

M0015/04A

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

ÉCOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

Département de Génie Mécanique

MÉMOIRE DE MAGISTER

Présenté par

SLAMANI Fateh

Ingénieur d'État en Génie Mécanique

Option : Construction Mécanique

مدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

Pour l'obtention du titre de

MAGISTER EN GÉNIE MÉCANIQUE

Option: Systèmes Mécaniques

Post Graduation Commune (ENP, EMP, UMBB, USTHB)

THÈME

**CARACTÉRISTIQUES DE FLUAGE - RELAXATION
D'UN ACIER À OUTILS DE TYPE Z 40 CSD 10 POUR
BOULONNERIE À CHAUD**

Soutenu le 23/06/2004 devant le jury composé de :

- Mr. S. RECHAK	Professeur - ENP	Président
- Mr. N. MESRATI	Professeur - ENP	Examineur
- Mr. M.A. BELOUHRANI	M.C - EMP	Examineur
- Mr. Dj. BRADAÏ	M.C - USTHB	Examineur
- Mr. K. NECIB	M.C - EMP	Rapporteur

- 2004 -

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

ÉCOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

Département de Génie Mécanique

MÉMOIRE DE MAGISTER

Présenté par

SLAMANI Fateh

Ingénieur d'État en Génie Mécanique

Option : Construction Mécanique

Pour l'obtention du titre de

MAGISTER EN GÉNIE MÉCANIQUE

Option: Systèmes Mécaniques

Post Graduation Commune (ENP, EMP, UMBB, USTHB)

THÈME

**CARACTÉRISTIQUES DE FLUAGE - RELAXATION
D'UN ACIER À OUTILS DE TYPE Z 40 CSD 10 POUR
BOULONNERIE À CHAUD**

Soutenu le 23/06/2004 devant le jury composé de :

- Mr. S. RECHAK	Professeur - ENP	Président
- Mr. N. MESRATI	Professeur - ENP	Examinateur
- Mr. M.A. BELOUHRANI	M.C - EMP	Examinateur
- Mr. Dj. BRADAÏ	M.C - USTHB	Examinateur
- Mr. K. NECIB	M.C - EMP	Rapporteur

ملخص :

الهدف من هذا البحث هو تحديد خصائص التشوه البطيء و الاسترخاء لصلب من نوع Z40CSD10 خاص بالمحارق الحرارية.

التمييز الخاص ببنية الصلب، مركز أساسا على الدراسة المجهرية و الميكروصلادة. جانب آخر من التمييز قد اخذ بعين الاعتبار، ذلك المتعلق بالاستجابة الحرارية- الميكانيكية للصلب تحت تأثيرات خاصة معينة. المقصود تجارب الشد (في الحالة الابتدائية، بعد المعالجة الحرارية)، تجارب التشوه البطيء و الاسترخاء تحت تأثير اجهادات مختلفة و / أو بتشوهات مقترحة مع حرارة مختارة حسب الاستعمالات المستقبلية للصلب.

النتائج الأساسية تبين تأثير المعالجات الحرارية و اجهادات التأثير (شد، تشوه بطيء، استرخاء) على بنية الصلب. مفاتيح : التشوه البطيء - الاسترخاء - صلب - المعالجات الحرارية - الميكروصلادة.

Résumé

Le présent travail porte sur les caractéristiques de fluage-relaxation d'un acier à outils de type Z40CSD10 pour boulonnerie à chaud.

La caractérisation a porté sur les éléments structuraux de l'acier, centrée principalement sur la métallographie et de la microdureté.

Un autre volet de la caractérisation a été considéré; il concerne la réponse « thermomécanique » de l'acier suite à des sollicitations particulières choisies. Il s'agit des essais de traction (à l'état de livraison, après traitements thermiques), de fluage et de relaxation à différentes contraintes et / ou à déformations imposées en corrélation avec la température ; choisie en fonction de l'emploi ultérieur du matériau.

Les principaux résultats montrent l'influence des traitements thermiques et des conditions de sollicitation (traction, fluage, relaxation) sur la microstructure.

Mots clés : Fluage - Relaxation - Acier à outils - traitements thermiques - Microdureté.

Abstract

This work concerns the characteristics of creep-relieving of a tool steel of the type Z40CSD10 for hot nuts and bolts.

The characterization related to the structural elements of the steel, centred mainly on metallography and of the microhardness.

Another shutter of the characterization was considered; it concerns the answer 'thermo-mechanical' of the steel following by the desired particular effects. It means the tensile tryings (with the delivery condition, after heat treatments), creep tests with various constraints and / or deformations imposed in correlation with the temperature; chosen according to the later use of material.

The principal results show the influence of the heat treatments and the requested conditions (tensile, creep, relieving) on the microstructure.

Key words: Creep - Relieving - Tool steel - heat treatments - Microhardness.

REMERCIEMENTS



Le présent travail a été réalisé au sein du laboratoire Génie des Matériaux de l'école Militaire Polytechnique sous la direction du lieutenant colonel Kamel. NECIB, Maître de conférences - Directeur du laboratoire, à qui j'exprime mes remerciements pour avoir accepté de diriger et de suivre cette étude avec bienveillance. Qu'il trouve ici l'expression de ma profonde gratitude pour son soutien constant et ses précieux conseils !

J'adresse mes sincères remerciements au commandant Abdelmalek BRITAH, Maître assistant chargé de cours (laboratoire génie des matériaux/E.M.P) pour sa contribution effective dans la réalisation de ce travail, ses précieux conseils et suggestions, comme n'oublie pas, en ce cadre, de remercier le colonel Abdelmadjid.HAMRANI (chef de l'UER MA) pour ses facilités durant le travail dans le laboratoire.

Que monsieur S.RECHAK (Professeur à l'E.N.P), trouve ici l'expression de ma profonde gratitude pour l'honneur qu'il me fait en présidant ce jury.

Que messieurs N.MESRATI (Professeur à l'E.N.P), le commandant M.A.BELOUHRANI (Maître de conférences à l'E.M.P), Dj.BRADAÏ (Maître de conférences ; Faculté de physique - U.S.T.H.B) et, M.LARIBI (Maître de conférences au département de Métallurgie - E.N.P) trouvent ici l'expression de ma profonde reconnaissance pour avoir accepté de se joindre à ce jury.

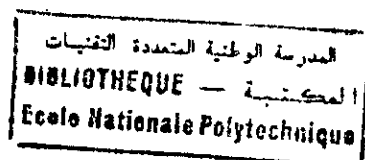
Je ne saurais oublier tous ce qui de près ou de loin ont contribué grandement à la concrétisation de cette poste-graduation commune « Systèmes mécaniques » ; en particulier Monsieur le général commandant l'EMP, Monsieur le directeur (ENP), Madame la rectrice (U. Boumerdès), Monsieur le recteur (USTHB), les membres du comité pédagogique de cette poste-graduation commune.

Enfin, je tiens à exprimer ma gratitude à mon fidèle collègue Djamel CHETOUANE pour tout le temps que nous avons passé ensemble, toute personne de près ou de loin a contribué dans la réalisation de ce présent travail.

NOTATIONS

Symbole	Signification
HRC	Dureté Rockwell
Hv _{moy}	Microdureté Vickers moyenne
α	Phase ferritique
γ	Phase austénitique
Ac ₁ (°C)	Point de transformation ferrite-austénite au chauffage
Ac ₃ (°C)	Point de fin de transformation ferrite-austénite au chauffage
M _s , M _f (°C)	Points de début et de fin de transformation de l'austénite en martensite
M ₅₀ , M ₉₀ (°C)	Respectivement températures correspondant à 50 et 90% de la transformation austénite - martensite
T _f (°C)	Température de fusion
ϵ	Déformation (%)
$\dot{\epsilon}$	Vitesse de déformation (h ⁻¹)
n	Coefficient de sensibilité à la contrainte en fluage
m	Coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation
σ_f	Résistance au fluage (MPa)
σ_r	Résistance à la rupture par fluage (MPa)
$\dot{\epsilon}_p$	Vitesse de déformation plastique de relaxation (h ⁻¹)
σ_0	Contrainte initiale dans le début de relaxation (MPa)
σ_s	Contrainte seuil de relaxation (MPa)

SOMMAIRE



Introduction	1
Chapitre I : Les aciers à outils	
I.1 Introduction	3
I.2 Eléments d'alliage.....	3
I.2.1 Le carbone	4
I.2.2 Elément carburigènes.....	4
I.2.2.1 Le chrome.....	5
I.2.2.2 Le molybdène	5
I.2.2.3 Le silicium.....	5
I.3 Distribution des éléments d'addition dans les aciers	6
I.4 Rôle des éléments d'addition dans le durcissement par solution solide.....	6
I.4.1 l'effet de taille.....	6
I.4.2 l'effet dit chimique.....	7
I.5 Influence des éléments d'alliage sur la position du domaine de température Ac_1	7
I.6 Influence des éléments d'addition sur la transformation martensitique.....	8
I.7 Distribution de chrome et de silicium dans la résistance à la corrosion à haute température.....	8
I.7.1 Influence de la teneur en chrome.....	8
I.7.2 Influence d'addition de silicium.....	9
I.8 Structure à l'état recuit des aciers à outils.....	9
I.8.1 Forme sous laquelle le chrome se trouve dans l'acier.....	10
I.8.2 Forme sous laquelle le molybdène se trouve dans l'acier.....	10
I.8.3 Le domaine de stabilité de carbures trouvés en présence de chrome, molybdène, tungstène....	10
I.9 Transformation martensitique.....	10
I.10 Revenu des aciers contenant du chrome et du molybdène.....	12
I.10.1 Revenu des aciers contenant du chrome.....	12
I.10.2 Revenu des aciers contenant du molybdène.....	12
I.11 Classification des aciers à outils.....	13
I.11.1 les aciers pour travail à froid.....	13
I.11.2 Les aciers pour travail à chaud.....	13
I.11.3 Les aciers de coupe rapide.....	14
I.12 Conclusion	14
Chapitre II : Le phénomène de Fluage – Relaxation	
II.1 Introduction.....	15
II.2 Forme des courbes de fluage $\epsilon(t)$ observées.....	15
II.2.1 Fluage logarithmique.....	16
II.2.2 Fluage restauration.....	16
II.2.3 Le fluage Nabarro.....	17
II.2.4 Le fluage sigmoïdal.....	18
II.3 Mécanisme de fluage.....	18
II.3.1 Mécanismes à basses températures.....	18
II.3.2 Mécanismes à hautes températures.....	18
II.4 Descriptions mathématiques du fluage et lois de comportement.....	19
II.4.1 Variation de \mathcal{E} et de $\dot{\mathcal{E}}$ avec le temps.....	19
II.4.2 Variation de $\dot{\mathcal{E}}$ avec la température.....	20

