2, β : coefficient et exposant de ductilité à la fatigue,

K, K_1 : exposants exprimant l'effet de la fréquence ν sur la résistance à la fatigue

A : coefficient du cycle contrainte-déformation,

n : exposant qui exprime le durcissement cyclique.

L'effet du temps de maintien (fluage) est caractérisé par l'expression de la fréquence ν où ' τ ' est la durée de la course d'une amplitude de déformation et ' τ_H ' le temps de maintien.

L'application des modèles de la L.C.F à des essais de fatigue thermique passe par la détermination de certains paramètres liés au matériau testé. On peut les résumer par :

1. la détermination des cycles thermiques et mécaniques auxquels le matériau est soumis,
2. détermination d'une nouvelle valeur de la déformation, $\Delta\varepsilon^*$, appelée 'déformation effective tridimensionnelle'^[1.6],
3. l'estimation des facteurs de concentration de déformations autour des discontinuités éventuelles (entailles, ...) du matériau où les fissures s'y produisent souvent,
4. dès trois points précédents, on évalue la déformation effective maximale, $\Delta\varepsilon^{**}$,
5. à partir de (1), l'adoption appropriée d'une équation $\Delta\varepsilon-N_f$ parmi toutes celles utilisées par la L.C.F .

Certaines études^[32] affirment que les principes de base utilisés pour l'extrapolation des données de la L.C.F à des situations de fatigue thermique sont assez concluants. Néanmoins, on reproche à ces méthodes le peu d'intérêt qu'elles portent à la microstructure du matériau. En effet, il a été supposé implicitement que cette dernière est stable pendant tout l'essai, ce qui n'est pas toujours vrai puisque des transformations de phases peuvent se produire et changer la résistance à la fatigue thermique du matériau.

II.2.3.2. Les modèles de la T.M.F

La fatigue thermomécanique a connu ces dernières années l'évolution de plusieurs modèles théoriques. Dans les approches de la T.M.F, et contrairement à la fatigue isotherme, les effets de l'environnement et du fluage sont étudiés et quantifiés avec plus de rigueur. L'importance que prennent ces deux phénomènes dépend de la déformation, la température, le phasage et la cinétique de déformation. Dans bien des cas, c'est les variations du couple déformation-température au cours du temps et l'état du matériau qui dictent le mécanisme le plus endommageant.

Nous présentons les concepts d'un des modèles les plus récemment élaborés^[32]. Cette approche se base sur la sommation simple des effets de la fatigue pure, de l'oxydation et du fluage. Ceci a été possible par l'étude quantitative de l'interaction entre les phasages arbitraires (déformation-température) et l'endommagement par oxydation et fluage qui en résulte.

L'analyse part de l'équation :

$$\frac{I}{N_r} = \frac{I}{N_r^{fat}} + \frac{I}{N_r^{ox}} + \frac{I}{N_r^{flu}} \quad (2.4)$$

fat, ox, flu : indices respectifs de : fatigue, oxydation, fluage.

L'endommagement par fatigue pure est basé sur une équation classique déformation totale-nombre de cycles à rupture, dont les constantes sont déterminées à température ambiante (fatigue isotherme). Le modèle se sert donc de l'équation :

$$\frac{\Delta \varepsilon_T}{2} = \frac{\sigma'_f}{E} (2N_r^{fat})^b + \varepsilon'_f (2N_r^{fat})^c \quad (2.5)$$

avec σ'_f , b : coefficient et exposant de résistance à la fatigue,
 ε'_f , c : coefficient et exposant de ductilité en fatigue.

La fatigue par oxydation est caractérisée par le mécanisme de rupture répétitive des couches d'oxydes qui se forment en surface ou à l'intérieur des fissures. La cinétique de déformation, le phasage $\Delta \varepsilon - \Delta T$ et la cinétique d'oxydation gouvernent ce processus. Ce dernier est quantifié par :

$$\frac{I}{N_r^{ox}} = \left[\frac{h_{cr} \delta_o}{B \Phi^{ox} K_p^{eff}} \right]^{-\frac{1}{\beta}} \frac{2(\Delta \varepsilon_T)^{\left(\frac{2}{\beta}\right)^{1/c}}}{\dot{\varepsilon}^{\frac{1-a}{b}}} \quad (3.6)$$

K_p^{eff} : constante effective d'oxydation,

B, β : constantes,

δ_o, a : constantes liées au matériau,

Φ : caractérise le phasage $\Delta \varepsilon - \Delta T$,

h_{cr} : la taille critique atteinte lors de la croissance des fissures.

L'action du fluage est quantifiée à partir des contraintes appliquées, la température, le phasage et le temps. L'endommagement, dans ce cas, est caractérisé par des fissurations intergranulaires et l'apparition de petites cavités le long des joints de grains. Ces deux phénomènes, observés dans les essais T.M.F en phase, se

produisent beaucoup plus pendant la traction. L'endommagement par fluage est alors exprimé par :

$$\frac{l}{N_r^{Flu}} = \Phi^{Flu} \int_0^{t_c} A \left(\frac{\alpha_1 \bar{\sigma} + \alpha_2 \sigma_H}{K} \right)^m e^{-\Delta H/RT} dt \quad (3.7)$$

$\bar{\sigma}$ et σ_H représentent respectivement, une contrainte effective et une contrainte isostatique,

A, m : sont des constantes propres au matériau,

K : contrainte qui rend compte de la résistance d'un matériau,

α_1, α_2 : facteurs qui rendent compte du degré d'endommagement pendant la traction et la compression.

ce modèle[33] offre les avantages suivants :

- il s'applique aux différentes formes du couple déformation-température,
- applicable dans un large domaine des conditions de travail : pour les températures (de 20 à 650°C), la vitesse de déformation ($\dot{\epsilon} = 0.02 - 0.002 \text{ s}^{-1}$), la déformation ($\Delta \epsilon_T = 0.003 \text{ à } 0.0200$), et les atmosphères (air ou mixte),
- les constantes sont déterminées expérimentalement.

Chapitre III

COMPORTEMENT STRUCTURAL DES ACIERS ALLIES

Il est impossible de décrire de manière détaillée l'influence des éléments d'addition sur les diagrammes d'équilibres fer-carbone. Cela nécessiterait l'analyse d'une multitude de diagrammes de phases ternaires et pour de larges intervalles de températures. Souvent, on divise les diagrammes Fe-C en deux grandes familles suivant que les éléments d'addition favorisent le domaine austénitique ou le domaine ferritique. Nous porterons de l'intérêt à la deuxième catégorie d'éléments puisqu'ils rentrent dans la composition principale des aciers aux Chrome-Molybdène-vanadium.

Bien qu'on s'intéresse davantage au rôle des éléments d'addition (Cr, Mo, V) sur le comportement microstructural des aciers soumis à des traitements de revenus, il semble nécessaire de présenter une synthèse générale par la comparaison entre des aciers au carbone alliés et non alliés. Une description rapide des transformations structurales (transformations γ/α , formation de la perlite, la transformation martensitique) a été donnée.

III.1. DISTRIBUTION DES ELEMENTS D'ADDITION DANS LES ACIERS

En présence d'un élément comme le silicium, le domaine austénitique est réduit et laisse place à une large plage ferritique. L'ajout de Vanadium, élément fortement carburigène, déstabilise l'austénite et donne lieu à une structure ferritique en équilibre avec le carbure de vanadium. On classe les éléments d'addition en trois catégories :

- éléments qui stabilisent et entrent dans la phase ferritique,
- éléments formant des carbures stables tout en favorisant la phase ferritique,
- éléments à caractère purement carburigènes.

Dans la première catégorie, on trouve le Nickel, Cuivre, Silicium, ...etc., qui entrent en solution solide dans la ferrite. Leur solubilités dans la cémentite ou dans les carbures étant très faibles.

La majorité des éléments utilisés dans les aciers représentent la seconde catégorie. En plus de leurs susceptibilités à former des carbures, à faibles taux, ils forment des solutions solides aussi bien avec la cémentite que la ferrite. A des concentrations élevées, ils forment des carbures qui sont thermodynamiquement plus stables que la cémentite. Ces éléments, parmi lesquels on trouve le Mn, Cr, Mo, V, Ti, W, sont souvent additionnés à des concentrations suffisantes pour permettre, non seulement la formation des carbures, mais aussi dissoudre l'excès en solution solide dans la ferrite. la structure de celle-ci devient alors plus dure.

Même si les diagrammes ternaires Fe-C-X, en parallèle avec des coupes isothermes sur un certain intervalle de températures, permettent une étude assez détaillée des phases présentes dans les aciers au carbone, ils demeurent insuffisants pour comprendre la structure des aciers alliés. Dans ce cas, on a recours aux diagrammes pseudobinaires qui renseignent sur les phases en équilibre à une température particulière. On donne l'exemple des aciers au chrome-vanadium, largement utilisés après traitements thermiques.

Pour une composition donnée en carbone et une température d'équilibre fixée, il est possible d'identifier les différents carbures en équilibre avec la phase ferritique pour toutes les combinaisons (Cr-V) possibles. La figure(3.1) représente ce diagramme pour tels aciers à 0,2% en carbone et à la température 700°C.

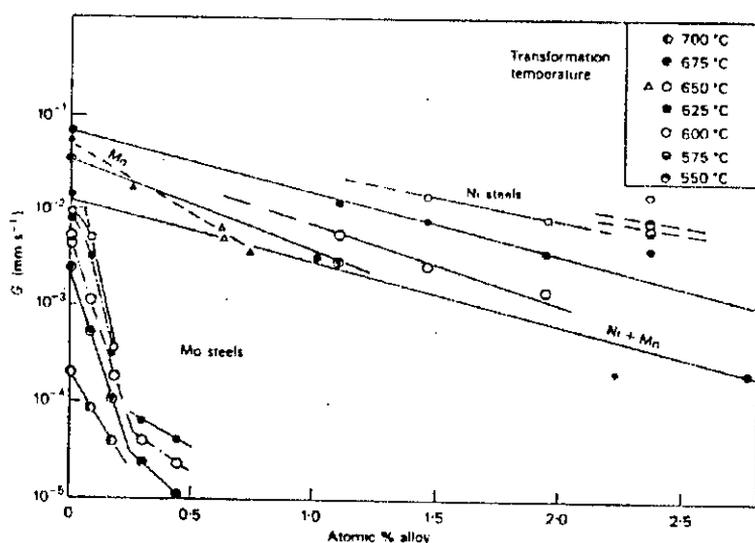
Il est à noter que la cémentite n'est stable que pour des taux inférieurs à 1,5% en Chrome et 0,6% Vanadium. Au-delà de ces valeurs, elle est remplacée par d'autres carbures plus stables.

captant les atomes X, donnent naissance à des barrières d'impuretés qui ralentissent les phénomènes de diffusion.

III.2.2. La réaction perlitique

La réaction perlitique est un phénomène de germination et de croissance. Par la détermination expérimentale des valeurs de la cinétique de germination N et de croissance G , on détermine l'influence des éléments d'addition. Des études [36] ont montré que la majorité de ces éléments réduisent N et G . La figure (3.2) symbolise ce comportement pour le Molybdène et le Nickel.

Figure (3.2) : L'effet des éléments d'addition sur la cinétique de croissance perlitique [36].



Le changement dans l'évolution des courbes des aciers au molybdène s'explique par la substitution de la cémentite par des carbures riches en molybdène.

De récentes études sur les aciers au chrome montrent que la présence de 1% Cr dans un acier eutectoïde retardent considérablement la croissance perlitique. Ceci se traduit par le déplacement vers des temps plus lents de la courbe TTT pour une structure perlitique.

Durant la transformation perlitique, une redistribution des éléments d'addition entre la ferrite et la cémentite prend place. Les éléments fortement solubles dans la cémentite (éléments carburigènes) vont y diffuser et changer remarquablement sa composition.

Le Manganèse est le plus soluble parmi ces éléments. Le Chrome peut remplacer 20% des atomes de Fer dans Fe_3C , alors que le Vanadium et le Molybdène peuvent substituer jusqu'à 10 et 4% respectivement.

Il existe des seuils critiques en éléments d'addition à partir desquels la cémentite est remplacée par d'autres phases carburigènes. Dans les aciers au Chrome, au Tungstène ou au Molybdène, le carbure $M_{23}C_6$, où M peut inclure les éléments Fe, Cr, W ou Mo, peut se former. Cette perlite, ou phase carbure associée à la ferrite, ne peut exister que dans les aciers moyennement ou fortement alliés et à des températures de transformation élevées.

À des températures faibles, pour ces mêmes aciers, la diffusion faible des éléments fait qu'on obtient toujours de la perlite cémentitique.

III.3. CHANGEMENTS STRUCTURAUX

La présence, dans les aciers au carbone, des éléments comme le Nickel, Silicium ou le Manganèse, qui ne forment pas de carbures en compétition avec la cémentite, n'altèrent pas beaucoup la microstructure. Par contre, en présence d'éléments fortement carburigènes, la cémentite va être remplacée par les phases carbures formées. Des éléments tels le Niobium, Titane ou le Vanadium, donnent des carbures très stables même à des concentrations aussi faibles que 0,1%. On comprend alors les changements radicaux que cela entraîne dans la microstructure.

Par austénisation des aciers au carbone, la dissolution de la perlite classique, de type α/Fe_3C , est simple et rapide. Ceci permet de redistribuer et de contrôler la forme de la cémentite ultérieure et, par conséquent, de la transformation perlitique par un processus de refroidissement approprié. Ce même raisonnement est difficilement applicable aux aciers alliés contenant d'autres phases carburigènes, de type carbures de Chrome, de Vanadium ou de Titane. Ces derniers sont de loin moins solubles que la cémentite dans l'austénite.

V.3.1. Ferrite / agrégats de carbures

En présence d'éléments fortement carburigènes, le domaine austénitique est remarquablement réduit de telle sorte que la composition eutectoïde se trouve déplacée vers des valeurs faibles en carbone et des températures de transformation élevées. L'une des conséquences, lors du refroidissement, est que la perlite peut être complètement absente. Celle-ci laisse place à un agrégat de ferrite et de carbures de structure beaucoup plus fine. Dans ce cas, il existe trois morphologies de carbures intimement associés à la ferrite :

- **fibres en croissance continue** : les carbures se forment en fibres très fines qui suivent une croissance normale à l'interface ferrite/austénite. La croissance des fibres Mo_2C dans un acier au Molybdène se fait suivant ce processus[35].

- **précipitation à l'interface** : dans ce mode de croissance, les particules de carbure, sous forme de plaquettes ou barreaux, apparaissent par germination progressive sur tous les interfaces γ/α . Le processus donne lieu à une structure ferritique avec de très fines bandes de dispersion. La précipitation dans les aciers au Vanadium se fait suivant ce mode ; les aciers au Chrome aussi, mais avec des bandes de dispersion plus importantes.
- **germination dans une ferrite sursaturée** : dans le cas d'aciers très faiblement alliés, de concentrations en éléments carburigènes inférieures à 0,1%, il est toujours possible d'obtenir une ferrite sursaturée mais sans précipitation de carbures. Par maintiens à des températures de transformation, de très fins carbures germent dans les dislocations. L'exemple type est l'acier à 0,05%Carbone et 0,25%Vanadium[35].

Par un choix judicieux de l'alliage et des conditions expérimentales, il est possible ces microstructures de façon indépendante. Mais, en pratique, elles sont toujours mutuellement présentes dans les aciers transformés. Ceci rend les microstructures très complexes et nécessitent des techniques d'analyse de haute résolution.

En général, la forme en fibres des carbures est prédominante dans les aciers ayant subi des transformations lentes. Par contre, la précipitation à l'interface et la germination sur les dislocations sont plus favorisées pendant les transformations rapides ; c'est le cas des structures sursaturées des aciers très faiblement alliés.

III.4. LA TRANSFORMATION MARTENSITIQUE

Un refroidissement brutal d'une austénite vers des températures ambiantes donne lieu à une structure martensitique, dans laquelle le Carbone, initialement en solution solide dans l'austénite, reste confiné. A la différence de la ferrite ou la perlite où les mécanismes de diffusion sont activés, la martensite apparaît par un processus de cisaillement soudain dans le réseau austénitique.

III.4.1. Caractéristiques générales

L'intervalle des températures de transformation martensitique varie sur un large domaine; et suivant la concentration en éléments d'addition stabilisant l'austénite, le début de réaction peut se faire à des températures M_s telles que 500°C et ne s'arrêter qu'à des valeurs M_f inférieurs à 20°C.

En pratique, et à la fin de la réaction, il subsiste toujours une faible proportion d'austénite non transformée, c'est à dire de l'austénite résiduelle. De larges proportions

de celle-ci sont obtenues dans les aciers fortement alliés, où les valeurs M_f sont inférieurs aux températures ambiantes.

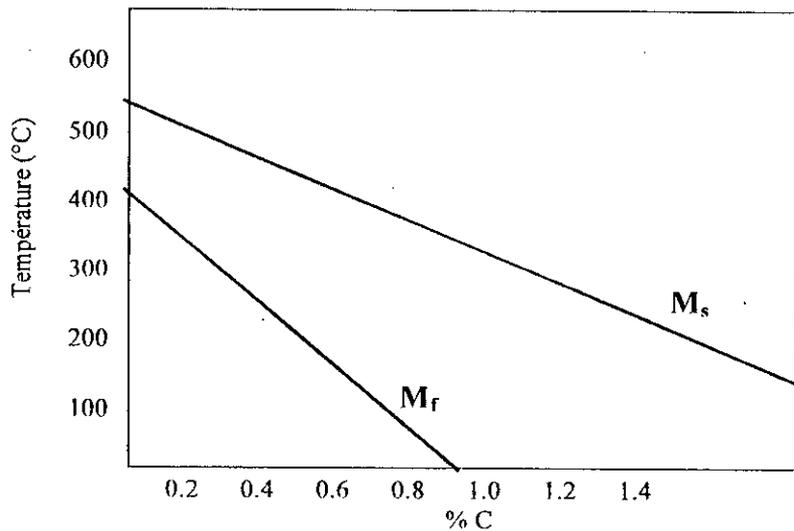
III.4.2. L'influence des éléments d'addition

Pratiquement tous les éléments dissous dans l'austénite abaissent la température M_s , à l'exception du Cobalt et de l'Aluminium. Le Carbone, après l'Azote, est l'élément le plus influent sur l'intervalle de transformation martensitique (M_s , M_f). La figure(3.3) montre qu'une composition à 1%C diminue la valeur M_f de plus de 300°C. On peut noter aussi, qu'à partir de 0,7%C, cette même température est au dessous de l'ambiante, par conséquent, dans les aciers à fortes teneurs en Carbone, on trouve toujours des proportions substantielles en austénite résiduelles.