II.4.3	Variation de ε avec la contrainte.....	21
II.4.3.1	Cas des faibles contraintes.....	21
II.4.3.2	Cas des fortes contraintes.....	21
II.4.4	Coefficient de sensibilité à la contrainte et à la vitesse de déformation.....	22
II.5	Rupture par fluage.....	23
II.5.1	La cavitation dans le fluage.....	24
II.6	La résistance des matériaux au fluage.....	25
II.6.1	Détermination de la résistance au fluage σ_f	25
II.6.2	Méthodes de détermination de la résistance à la rupture par fluage (Durée de vie).....	26
II.7	Facteurs dont dépend la résistance au fluage.....	27
II.8	La relaxation.....	30
II.8.1	Définition.....	30
II.8.2	Essai de relaxation.....	30
II.8.3	Courbes de relaxation.....	31
II.8.3.1	Courbe contrainte en fonction du temps.....	31
II.8.3.2	Courbe vitesse de déformation plastique en fonction de la contrainte.....	32
II.8.4	Influence des paramètres mécaniques sur le comportement en relaxation.....	32
II.8.5	Mécanisme de la relaxation isotherme.....	33
II.8.6	Descriptions mathématiques.....	33
II.8.6.1	Les différentes formules utilisées pour représenter la courbe de relaxation.....	33
II.8.7	Méthode d'extrapolation relaxation – fluage.....	33
II.8.7.1	Détermination des vitesses de fluage secondaire pour différentes contraintes à partir de la courbe de relaxation.....	34
II.9	Conclusion.....	34

Chapitre III. Procédures expérimentales et résultats

III.1	Matériau étudié.....	35
III.2	Préparation des échantillons.....	36
III.3	Caractérisation métallographique.....	37
III.3.1	Microscopie optique.....	37
III.3.1.1	Microstructure de l'acier à l'état de livraison.....	37
III.3.1.2	Microstructure après traitement de trempe.....	38
III.3.1.3	Microstructure de l'acier après traitement de revenu.....	38
III.4	Caractérisation mécanique.....	39
III.4.1	Essai de microdureté.....	39
III.4.2	Réalisation des éprouvettes.....	40
III.4.3	Essai de traction.....	41
III.4.3.1	Influence de la vitesse de déformation.....	42
III.4.3.2	Influence du traitement thermique.....	43
III.5	Essai de fluage.....	43
III.5.1	Principe.....	43
III.5.2	Appareillage.....	43
III.5.3	Résultats.....	44
III.5.3.1	Influence de la contrainte.....	45
III.5.3.2	Influence de la température.....	46
III.5.3.3	Détermination de la résistance à la rupture par fluage.....	48
III.5.4	Métallographie de l'acier après l'essai de fluage.....	49
III.5.4.1	Examen des faciès de rupture.....	50
III.6	Essai de relaxation.....	51

Conclusion et perspectives.....	56
Bibliographie.....	58
Annexes	

LISTE DES FIGURES

• *Chapitre I. Les aciers à outils*

<i>Figure I.1</i>	Dureté Rockwel C de la martensite (dureté maximale de l'acier) en fonction du taux de carbone	4
<i>Figure I.2</i>	Influence des éléments d'addition sur le durcissement de solution solide	7
<i>Figure I.3</i>	Influence des éléments d'alliage sur la position du domaine de température A_{c1}	7
<i>Figure I.4</i>	Effet du carbone sur les températures de début et de fin de transformation martensitique, M_s et M_f	8
<i>Figure I.5</i>	Influence de la teneur en chrome des aciers sur leur résistance à l'oxydation dans l'air, à haute température	9
<i>Figure I.6</i>	Influence du Silicium sur la résistance à l'oxydation à 800 et 900°C de l'acier à 6% C, 0.5% Mo et 0.15% de carbone	9
<i>Figure I.7</i>	Représentation schématique du déplacement des atomes lors de la formation de la martensite	11
<i>Figure I.8</i>	Déformation de l'octaèdre austénitique en octaèdre martensitique	11

• *Chapitre II. Le phénomène de fluage - relaxation*

<i>Figure II.1</i>	Courbes de fluage typiques	15
<i>Figure II.2</i>	Aluminium très pur déformé par fluage sous la même contrainte à trois températures différentes	16
<i>Figure II.3</i>	Répartition de la déformation longitudinale le long de l'éprouvette	17
<i>Figure II.4</i>	Représentation schématique du fluage sigmoïdal	18
<i>Figure II.5</i>	Schéma d'une structure cellulaire	19
<i>Figure II.6</i>	Courbe d'Arrhenius	20
<i>Figure II.7</i>	Courbe de fluage $\lg \dot{\epsilon} = f(\lg \sigma)$	21
<i>Figure II.8</i>	Domaine superplastique	23
<i>Figure II.9</i>	Type de rupture selon la contrainte et la température	23
<i>Figure II.10</i>	Mécanisme de cavitation intergranulaire	24
<i>Figure II.11</i>	Coalescence des cavités le long des joints de grain	24
<i>Figure II.12</i>	Effet de contournement des précipités par les dislocations	28
<i>Figure II.13</i>	a) Mécanisme de cisaillement de précipités, b) Cisaillement de précipités dans un superalliage à base de nickel	29
<i>Figure II.14</i>	Essai de relaxation isotherme	30
<i>Figure II.15</i>	Discontinuité de vitesse de déformation totale entre la mise en charge et la relaxation	31
<i>Figure II.16</i>	Représentation d'une courbe de relaxation	32
<i>Figure II.17</i>	Schéma type des courbes de relaxation	32

• *Chapitre III. Procédures expérimentales et résultats*

<i>Figure III.1</i>	Organigramme présentant les étapes expérimentales adoptées	35
<i>Figure III.2</i>	Micrographie optique de l'acier à l'état de livraison	37
<i>Figure III.3</i>	Structure martensitique de l'acier après traitement de trempe	38
<i>Figure III.4</i>	Structure micrographique de l'acier après (trempe + revenu)	39
<i>Figure III.5</i>	Empreinte	39
<i>Figure III.6</i>	Évolution de la microdureté pour différents états de l'acier Z40CSD10	40
<i>Figure III.7</i>	Essai de traction à l'ambiante pour différentes vitesses de déformation ; état de livraison	41

Figure III.8	Essai de traction à l'ambiante pour différentes vitesses de déformation ; état traité	41
Figure III.9	Courbe de fluage pour un essai mené à une contrainte de 600 MPa et température de 500 °C	44
Figure III.10	Courbe de fluage pour un essai mené à une contrainte de 650 MPa et température de 500 °C	44
Figure III.11	Détermination expérimentale du coefficient de sensibilité à la contrainte	46
Figure III.12	Diagramme de fluage pour une éprouvette subit une contrainte de 600 MPa	47
Figure III.13	Diagramme de fluage pour une éprouvette subit une contrainte de 650 MPa	47
Figure III.14	Résistance à la rupture par fluage de l'acier Z40CSD10 pour une température de 500°C	49
Figure III.15	Micrographie optique du matériau après un essai de fluage sous une contrainte de 600Mpa et une température de 500°C	49
Figure III.16	Examen par microscopie électronique à balayage du fût de l'éprouvette	50
Figure III.17	Faciès de rupture après un essai de fluage à une contrainte de 600Mpa et une température de 500°C	50
Figure III.18	Évolution de la contrainte en fonction de la déformation pour un essai de relaxation à une température de 500°C et déformation initiale 2.3 %	51
Figure III.19	Évolution de la contrainte au cours du temps pour un essai de relaxation à une température de 500°C et déformation initiale 2.3 %	51
Figure III.20	Évolution de la vitesse de déformation plastique en fonction du niveau de contrainte pour un essai de relaxation à une température de 500°C et déformation initiale 2.3%	52
Figure III.21	Réponse d'un essai de fluage lancé après un essai de relaxation	52
Figure III.22	Évolution de la contrainte en fonction de la déformation pour un essai de relaxation à une température T= 400°C	53
Figure III.23	Relaxation de contrainte au cours du temps pour un essai mené à une température T= 400°C	53
Figure III.24	Vitesse de déformation plastique de relaxation en fonction de contrainte pour un essai mené à une température T= 400°C	54

LISTE DES TABLEAUX

• *Chapitre III. Procédures expérimentales et résultats*

Tableau III.1	Désignation de l'acier	36
Tableau III.2	Composition chimique de l'acier Z40CSD10	36
Tableau III.3	Données relatives aux traitements thermiques de l'acier Z40CSD10	36
Tableau III.4	Variation de la taille de grain selon l'état du matériau	39
Tableau III.5	Microdureté moyenne pour différents états de l'acier Z40CSD10	40
Tableau III.6	Grandeurs fondamentales relatives à l'essai de traction	42

INTRODUCTION

Les aciers à outils sont utilisés, comme leur nom l'indique, dans tous les problèmes de mise en forme des matériaux au sens le plus large ou encore, pour la fabrication de composants travaillant à chaud, principalement dans les domaines de l'énergie.

Dans un certain nombre d'applications, on exige aux matériaux de supporter des charges ou contraintes pendant de longues périodes. Dans de telles conditions, le matériau peut subir une déformation progressive.

La déformation d'un matériau induite pendant le maintien constant de la température et de la contrainte est appelée fluage. Cette déformation est de nature viscoplastique et dépendante du temps de maintien. Elle est activée thermiquement, c'est-à-dire que de faibles variations de température entraînent des variations importantes de la vitesse de déformation.

Pour les alliages métalliques, le fluage n'intervient de façon importante qu'à des températures relativement élevées. Ainsi, le fluage est négligeable pour les alliages utilisés dans la réalisation de structures telles que les ponts ou les navires. Ce n'est pas le cas pour les cuves de centrales nucléaires devant fonctionner de nombreuses années à des températures élevées (le plus souvent supérieures à 400 °C).

L'étude du phénomène du fluage revêt un intérêt tout particulier dans le domaine d'utilisation des matériaux à chaud telles que les turbines à gaz, les centrales à vapeur, la boulonnerie à chaud...etc. Le fluage par conséquent joue un rôle prépondérant et peut être le facteur essentiel limitant la durée de vie d'une structure.

Les progrès techniques, dans cette voie, dépendent alors des perfectionnements apportés aux matériaux du point de vue de leur résistance au fluage ou de la mise au point de matériaux nouveaux plus résistants.

Par ailleurs, la relaxation représente un cas particulier du phénomène de fluage ; elle est caractérisée par la décroissance de la contrainte en fonction du temps quand une déformation constante est imposée après chargement.

Les caractéristiques de relaxation d'un matériau peuvent être utilisées directement pour connaître après serrage d'un boulon, la contrainte rémanente de fixation après un temps donné à une température de service.

Pour maintenir et garantir un niveau de résistance minimale de pièces assemblées par boulonnage fonctionnant à chaud, il est nécessaire d'effectuer périodiquement un resserrage car la contrainte initiale de serrage se relaxe avec le temps.

Les essais de relaxations permettent de connaître le temps conduisant à un niveau de contrainte à partir duquel un resserrage est à réaliser ou encore de connaître la périodicité du resserrage.

L'objectif de cette étude s'inscrit dans ce contexte ; il s'agit d'établir les Caractéristiques de Fluage - Relaxation d'un Acier à Outils de type Z 40 CSD 10 destiné à la boulonnerie à chaud.

Outre cette introduction et la conclusion, ce mémoire se présente en trois chapitres et des annexes :

- Un premier chapitre est consacré aux concepts bibliographiques régissant la métallurgie des aciers à outils ; des rappels sur les transformations de phases et les caractéristiques mécaniques et thermiques sont donnés en corrélation avec les teneurs en éléments d'alliage et les traitements thermiques adoptés,
- Le deuxième chapitre se propose de présenter une étude non exhaustive des phénomènes de fluage et de relaxation. Le comportement thermomécanique sous sollicitations choisies (température ; contrainte appliquée) est mis en évidence en corrélation avec des concepts mathématiques et des méthodes d'extrapolation jusque là établis,
- Le troisième chapitre du mémoire est volontairement consacrée à la présentation des approches expérimentales adoptées pour cette étude et des principaux résultats obtenus ; des liens entre les deux approches sont établis. Les résultats sont discutés au fur et à mesure de leur présentation et, parfois, confrontés à ceux de la bibliographie.

CHAPITRE I

Les aciers à outils

CHAPITRE I

LES ACIERS À OUTILS

I.1. Introduction

Compris au sens le plus large, les aciers à outils sont destinés à travailler par contact, sous contraintes mécaniques (le cas échéant thermique) habituellement élevées et de manière prolongée et répétitive. En outre, malgré l'intensité de ces sollicitations, on attend des pièces réalisées en aciers à outils, qu'elles résistent au mieux à toute altération géométrique, qu'il s'agisse d'arêtes de coupe, de faces de frappe, d'empreintes de moule, ...

Le caractère essentiel à l'ensemble des aciers à outils se retrouve dans la présence d'une précipitation dense de carbures le plus souvent fortement alliés en éléments carburigènes. Cette caractéristique est directement en rapport avec les valeurs d'usage : caractéristique de résistance à l'usure au contact, renforcées par la densité de distribution des carbures et leurs duretés très élevées liées à leur charge en élément carburigènes, charge qui contribue également à leur stabilité en température et par conséquent à la bonne tenue thermique de l'acier, le cas échéant.

En terme d'analyse ceci se concrétise par la conjonction :

- de la teneur élevée en carbone : typiquement de 0.4 à 2%,
- des teneurs élevées en éléments carburigènes : Cr, Mo, W, V, Nb, Co, ... L'éventail des variations de teneurs respectives de ces éléments carburigènes, ainsi que la présence complémentaire d'éléments contribuant à la ténacité (Nickel, dans certains cas le silicium) est à l'origine de l'extrême variété des nuances d'aciers à outils [1].

I.2. Eléments d'alliage

Lors des opérations de mise en forme, avec ou sans enlèvement de copeaux, les outils sont soumis à des sollicitations extrêmement complexes et les propriétés requises au niveau des aciers pour de tels emplois sont les suivantes :

- une **grande dureté**, pour résister aux déformations généralisées ou localisées de la surface lors de travail par enfoncement ou, par cisaillement du métal ou, par pénétration dans ce dernier pour en enlever une partie sous forme de copeaux ; suivant l'emploi auquel est destiné l'outil (travail à froid ou à chaud), on attache plus ou moins d'importance au fait que la dureté persiste lorsque l'acier est porté à température élevée,
- une **bonne résistance à l'usure**, c'est à dire la résistance à l'arrachement de particules lors du frottement contre une autre surface,
- une **absence de fragilité**, notamment dans les emplois pour lesquels l'outil soumis à des chocs fréquents,
- une **bonne résistance aux chocs thermiques**, surtout dans les aciers pour moules, les outillages de forge et les cylindres de laminage à chaud qui sont soumis à des changements de température brusques et répétés,

- une bonne **trempeabilité** pour que la structure soit homogène sur de très grande épaisseur après le traitement thermique de trempé. Cette dernière propriété doit être complétée par une résistance convenable à la surchauffe et au grossissement du grain.

Cet ensemble de caractéristiques peut être atteint si l'on ajoute à l'acier au carbone un certain nombre d'éléments d'alliage [2].

I.2.1. Le carbone

Ayant un point de fusion de 3540 °C, c'est l'élément essentiel pour durcir l'acier. À titre d'illustration, la figure I.1 montre la variation de la dureté HRC en fonction de la teneur en carbone d'un acier non allié après transformation martensitique.

Au-delà de 0.6% de carbone, on atteint la zone des aciers à outils caractérisée par de hauts niveaux de dureté correspondant au domaine des aciers de travail à froid et des aciers de coupe rapide.

Il faut noter que l'augmentation progressive de la teneur en carbone conduit à un abaissement de la température du *liquidus* et du *solidus* et, par voie de conséquence, à une réduction des domaines de température correspondant à la transformation à chaud et au traitement thermique. [2].

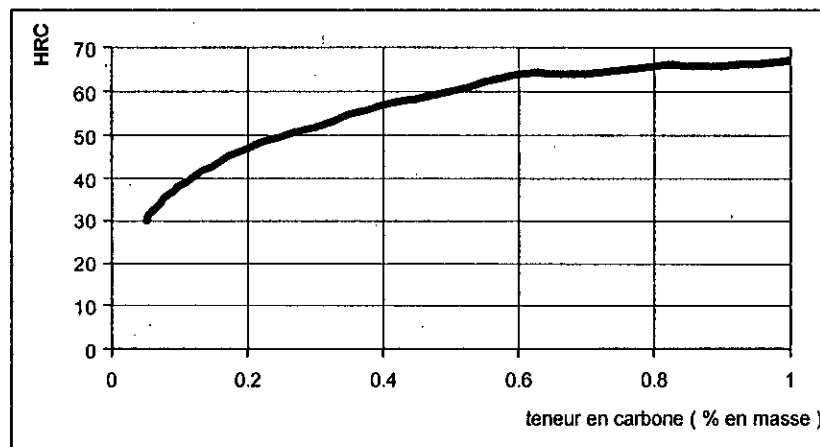


Figure I.1. Dureté Rockwell C de la martensite (dureté maximale possible de l'acier) en fonction du taux de carbone [2].

I.2.2. Éléments carburigènes

Les éléments carburigènes tels que le chrome, le tungstène, le molybdène et le vanadium, ajoutés séparément ou conjointement à l'acier au carbone, ont des influences communes sur le comportement de cet acier.

Nous parlerons ici, des éléments principaux qui constituent notre acier à étudier (Z40CSD10) c'est à dire, le chrome, le molybdène.

I.2.2.1. Le chrome

Ayant un point de fusion de 1920 °C, cet élément est utilisé dans la plupart des aciers à outils en quantité allant de 0.5 à 17%. Cet élément joue un rôle essentiel dans l'augmentation de la trempeabilité et rend l'acier trempable à l'huile et à l'air.

Les aciers à 5% de chrome ont notamment été développés pour les outillages fonctionnant à des températures élevées. Bien qu'ayant un pouvoir carburigène inférieur à celui du tungstène, il forme des carbures du type M_7C_3 qui participent à la résistance à l'abrasion et s'opposent au grossissement du grain lors de l'austénitisation. Il provoque, par ailleurs, un certain retard à l'adoucissement lors du revenu, ce qui améliore la résistance à chaud. Il entraîne également une très forte réduction de l'oxydation à haute température. [2]

1.2.2.2. Le molybdène

Ayant un point de fusion de 2622 °C, cet élément a un comportement analogue à celui du tungstène ; il est très carburigène et se substitue au tungstène dans la proportion massique de 1.6 à 2% pour 1% de molybdène. La vitesse de diffusion de cet élément dans le fer est quatre fois supérieure à celle du tungstène ; ce qui entraîne une moins grande sensibilité de cet élément en ségrégation.