L'effet relatif des autres éléments d'addition est symbolisé par la relation empirique d'andrews :

$$M_s (\text{°C}) = 539 - 423(\%C) - 30,4(\%Mn) - 17,7(\%Ni) - 12,1(\%Cr) - 7,5(\%Mo)$$

Figure(3.3) : l'effet du Carbone sur les températures du début et de l'in de transformation martensitique, M_s et M_f [37]



III.5. STRUCTURES DE REVENU

III.5.1. Introduction

La martensite est une phase très dure, mais très fragile aussi. On modifie donc ses propriétés mécaniques par traitements de revenu dans l'intervalle 150 – 700°C. par ce traitement, la matrice martensitique, qui présente une structure de solution solide sursaturée, rejette le Carbone sous forme de très fins carbures. La structure finale sera donc une phase carbure finement dispersée dans une matrice ferritique qui garde certains traits structuraux similaires à la matrice originale (martensite). A cela s'ajoute la décomposition de l'austénite résiduelle en phases plus proches d'équilibre à savoir : la ferrite bainitique et la cémentite.

Avant de traiter le comportement au revenu des aciers alliés, nous donnons une brève description des aciers au carbone soumis à ce traitement. Par chauffage d'une structure trempée, le processus de revenu se fait en quatre étapes distinctes suivant la température ; ainsi schématisées par la figure (3.4) :

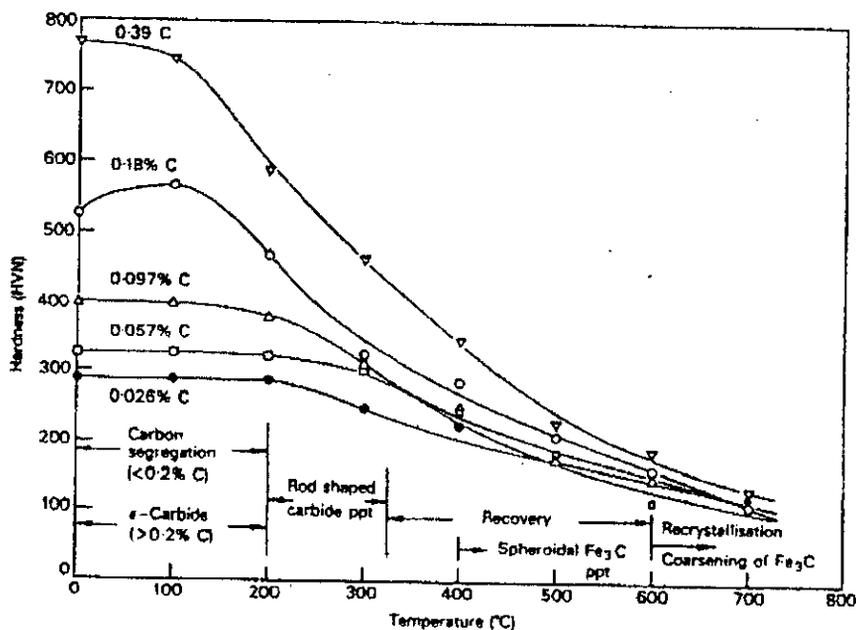
Étape 1, jusqu'à des températures de 250°C, caractérisée par la précipitation
De fins carbures ferreux 'ε' et la perte partielle de la forme tetragonale
De la martensite.

Étape 2, entre 200 et 300°C, où le phénomène de décomposition de l'austénite
Résiduelle prédomine, donnant lieu à une ferrite bainitique et de la cémentite.

Étape 3, entre 200 et 350°C, la forme des carbures 'ε' est progressivement remplacée
Par la cémentite, et la martensite perd la totalité de sa tetragonalité.

Étape 4, supérieur à 350°C et caractérisée par la coalescence et la tendance à la
Sphéroïdisation de la cémentite, ainsi que la recristallisation de la ferrite.

Figure(3.4) :
évolution de la dureté
d'une martensite
revenue Pendant une
heure à 100 –
700°C [38].



La composition en Carbone a aussi un effet profond sur le comportement des aciers au revenu. La dureté de la martensite dépend d'ailleurs du taux de Carbone, comme le montre la figure (3.4), qui fait que la morphologie des lamelles martensitiques évoluent des plans $\{111\}_\gamma$ pour des taux de 0.3%C vers les plans $\{225\}_\gamma$ pour des compositions plus importantes.

L'évolution de la dureté pendant le revenu est fonction aussi du taux de carbone, tel que montrée par la figure (3.4) pour des aciers jusqu'à 0.4%C. Au-delà de cette concentration, des augmentations de dureté ont été observées dans l'intervalle de températures 50–150°C et s'expliquent par la précipitation des carbures 'ε'. Par contre,

la tendance générale est à l'adoucissement pour des températures de revenu plus élevées.

Dans cette section, nous allons montrer l'effet des éléments d'addition sur le comportement de la martensite au revenu. Ceux-ci ont, en effet, une influence non seulement sur cinétique des réactions classiques, mais aussi sur les nouvelles phases qui en résultent. Certaines peuvent disparaître au profit d'autres, comme c'est le cas de la cémentite qui peut être remplacée par d'autres carbures alliés.

III.5.2. Influence des éléments d'addition

Sur les carbures de fer

Aux premières étapes de revenu, aux basses températures, il est difficile de comprendre l'influence des éléments d'addition. Néanmoins, on reconnaît que la présence de certains éléments, notamment le Silicium, stabilisent le carbure de Fer 'ε' jusqu'à des températures de 400°C et même au delà. Ce qui signifie aussi que la transformation du carbure 'ε' vers la cémentite est considérablement retardé.

Contrairement aux aciers au carbone, la présence des éléments Cr, Mo, V, W, Ti, Si stabilisent la forme tétragonale de la martensite et ce, jusqu'à des domaines 450 – 500°C. Exception faite aux éléments Mn et Ni qui ont un comportement inverse.

La proportion d'austénite retenue après trempe augmente considérablement dans les aciers alliés, elle peut aller de 1% pour les aciers au Carbone, jusqu'à 5% pour un acier à 1% vanadium. Au cours du revenu à 300°C, celle-ci, qui forme initialement un fin réseau autour des lamelles de martensite, peut se transformer en réseau continu de cémentite et provoquer la *fragilisation de la martensite revenue*. Ce phénomène est responsable de l'apparition de microfissures qui se propagent entre les lamelles de martensite revenue.

Aux températures de revenu élevées, entre 400 et 700°C, l'influence de ces éléments est encore plus marquante en retardant la coalescence de la cémentite. Des éléments, notamment le Si, Cr, Mo et le W retiennent la cémentite sous sa fine structure de Widmanstätten en y diffusant carrément ou par ségrégation aux interfaces cémentite-ferrite. Phénomène dont l'effet direct est d'empêcher l'adoucissement pendant les revenus aux hautes températures.

Contrairement, donc, aux aciers au Carbone où la coalescence de la cémentite commence à 350 – 400°C, celle-ci n'est perceptible qu'à partir de 500 – 550°C pour les aciers alliés.

Conclusion importante, par des revenus inférieurs à 500°C, on n'obtient que des carbures de Fer (ε, cémentite) ; les éléments d'addition ne font que diffuser vers ces phases et former donc des solutions solides (cémentite alliée).

III.5.3. Formation des carbures alliés et durcissement secondaire

Les éléments Cr, V, Mo, W, et Ti sont connus pour leurs grandes affinités à former des carbures. Ces derniers sont thermodynamiquement très stables puisque leurs enthalpies de formation sont largement supérieures à celle de la cémentite. En présence de ces éléments, l'apparition de leurs carbures se fait, donc, au détriment de la cémentite. Mais, fait important dans les traitements de revenu, ce processus n'est possible qu'à partir des températures de 500 – 600°C. Aux dessous de ces températures, et contrairement au carbone et l'Azote qui diffusent facilement à travers les sites interstitiels, la diffusion des autres éléments carburigènes, qui se fait par substitution, est très difficile et ne permet pas la germination des carbures.

La germination et croissance des carbures alliés se fait de manière dispersée et complexe, mais certains principes généraux sont admis et applicables à une large variété d'aciers alliés. On distingue trois processus de formation de carbures :

- la germination 'In-situ' sur les particules de cémentite ; les premiers germes apparaissent dans les interfaces cémentite-ferrite et croissent en absorbant le Carbone de la cémentite adjacente, donc au dépens de celle-ci qui disparaît progressivement.
- par germination à l'intérieur de la matrice ferritique, les dislocations héritées de la structure martensitique y sont le siège principal,
- sur les joints de grains et les sous-joints de grains, les joints de l'austénite initialement formée, les frontières des lamelles de la martensite originale (devenue ferrite), ...

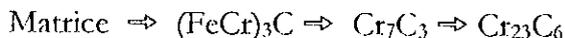
La germination 'In-situ' sur les particules de cémentite est couramment observée, mais, à cause des distances relativement importantes qui séparent ces mêmes particules et ce jusqu'à des températures de 500°C, la contribution de ce processus au durcissement de l'acier est limitée[35].

La germination des carbures dans les différents joints de grains semble plus convainquante puisque ces derniers sont thermodynamiquement plus favorables à une diffusion rapide du soluté. Le durcissement par vieillissement y est donc plus avancé et des précipités massifs y sont couramment observés.

Il est important de noter que, durant la précipitation, le premier carbure formé n'est pas toujours la forme stable qu'on retrouve à la fin ; dans certains aciers, on constate une germination successive de trois formes de carbures. Dans ces conditions, la forme stable et finale du carbure apparaît souvent aux joints de grains, croît rapidement et, éventuellement, remplace la forme non équilibrée de *Widmanstätten* qui se trouve à l'intérieur des grains.

III.5.3.1. Revenu des aciers contenant du Chrome

Dans les aciers au Chrome, on rencontre deux carbures : le Cr_7C_3 , de forme trigonale, et le Cr_{23}C_6 de forme cubique complexe. Pendant le revenu, on assiste à la réaction suivante :



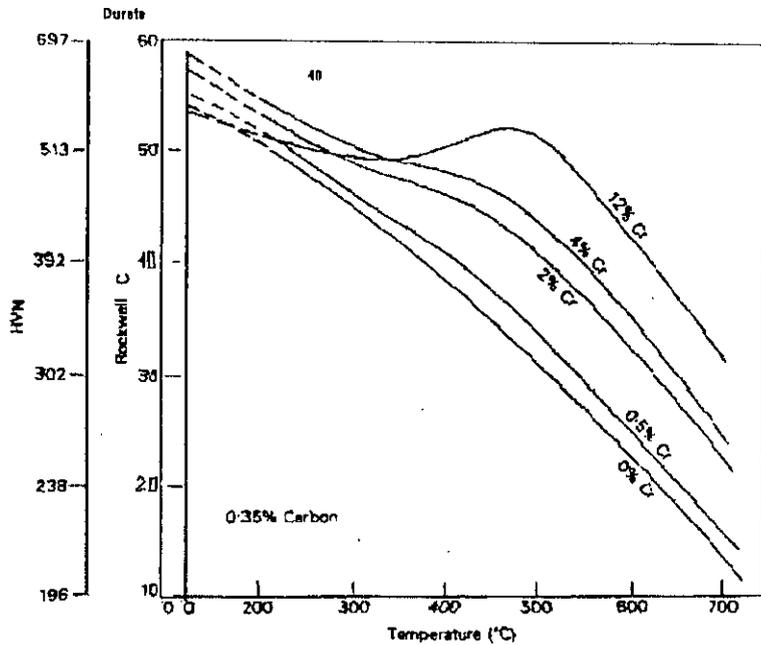
Cette séquence n'est complète que si le taux de Chrome dans l'acier dépasse 7%. A des concentrations inférieures, et même en présence d'autres éléments comme le Molybdène, le Cr_{23}C_6 n'apparaît pas. Par rapport au Vanadium, le Chrome est moins carburigène, ce qui fait que le carbure Cr_7C_3 n'est possible que si le taux en Chrome dépasse 1% pour 0,2%C.

Jusqu'à 4%Cr, la transformation de Fe_3C en Cr_7C_3 se fait par germination aux interfaces Fe_3C /ferrite. Les pics de durcissement secondaires, voire la figure(3.5), n'apparaissent qu'à des compositions supérieures à 9%Cr et sont associés à la précipitation du Cr_7C_3 .

La diffusion relativement rapide du Chrome dans la ferrite fait que le Cr_7C_3 est détecté à des températures aussi faibles que 500°C, et en comparaison avec le carbure de Vanadium, ce carbure coalesce rapidement. Ceci se traduit, pour un acier à 2%Cr et 0,2%C, par un adoucissement au revenu entre 500 et 700°C et ce, malgré la présence d'autres éléments comme le Molybdène qui peut réduire la coalescence du Cr_7C_3 .

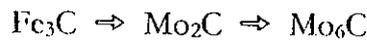
Au contraire, pour un acier à 12%Cr, et pour les mêmes températures, il apparaît un durcissement secondaire associé au Cr_7C_3 et, en même temps, commence la germination du carbure Cr_{23}C_6 dans les joints de grains de l'austénite (préformée) et sur les frontières des lamelles ferritiques. La croissance du Cr_{23}C_6 se fait au dépens du Cr_7C_3 qui peut disparaître complètement par vieillissement au revenu. La présence d'autres éléments d'addition stabilise l'un ou l'autre des deux carbures ; le Tungstène accélère la croissance du Cr_{23}C_6 , alors que le Vanadium stabilise le carbure Cr_7C_3 . De ce dernier comportement, on préfère le Vanadium pour maintenir une structure fine et dispersée en carbures Cr_7C_3 dans l'intervalle de températures 550 – 650°C.

Figure (3.5) : L'effet du Chrome sur la dureté au revenu d'un acier à 0.35%C[39]



III.5.3.2. Revenu des aciers au Molybdène

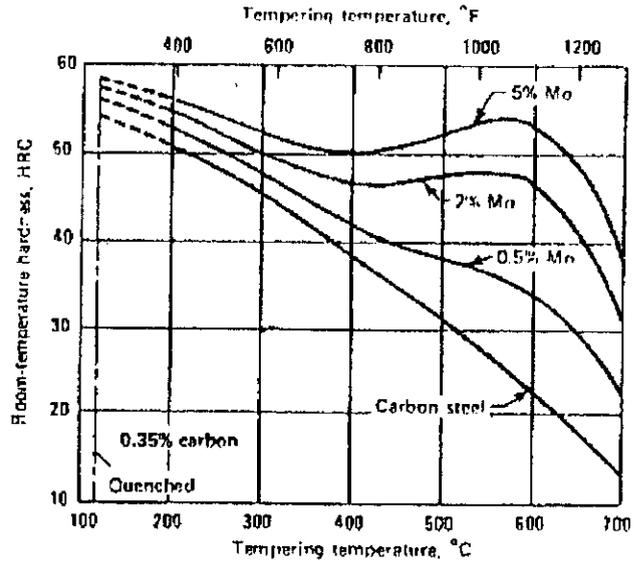
La présence du Molybdène, comme élément principal, dans un acier donne lieu à plusieurs formes de carbures. Pour des compositions qui varient entre 4 et 6%Mo, on rencontre la séquence de décomposition suivante :



Le carbure Mo_2C , de forme hexagonale, est principalement associé au durcissement secondaire et, contrairement aux carbures de Vanadium, sa morphologie en barreaux est plus définie. Le pic de durcissement, atteint après revenus de 25 heures à 550°C et schématisé par la figure (3.6), correspond à des barreaux de précipités de 10 – 20 nm de longueur et 1-2 nm en diamètre. Comme pour les aciers au Vanadium, la germination des précipités Mo_2C se fait dans le réseau de dislocations de la ferrite, auquel correspond le pic de durcissement secondaire, et sur les interfaces Fe_3C /ferrite.

Par revenus prolongés à 700°C , la forme cubique complexe Mo_6C apparaît dans les joints de grains comme des particules massives à croissance rapide, alors que le carbure Mo_2C se dissout dans la solution. Ceci donne lieu à la microstructure d'équilibre caractérisée par une ferrite à grains equiaxes et des particules Mo_2C coalescées aux joints des grains.

Figure (3.6) : L'effet du Molybdène sur la dureté au revenu d'un acier 0.1%C trempé [40].



Pour des compositions plus faibles en Molybdène, 0.5 à 2%, deux autres carbures intermédiaires apparaissent durant la précipitation : la forme cubique complexe Mo_2C_6 et la forme orthorhombique Mo_aC_b qui est probablement du Fe_2MoC [35].

III.5.3.3. Revenu des aciers au Vanadium

Le Vanadium est l'un des éléments les plus carburigènes et, à des taux aussi faibles que 0.1%, il donne lieu au carbure VC de forme cubique à faces centrées. La composition de celui-ci n'est généralement pas stœchiométrique, elle est plutôt proche de V_4C_3 , mais souvent sous forme de solution solide avec d'autres éléments.

Le carbure de Vanadium, sous forme de petites plaques ne dépassant pas 1 nm d'épaisseur, apparaît dans le réseau de dislocations des grains ferritiques. Ceci se produit à des températures de 550 – 650°C et provoque un pic de durcissement secondaire remarquable. A cause de la forme fine et stable du carbure VC, non seulement par rapport à la cémentite, mais aussi aux carbures de Chrome et de Molybdène, et ce, même à des températures de 700°C, le Vanadium est le constituant le plus important pour les aciers utilisés aux hautes températures.

Chapitre IV

DISPOSITIF EXPERIMENTAL

Notre travail rentre dans un programme plus global ayant pour objet l'étude du comportement des aciers aux Chrome-Molybdène-Vanadium soumis en conditions de service à hautes températures. Pour cela, notre approche se trouve doublement axée: elle consiste, premièrement, à réaliser un dispositif expérimental pouvant s'adapter à une variété d'essais où des échantillons peuvent être exposés à des situations de fluage, de fatigue mécanique à hautes températures, fatigue thermique pure ou, enfin, de fatigue thermomécanique. Deuxièmement, effectuer des essais de fatigue thermique pure sur un acier à outils à 12% de Chrome de type Z160CDV12.