Les aciers au molybdène présentent, par rapport aux aciers au tungstène, un certain nombre d'avantages et d'inconvénients [2]:

- **Avantages** : meilleure ductilité et densité plus faible ; mise en solution plus facile des carbures de molybdène,
- **Inconvénients** : plus grande sensibilité à la décarburation et au phénomène d'oxydation catastrophique pour des maintiens entre 1000 et 1100 °C, plus grande sensibilité au phénomène de surchauffe, d'où réduction de la fourchette de température de tremp.

1.2.2.3. Le silicium

Ayant un point de fusion de 1414 °C, il se trouve dans tous les aciers à outils à une teneur voisine de 0.3%, car il est utilisé comme désoxydant dans l'acier liquide final. En fait, des études récentes ont montré qu'il pouvait être avantageux d'augmenter sa teneur jusqu'aux environs de 1% pour plusieurs raisons [2, 3]:

- réduction de la sensibilité à l'oxydation catastrophique entre 1000 et 1100 °C pouvant contrebalancer les influences néfastes du molybdène,
- réduction des ségrégations de carbures par suite d'une diminution de l'intervalle de solidification,
- augmentation de la trempabilité avec des éléments comme le molybdène,
- augmentation de la dureté et de la résistance à l'adoucissement dans le domaine de température de revenu 150 - 300 °C,
- diminution de la stabilité des carbures M_2C que l'on trouve à l'état brut de coulée dans certains aciers rapides riches en molybdène et qui peuvent substituer après transformation à chaud, ce qui entraîne une plus grande fragilité du métal.

Une augmentation de la teneur en silicium augmente très légèrement la température de début de solidification du liquide eutectique en austénite et graphite, mais diminue considérablement sa teneur en carbone. Les températures de transformation, au refroidissement (A_{r1}) et chauffage (A_{c3}) sont augmentées par une addition de silicium [4].

La ferrite au silicium est sensiblement plus dure que la ferrite sans silicium, aussi l'acier au silicium est-il volontiers fragile. Pour contrebalancer cet inconvénient, on doit ajouter certains éléments d'alliage comme, le chrome, le manganèse...[3].

I.3. Distribution des éléments 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 d'un élément fortement carburigène, comme le vanadium, 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,... qui entrent en solutions solides dans la ferrite. Leurs 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 thermodynamiquement plus stables que la cémentite, parmi les quels on trouve le Mn, Cr, Mo, V, Ti, W, 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 [5].

I.4. Rôle des éléments d'addition dans le durcissement par solution solide

Dans un acier, les atomes étrangers de la solution solide peuvent être placés soit en substitution (cas du : chrome, molybdène, vanadium, aluminium) soit en insertion (cas du carbone, azote, bore, hydrogène, oxygène...).

La présence des atomes étrangers entraîne l'apparition d'une force de freinage due à l'interaction de ces atomes avec les dislocations. Cette interaction a pour origine [6]:

- Un effet de taille
- Un effet dit chimique

I.4.1. L'effet de taille

Les solutés ayant un grand effet durcissant sont en général ceux dont le rayon atomique est le plus différent de la matrice. Le durcissement est maximum dans le cas des interstitiels, carbone et azote, dont le rayon atomique est très différent de celui de la matrice. La figure 1.2 présente cet effet.

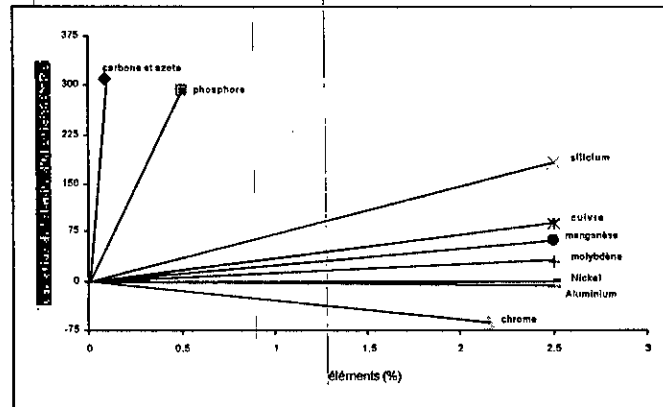


Figure I.2. Influence des éléments d'addition sur le durcissement de solution solide [6].

I.4.2. L'effet dit «chimique»

Il résulte d'une interaction soluté solvant faisant intervenir le type de liaisons entre les atomes : métallique, ionique ou covalente. Le dernier cas correspond au durcissement maximum (cas des carbures, nitrures).

L'intensité du champ de contraintes autour des atomes étrangers est d'autant plus grande que les différences entre les rayons atomiques sont grandes et les affinités interatomiques élevées.

I.5. Influence des éléments d'alliage sur la position du domaine de température A_{c1}

D'une manière générale, les éléments d'alliage modifient la forme du diagramme Fer-Carbone ; les éléments alphas, favorables à la formation de la ferrite (Chrome, Molybdène, Tungstène, Vanadium, Silicium, Aluminium), réduisent de façon importante le domaine des teneurs en carbone et l'intervalle de température qui correspondent à l'austénite pur. A titre d'exemple, 8% de molybdène ou 20% de chrome éliminent le domaine de l'austénite. Tous ces éléments tendent à élever les points de transformation ferrite - austénite. Par contre, les éléments gammagènes, favorables à la formation d'austénite au chauffage, tels que le manganèse et le nickel, tendent à abaisser les points de transformation, cet effet est illustré dans la figure I.3.

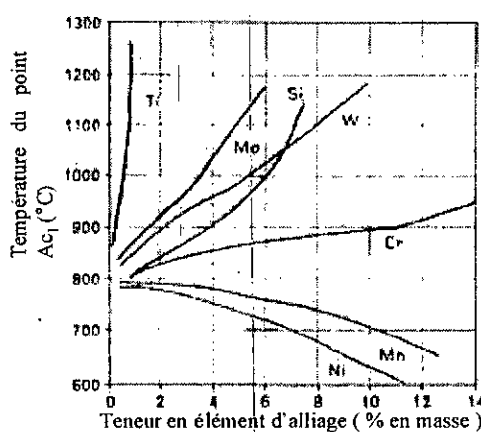


Figure I.3. Influence des éléments d'alliage sur la position du domaine de température A_{c1} [2]. Avec A_{c1} : point de transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ au chauffage.

Remarque : le vanadium a, sur les points de transformation de l'acier, une action voisine de celle du titane.

I.6. Influence des éléments d'addition sur la transformation martensitique

Pratiquement tous les éléments dissous dans l'austénite abaissent la température M_s (point début de transformation martensitique), 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 I.4 montre qu'une composition à 1%C diminue la valeur de 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 ou encore austénite résiduelle.

L'effet relatif des autres éléments d'addition est symbolisé par la relation empirique d'Andrews [5]:

$$M_s(^{\circ}\text{C}) = 539 - 423 (\%C) - 30.4 (\%Mn) - 17.7 (\%Ni) - 12.1 (\%Cr) - 7.5 (\%Mo)$$

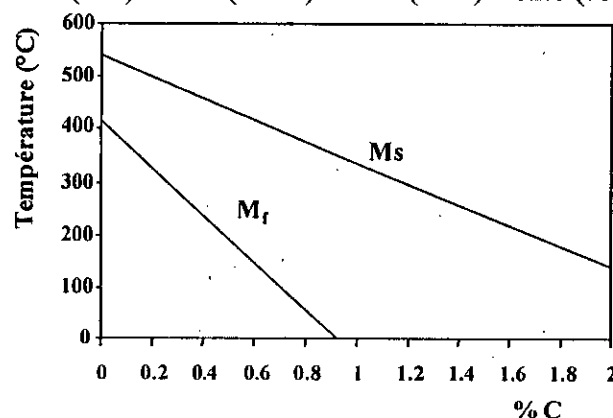


Figure I.4. Effet du carbone sur les températures de début et de fin de transformation martensitique, M_s et M_f [5].

I.7. Distribution du Chrome et de Silicium dans la résistance à la corrosion à haute température

I.7.1. Influence de la teneur en chrome

La résistance des aciers à outils à l'oxydation à haute température est due à la présence d'une couche protectrice d'oxyde très riche en chrome, voisin de la forme Cr_2O_3 . La formation de ces oxydes a pour effet d'appauvrir en chrome le métal voisin et, bien que la diffusion des cations soit très lente à travers les couches d'oxyde formées, une dilution de cette couche par les atomes de fer aura lieu si l'appauvrissement en chrome de l'interface métal - oxyde abaisse sa teneur au-dessous d'une valeur critique. On conçoit qu'une teneur élevée en chrome de l'alliage contribue à maintenir ou à dépasser cette limite.

On peut donc dire que la résistance des aciers réfractaires dans l'air à haute température sera d'autant meilleure que la teneur en chrome sera plus élevée (Figure I.5) [7].

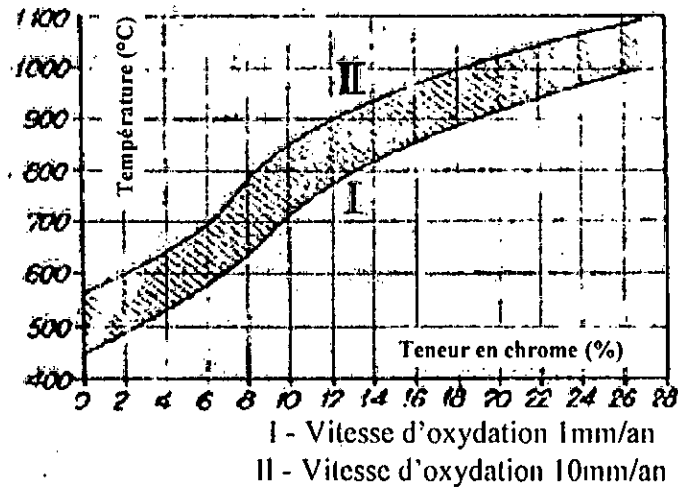


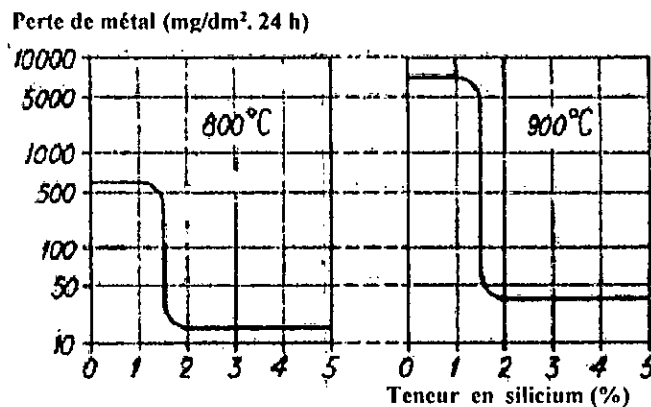
Figure I.5. Influence de la teneur en chrome des aciers sur leur résistance à l'oxydation dans l'air, à haute température [7].

I.7.2. Influence d'addition de silicium

L'addition de silicium dans un acier au chrome élargit son domaine d'utilisation. La figure I.6 illustre ainsi l'action du silicium sur la résistance à 800 et 900°C des aciers à 6% de chrome.

La teneur en silicium nécessaire pour apporter une amélioration sensible est voisine de 2%, il existe ainsi une teneur critique au-dessous de laquelle cette addition est sans effet.

Le chrome, le silicium, sont parmi les éléments essentiels de tous les alliages réfractaires industriels[7].



En ordonnées la perte de métal correspond à la couche d'oxyde, enlevée par décapage.

Figure I.6. Influence du silicium sur la résistance à l'oxydation à 800 et 900°C de l'acier à 6% de chrome, 0.5% de molybdène et 0.15% de carbone [7].

I.8. Structure à l'état recuit des aciers à outils

Après transformation à chaud des lingots qui se traduit, dans le cas des aciers lédéburitique, par une déformation du réseau de carbures eutectiques et par la formation d'amas de plus ou moins grande envergure, les produits subissent un traitement de recuit dont le but est de donner à l'acier une structure et un niveau d'adoucissement tels que sa mise en œuvre soit plus aisée. 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'alliage de ces derniers [2].

I.8.1. Forme sous laquelle le chrome se trouve dans l'acier

En présence de chrome, la structure de solidification n'est que très peu modifiée à celle-ci d'alliage binaire (Fe - C) lorsque la teneur en cet élément est inférieure ou égale à 6 %. Le chrome est retenu en solution dans le fer α comme dans le fer γ .

Outre la cémentite, dans laquelle il substitue partiellement au fer, il donne dans les aciers plusieurs autres carbures.

Le carbure Cr_7C_3 ou $(\text{Fe}, \text{Cr})_7\text{C}_3$ se rencontre au-delà de 2%Cr ; il se dissout dans l'austénite dès 900°C, mais en présence de ferrite peut subsister jusqu'à sa fusion à 1250°C.

Le carbure Cr_{23}C_6 ou $(\text{Fe}, \text{Cr})_{23}\text{C}_6$, cristallise en système cubique ; il se dissout dans l'austénite au-dessus de 900°C, mais en présence de ferrite subsiste jusqu'à sa fusion 1300°C [3].

I.8.2. Forme sous laquelle le molybdène se trouve dans l'acier

Le molybdène est retenu en solution dans le fer α comme dans le fer γ jusqu'à une limite qui, pour ce dernier, est de l'ordre de 6% à l'ambiante. En présence de carbone, on observe des carbures, simples ou doubles [3].

L'évolution des phases et des différents types de carbures en équilibre en fonction des taux de carbone est montrée dans les deux Figures (1 et 2 dans l'annexe 4), qui représentent respectivement des coupes isothermes des diagrammes Fer-Chrome-Carbone et Fer-Molybdène-Carbone.

I.8.3. Le domaine de stabilité de carbures trouvés en présence de Chrome, molybdène et tungstène

En présence de chrome, de Molybdène et, de tungstène, les différents types de carbures que l'on peut rencontrer à l'état recuit peuvent être estimés d'après la coupe isotherme à 700°C du diagramme quaternaire fer - (tungstène + Molybdène) - Chrome - Carbone (Annexe-5).

De ce diagramme il est à noter que :

- le domaine de stabilité du carbure M_{23}C_6 est considérablement élargi en présence de chrome,
- lorsque la teneur en carbone croît, le carbure M_{23}C_6 est remplacé par le carbure M_7C_3 ,
- lorsque la teneur en tungstène ou en molybdène croît, le carbure molybdène croît, le carbure M_{23}C_6 est remplacé par M_6C ,
- il n'est pas possible d'obtenir, même dans les aciers hautement chargés en tungstène et en molybdène, les carbures de type MC que l'on rencontre dans les métaux durs obtenus par métallurgie des poudres, ce carbure peut apparaître dans l'acier en présence de vanadium dont l'élément M est constitué essentiellement par le vanadium avec un peu de Fer ou de tungstène lorsque cet élément est ajouté à l'acier [2].

I.9. Transformation martensitique

Pour la pratique industrielle, l'expérience montre qu'en général, l'amélioration maximale des propriétés de l'acier correspond à la réalisation de l'état *martensitique* [8]. Il s'agit de la transformation d'une phase de même composition, qui s'effectue *sans diffusion*.

La figure I.7 est une représentation schématique du déplacement des atomes dans la formation d'une plaquette martensitique à partir de l'austénite; Chaque atome s'est déplacé parallèlement au plan cristallographique de trace xy et selon la direction xy , d'une longueur proportionnelle à sa distance au plan. La transformation se fait par cisaillement de l'austénite et se produit avec augmentation de volume. Cette augmentation de volume crée des contraintes de compression fortes qui stabilisent l'austénite, d'où l'existence de l'austénite résiduelle dont l'influence sur les propriétés sera présentée plus loin. La région martensitique ayant une épaisseur limitée se présente sous forme lenticulaire ou de lamelles ou d'aiguilles[8, 9].

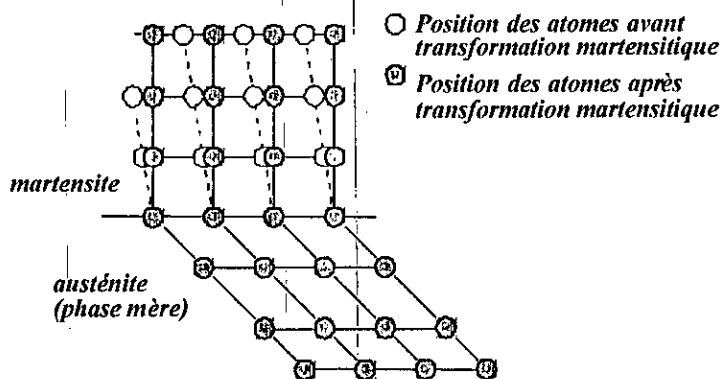


Figure I.7. Représentation schématique du déplacement des atomes lors de la formation de la martensite [8].

La formation de cette martensite peut être induite soit :

- par refroidissement depuis le domaine γ au-dessous d'une certaine température M_s (point de début de transformation martensitique),
- soit par déformation plastique à plus ou moins basse température.

On peut ainsi définir soit une température de début de transformation martensitique d'origine thermique, soit une température M_i de transformation martensitique induite par déformation plastique.

Dans l'austénite, le carbone est en insertion, (figure I.8), dans les interstices octaédriques du réseau c.f.c du Fer- γ . Chaque atome de carbone est entouré par 6 atomes de fer qui forment donc un octaèdre régulier. Pour la martensite, l'octaèdre est non régulier ; il est fortement aplati parallèlement à l'axe quaternaire [10].

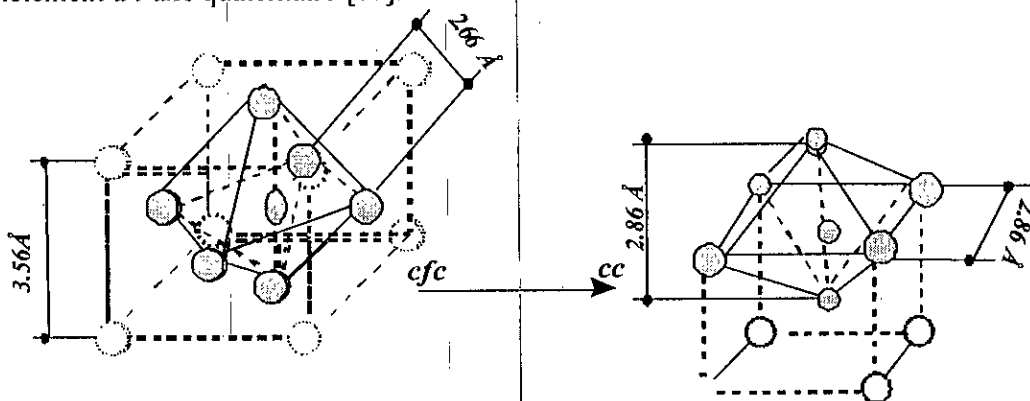


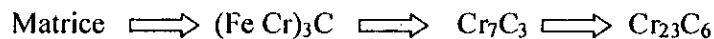
Figure I.8. Déformation de l'octaèdre austénitique en octaèdre martensitique.
 Remarque : La plupart des transformations martensitiques sont réversibles au chauffage.