Comme mentionné dans la partie bibliographique, le phénomène de fatigue thermique est couramment divisé en deux stades successifs: l'apparition des premières fissures microstructurales et la propagation de celles-ci jusqu'à l'endommagement. A l'échelle de laboratoire, il existe plusieurs procédés de chauffage - refroidissement plus ou moins convenables à l'un ou l'autre des deux stades précédents. Certaines études, à caractères très métallurgiques puisqu'elles s'intéressent aux causes de germination des premières microfissures, exigent des cinétiques de chauffage très rapides. D'autres études, axées beaucoup plus sur les mécanismes et cinétiques de propagation des fissures, sont moins exigeantes en conditions expérimentales.

Actuellement, pour les deux cas, on utilise le plus souvent deux techniques qui sont respectivement: le procédé SPLACH[40] où le chauffage se fait par un courant électrique de forte intensité (2000A) qui traverse carrément l'échantillon. Ceci permet des vitesses de chauffage très rapides; des températures de l'ordre de 600°C sont atteintes en 3,5 secondes, et avec refroidissement violent par jets d'eau, on obtient des cycles thermiques de moins de 4 secondes. On peut donc simuler un très grand nombre de cycles en un minimum de temps.

Le second procédé, ou technique CYTHIA(cyclage thermique par induction des aciers)[40], consiste à chauffer les surfaces extérieures d'un échantillon par induction en utilisant des courants de hautes fréquences (de l'ordre de 10⁶Hz). En 20 secondes,

on atteint les 600°C , et par refroidissement en jets d'eau, les cycles thermiques complets sont de l'ordre de 20 - 30 secondes.

IV.1. DESCRIPTION DU DISPOSITIF

Contrairement aux systèmes de chauffages décrits ci-dessus, nous avons conçu un dispositif travaillant par chauffage plus conventionnel; c'est à dire par un four à résistances électriques. La figure (4.1) donne une représentation semi-électrique du principe de fonctionnement des composants principaux de notre dispositif expérimental.

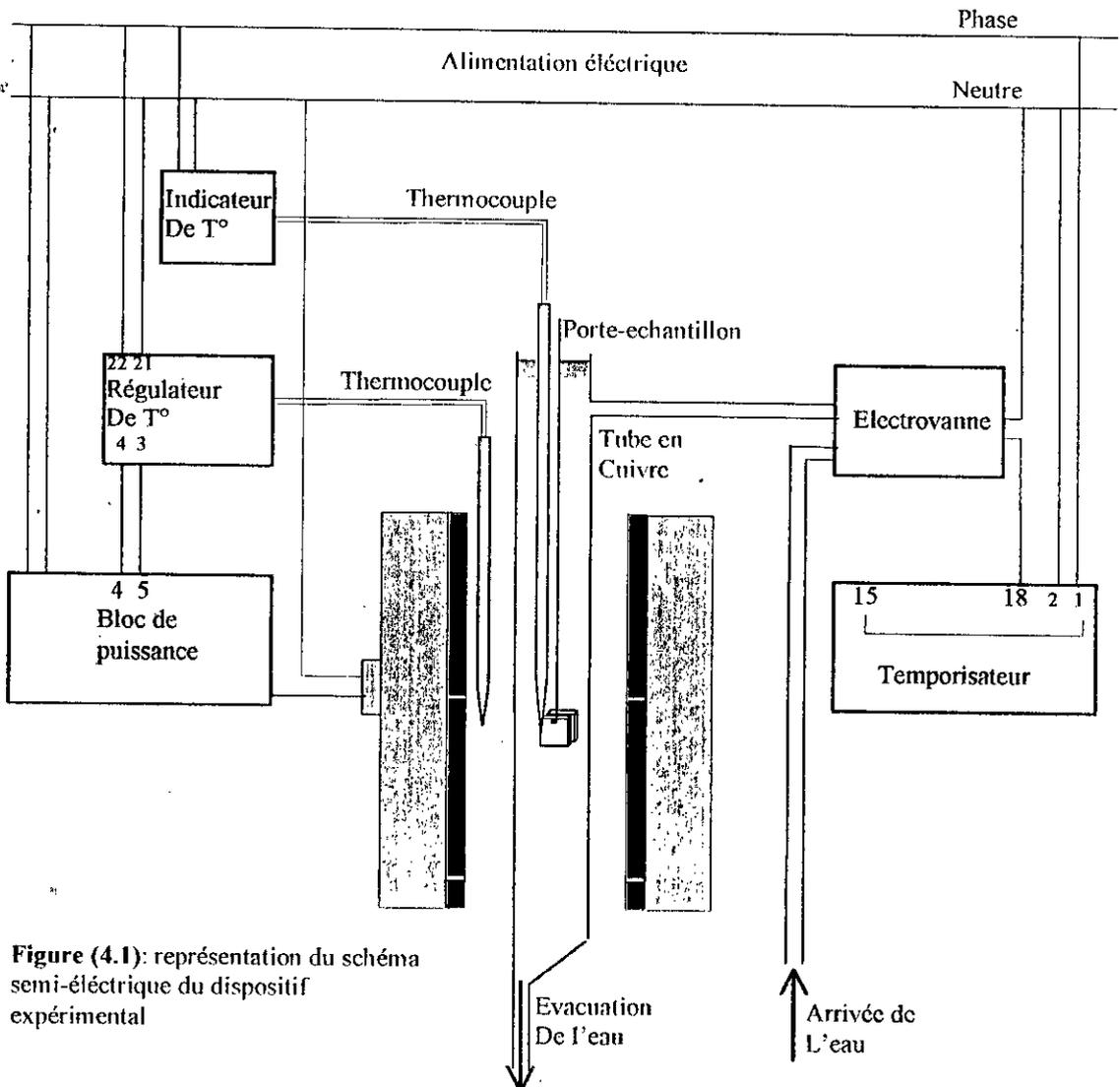
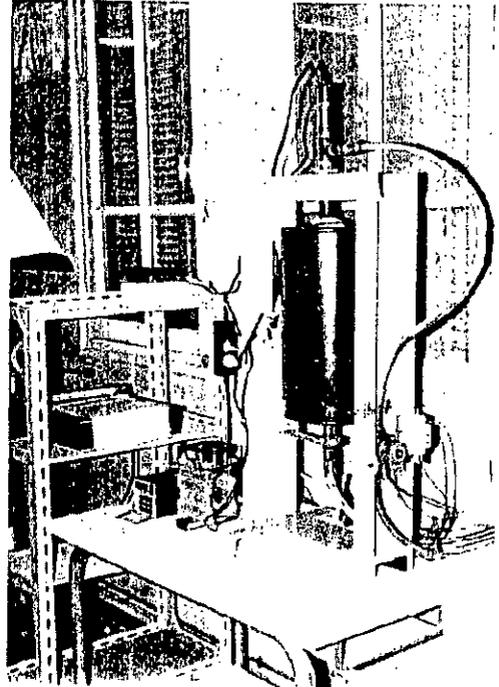


Figure (4.1): représentation du schéma semi-électrique du dispositif expérimental

IV.1.1. Composants du dispositif

Se fixant comme but de la manipulation, l'obtention de cycles thermiques, et comme le montre les figures (4.1) et (4.2), on peut diviser notre dispositif en trois parties interdépendantes:

1)- le bloc Régulation/Puissance, qui alimente et contrôle la marche du four. Il est composé essentiellement d'un régulateur digital de températures, auquel est relié un thermocouple fixé à l'intérieur du four, et du bloc de puissance qui alimente le four en énergie électrique. Un deuxième thermocouple, placé directement à proximité des échantillons à l'intérieur de l'enveloppe en Cuivre, est relié à un indicateur de température et une table traçante. Ceci permet de suivre l'évolution de la forme des cycles thermiques subis par les échantillons.



Figure(4.2) :représentation du dispositif expérimental de fatigue thermique réalisé

2)- l'ensemble rigide composé du four, le bâti, l'enveloppe métallique, le porte-échantillon et les deux thermocouples. Le choix d'un four tubulaire, en plus de son aspect pratique pour nos essais, est judicieux puisqu'il permet des cinétiques de chauffage relativement rapides et une répartition homogène des températures à l'intérieur de la chambre réfractaire. Le chauffage est assuré par un ensemble de cinq résistances électriques montées en série et disposées en spirales autour de cette dernière. Des températures maximales de l'ordre de 1050°C restent tolérables pour le fonctionnement normal du four.

Le bâti, sur lequel est solidement fixé le four, est usiné à partir de profilés 'U' en acier dur. sa section large de 20 cm permet de supporter de grandes charges sans subir de déformations mécaniques notables. Ce choix est justifié par la perspective d'effectuer des essais de fluage et de fatigue mécanique ou thermomécanique et ce, en complétant le dispositif par un système de traction/compression hydraulique.

L'emploi d'une enveloppe (tube) métallique s'avère nécessaire pour pouvoir effectuer le refroidissement des échantillons à l'intérieur même du four. Le choix des tubes en Cuivre de 22mm de diamètre s'explique par l'excellente conductivité thermique de ce matériau. Ceci donne des répartitions de températures presque égales entre les échantillons se trouvant à l'intérieur du tube et les parois du four. Il convient de noter

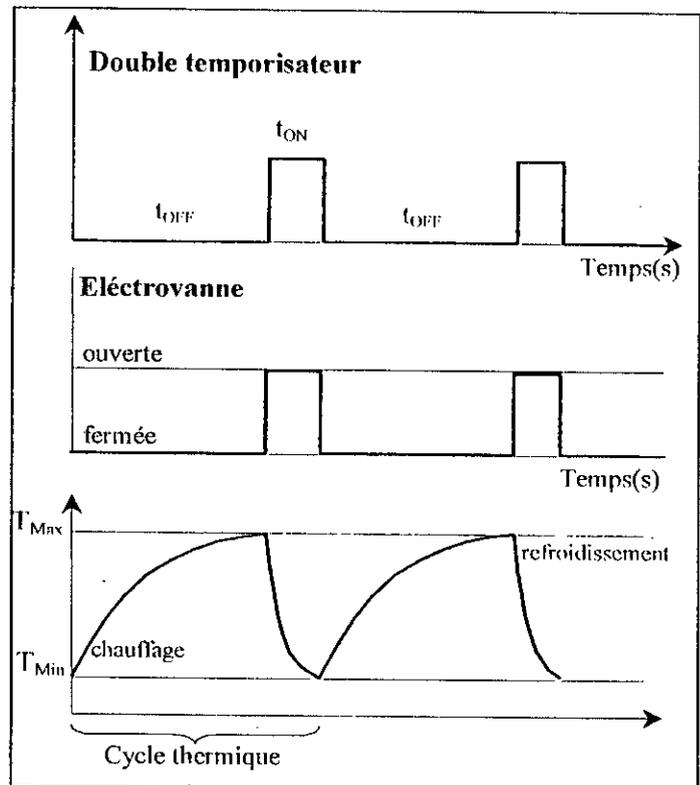
que ces enveloppes ont été les premières à subir les conséquences des chocs thermiques et de la corrosion intensive aux hautes températures du cyclage thermique. Ce caractère sacrificiel nous a contraint à préparer plusieurs enveloppes.

3)- le système de refroidissement; composé du double temporisateur et d'une électrovanne. Le fonctionnement de cet ensemble gouverne exclusivement la période de refroidissement du cycle thermique. La cinétique de refroidissement, et par conséquent, la forme du cycle thermique, dépend du débit d'eau traversant l'électrovanne lorsque celle-ci est ouverte. Le double temporisateur fonctionne à deux temps: temps 'repos' (OFF) et le temps 'marche' (ON). Les durées de ceux-ci sont indépendantes et peuvent être fixées entre 0.1 secondes et 10 heures.

Plus explicitement, la position (OFF) du temporisateur correspond à la période de chauffage du cycle thermique et la position (ON), qui actionne l'électrovanne, donne lieu au refroidissement des échantillons par jets d'eau et termine donc le cycle.

IV.1.2. Principe de fonctionnement

Le dispositif, tel que nous l'avons conçu, fonctionne de façon à ce que nous puissions contrôler la forme du cycle thermique en agissant sur la température maximale de celui-ci et, surtout, sur la cinétique de refroidissement. Dès qu'on fixe la température maximale de travail du four, l'obtention des cycles thermiques se fait par l'ensemble temporisateur - électrovanne. Le fonctionnement de ce dernier est schématisé par la figure (4.3).



Figure(4.3) : obtention des cycles thermiques

Au préalable, on effectue plusieurs tests de chauffage et refroidissement pour déterminer le temps nécessaire pour chauffer un échantillon de la température ambiante, vers la température maximale du cycle thermique. La vitesse de chauffage dépend directement des caractéristiques techniques du four qui sont: la puissance, elle est de 2,7Kw dans notre cas, la réflectivité des parois isolantes composant le four, ...etc. Ajoutons à cela la conductivité thermique de l'enveloppe métallique utilisée. Le choix de tubes en cuivre permet des transferts thermiques très importants entre la chambre réfractaire et l'intérieur de ceux-ci.

Le temps de chauffage déterminé correspond à la période de repos "OFF" du temporisateur. Il nous reste à fixer le temps de refroidissement des échantillons pour passer de la température maximale du cycle à la température minimale (ambiante). Là intervient le mode "On" du temporisateur et ouvre l'électrovanne pour l'envoi du jet d'eau sur les échantillons (chauffés). La figure (4.3) représente schématiquement le fonctionnement de l'ensemble temporisateur - électrovanne et la forme des cycles thermiques

Il est évident que la cinétique de refroidissement soit plus rapide que celle du chauffage. Les jets d'eau provoquent des refroidissements très rapides et sont, de ce fait, beaucoup plus proches des chocs thermiques.

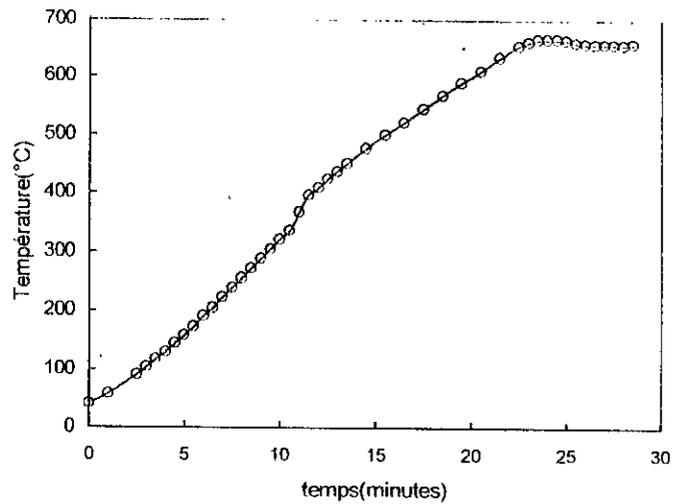
IV.1.3. Essai à vide du four

Ces tests ont pour but la détermination de certains paramètres liés aux cycles thermiques. A partir de données fixées, comme la température maximale du cycle, nous devons mesurer le temps nécessaire au four pour chauffer les échantillons jusqu'à cette température. Nous allons estimer aussi l'évolution des gradients de températures existant entre les parois du four et les échantillons se trouvant à l'intérieur de l'enveloppe en Cuivre. Ce qui nous renseigne sur l'aptitude aux transferts thermiques de cette dernière.

IV.1.3.1. Courbe de premier chauffage

Pour cet essai, on actionne le bloc 'Régulation/Puissance' relié au thermocouple qui se trouve au milieu du four. On fixe la température maximale de ce dernier par la fonction "température-consigne" du régulateur digital. On y récupère l'évolution de la température mesurée en fonction du temps. Ceci est représenté par la courbe de la figure (4.4)

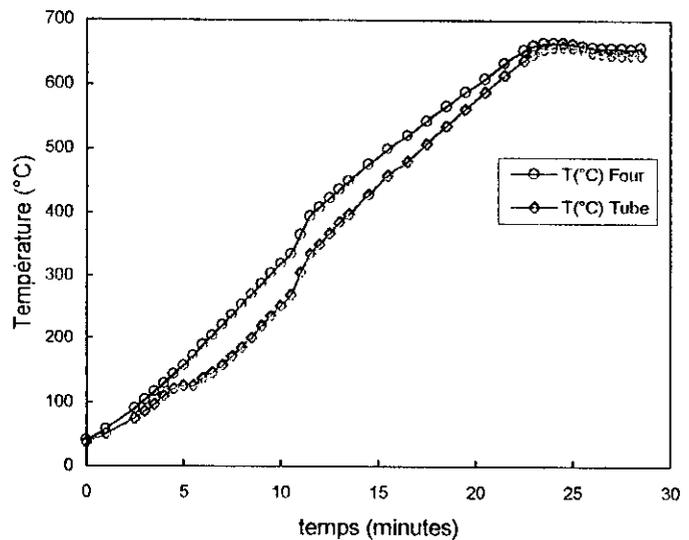
Figure (4.4): courbe de premier chauffage du four, $T_{\max} = 650^{\circ}\text{C}$



IV.1.3.2. Evolution du gradient de températures ($T_{\text{four}} - T_{\text{échantill}}$)

Pour ce test, on se servira des deux thermocouples; le premier, relié au bloc Régulation/Puissance, est placé près des parois du four, alors que le deuxième, soudé aux échantillons, se trouve à l'intérieur de l'enveloppe de Cuivre. L'évolution du gradient de températures entre le four et les échantillons est représentée par les deux courbes de la figure(4.5).

Figure (4.5): Evolution des températures entre les parois du four et les échantillons Placés à l'intérieur de l'enveloppe de cuivre

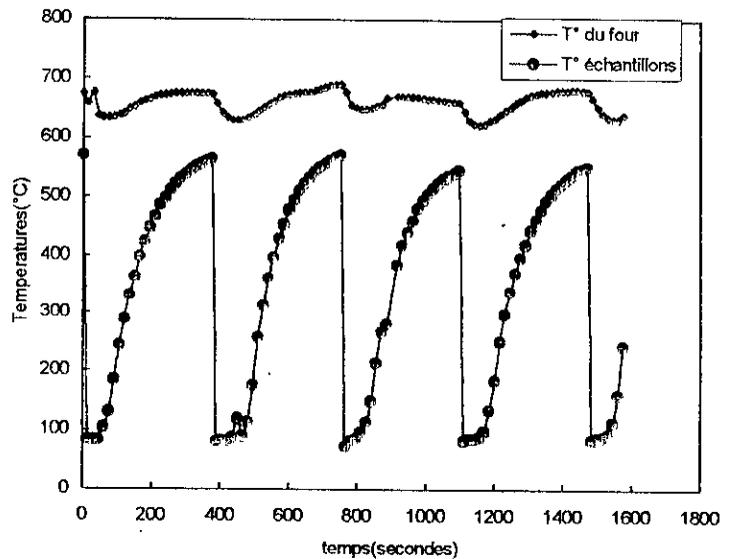


Les faibles valeurs du gradient de températures ($T_f - T_{\text{échant}}$), au cours du chauffage, témoignent des transferts thermiques rapides entre la chambre réfractaire du four et l'intérieur du tube métallique renfermant les échantillons.