I.10. Revenu des aciers contenant du chrome et du molybdène

I.10.1. Revenu des aciers contenant du Chrome

Ils peuvent s'agir d'un simple revenu effectué à basse température qui restaure la ductilité de la martensite sans provoquer de modification structurale ou d'un revenu à plus haute température qui provoque à la fois la précipitation de carbures à partir de la martensite et la décomposition de l'austénite résiduelle. Ce revenu peut conduire à un durcissement secondaire.

Dans les aciers au chrome, la séquence des carbures apparaissant pour des revenus à des températures de plus en plus élevées est la 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 le taux en chrome dépasse 1% pour 0.2 %C.

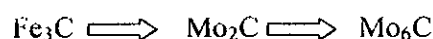
Jusqu'à 4%Cr, la transformation de Fe_3C en Cr_7C_3 se fait par germination aux interfaces Fe_3C /Ferrite. Les pics de durcissement secondaire, voire (Annexe 2), n'apparaissent qu'à des compositions supérieures à 9%Cr et sont associés à la précipitation du Cr_7C_3 .

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 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 et sur les frontières des lamelles ferritiques. La croissance du carbure Cr_{23}C_6 se fait au dépens du Cr_7C_3 qui peut disparaître complètement. 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 pour maintenir une structure fine et dispersée en carbures Cr_7C_3 dans l'intervalle de températures 550 – 650°C [5, 11, 9].

I.10.2. Revenu des aciers contenant du 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 revenu de 25 heures à 550°C (Annexe 2) 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 équiaxes et des particules Mo_2C coalescées aux joints des grains.

Pour des compositions plus faibles en molybdène, 0.5 à 2%, deux autres carbures intermédiaires apparaissent durant la précipitation : la forme cubique complexe Mo_{23}C_6 et la forme orthorhombique Mo_aC_b qui est probablement du Fe_2MoC [5, 11].

I.11. Classification des aciers à outils

La présente norme internationale spécifie les qualités des aciers à outils suivantes [12]:

- Aciers à outils non alliés pour travail à froid.....(classe 1)
- Aciers à outils alliés pour travail à froid (classe 2)
- Aciers à outils alliés pour travail à chaud.....(classe 3)
- Aciers rapides.....(classe 4)

I.11.1. Les aciers pour travail à froid ($T < 250^\circ\text{C}$)

On demande à la fois à ces aciers une dureté très élevée accessible par un revenu à température modérée et une excellente résistance à l'usure. Suivant les utilisations, on sacrifie sensiblement la dureté et la résistance à l'usure pour une meilleure ténacité dans le cas des outils soumis à des chocs. Dans cette catégorie, on distingue :

- des aciers résistants aux chocs, présentant pour cette raison une teneur en carbone limitée (0.40 % - 0.60%) et alliés en silicium ou en nickel,
- des aciers plus carburés et résistants à l'usure caractérisés par des teneurs en carbone voisines de 1% et comportant des éléments tels que Cr, W, Mo ou V,
- des aciers lédéburitiques, contenant de gros carbures primaires formés dès l'état liquide ou pâteux du fait de teneurs élevées en carbone ($> 1\%$) et en carburigènes (ex : $\text{Cr} \geq 8\%$, $\text{Mo} \geq 1\%$) qui confèrent à ces aciers (série D en AISI), des teneurs à l'usure exceptionnelle au prix d'une ténacité évidemment médiocre [1].

I.11.2. Les aciers pour travail à chaud ($T < 600^\circ\text{C}$, exceptionnellement 700°C)

Ils doivent à la fois résister à la fatigue thermique, à la diminution des caractéristiques mécaniques par effet de revenu et à l'usure. Dans ces conditions, ils se caractérisent par la présence marquée d'éléments carburigènes tels que Cr, Mo, W, V et un rapport élevé entre teneur en carburigènes et teneur en carbone pour viser la plus grande stabilité thermique.

Par ailleurs, le souci d'éviter une trop grande fragilité et de résister à la fatigue thermique interdit la présence de carbures grossiers, de sorte que l'ensemble de ces deux contraintes limite en pratique le carbone à $\approx 0.6\%$ maximum, tandis que $\text{Cr} + 2\text{Mo} + 4\text{W}$ atteint ou dépasse 7 %. La série H de l'AISI est représentative de ce type d'acier avec les nuance pilotes type X40CrMoV5 [1].

I.11.3. Les aciers de coupe rapide

Ces aciers sont principalement utilisés pour la coupe des métaux durs, applications où se conjuguent usure intense et température pouvant dépasser 800°C. Ils correspondent à un déploiement analytique de la série précédente : accroissement du carbone :0.7 à 1.5% et augmentation importante des teneurs en carburigènes avec, si nécessaire, ajout de cobalt pour limiter l'effet de sur-vieillessement adoucissant, résultant des séjours prolongés à températures élevées. Ces nuances (typiquement AISI série M) sont, bien entendu, lédéburitiques de sorte que leur faible ténacité est à prendre en compte dans les conditions d'utilisation et justifie souvent l'utilisation de produits obtenus en métallurgie des poudres. Les nuances type X85WmoCrV06.05.04.02 ou X120WmoCrV06.05.04.03 sont parmi les plus employées [1].

I.12. Conclusion

Ce chapitre a été consacré à la mise en évidence des aciers à outils de point de vu de ces caractéristiques spécifiques et, le rôle important des éléments d'alliage pour l'ajout ou l'amélioration de celles-ci. Dans ce chapitre, on a vu la structure principale des aciers à outils à l'état recuit et, les déférents types de carbures formés en présence des éléments d'addition tels que le chrome, le Molybdène... etc.

On a vu également comment s'effectue la transformation de la structure pendant le traitement thermique de trempe (transformation martensitique), et de revenu (où la transformation inverse de la martensite s'accompagne de la précipitation des carbures).

CHAPITRE II

Le phénomène de fluage - relaxation

CHAPITRE II

LE PHENOMENE DE FLUAGE - RELAXATION

II.1. Introduction

Lorsqu'un acier est déformé à la température ambiante sous l'action d'une contrainte, la déformation qu'il prend n'évolue pratiquement plus lorsque cette contrainte cesse d'augmenter. A température élevée, on constate par contre qu'il se produit une déformation qui augmente avec la durée de maintien de la charge ; c'est le phénomène de fluage. Suivant la température et le niveau de la contrainte, cette déformation peut se stabiliser ou se poursuivre avec une vitesse plus ou moins grande jusqu'à rupture.

Pour les applications industrielles, la résistance au fluage devient un critère important dans la conception d'une installation lorsque la température de service est proche de $0,5 T_f$ (où T_f est la température absolue de fusion de l'acier). Même si les vitesses de fluage ne sont que de 10^{-5} à 10^{-6} /h, elles peuvent conduire à des déformations inacceptables pour les composants sollicités très longtemps à haute température (appareil à pression, réacteurs, génératrices,...). Toutefois, le fluage peut se produire à toute température, si la contrainte appliquée est suffisante.

II.2. Forme des courbes de fluage $\varepsilon(t)$ observées

A une température fixée, on obtient, selon la contrainte les courbes de déformation $\varepsilon(t)$ représentées par la figure II-1 ; l'ordre (a), (b) et (c) correspondant aux contraintes différentes. On observe également les mêmes types de courbe pour une contrainte donnée, montrant le développement de la courbe de fluage pour l'aluminium déformé à des températures croissantes [13].

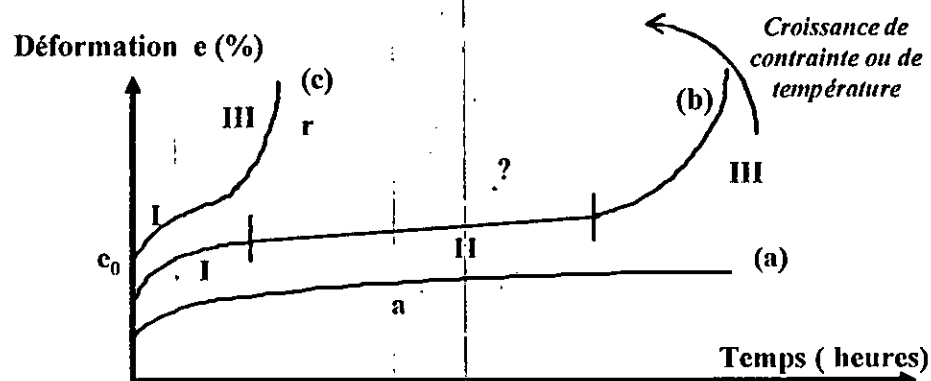


Figure II-1. Courbes de fluage typiques. On passe des courbes (a) aux courbes (b) et (c), en augmentant soit la contrainte, soit la température.

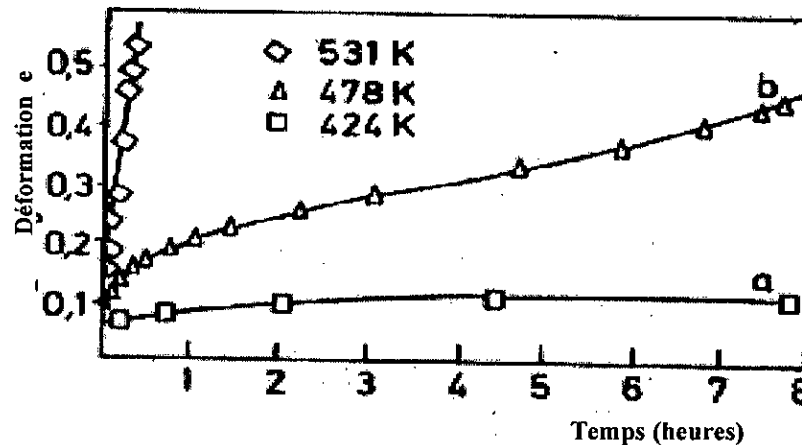


Figure II-2. Aluminium très pur déformé par fluage sous la même contrainte $\sigma = 210\text{MPa}$ à trois températures différentes [13].

II.2.1. Fluage logarithmique

Le fluage logarithmique, appelé aussi fluage a, est représenté par la courbe (a). Il se produit à des températures suffisamment basses ($T < 0.25T_f$) pour des contraintes suffisamment faibles. La vitesse de fluage $\dot{\epsilon}$ est inversement proportionnelle au temps, l'allongement ϵ est donc proportionnel à $\log(t)$. Après une courte période transitoire, la vitesse de fluage s'annule pratiquement. La déformation totale reste toujours faible et ne conduit pas à la rupture ; ce fluage caractérise la stabilité des pièces de construction usuelles.

Un tel comportement se relie facilement à la loi expérimentalement observée :

$$\epsilon - \epsilon_0 = A \log(\gamma t + 1) \quad (\text{II.1})$$

Où, γ représente l'énergie de faute d'empilement ; ϵ_0 la déformation de la mise en charge de l'éprouvette et en fin, A paramètre ajustable [13].

II.2.2. Fluage restauration

Le fluage restauration est illustré par la courbe (b) de la figure II-1. Il concerne des températures intermédiaires ($0.1T_f = T = 0,8T_f$) ; on distingue trois stades :

Stade I : appelé aussi fluage primaire ou fluage transitoire ou fluage β où la vitesse de fluage $\dot{\epsilon}$ (vitesse de déformation) diminue fortement. Ce qui correspond à une augmentation de la résistance d'un matériau ou encore, à une consolidation. Comme la contrainte et la température sont constantes, ce changement est uniquement dû aux modifications de la sous-structure de dislocations introduites avec la déformation initiale ϵ_0 ; celle-ci se réorganise en fonction des conditions de restauration imposées par le fluage, et les dislocations correspondant produisent la déformation observée.

Stade II appelé aussi fluage secondaire, ou fluage stationnaire ou χ , ou quasi-visqueux : Au cours du fluage primaire, la vitesse de consolidation (due à la contrainte) est plus élevée que la vitesse d'adoucissement (due à la température), jusqu'au moment où un équilibre dynamique s'établit entre la consolidation et l'adoucissement ; on a alors affaire au fluage secondaire caractérisé par une vitesse de fluage secondaire $(d\epsilon / dt)_{II}$ constante.

La valeur de cette vitesse est fonction du niveau de contrainte et de la température d'essai. En général, la variation de $(d\varepsilon/dt)_{II}$ en fonction de la contrainte σ ou de la température T est régie par des relations expérimentales [13, 14].

Stade III ou fluage tertiaire, ou fluage r , ou fluage accéléré. On observe l'accélération de la vitesse de fluage jusqu'à rupture à partir d'un instant t_{RAC} plus ou moins bien défini dit 'temps de réaccélération' jusqu'à un instant t_R 'temps de rupture', même si on prend soin de maintenir la contrainte appliquée constante; mais naturellement ce stade est encore plus exagéré sous charge constante.

Lors du fluage tertiaire, il peut apparaître une striction plus ou moins prononcée, analogue à celle que l'on peut observer lors d'un essai de traction ordinaire sur un matériau ductile. Dans ce cas la déformation longitudinale est localisée au voisinage de la striction et l'allongement de l'éprouvette n'a pas de sens physique (figure II-3).

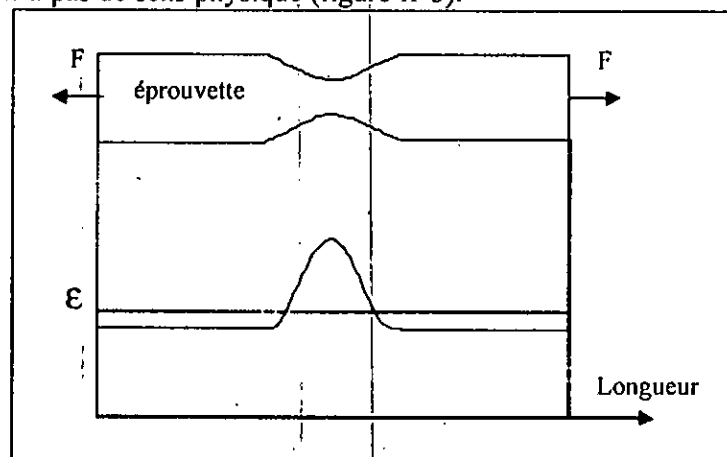


Figure II.3. Répartition de la déformation longitudinale le long de l'éprouvette.

L'expérience montre que la déformation de fluage se fait à volume constant, ce qui permet de penser que le phénomène physique qui est à l'origine du fluage est de même nature que celui qui provoque la déformation plastique.

De toute façon, la rupture de l'échantillon se produit sans que les strictions en soient toujours la cause; des phénomènes de fissuration et de cavitation au niveau des joints de grain conduisent au même résultat [15].

La courbe (c) de la figure II-1 représente l'évolution de la courbe (b) sous forte contrainte, et à température suffisamment élevée: le *stade II* est fortement réduit, et peut même disparaître.

A côté de ces cas très typiques, quelques comportements s'observent :

II.2.3. Le fluage Nabarro

Appelé aussi fluage visqueux: ses applications pratiques sont très réduites. Par exemple, pour les alliages métalliques, le fluage Nabarro s'observe pour des températures proches de la température de fusion, et pour des faibles contraintes, dans des cristaux très finement polygonisés ou, polycristaux à grains très fins. Ce type de fluage défini par la loi [13]:

$$\dot{\varepsilon} = A \sigma = \text{Cste} \quad (II.3)$$

II.2.4. Fluage Sigmoidal

Il est caractérisé par une déformation initiale $\varepsilon_0 = 0$, et par une courbe $\varepsilon(t)$ présentant un point d'inflexion (figure II.4).

Les très faibles valeurs de $\dot{\varepsilon}$ aux premiers instants représentent un type d'incubation nécessaire au démarrage d'un fluage normal. Il est caractéristique des cristaux possédant très peu de dislocations initiales mobiles dont la vitesse n'est pas trop sensible à la contrainte. Ce fluage a été observé à faible contrainte et température élevée sur des cristaux covalents ou ioniques[13].

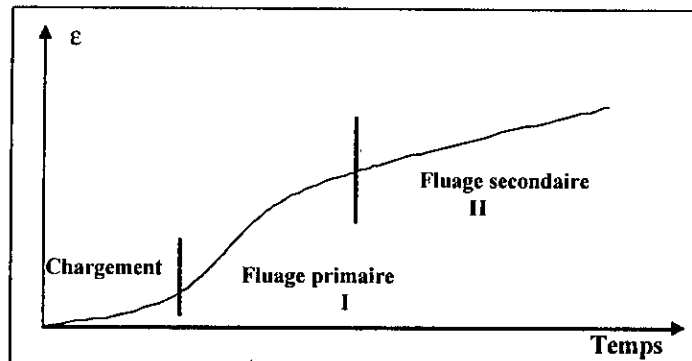


Figure II.4. Représentation schématique du fluage sigmoïdal.

II.3. Mécanismes de fluage

II.3.1. Mécanismes à basses températures

Aux basses températures ($T < 0.4$ à $0.5 T_f$), il s'agit d'une déformation plastique liée à des mécanismes de dislocations.

Lors du chargement et du fluage primaire, il y a surtout création et propagation des dislocations. On observe les structures formées par glissement des dislocations ; bandes de déformation et lignes de glissement plus ou moins espacées suivant la contrainte appliquée et le temps de fluage.

Lors du fluage secondaire, les dislocations s'assemblent pour former une structure cellulaire plus ou moins nette. Les murs des cellules sont constitués de dislocations enchevêtrées (figure II.5). La densité de dislocations reste stable au cours de stade. Il y a équilibre entre les processus de formation et d'annihilations des dislocations[16].

II.3.2. Mécanismes à hautes températures

La différence entre le fluage à basses et à hautes températures ($T > 0.4$ à $0.5 T_f$) est liée à la présence de mécanisme de montée des dislocations. Le chargement et le fluage primaire correspondent à la création et à la propagation des dislocations. Il y a néanmoins une nette tendance à la formation des cellules de dislocations lors du fluage primaire.

Les cellules de dislocations divisent chaque grain en sous grains désorientés les uns par rapport aux autres ; la densité de dislocations mobiles décroît au cours de ce stade.

L'établissement du fluage secondaire, correspond toujours à la présence d'une sous structure de dislocation parfaitement formée (figure II.5). La taille de sous grains est une fonction dépend uniquement de la contrainte et n'évolue pas pendant le fluage secondaire.

La densité de dislocations est stable, il y a équilibre entre les processus de formation et d'annihilation des dislocations.

Pour les très hautes températures ($T > 0.8 T_f$) la déformation est alors de nature visqueuse, c'est à dire par le transport de matière : c'est le fluage Nabarro. Ce fluage est d'autant plus important que la taille de grains est petite.

D'une manière générale, la vitesse de fluage augmente avec la diminution de la taille de grains ou, autrement dite, avec l'augmentation de la longueur des joints de grains, il y a augmentation du glissement aux joints [16].

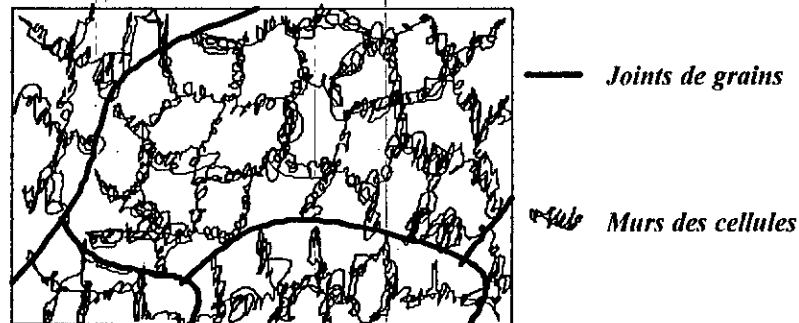


Figure II.5. Schéma d'une structure cellulaire [16].