IV.1.3.3. Test de cyclage thermique

C'est l'ultime test où tous les composants du dispositif rentrent en action. Des essais précédents on a pu récupérer certains paramètres tels que le temps de chauffage pour atteindre la température T_{max} et la durée du refroidissement nécessaire au retour à la température T_{min} (ambiante). Par correspondances respectives de ces deux valeurs avec les modes 'OFF' et 'ON' du temporisateur, on peut simuler un cycle thermique. Les courbes de la figure (4.6) représentent les variations de température du four et d'un échantillon-test au cours d'un cyclage thermique.

Figure(4.6) : test de cyclage thermique avec les paramètres : $T_{max}=650^{\circ}C$, T_{min} ambiante, $t_{chauff}=6$ min, $t_{ref}=5$ secondes



Les fluctuations des températures du four sont dues aux périodes de refroidissement des cycles thermiques. A ce stade, des flux de chaleur très importants diffusent, principalement par convection, des parois du four vers la surface extérieure de l'enveloppe métallique où la température chute brutalement à cause du jet d'eau. Ceci provoque une diminution de la température du four et nécessite, donc, un chauffage ultérieur par l'intervention du bloc ' Régulation/Puissance '.

L'amplitude et la cinétique des fluctuations reflètent l'inertie du four au cours du cyclage thermique. Pour une bonne conduite des essais, il faut que les variations de température dans le four soient minimales. Ceci est rendu possible par la sensibilité appréciable du bloc ' Régulation/Puissance '. Celui-ci est réglé de telle sorte que la température ' consigne ' soit approchée le mieux possible par un système de chauffage différentiel. La quantité d'énergie par unité de temps (puissance) transmise au four diminue au fur et à mesure que la température mesurée s'approche de la température consigne.

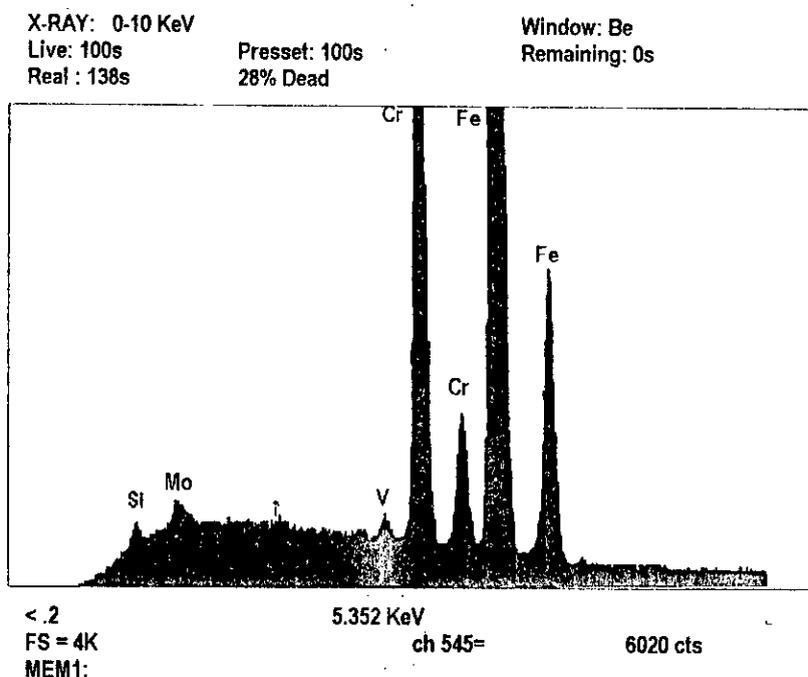
Chapitre V

LE MATERIAU ETUDIE

Parler d'aciers aux Cr-Mo-V peut embrasser aussi bien les aciers de construction, souvent faiblement alliés et destinés au travail à haute température, que d'aciers à outils pour travail à froid ou à chaud. Dans le cadre de la présente étude, on s'est intéressé à l'acier à outils Z160CDV12. la suite de ce chapitre est une description de ses principales caractéristiques microstructurales et mécaniques.

V.1. Caractérisation chimique

Notre acier nous a été fourni sous forme de barreaux à section carrée de 28 mm de côté. Une analyse qualitative par microscopie électronique à balayage (MEB) couplée à l'EDAX a été effectuée au laboratoire de mécanique des surfaces de PENSAM – France. Celle-ci révèle les éléments principaux présents dans la composition chimique de l'acier, voire la figure (5.1), et permet déjà de classer ce dernier dans la famille des aciers CDV.



Figure(5.1) : analyse qualitative par MEB couplée à l'EDAX
 De l'acier Z160CDV12.

D'autres analyses, cette fois-ci quantitatives, en spectroscopie par fluorescence X (XRF) ont été effectuées respectivement au CRD de Boumerdes et au sein de la SNVI. La composition massique moyenne de l'acier en éléments d'addition est la suivante :

Tableau(5.1) : composition chimique de l'acier à outils Z160CDV12

%C	%Si	%Mn	%S	%P	%Cr	%Mo	%V
1.67	0.25	0.32	0.01	0.013	13.20	0.85	0.64

Les résultats de ces analyses rejoignent les données recueillies auprès du fournisseur et confirment donc que cet acier appartient à la famille des aciers à outils au chrome – molybdène – vanadium.

Suivant les normes standards françaises, cet acier, noté Z160CDV12, est classé comme acier à outils pour travail à froid. Dans les normes Américaines, notre acier appartient à la classe 'D' et notée 'High carbon, high chromium cold work steels'. la composition la plus proche est celle du 'D2' et dont les valeurs moyennes sont [41] :

Tableau(5.2) : composition chimique moyenne de l'acier à outils D2

AISI	SAE	UNS	%C	%Mn	%Si	%Cr	%Ni	%Mo	%V
D2	D2	T30402	1.40-1.60	0.60 max	0.60 max	11 - 13	0.30 max	0.70-1.20	1.10 max

V.2. Propriétés générales du Z160CDV12

Avant de résumer les propriétés générales de l'acier Z160CDV12, il convient de décrire le comportement global de la classe à laquelle il appartient ; c'est à dire l'ensemble des aciers à outils pour travail à froid. Ces derniers sont caractérisés par des niveaux de dureté élevée à température ambiante (56 à 63 HRC). Mais, contrairement aux à outils pour travail à chaud, leur résistance à l'adoucissement des hautes températures est relativement faible. De ce fait, leur utilisation se limite à des domaines ne nécessitant pas une exposition prolongée ou répétitive au delà des températures de 200 – 260°C[41]. la composition générale de ces aciers présente des valeurs élevées en carbone (> 0.6%) et d'autres souvent faibles en éléments fortement carburigènes tels que le tungstène, molybdène et vanadium[42].

Dans les normes Américaines, on trouve trois familles d'aciers à outils pour travail à froid[41] : les aciers autotremnants (*air Hardning steels*), notés 'groupe A', le groupe O (*oil Hardning steels*) et enfin le groupe D caractérisé par ses valeurs hautes en carbone et chrome. Nous présentons les caractéristiques générales de ce dernier puisque le Z160CDV12 en fait partie.

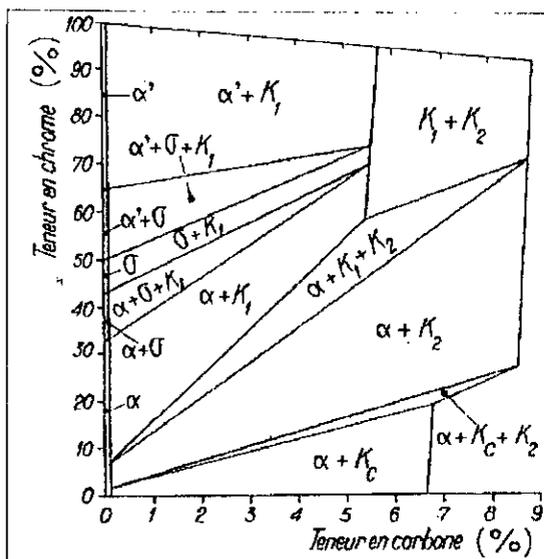
Tous les aciers de ce groupe sont autotremnants et offrent une trempabilité très appréciable. Contrairement aux autres groupes, le groupe 'D' présente une grande résistance à l'usure et, surtout, à l'adoucissement aux hautes températures. Ce comportement, important à signaler, rapproche ce groupe des aciers à outils pour travail à chaud. Les difficultés majeures rencontrées lors de l'utilisation de ces aciers sont notamment liées à leurs résistances insuffisante à la décarburation et une faible aptitude à l'usinabilité[41].

De par les caractéristiques énumérées ci-dessus, les applications typiques des aciers à outils du groupe 'D' et notamment le Z160CDV12, incluent les matrices de forgeage et de mise en forme à froid et à chaud, lames pour découpage de laminés, moules pour briqueteries, laminoirs, ...etc.

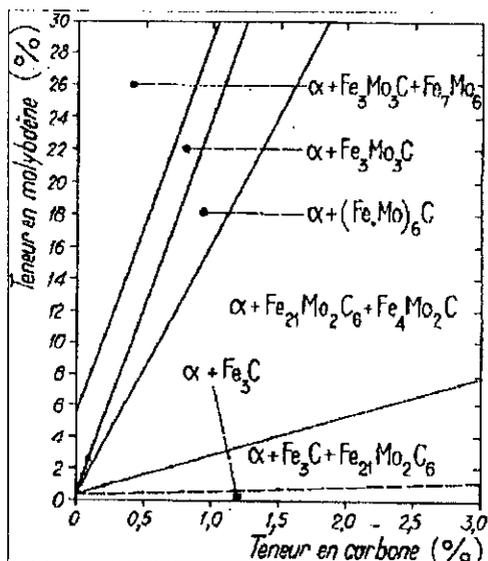
V.3. Structure d'équilibre

Après transformation à chaud des lingots, qui se traduit, dans le cas des aciers ledeburitiques, par une déformation du réseau de carbures primaires et par la formation d'amas de plus ou moins grande envergure, les produits subissent un traitement de recuit pour donner à l'acier une structure et un niveau d'adoucissement tels que sa mise en œuvre soit simple. Dans un tel état, la structure des aciers à outils est constituée par un agrégat de ferrite et de carbures.

Les carbures présents dans les aciers à outils à l'état recuit dépendent de la teneur en éléments d'alliages que renferment ceux-ci. Pour le Z160CDV12, la présence importante de l'élément chrome, et ensuite du molybdène, fait que les phases présentes dépendent principalement de ces deux-ci. Les figures (5.2) et (5.3), qui représentent respectivement des coupes isothermes des diagrammes Fe-Cr-C et Fe-Mo-C à 700°C, montrent l'évolution des phases et des différents types de carbures en équilibre en fonction du taux de carbone.

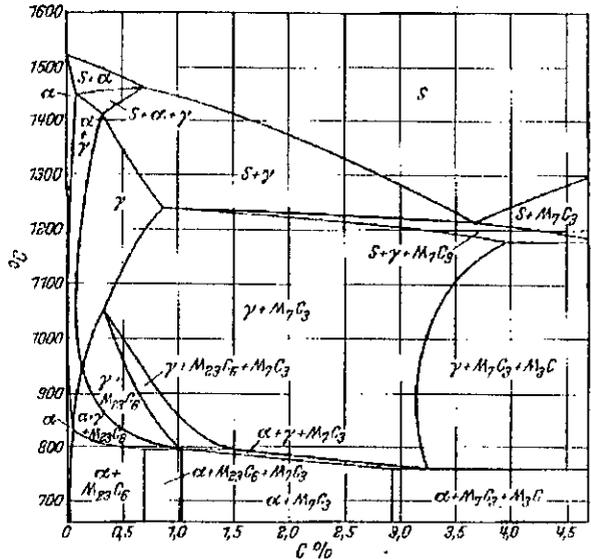


Figure(5.2) : coupe isotherme
Du diagramme Fe-Cr-C à 700°C
($K_1=M_7C_3$, $K_2=M_7C_2$, $K_c=M_7C$)



Figure(5.3) : coupe isotherme
du diagramme Fe-Mo-C à 700°C.

Le diagramme de la figure (5.3) montre que les aciers à outils à hautes teneurs en chrome et en carbone, en l'occurrence l'acier Z160CDV12, sont constitués à l'état recuit par un agrégat de ferrite et de carbures de type M_7C_3 . cette structure est mieux représentée par la figure (5.4) qui montre une section à 13%Cr dans le diagramme d'équilibre Fe-Cr-C et nous aidera, d'ailleurs, à comprendre les transformations de phases et la dissolution plus ou moins facile des carbures M_7C_3 lors de l'austénisation.

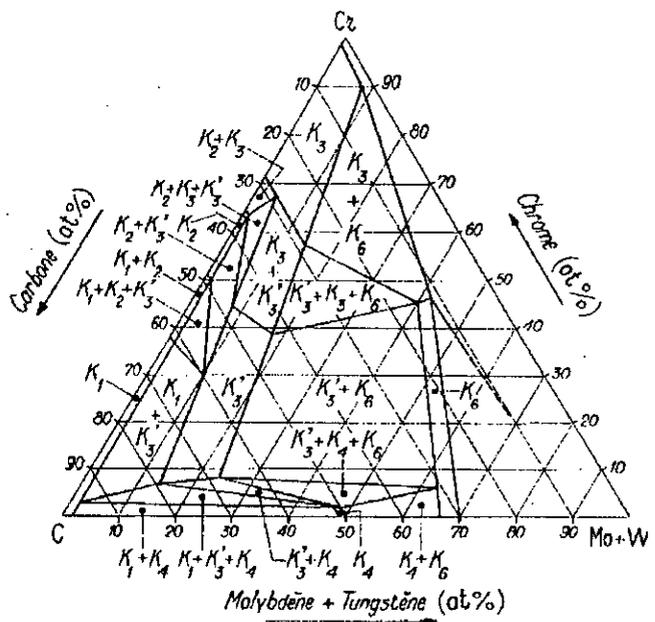


Figure(5.4) : section à 13%Cr dans le diagramme d'équilibre Fer-Chrome-Carbonate

V.4. Stabilité des arbures

Etant donné la nature carburigène des éléments contenus dans l'acier Z160CDV12, c'est à dire, la présence simultanée du chrome, molybdène et vanadium, les différents types de carbures que l'on peut rencontrer à l'état recuit sont estimés d'après la courbe isotherme à 700°C du diagramme quaternaire Fe-(W+Mo)-Cr-C de la figure(5.5).

- $K_1 = M_3C, K_2 = M_7C_3$
 - $K_3 = M_{23}C_6 (Cr_{23}C_6)$
 - $K'_3 = M_{23}C_6 (Fe_2, (W, Mo)_2C_6)$
 - $K_4 = MC (Mo, W)C$
 - $K_6 = M_6C,$
- $C + Cr + Mo + W = 100$



Figure(5.5) : coupe isotherme du diagramme quaternaire Fe-(W+Mo)-Cr-C à 700°C. Domaine de stabilité des principaux carbures[12]

D'après le diagramme, il est clair que le domaine de stabilité du carbure $M_{23}C_6$ est considérablement élargi en présence de chrome. Mais lorsque la teneur en carbone croit, ce qui correspond à notre acier, $M_{23}C_6$ est remplacé par le carbure M_7C_3 . le carbure MC

n'apparaît qu'en présence de vanadium et celui-ci, avec un peu de fer, constitue essentiellement l'élément M.

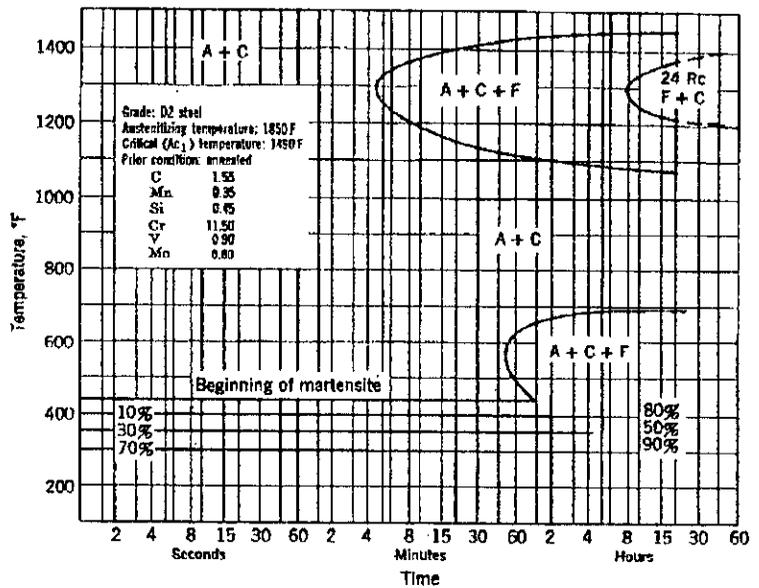
V.5. Traitements thermiques du Z160CDV12

Le tableau(5.3) résume la gamme des traitements thermiques suivis ordinairement dans le cas de notre acier.

Tableau(5.3) : températures et milieux de trempes-revenu de l'acier à outils Z160CDV12[41]

Température De recuit	Vitesse de chauffage	Température De préchauffage	Température De trempes	Milieu de trempes	Température De revenu
870 – 900°C	Très lentement	815°C	980 – 1020°C	Air, huile	200 – 540°C

Lors de l'austénisation, les fins précipités de carbures se dissolvent et enrichissent la phase austénitique en éléments chrome, carbone et molybdène. Ceci permet des trempes même à l'air pour de larges sections de l'acier. la figure(5.6) montre bien ce comportement par la représentation du diagramme TTT du Z160CDV12.

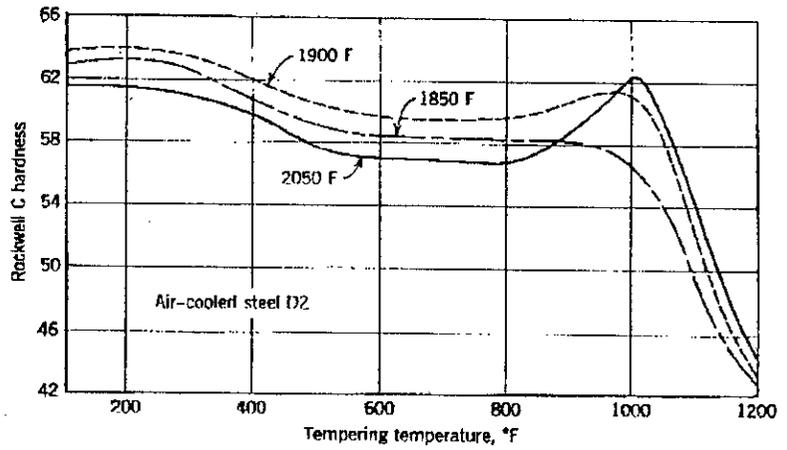


Figure(5.6) : diagramme TTT de l'acier à outils Z160CDV12[43]

On estime la composition de l'austénite, après chauffage du Z160CDV12 à 1025°C, à 0.50 – 0.55% en carbone et 5 – 6% chrome[43]. l'austénite peut dissoudre davantage en ces éléments, par chauffages à des températures supérieures, mais ceci influe négativement sur la température M_s. Celle-ci diminue considérablement et fait que le taux d'austénite

résiduelle présente après trempe soit important. Ce phénomène est néfaste puisqu'il provoque des chutes de dureté après trempe ; comme on le constate sur la figure(5.7) : lors d'un chauffage à 1040°C(2050F), on constate des duretés faibles après trempe et s'expliquent par le taux considérable d'austénite résiduelle présente. La transformation de celle-ci, en plus de la précipitation de carbures, explique le pic de dureté pour les revenus entre 450 et 550°C (850 – 1000F).

Figure(5.7) : l'effet de la température d'austénisation sur la dureté de l'acier Z160CDV12[43]



Ordinairement, après trempe d'un composant en Z160CDV12, le revenu se fait entre 250 et 350°C pour atteindre des duretés de l'ordre 58 à 62 HRC. Ce traitement n'affecte pas l'austénite résiduelle présente et on retrouve des taux de 12 à 15% d'austénite dans les composants en service[43].

Quant aux carbures non dissous après austénisation, le tableau(5.4) donne la quantité totale, la nature et la composition chimique de ceux-ci pour l'acier Z160CDV12.

Tableau(5.4) : nature, quantité et composition chimique des carbures primaires présents dans l'acier à outils Z160CDV12 après austénisation [42]

Type d'acier	Température d'austénisation	Taux de carbures non dissous	Type de carbure et proportion trouvée	Composition chimique des carbures				
				C	Fe	Mo	V	Cr
Z160CDV12	1025°C	12.5%	100% M_7C_3	8.7	35.5	4.1	4.5	46.9

Il est intéressant de noter, d'après le tableau ci-dessus, l'absence des autres formes de carbures : M_3C , $M_{23}C_6$ et MC (forme du carbure de vanadium).

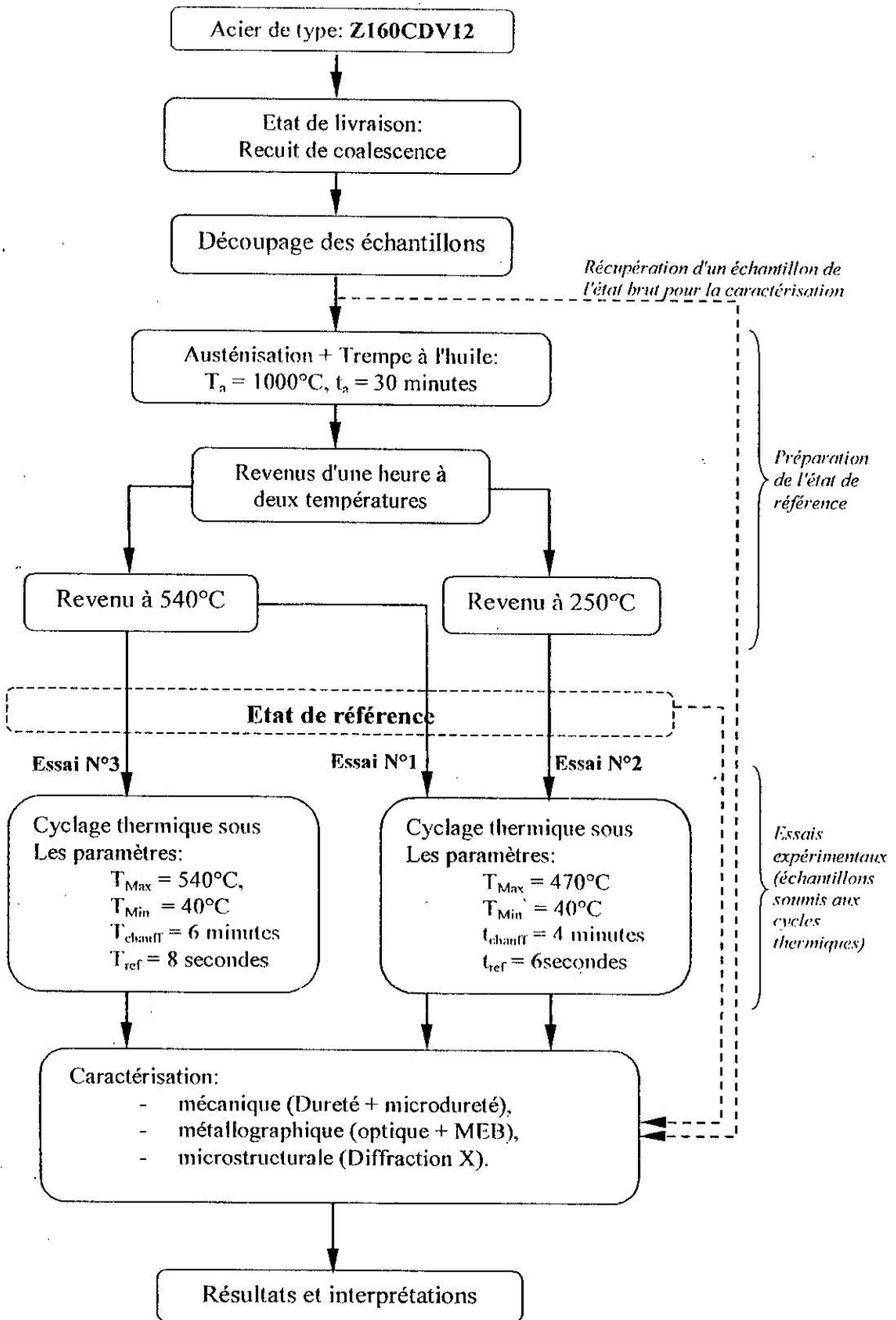
Chapitre VI

PROCEDURE EXPERIMENTALE

Nos essais ont pour but de montrer la réponse microstructurale de l'acier à outils Z160CDV12 soumis à des situations de cyclage thermique. On s'est d'abord intéressé à l'influence de la température de revenu sur la résistance de l'acier soumis à une série de cycles thermiques. L'influence de la forme du cycle thermique (sa température maximale, cinétique de chauffage et de refroidissement, ...etc) constitue le second paramètre de nos essais.

Avec la figure (6,1), qui schématise l'enchaînement des différentes étapes de la procédure expérimentale, on peut résumer notre travail à une série de trois essais et qui sont:

1. une série de cycles thermiques sur échantillons avec les paramètres suivants:
température de revenu des échantillons: 250°C pendant une heure,
température maximale du cycle thermique, $T_{Max} = 470^{\circ}C$,
température minimale du cycle thermique, $T_{Min} = 40$,
temps de chauffage: $t_{chauff} = 4$ minutes
temps de refroidissement: $t_{ref} = 6$ secondes.
2. un second essai avec les mêmes paramètres du cycle thermique que le premier, mais sur des échantillons dont la température de revenu est 540°C,
3. le troisième et dernier essai a pour caractéristiques:
température de revenu des échantillons: 550°C,
température maximale du cycle, $T_{Max} = 540^{\circ}C$,
température minimale du cycle, $T_{Min} = 40^{\circ}C$,
temps de chauffage et refroidissement, $t_{chauff} = 6$ minutes, $t_{ref} = 8$ secondes.



Figure(6,1): représentation schématique du processus expérimental suivi

Ce qu'on peut remarquer entre le premier et le second essai est bien la température de revenu de l'acier par rapport à la température maximale du cycle thermique. Le comportement de l'acier diffère suivant que la température de revenu soit supérieure ou inférieure à la température maximale du cycle. Par la comparaison entre le premier et le troisième essai, on peut comprendre l'influence des paramètres du cycle sur la microstructure de notre acier.

VI.1. PREPARATION DES ECHANTILLONS.

Le découpage des échantillons s'est fait à partir d'une barre de section carrée de 28 millimètres de côté. Pour des raisons pratiques, les dimensions données à ceux-ci sont de 12 mm de côté et de 4 mm d'épaisseur (12*12*4 mm).

Les traitements thermiques de trempe et revenu ont été effectués aux départements de Génie-mécanique et de métallurgie de l'Ecole Nationale Polytechnique. Les différents traitements appliqués aux échantillons à l'état brut sont les suivants:

1. austénisation à 1000°C pendant 30 minutes, suivie d'une trempe à l'huile,
2. revenu à 250°C pendant une heure et refroidissement à l'air ambiant pour une série d'échantillons destinés au premier essai,
3. revenu d'une heure à 540°C et refroidissement à l'air pour les échantillons destinés aux deuxième et troisième essais.

Les paramètres de traitements thermiques (températures et temps) ont été soigneusement choisis en tenant compte de la nature de l'acier, d'ailleurs traitée en détails dans le chapitre précédent, et de la dimension des échantillons.

VI.1.1. Polissage et méthodes

D'attaque des échantillons.

La préparation des échantillons s'est faite par meulage mécanique sur papiers abrasifs de granulométrie croissante: 320, 400, 600, 1000 et 1200, suivi d'un polissage de finition par une suspension d'alumine sur un drap de laine fine. Pour révéler les différentes structures, l'attaque chimique a été effectuée à l'aide de solutions alcooliques d'acide nitrique ou d'acide picrique dont les compositions seront données ci-après. L'action de ces deux réactifs se différencie en ce que l'acide nitrique attaque la matrice ferritique avec une intensité qui dépend de l'orientation des grains de ferrite par rapport à la surface polie. L'acide picrique, par contre, donne des attaques plus uniformes de la matrice ferritique. Pour bénéficier de l'avantage d'une différenciation nette des grains, favorisée par une attaque à l'acide nitrique, tout en atténuant les différences souvent excessives, nous combinons le plus souvent les deux réactifs.

D'autres considérations telles que l'état recuit ou trempé (martensite) d'une structure, le degré de finesse de celle-ci (notamment pour les aciers fortement alliés), la présence de précipités, ...etc, font que les combinaisons sur les compositions des réactifs et les conditions d'attaque (temps et température) soient très variées.

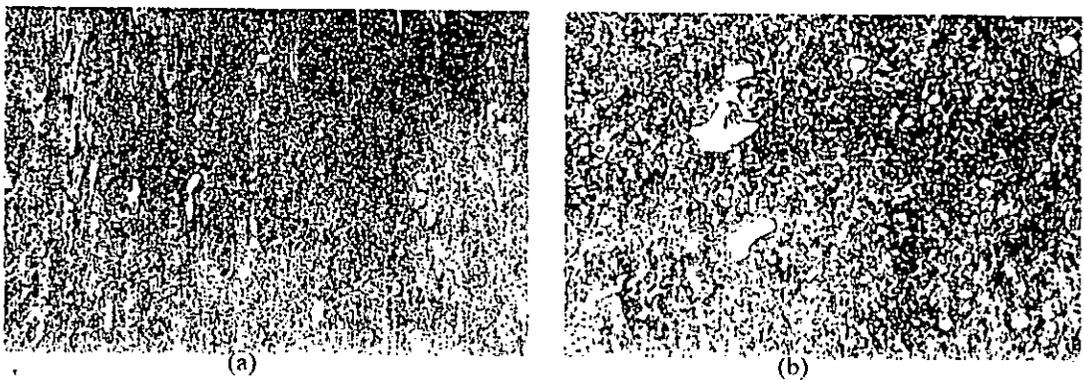
Pour la métallographie de nos échantillons, étant en présence de deux états: état recuit des échantillons bruts et état trempé-revenu pour ceux de référence, nous avons opté pour les réactifs suivants:

- (1) du nital à 10% (10ml HNO₃ dans 90ml d'alcool, et de l'acide picrique à 4%) pour révéler respectivement les joints de grains ferritiques et les interfaces carbures-ferrite de la structure recuite (brute),
- (2) une combinaison des deux réactifs ci-dessus avec quelques gouttes d'acide Chloridrique (1g d'acide picrique pour 10ml HCl et 10ml HNO₃ dans 80ml d'alcool) pour mettre en évidence la structure fine de l'état martensitique.

Ayant travaillé avec de réactifs concentrés et énergiques, les temps d'attaque ont été par conséquent courts et n'ont pas dépassé 45 secondes.

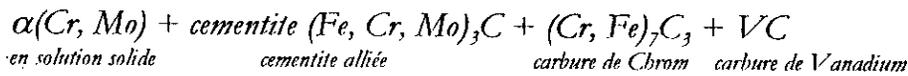
VI.1.2. Structure de l'état brut.

L'acier nous a été livré à l'état de recuit de coalescence. L'aspect caractéristique de cet état, observé par microscopie optique, est représenté par les figures ci-dessous. La structure se présente sous forme de matrice ferritique très fine parsemée de points noirs, représentant une perlite globulaire alliée, et de grosses particules de carbure de Chrome eutectique de type (Cr,Fe)₇C₃.



Figures (6.2): micrographies optiques de la structure de l'état brut; (a) disposition en bandes des carbures de chrome eutectique (Cr, Fe)₇C₃ (G=500), (b) représentation de la structure fine (G=1000).

D'après la composition chimique de l'acier Z160CDV12, sa structure, après recuit de coalescence, se définit comme suit:



On doit distinguer deux formes pour le carbure de chrome dans la structure:

Dé grosses particules qu'on reconnaît à leur aspect massif et issues du composé eutectique austénite-carbure $(\text{Cr, Fe})_7\text{C}_3$ de la première solidification. Un façonnage thermomécanique détruit le réseau eutectique et les particules de carbure insolubles sont en partie morcelées et se disposent en bandes, ce que la figure (6.2a) représente.

La deuxième forme est représentée par des précipités de plus faibles dimensions et disposées de façon plus régulière. Ces derniers sont issus des différents traitements de recuit subis par l'acier.

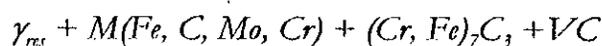
Le carbure de vanadium VC est très fin et n'est pas observable par microscopie optique, néanmoins il doit subsister dans la structure à cause du caractère fortement carburigène du vanadium.

VI.1.3. Structure de l'état trempé.

Avant le traitement de trempe, les échantillons ont subi une austénisation à 1020°C pendant 30 minutes. La température élevée et le temps de ce traitement permettent d'enrichir convenablement la teneur en Chrome et Molybdène de l'austénite par mise en solution des carbures de Chrome. La dissolution de ces derniers reste partielle et même voulue ainsi puisque le contraire aurait produit une austénite trop riche et donc, après trempe, une structure moins dure à cause de la subsistance d'une austénite résiduelle en quantité importante.

Le carbure de vanadium est connu pour sa résistance à la dissolution jusqu'à des températures de 1100°C et on peut donc l'admettre comme présent après traitement d'austénisation à 1020°C.

Après trempe à l'huile, on a une structure martensitique issue de la transformation quasi-totale de l'austénite, des inclusions de carbure de chrome et, en fin, de l'austénite résiduelle même si son taux ne peut dépasser 15%[43]. on peut donc représenter la composition après trempe comme suivant:



VI.1.4. structure de revenu

les structures obtenues après revenus d'une heure à des températures respectivement de 250°C et 540°C représentent en fait l'état de référence de nos échantillons à tester. Les micrographies de la figure (6.3) ci-dessous représentent les deux structures de revenu obtenues. A première vue, on y voit plus de similitudes que de différence: les inclusions du carbure primaire $(Cr, Fe)_7C_3$ sont maintenues dans les deux structures, mais ces dernières apparaissent plus ou moins foncées par rapport à la structure martensitique de l'état trempé.

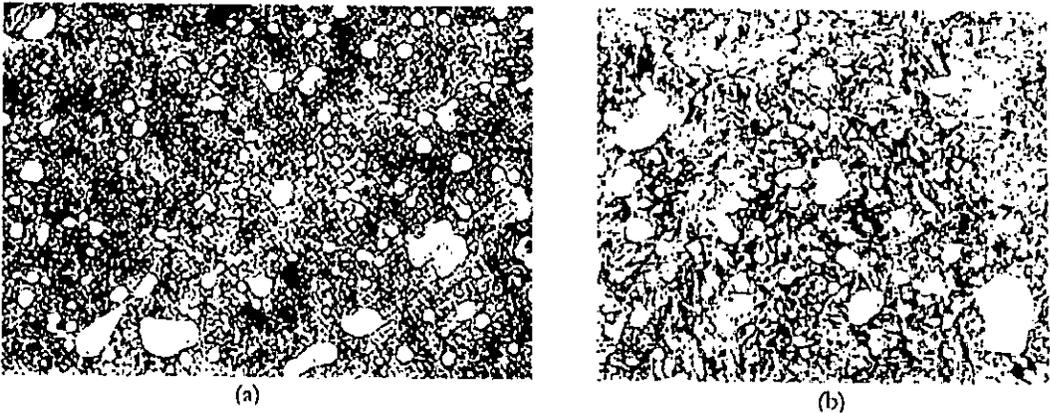


Figure (6,3): structures de revenu des échantillons ; (a) revenu à 250°C, (b) revenu à 550°C ; (G=1200)

Par revenu à 250°C, la martensite, initialement riche en Carbone et autres éléments d'addition (Cr, Mo), s'appauvrit et donne lieu à des précipitations de cémentite et de carbure ferreux ϵ . Ces carbures, foncés et donnant de ce fait un aspect plus sombre à la structure, se présentent sous forme de fines aiguilles ou de très petites particules difficiles à repérer. On peut donc schématiser la structure de revenu à 250°C par:

*Martensite(appauvrie) + austénite résiduelle + carbure eutectique $(Cr, Fe)_7C_3$ + [cémentite + carbure ϵ]
+ carbure de Vanadium (VC)*

Par revenu à 540°C, les phénomènes diffusionnels, qui se sont enclenchés au cours du revenu à 250°C, vont de nouveau se produire mais avec une cinétique plus rapide puisque l'apport énergétique est plus consistant. On assiste alors à la transformation complète de la martensite et de l'austénite résiduelle en ferrite et carbure de cémentite. Par ailleurs, et contrairement à la structure de revenu à 250°C, les précipités de cémentite sont dans ce cas plus grossiers et visibles sous forme de petits points sombres et de courts bâtonnets disposés suivant la direction des anciennes aiguilles de martensite. De ce fait, la structure, apparaissant moins foncée à cause de la présence de la ferrite, comprend les constituants suivant:

- une matrice composée de ferrite et de cémentite alliée au Chrome et Molybdène en solution solide,
- des inclusions de carbure eutectique $(Cr, Fe)_7C_3$ dont la disposition en bandes persiste toujours,
- et, d'après les données bibliographiques, de très fins carbures de vanadium qui restent indetectables par métallographie optique.

VI.2. TECHNIQUES DE CARACTERISATION

les caractérisations mécaniques, morphologiques et structurales de l'acier étudié ont été obtenues par différentes méthodes d'investigation telles que: la dureté et microdureté, la spectrométrie par fluorescence X, la microscopie électronique à balayage (MEB) et la diffraction des RX. Ces techniques diffèrent par le type d'information qu'elles fournissent, le volume analysé, les limites de détection et de sensibilité. Nous donnons ci-après les principes de mise en œuvre et les caractéristiques des méthodes qui ont été utilisées pour notre étude.

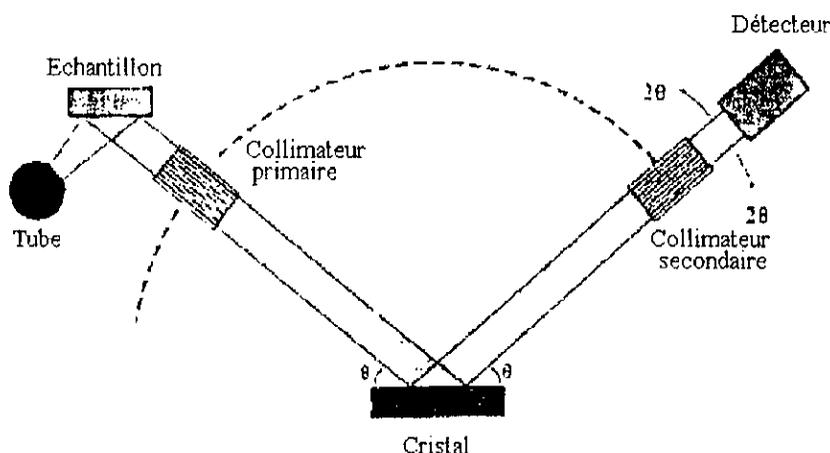
VI.2.1. Analyse de la composition chimique

VI.2.1.1. Dosage du carbone

les analyses chimiques pour la détermination du taux de carbone de notre acier ont été effectuées à l'aide d'un analyseur dont le principe de fonctionnement est le suivant: un échantillon d'environ 0.5g, placé dans un creuset en céramique et soumis à un champ magnétique de haute fréquence, brûle dans un courant d'oxygène. L'oxyde CO_2 formé est entraîné à travers des pièges à poussière de vapeur d'eau et à travers un détecteur de type (I.R. BINOS) qui mesure en continu la concentration de CO_2 et par conséquent le taux de carbone.

VI.2.1.2. Analyse de la composition chimique par fluorescence X

L'analyse de la composition chimique de notre acier a été effectuée à l'aide d'un spectromètre par fluorescence X et muni de Logiciels pour l'acquisition et le traitement de données. Cette technique est basée sur la mesure de la longueur d'onde et de l'intensité des raies du spectre d'émission secondaire des éléments chimiques contenus dans un échantillon excité par un faisceau primaire intense de rayons X polychromatique, voire la figure (6.4). Ceci permet l'analyse chimique de tous les éléments dont le numéro atomique est supérieur ou égal à celui du Sodium ($Z \geq 11$).



Figure(6.4): représentation schématique du principe de fonctionnement De la spectrométrie par fluorescence X

L'information fournie en spectrométrie par fluorescence X peut être d'ordre qualitatif, si les raies caractéristiques du spectre total émis sont simplement identifiées, ou bien d'ordre quantitatif si on effectue un travail de comparaison entre l'intensité de ces mêmes raies et l'intensité de raies de référence. Notons aussi, que par cette technique, l'information donnée sur un élément chimique reste indépendante de l'état simple ou combiné de celui-ci dans le matériau.

VI.2.2. Observations métallographiques

L'observation de la morphologie des phases a été réalisée à l'aide d'un microscope optique et d'un microscope électronique à balayage couplé à un microanalyseur à sélection d'énergie (EDAX). L'état poli des échantillons, étant très difficilement observable tel quel, doit être attaqué chimiquement pour révéler et contraster les différentes phases de la structure.

La métallographie par microscopie optique de nos échantillons est systématique. Ces observations donnent des informations préalables sur la morphologie et le

nombre de phases en présence. Mais, cet examen a ces limites puisque les grossissements possibles sont faibles et de ce fait, certaines phases très fines (carbure de molybdène ou de vanadium, carbure ferreux ϵ , ...etc) restent le plus souvent indécéclables. Ceci justifie le passage à la métallographie par microscopie électronique à balayage (MEB). Ce type d'appareillage donne une image agrandie d'un objet en utilisant l'émission d'électrons secondaires ou rétrodiffusés produits sous l'impact d'un faisceau d'électrons. Toutes les modifications géométriques et structurales des surfaces métalliques sont commodément étudiées par le microscope électronique. En mode balayage, les images des microstructures sont obtenues:

- soit par les électrons rétrodiffusés; ce sont les électrons issus des collisions élastiques entre les électrons incidents et les noyaux atomiques de la cible. Ils donnent une information sur le contraste chimique; c'est à dire sur la répartition des éléments lourds et légers,
- soit par les électrons secondaires: ce sont des électrons issus de l'ionisation des atomes de l'échantillon suite au bombardement de ceux-ci par les électrons incidents. Ils renseignent sur le relief ou topographie de la surface de l'échantillon.

Dans le cas de nos observations, il est clair qu'elles se feront par les électrons secondaires.

VI.2.3. La diffraction des RX

Le spectre de diffraction des rayons X est une empreinte incontournable de l'état de cristallinité et d'équilibre des phases présentes dans nos échantillons. L'indexation des spectres obtenus par cette technique conduit à l'identification des phases et au calcul des paramètres de maille. L'évolution des intensités des pics peut conduire au pourcentage volumique des phases en présence. En revanche, la longueur à mi-hauteur des pics conduit à la mesure de la taille des grains.

La caractérisation de nos échantillons a été réalisée au centre de recherche et de développement de Boumerdes (CRD) à l'aide d'un diffractomètre de type PW1710 BASED et muni d'une anticathode en cuivre de longueur d'onde:

$$\lambda_{\alpha 1} = 1,54060\text{\AA}$$

$$\lambda_{\alpha 2} = 1,54439\text{\AA}$$

Les résultats sont directement donnés sous forme de spectre $I=f(2\theta)$, et avec un Logiciel et la loi de Bragg, les positions des raies (2θ) sont converties en distances interréticulaires d . Ces couples de valeurs numériques caractéristiques: distance interréticulaire-intensité ($d-I$) sont utilisés pour l'identification des phases.

VI.2.4. Caractérisation mécanique par essais de dureté.

Souvent la microstructure des métaux et alliages présentent une mixture de phases dont les duretés individuelles sont très différentes. Ceci fait que les tests conventionnels de dureté ne donnent pas des valeurs assez représentatives de tels matériaux. Pour connaître les propriétés potentielles de ceux-ci (résistance à l'usure,...), les essais de microdureté sont incontournables. Ce phénomène est souvent rencontré dans le cas des aciers fortement alliés. Des tests de microdureté 'Knoop' sur un acier à outils proche du Z160CDV12 donnent des valeurs de 801 et 1930 HK pour, respectivement, la matrice et les particules de carbures. Alors que par un essai Rockwell, on obtient des valeurs de 64 HRC (équivalente à 822 HK et 800HV)^[41].

VI.2.4.1. Tests de dureté ROCKWELL

Les essais Rockwell sont les plus utilisés pour la mesure des duretés moyennes des matériaux. Par la combinaison de différentes charges (forces) et pénétrateurs, le test Rockwell peut déterminer la dureté d'une structure, allant des métaux les plus doux aux aciers les plus durs (aciers rapides, ...).

Le principe des essais Rockwell consiste à appliquer deux charges successives sur le pénétrateur. La valeur de dureté Rockwell obtenue est un nombre inversement proportionnel avec la profondeur secondaire du pénétrateur soumis à la deuxième charge (majeure). Les pénétrateurs Rockwell sont de deux sortes: coniques diamantés (échelle HRC) pour les essais sur structures dures, et à bille en acier (échelle HRB) pour les matériaux relativement moins durs.

VI.2.4.2. Tests de microdureté

La microdureté peut être définie comme la mesure de l'empreinte laissée par un pénétrateur de forme géométrique spécifique sur la surface du matériau testé. Les charges (forces) exercées étant variables suivant la nature du matériau testé entre 1 et 1000 gf et la profondeur de l'empreinte ne dépasse en aucun cas 19 μ m^[44].

Le plus souvent, les tests de microdureté se font par les pénétrateurs 'Knoop' ou Vickers. Ceux-ci sont de forme conique à base, respectivement, rectangle pour le premier et carrée pour le second.

La valeur de la dureté Vickers (HV) est le rapport de la charge appliquée au pénétrateur sur la surface de l'empreinte produite.

$$HV = \frac{2P \sin\left(\frac{\theta}{2}\right)}{D^2}$$

avec P: charge appliquée, en Kgf,

D: diagonale de l'empreinte (mm),

Et θ est l'angle entre deux faces opposées du pénétrateur, ($\theta = 136^\circ$)

Les test Vickers se distinguent des autres essais par le fait qu'on peut travailler aussi bien dans le domaine des microduretés que des macroduretés en gardant le même pénétrateur. Ce dernier supporte des charges d'ordre de 120 kgf qui sont équivalente, en fait, aux charges utilisées pour la dureté Rockwell C (150 kgf). L'échelle Vickers permet donc de tester toute sorte de matériau[44].

RESULTATS ET INTERPRETATION

Pour notre étude, les paramètres de travail sont de deux catégories: la température de revenu des échantillons pour l'état de référence de l'acier, et les valeurs fixées pour avoir le cycle thermique désiré. La forme du cycle thermique est complètement définie par les paramètres: les températures maximale et minimale du cycle, les temps de chauffage et de refroidissement et la durée de maintien à chaud.

VII.1. CYCLES THERMIQUES UTILISES

D'après les courbes ci-contre, on remarque d'abord la différence entre la température de consigne (T_c), qui est en fait celle fixée pour le four, et la température maximale du cycle thermique. On a effectué plusieurs essais de chauffage sur le dispositif et l'optimisation des paramètres du cycle nous exige un gradient thermique entre la température fixée du four et celles des échantillons ($T_c - T_{max}$) d'au moins 100°C .

Pour le troisième essai, et toujours d'après la courbe expérimentale du cycle thermique correspondant, on constate un palier presque horizontal de la courbe à l'approche de la température maximale (540°C) du cycle. Ceci représente en fait la période de maintien à chaud des échantillons et on l'estime à 2 minutes.

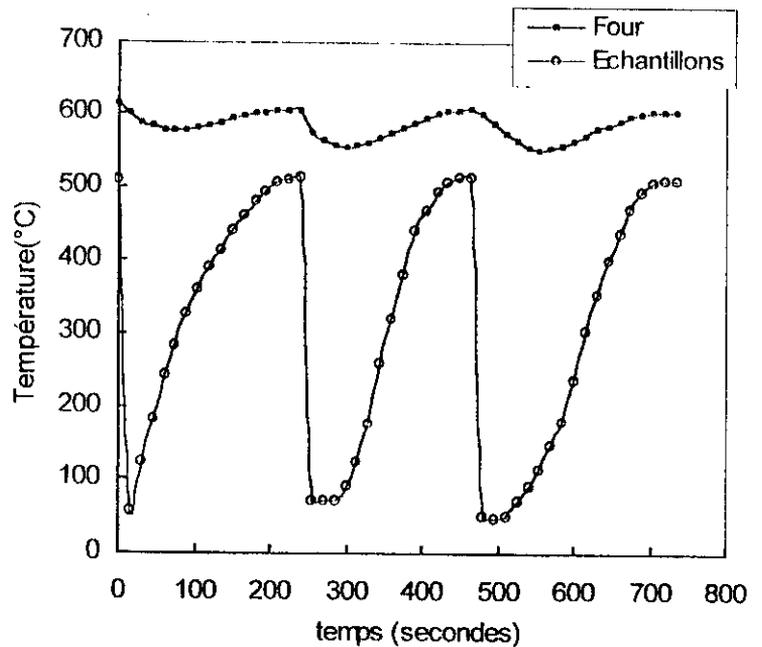
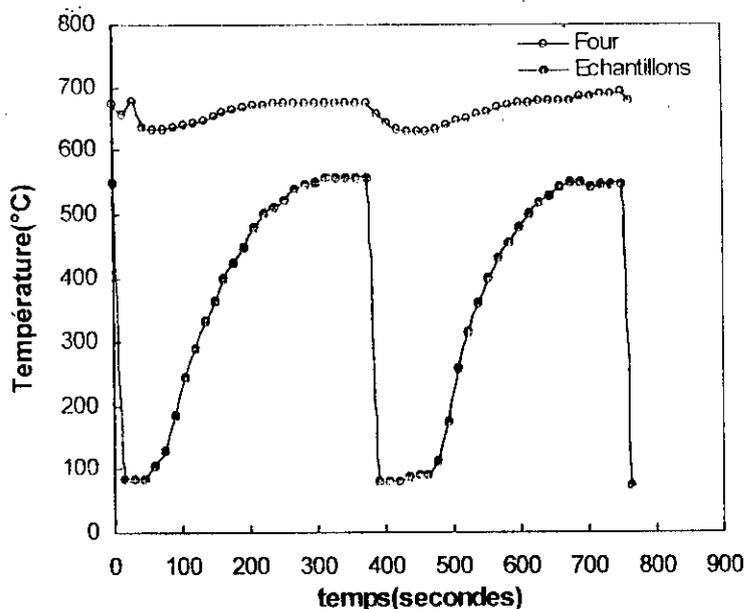


Figure (7.1): forme des cycles thermiques appliqués aux essais 1 et 2: $T_c = 610^\circ\text{C}$, $T_{max} = 500^\circ\text{C}$.

Figure(7.2): forme expérimentale du cycle thermique appliqué au troisième essai; $T_c=650^\circ\text{C}$, $T_{\text{max}}=540^\circ\text{C}$, avec introduction d'une période de maintien à chaud ($t_m=2$ minutes).



VII.2. CARACTERISATION STRUCTURALE PAR LA DIFFRACTION DES RAYONS X

Pour vérifier l'évolution microstructurale de notre acier, la caractérisation par la diffraction X nous a été nécessaire. L'analyse a été effectuée pour 3 échantillons correspondant à trois états structuraux différents de l'acier et qui sont respectivement :

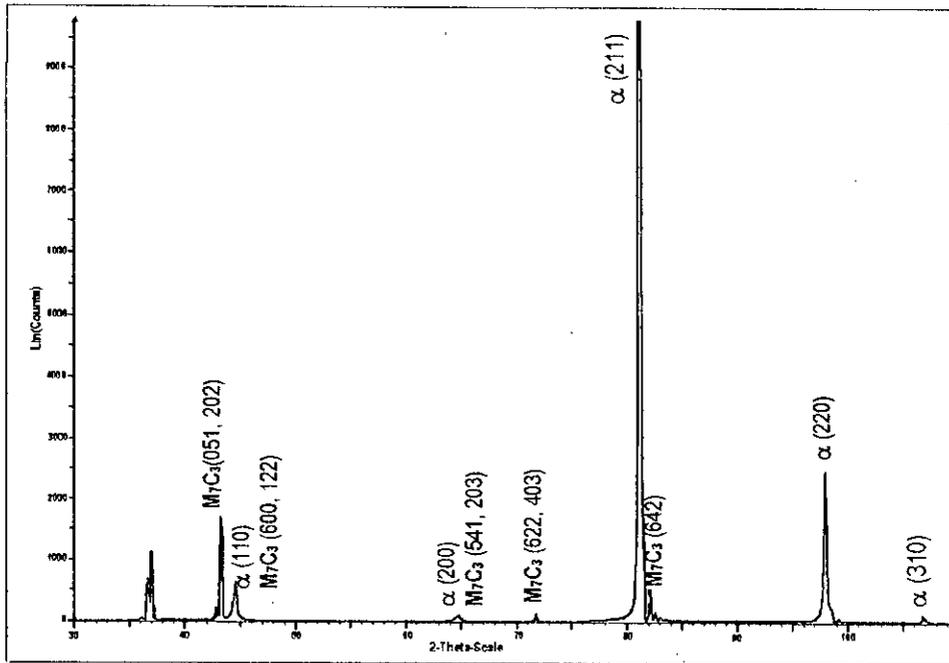
- la structure de l'état brut,
- la structure de référence (trempe-revenu à 540°C) correspondant aux essais 1 et 3,
- et, enfin, la structure d'un échantillon ayant subi une série de cycles thermiques de l'essai N°1.

L'indexation et la comparaison des trois spectres de diffraction, effectuées en fait suivant les conditions opératoires de travail du Centre de Recherche et Développement (CRD) de Bourmerdes, nous ont permis l'identification de phases qu'on a suspectées par les autres caractérisations décrites avant mais dont on n'était pas sûrs.

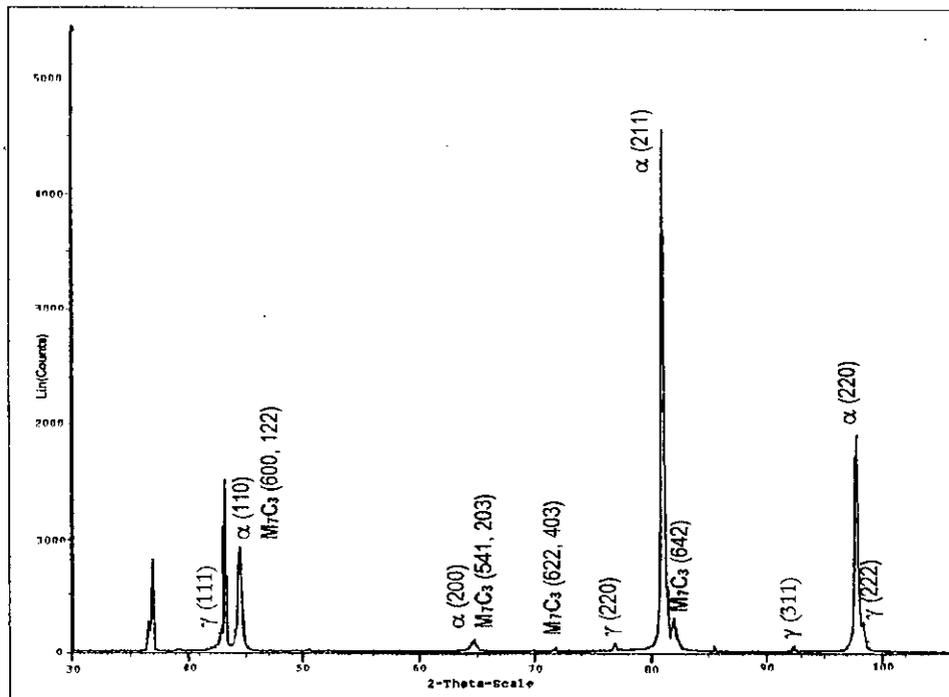
VII.2.1. L'état brut et de référence

Le spectre de diffraction relatif à l'état brut, et qui est représenté par la figure(7.3), révèle la présence de 2 phases principales: la ferrite qui reste majoritaire puisque le pic correspondant est le plus intense du spectre et le carbure de chrome de forme M_7C_3 . En outre, le spectre laisse apparaître d'autres pics, à angles de diffraction très faibles, qu'on n'a pas pu indexer mais qui correspondent probablement à des carbures de molybdène de types (MoC, Mo_2C) . Ces résultats concordent avec ceux obtenus par les observations métallographiques notamment la matrice ferritique et la

forme M_7C_3 du carbure de chrome composant la microstructure de l'acier à l'état de recuit de coalescence (état brut).



Figure(7.3): Spectre de diffraction X relatif à l'échantillon de l'état brut



Figure(7.4): spectre de diffraction X de l'échantillon de référence (état: trempé + revenu à 550°C)

La figure (7.4) représente le spectre indexé de l'échantillon de référence qui a, en fait, subi une trempe à 1000°C suivie d'un revenu d'une heure à 540°C. Celui-ci montre, en plus des deux phases: ferrite et carbure de chrome de type M_7C_3 , la présence d'une phase austénitique. Cette dernière, qui ne peut être que de l'austénite résiduelle qui a survécu malgré le revenu à 540°C, n'a pas pu être révélée par microscopie optique à cause de sa forme très fine et en faible quantité. Cette constatation ne fait qu'approuver ce qui a été écrit dans la bibliographie au sujet du comportement microstructural de l'acier Z160CDV12.

Par contre, la présence de la perlite, révélée par la métallographie, n'a pas pu être détectée par la diffraction X. Ceci est dû probablement à sa présence dispersée et très faible dans la matrice ferritique.

VII.2.2. Spectre DRX d'un échantillon Cyclé

Le diagramme de diffraction relatif au troisième échantillon, celui-ci a en fait subi 1400 Cycles thermiques sous les conditions définies de l'essai 1, est représenté par la figure (7.5). A première vue, et en comparaison avec les deux premiers spectres, on constate une similitude qualitative dans les phases identifiées. On voit d'abord la présence majoritaire des deux phases principales: ferrite et carbure de chrome M_7C_3 , puis la subsistance de certains pics correspondant à l'austénite résiduelle et, enfin, des pics intenses relatifs à l'une des formes du carbure de molybdène.

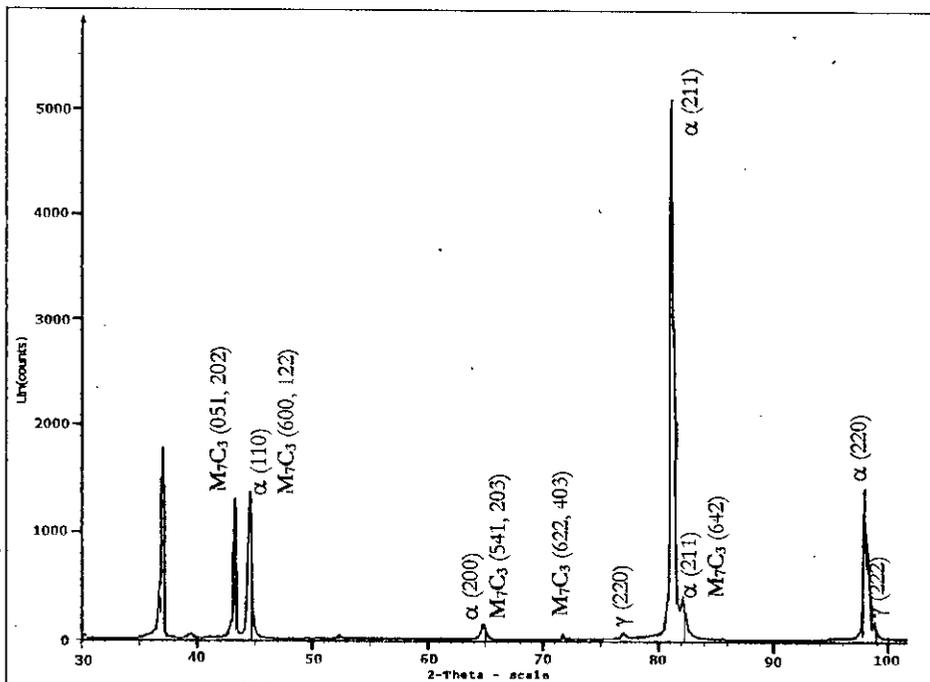


Figure (7.5): spectre de diffraction X d'un échantillon cyclé (1400cycles) sous les conditions de l'essai 1

Une comparaison, cette fois-ci quantitative, par rapport à l'intensité des pics de l'état de référence montre que les intensités des pics relatifs à la ferrite et aux carbures de

molybdène sont plus importants. Le contraire est aussi vrai pour l'intensité des pics correspondant à l'austénite résiduelle et certains sont carrément impossibles à distinguer dans le spectre.

Ces observations confirment l'augmentation du taux de ferrite au dépens de l'austénite résiduelle qui se dissout au cours des chauffages successifs du cyclage thermique. Le phénomène de précipitation secondaire des carbures de molybdène pendant les périodes de chauffage du cycle explique, quant à lui, les pics intenses constatés dans le spectre.

VII.3. CARACTERISATION MECANIQUE PAR LA DURETE

VII.3.1. Tests de dureté

Partant du principe que le comportement mécanique de l'acier Z160CDV12 soit dicté principalement par les interactions entre les différentes phases composant sa microstructure, on a effectué des mesures de dureté sur tous les échantillons soumis aux conditions de cyclages thermiques définis pour les 3 essais. Les figures (7.6), (7.7), (7.8) représentent l'évolution de la dureté (HRC) en fonction du nombre de cycles thermiques pour chacun des trois essais.

Pour les besoins de comparaison, des mesures de dureté et de microdureté ont été effectuées sur les échantillons de l'état brut, trempé et trempé-revenu. Le tableau(7.1) présente ces valeurs.

Tableau(7.1): dureté moyenne (HRC) et microdureté (HV) des principales phases des échantillons à l'état initial (brut et de référence).

Etat des échantillons	Traitement thermique subi	Dureté (HRC)	Microdureté(HV) des phases:	
			matrice	Carbure M_7C_3
<input type="checkbox"/> brut	Recuit de coalescence	10.1	234.2	450
<input type="checkbox"/> trempé	Austénisation (1000°C)	57.3	729.6	707.3
<input type="checkbox"/> reference1(essais 1, 3)	Revenu 540°C (1 heure)	44.5	410.8	551.3
<input type="checkbox"/> reference2 (essai 2)	Revenu 250°C (1 heure)	50.9	470.6	589.6

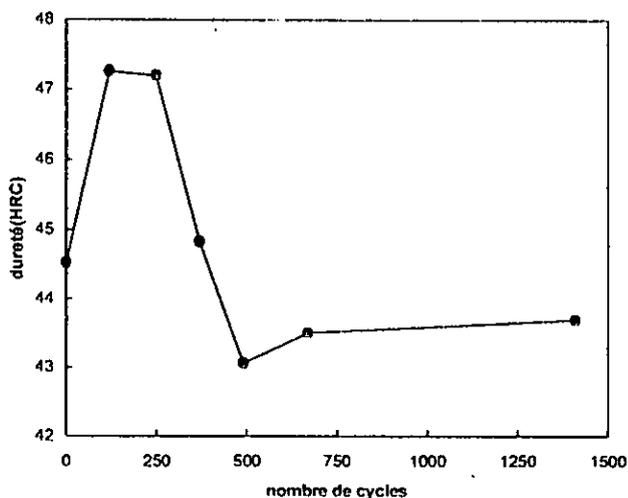
D'après l'allure des courbes de dureté présentées ci-dessous, la structure de l'acier Z160CDV12 a un comportement spécifique suivant les paramètres de cyclage thermique définis pour chaque essai. Ce comportement, qui se résume à un adoucissement ou un durcissement de la structure, est gouverné par un ensemble de phénomènes activés thermiquement pendant les périodes de chauffage du cycle thermique. On cite l'apparition de nouvelles phases (précipitation de carbures), le développement et la concentration de contraintes résiduelles de compression, ... etc.

l'accumulation de contraintes internes de traction, qui se développent pendant les périodes de refroidissement rapide du cycle, est d'une importance capitale aussi.

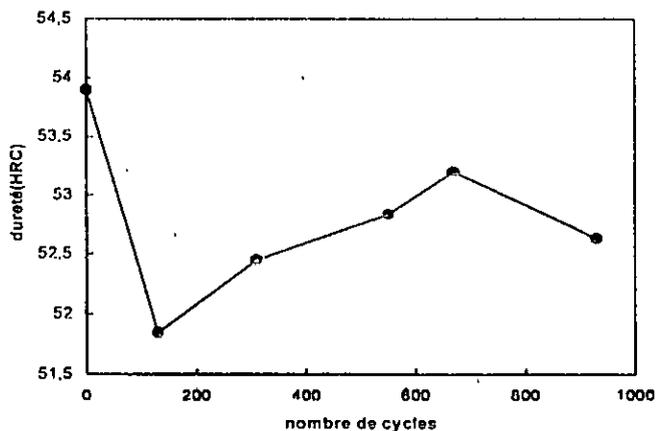
Ce comportement, qui se résume en fait à un adoucissement ou un durcissement de la structure, est gouverné par un ensemble de phénomènes activés thermiquement pendant les périodes de chauffage du cycle thermique. On peut citer l'apparition de nouvelles phases (précipitation de carbures), le développement et la concentration de contraintes résiduelles de compression, ...etc. L'accumulation de contraintes internes de traction, qui se développent pendant les périodes de refroidissement rapide du cycle, est d'une importance capitale aussi.

Suivant la température de revenu initial des échantillons et les paramètres de travail donnés au cycle thermique (température maximale, T_{max} , et la période de maintien à chaud, t_m , du cycle), certains de ces phénomènes se développent plus rapidement que d'autres et provoquent donc un adoucissement ou un durcissement de la structure.

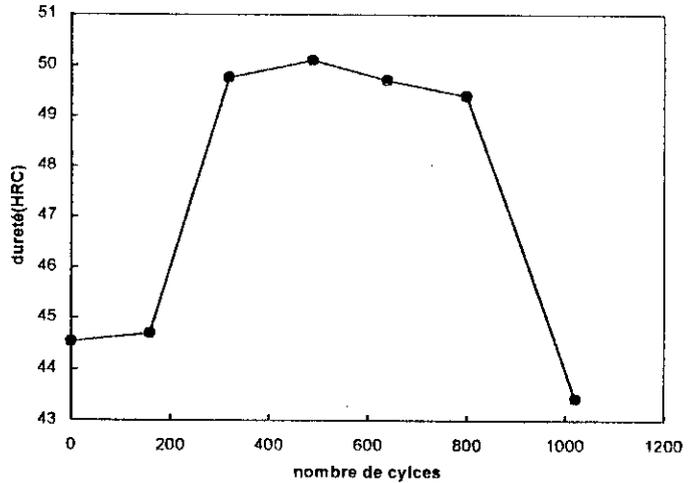
Figure(7.6): évolution de la dureté des échantillons en fonction du nombre de cycles thermiques dans les conditions de l'essai (revenu 550°C , $T_{max}=470^{\circ}\text{C}$)



Figure(7.7): évolution de la dureté au cours du cyclage thermique de l'essai2 (revenu 250°C , $T_{max}=250^{\circ}\text{C}$)



Figure(7.8): la dureté des échantillons soumis aux cycles thermiques de l'essai 3 (revenu 550°C, $T_{max} = 550^\circ\text{C}$, $t_m = 2$ minutes)



En sachant que la seule différence entre les essais 1 et 2 réside dans la température de revenu des échantillons (550°C pour le premier et 250°C pour le deuxième), il est clair que leur état de référence n'est pas le même. Les échantillons de l'essai 1, et contrairement à ceux de l'essai 2 où la structure initiale n'est pas vraiment ferritique (structure de la martensite + carbure ϵ), présentent une structure à matrice ferritique, quoique non recristallisée puisqu'elle a toujours l'ancien réseau de martensite, de la cémentite alliée et du carbure de chrome M_7C_3 .

Par cyclage thermique, et à cause de la faible température T_{max} , la précipitation ou la coalescence des carbures M_7C_3 ne peut pas vraiment être importante, la seule explication à donner au stade de durcissement rapide constaté pendant les 100 premiers cycles réside dans la précipitation progressive de la cémentite (celle-ci n'aurait pas été complète par revenu) et le développement et concentration de contraintes résiduelles pendant les périodes de refroidissement des cycles thermiques. A cela il faut ajouter probablement la décomposition de l'austénite résiduelle, qui serait certes de présence faible par rapport à l'essai 2, pour donner de la ferrite et de la martensite. La période de chute de dureté, amorcée à partir de 250 cycles, doit correspondre à l'étape de grossissement et coalescence des grains de cémentite. On peut ajouter à cela la recristallisation éventuelle de la ferrite. Ces deux phénomènes contribuant à l'adoucissement de la structure, vont être nécessairement contrebalancés par le développement progressif des contraintes résiduelles. Ceci peut expliquer le palier horizontal de la courbe de dureté.

La chute notable de dureté au cours des premiers cycles de l'essai 2 est due à la décomposition du réseau martensitique résiduel et la formation de la ferrite. L'allure spécifique de la courbe de dureté dans le cas de l'essai 3 s'explique par les valeurs maximales des paramètres fixés du cycle thermique. L'augmentation de la température maximale du cycle à 540°C et l'introduction d'une période de maintien à chaud(t_m

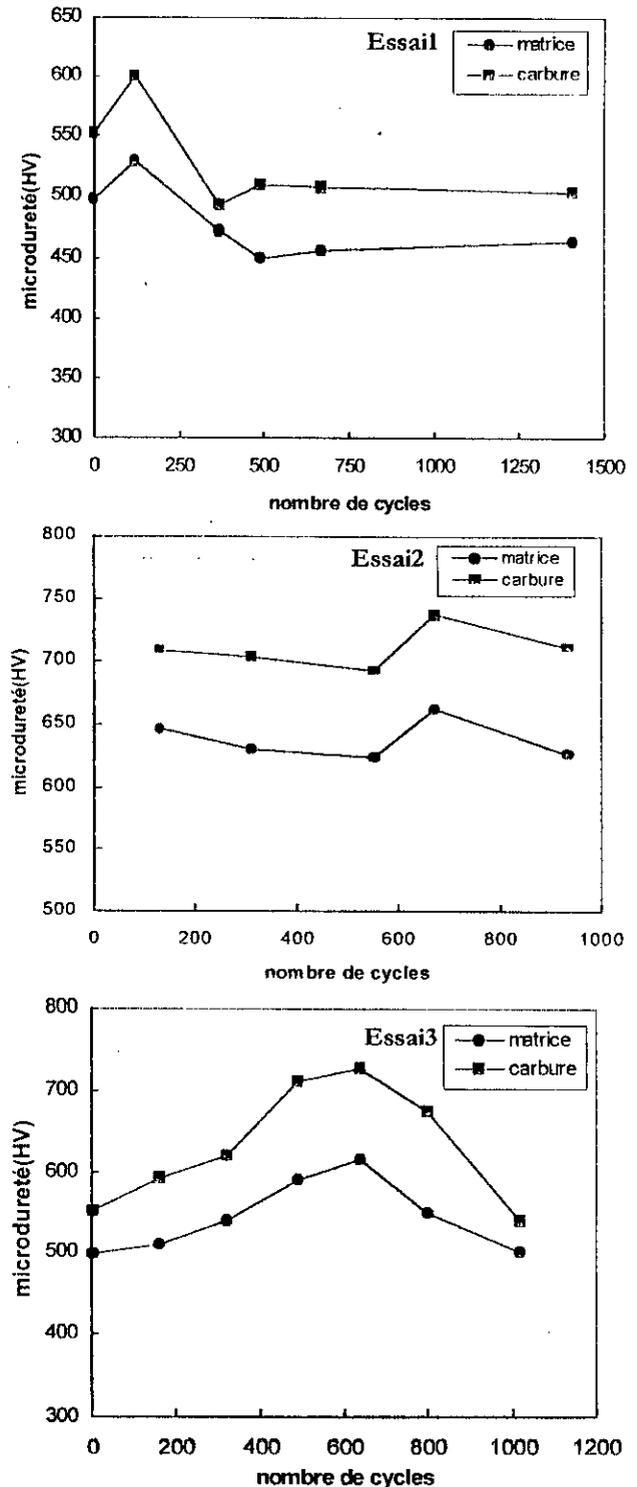
estimé à 2 minutes), on peut suspecter l'interaction fatigue-fluage en plus des phénomènes de diffusion discutés pour les deux premiers essais.

VII.3.2. Tests de microdureté(HV)

Nous avons suivi l'évolution de la microdureté (HV) des deux phases principales, à savoir la matrice et le carbure de chrome M_7C_3 , composant la structure des échantillons soumis aux trois essais. Nous pensons, comme le confirme la bibliographie[44], que la dureté moyenne (HRC) ne reflète pas assez fidèlement l'état dur ou doux de la structure de notre acier. Ceci justifie le recours aux test de microdureté sur les deux phases. Les courbes représentées sur la figure(7.9) donnent l'évolution de cette grandeur pendant les cyclages thermiques correspondant aux trois essais définis.

D'après les courbes de microdureté représentées ci-contre, on remarque des évolutions globalement identiques entre la matrice (α) et le carbure M_7C_3 pour chaque essai : par cyclage thermique, quelque soit l'essai, les phases de consolidation de la matrice coïncident avec celles des carbures de chrome et la même remarque est aussi vraie pour les phases d'adoucissement.

Les valeurs de dureté importantes de la matrice montrent que celle ci ne peut pas être de la ferrite pure. Le caractère allié de la phase présente, l'existence d'une cémentite alliée et fine et probablement d'autres formes de carbures encore plus fins (carbure de molybdène et de vanadium) expliquent



Figure(7.9) :évolution de la microdureté des phases : matrice(α) et carbure de chrome M_7C_3 au cours des cyclages thermiques des l'essais 1, 2 et 3

les valeurs importantes des microduretés constatées.

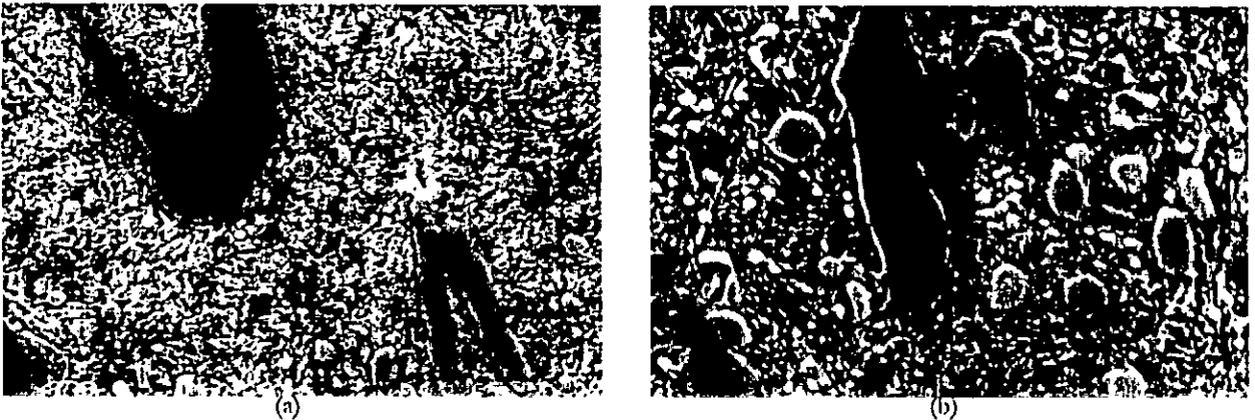
Il est important de comprendre l'évolution de la dureté du carbure de chrome M_7C_3 au cours des différents cyclages thermiques. Ceci est très notable dans le cas de l'essai 3. On attribue ce comportement à deux causes :

- par échanges diffusionnels d'éléments d'alliages (Cr, Mo, Fe,..) entre le carbure et la matrice,
- le développement et concentration de contraintes résiduelles dans les carbures. En effet, le volume important de ceux-ci, associé à leur coefficient de dilatation thermique différent de celui de la matrice (α), doit introduire des contraintes résiduelles notamment pendant les phases de refroidissements rapides des cycles thermiques.

D'après les courbes relatives aux essais 1 et 2, il semble que la dureté de la structure (matrice et carbure M_7C_3) ne subit pas de changements considérables pendant les cyclages thermiques. La stabilité est surtout apparente dans les conditions de l'essai 1 où, à part une légère tendance au durcissement suivie d'une chute (adoucissement) pendant les 500 premiers cycles, la dureté de la structure reste pratiquement la même pour le reste des cycles thermiques.

VII.4. CARACTERISATIONS METALLOGRAPHIQUES

La figure(7.10) montre l'évolution de la structure, notamment la phase carbure M_7C_3 , dans les essais 1 et 3. On remarque l'apparition de fins précipités de carbures M_7C_3 dans la structure soumise à 1000 cycles de l'essai 3. La forme globulaire de ceux-ci et leur répartition homogène dans la structure indiquent qu'ils sont générés par précipitation pendant les périodes de maintien à chaud (2 minutes à 550°C) du cycle thermique de l'essai 3. Ceci renforce l'hypothèse de précipitation accélérée dès qu'on introduit des périodes de maintien à chaud dans le cyclage

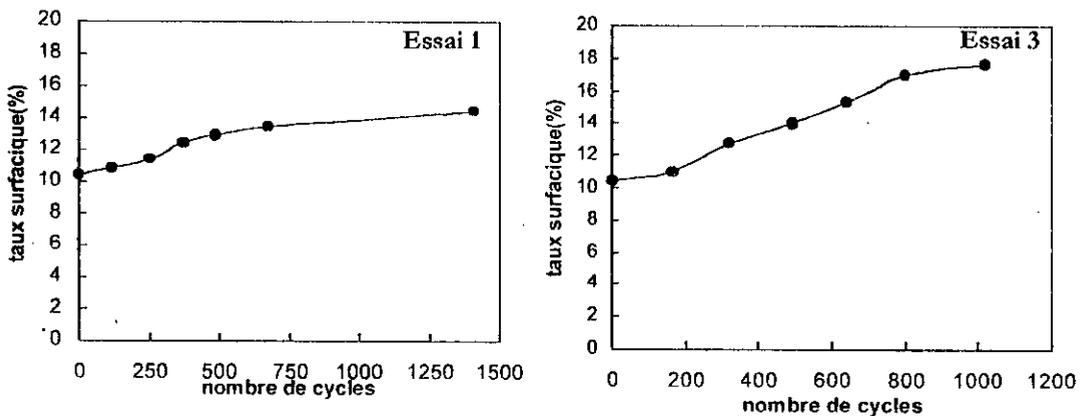


Figure(7.10): métallographies au MEB d'échantillons soumis aux cyclages thermiques des essais 1 et 3 : (a) échantillon de l'essai 1 (1200cycles), (b) structure à 1000 cycles de l'essai 3. (G= 3000)

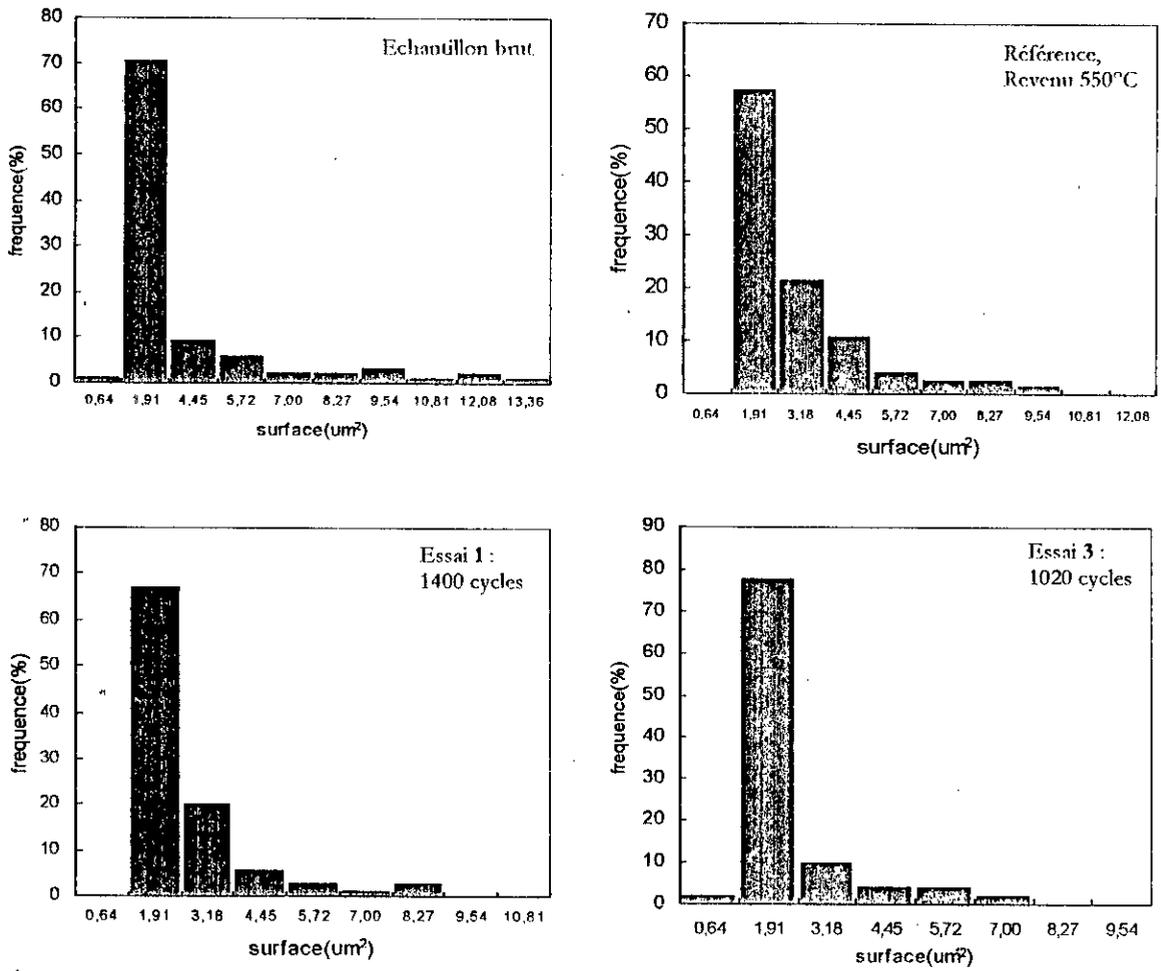
Par analyse d'image des micrographies optiques des échantillons testés, nous avons pu suivre l'évolution quantitative de la phase carbure de chrome M_7C_3 pendant les cyclages thermiques des essais 1 et 3. Ceci a permis d'estimer de coalescence et de précipitation de carbures en fonction du nombre de cycles thermiques.

La figure (7.11) montre l'évolution de la fraction totale des carbures M_7C_3 pour les deux essais (1 et 3). On constate une évolution de presque le double dans les conditions de l'essai 3 (de 10 à 14% et de 10 à 18%). Ceci approuve les observations faites au MEB quant à la précipitation accélérée de carbures dans les conditions de l'essai 3.

Ce résultat est encore vérifié par la répartition en classes des carbures suivant leurs surfaces. La figure (7.12) montre leur distribution surfacique dans les structures brut, de référence et de deux échantillons testés. On remarque une présence plus importante des classes regroupant les carbures fins (les deux premières colonnes) dans le cas de la structure testée à 1020 cycles sous l'essai 3.



Figure(7.11) : Evolution de la fraction surfacique de la phase carbure M_7C_3 en fonction du nombre de cycles thermiques pour les essais 1 et 3.



Figure(7.12) : Distribution surfacique des carbures de Chrome M_7C_3 dans la structure des échantillons correspondants aux états brut, de référence et des essais 1 et 3

Conclusion générale

L'intérêt de notre travail est porté sur l'étude du comportement structural et mécanique de l'acier à outils Z160CDV12 sollicité par des cyclages thermiques bien définis.

Pour faire l'étude proprement dite, nous avons conçu un dispositif expérimental pouvant simuler des cycles thermiques répétitifs sur des échantillons préparés. L'optimisation des paramètres de travail de celui-ci nous a permis de définir et de fixer les formes adéquates des cycles thermiques à appliquer.

Les essais effectués nous ont permis de comprendre l'influence de la température de revenu initial de l'acier et des paramètres définis du cycle thermique, notamment la température maximale et la durée de maintien à chaud du cycle, sur les propriétés structurales de l'acier Z160CDV12.

Par différentes caractérisations, on a relevé un comportement qualifiable de stable pour les échantillons testés suivant les conditions des deux premiers essais (1 et 2). Dans le cas de l'essai 3, on a constaté une évolution importante et changeante dans la dureté de la structure qui est due à l'interaction de plusieurs facteurs (précipitation et coalescence des carbures de chrome et concentration de contraintes résiduelles). Ce comportement indique que les conditions opératoires de l'essai 3, notamment la température maximale (540°C) et la période de maintien à chaud (2 minutes), réduisent considérablement la résistance à l'adoucissement de l'acier Z160CDV12 et justifie donc la recommandation des industriels à éviter les expositions répétées de cet acier à d'aussi hautes températures.

Sur de nombreux points, le travail effectué constitue un premier apport à la compréhension des phénomènes de dégradation des propriétés structurales des matériaux, et par conséquent de leurs propriétés mécaniques aussi, suite à leurs exposition prolongée (fluage) ou répétée (fatigue thermique ou thermomécanique) à des températures élevées. Nombre de suggestions, qui reflètent en fait les limites et les difficultés rencontrées lors de nos essais, ont été tirées et méritent un suivi :

- Au niveau du dispositif de fatigue thermique, un meilleur contrôle du cycle thermique nécessiterait une cinétique de chauffage plus importante. Un chauffage par conduction sous des courants électriques de fortes intensités (procédé SPLACH[40]), conviendrait et permettrait d'augmenter le nombre de cycles thermiques à des grandeurs de 10^4 qui représentent en fait les conditions effectives de fatigue oligocyclique (L.C.F).
- Pour une caractérisation plus effective, l'analyse des contraintes résiduelles semble nécessaire pour une meilleure appréciation des phénomènes intervenant dans l'évolution structurale des échantillons testés. L'identification ponctuelle des phases par la microscopie électronique à balayage couplée au microanalyseur à dispersion d'énergie (EDAX) s'avère indispensable au suivi de l'évolution de la composition chimique des carbures de Chrome (M_7C_3) au cours des cyclages thermiques.

Références bibliographiques

- [1] G. Dieter
Mechanical metallurgy, Ed. 1983, p375
- [2] J. M. Barsom, Stanley T. Rolfe
Fracture and fatigue control in structures, Ed. 1987, p224
- [3] Claude BATHIAS, Jean-Paul BAILON
Fatigue des matériaux et des structures, Edition 1980, p1
- [5] *Metals Handbook*, vol 11, edit. 1989, p676
- [6] C. E. Felmer et C. Laird
Acta met. , vol 15(1969), p1621 et 1633
- [7] C. BATHIAS, Jean-Paul BAILON
la fatigue des matériaux et des structures, Edition 1980, p134
- [8] J. C. Grosskreutz
phys. Stat. Sol. (b), vol 47(1971), p11.
- [9] C. Calabresse et C. Laird
mat. sci. and Eng., vol 13(1974), p275.
- [10] R. Stoltz et A. Pineau
mat. sci. and Eng., vol 34(1978), p275.
- [11] R. C. Boettner, C. Laird et A. J. McEvily
trans. AIME, vol. 233(1965), p279.
- [12] Graf et Hornbogen
scripta. met., vol.12 (1978), p.147.
- [13] A. Erker, F. Roesh,
Man Forschungsheft, N° 14 (1968/69).
- [14] Z. Smarzynski et M. Gierzyneka
étude des phénomènes mis en jeu lors de la fatigue thermique des aciers,
revue de métallurgie, CIT, avril 1980.
- [15] Smar. Et Gier. M.
revue de métallurgie - CIT, avril 1980, pp319-326.
- [16] S. S. Manson
US. National Advisory Committee for Aeronautics, tech. note 2933, 1953

- [17] L. Kindbom
Arch. Eisenbuttenus, 1964, 35, p773.
- [19] P.G. Forrest et K.B. Armstrong
proc. Inst. mech. Engrs, 1961, p522.
- [18] D. Y. White
thermal stress and thermal fatigue, Butterworths, Landon, 1979, p3
- [20] T. Udoguch et Asada
J. soc. mater. scien. Japan, 14, N°137, 1965, pp152-157.
- [21] K. S. Sabharwal et R.V. Wolf
Giesser - Prax, 1972, 15, p259.
- [22] J. C. Benedyk, D. J. Moracz et J. F. Wallace
6th SDCE int. dic. casting congress, Cleveland, Ohio, 1970, p111.
- [23] C. G. Beck et A. T. Santanam
ASTM Eds., 1976, pp123 - 140.
- [24] F. Rezai-ARIA, L. Remy
Icm 4, Stockholm, Sweden, vol.1, 1983, p247
- [25] L. F. Coffin Jr.
An investigation of thermal stress fatigue as related to high temperature piping flexibility, ASME payer, 56 - A - 178, 1956.
- [26] L. F. Coffin Jr.
A study of cyclic-thermal stresses in ductile metal,
Trans. ASME, vol. 76, 1954, pp 931-950.
- [27] F. J. Clauss and J. W. Freeman,
thermal fatigue of ductile materials, Parts I and II, NASA technical note.
- [28] S. Malm et L. A. Norstrom
metal science, septembre 1979, pp 544 - 550.
- [29] H. S. Avery,
discussion of paper "cyclic temperature acceleration of strain in heat-resisting alloys", trans. ASM, vol. 30, 1942, pp1130 - 1133.
- [30] "fatigue des structures industrielles",
séries de transfert de technologie, 1988.

- [31] J. L. Chaboche
machine d'essai en L.C.F à haute température, ONERA
- [32] Lundberg and R. Sandstrom
*scan. Jour. Of met., 11(1982),
appl. Of low cycle fatigue data to thermal cracking, pp 85 - 104.*
- [33] R.W. Neu and Hussein SEHITOGLU, meta. Transf. Vol 20A :
thermomechanical fatigue, oxydation and creep
- [34] Shaw and Quarrell
JISI, 1957, 185, 10
- [35] Honeycombe, R.
metallurgy and materials science, edition 1982
- [36] Mehl and Hagel
progress in metal physics, 1956, 6, 74
- [37] Longmans
martensite: fundamentals and technology, edit. 1970
- [38] Speich
trans. met. soc. AIME, 1969, 245, 2553
- [39] Bain and Paxton
the alloying elements in steel, 2^{ème} édition, ASM, 1961
- [40] Irving and Pickering
JISI, 1960, 194, 137
- [41] Metals Handbook,
Edit. 1989, vol. 3, 'Tool steels', p 421, 427
by the *ASM Committee on tooling materials*
- [42] Techniques de l'Ingénieur
M330
- [43] P. Payson
The metallurgy of tool steels, edit. 1962
- [44] Metals Handbook,
Edit. 1989, vol. 8 - *mechanical testing*, p 69