II.4. Descriptions mathématiques du fluage et lois de comportement

II.4.1. Variations de ϵ et de $\dot{\epsilon}$ avec le temps

Les variations de ϵ (et de $\dot{\epsilon}$) avec le temps sont souvent données par la somme de quatre fonctions :

$$\epsilon = \epsilon_1 + \epsilon_2 + \epsilon_3 + \epsilon_4 \quad (II.4)$$

Avec :

- ϵ_1 déformation instantanée correspondant à la mise en charge,
- ϵ_2 fonction du temps de type λt^x , avec $x < 1$ (stade primaire),
- ϵ_3 fonction linéaire du temps (stade secondaire),
- ϵ_3, ϵ_4 fonction du temps de type λt^y , avec $y > 1$ (stade tertiaire).

Cette expression permet de décrire une courbe de fluage à une température et une contrainte données. Pour chacune des fonctions ϵ_2, ϵ_3 et ϵ_4 , il existe un très grand nombre d'équations différentes.

Les fonctions ϵ qui décrivent le mieux les courbes de fluage sont la somme d'une fonction puissance avec une fonction linéaire et une fonction logarithmique. Il faut garder à l'esprit que bien souvent ces fonctions ne sont valables que dans un intervalle de contraintes et de températures données. L'expression la plus courante est la loi d'Andrade [16, 1]:

$$\epsilon = \epsilon_0 + \lg(1 + \beta t^{1/3} + Kt) \quad (II.5)$$

Ou encore, pour la vitesse de déformation,

$$\dot{\epsilon} = \frac{\beta}{3(1 + \beta t^{1/3})t^{1/3}} + K \quad (II.6)$$

Où K et β sont des paramètres ajustables.

II.4.2. Variation de $\dot{\epsilon}$ avec la température

La vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ augmente avec la température ; elle est thermiquement activée. $\dot{\epsilon}$ suit une loi de type Arrhenius :

$$\dot{\epsilon}_{II} = \dot{\epsilon}_d \exp \left[-\frac{Q}{RT} \right] \quad (\text{II.7})$$

Avec : $\dot{\epsilon}_{II}$ vitesse de déformation pendant le fluage secondaire,

Q [J.mol^{-1}], est l'énergie apparente d'activation des mécanismes qui régissent le phénomène de fluage. Elle dépend également du type de liaisons atomiques, de la structure cristalline, de la taille des grains....,

R : Constante molaire des gaz ($8,314 \text{ J.mol}^{-1}.\text{K}^{-1}$),

On remarque que cette expression est indépendante de la contrainte. A partir de cette équation, il est possible d'exprimer $\dot{\epsilon}$ en fonction du temps et de la température par intégration.

L'énergie d'activation Q est donnée par la pente de la courbe $\lg \dot{\epsilon}_{II}$ rapportée en fonction de $1/T$ (Figure II.6).

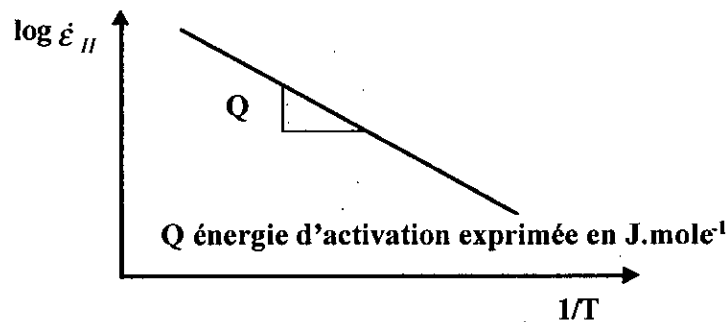


Figure II.6. Courbe d'Arrhenius.

Tout cela n'est vrai que si l'énergie d'activation Q est indépendante de la contrainte. Il est nécessaire de déterminer Q pour différentes contraintes. En général, pour de faibles températures et / ou de fortes contraintes, Q est une fonction de la contrainte ; l'expression à utiliser doit alors avoir la forme suivante :

$$\dot{\epsilon}_{II} = \dot{\epsilon}_d \exp \left(-\frac{Q - V\sigma}{RT} \right) \quad (\text{II.8})$$

Avec V [$\text{m}^3.\text{mole}^{-1}$] volume d'activation.

En dehors de la méthode de détermination de l'énergie d'activation Q à partir du graphe $\lg \dot{\epsilon}$ en fonction de $1/T$, il est possible de mesurer Q pendant un essai sur la même éprouvette, après l'établissement du fluage secondaire, un saut de température est effectué.

L'énergie d'activation est donnée alors par :

$$Q = R \frac{\lg \frac{\dot{\epsilon}_2}{\dot{\epsilon}_1}}{\frac{1}{T_1} - \frac{1}{T_2}} \quad (\text{II.9})$$

Avec : $\dot{\epsilon}_1$ et $\dot{\epsilon}_2$ vitesse de déformation avant et après le saut de température,

T_1 et T_2 : représentent respectivement la température avant et après le saut de température [14].

II.4.3. Variation de $\dot{\epsilon}$ avec la contrainte

La vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ est là encore, la vitesse de fluage secondaire. On distingue le fluage à faibles et à fortes contraintes.

II.4.3.1. Cas des faibles contraintes

Quand $\lg \dot{\epsilon}_{II}$ est reporté en fonction de $\lg \sigma$, on obtient une droite pour un très large intervalle de températures. Les expressions utilisées sont des lois en puissance de la forme :

$$\dot{\epsilon}_{II} = A \sigma^n \quad (\text{II.10})$$

Avec : A et n paramètres ajustables.

Cette loi est aussi appelée loi de Norton. Pour un large intervalle de contraintes, on obtient souvent deux droites, ou plus, dans le diagramme $\lg \dot{\epsilon}_{II} = f(\lg \sigma)$ de la Figure II.7. La variation de $\dot{\epsilon}_{II}$ est donnée alors par :

$$\dot{\epsilon}_{II} = A_1 \sigma^{n_1} + A_2 \sigma^{n_2} \quad (\text{II.11})$$

Avec n_1 et n_2 pentes de chacune des droites.

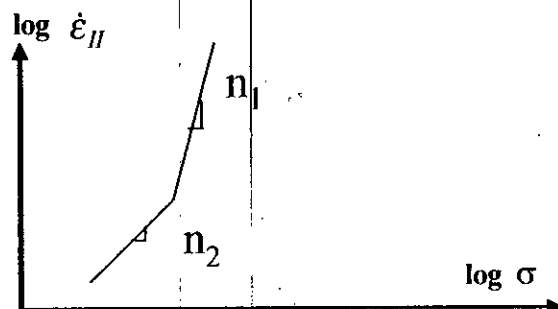


Figure II.7. Courbe de fluage $\log \dot{\epsilon} = f(\log \sigma)$.

Le paramètre n est appelé coefficient de sensibilité à la contrainte :

$$n = \left[\frac{\partial \lg \dot{\epsilon}}{\partial \lg \sigma} \right]_{T, \mu s} \quad (\text{II.12})$$

Avec : μs pour microstructure constante.

En général, les valeurs de n pour les alliages métalliques de type solutions solides sont comprises entre 3 et 5. Pour les faibles contraintes et les très hautes températures n est égal à 1 [16].

II.4.3.2. Cas des fortes contraintes

A fortes contraintes la vitesse de déformation s'accroît de manière très rapide avec l'augmentation de la contrainte. Les lois utilisées sont de la forme :

$$\dot{\epsilon}_{II} = A \exp(\alpha \sigma) \quad (\text{II.13})$$

Avec : A et α paramètres ajustables.

Pour essayer de prendre en compte la variation de $\dot{\epsilon}_{II}$ en fonction de σ à faibles et à fortes contraintes, la loi suivante a été proposée :

$$\dot{\epsilon} = A [sh(\alpha \sigma)]^n \quad (II.14)$$

Avec : A , α et n , sont des paramètres ajustables. Cette loi représente bien la variation de $\dot{\epsilon}_{II}$ sur un large domaine de contraintes pour les alliages métalliques.

Pour des essais réalisés à des températures et des contraintes différentes, la vitesse de déformation pendant le fluage secondaire peut être décrite en associant la loi en puissance (loi de Norton) et la loi de l'activation thermique (loi d'Arrhenius), on a alors :

$$\dot{\epsilon}_{II} = A \epsilon_d \sigma^n \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (II.15)$$

II.4.4. Coefficient de sensibilité à la contrainte et à la vitesse de déformation

Le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation m est l'inverse du coefficient de sensibilité à la contrainte n , c'est à dire :

$$m = \left[\frac{\partial \lg \sigma}{\partial \lg \dot{\epsilon}} \right]_{T, \mu s} \quad (II.16)$$

* Le coefficient m est très pratique à utiliser pour comparer le comportement en fluage de deux alliages différents.

* le paramètre m permet de définir le domaine superplastique. La superplasticité correspond à la possibilité d'obtenir des allongements très importants en traction dans un domaine précis de vitesse de déformation. Lors de cette déformation, il n'y a pas d'instabilité plastique (pas de striction). Ce comportement s'observe sous des contraintes, en général, assez faibles et à hautes températures.

Le glissement intergranulaire aux joints de grain est le mécanisme prépondérant de la superplasticité. La vitesse de déformation est inversement proportionnelle au carré de la taille de grain.

Pour observer un comportement superplastique, le matériau doit avoir une taille de grain petite (en général inférieur à 10 μm), favorisant le glissement aux joints de grain. Ce comportement ne s'obtient qu'à des températures élevées et pour des faibles vitesses de déformation (ou une contrainte assez faible).

Les figures II.8 (a, b) permettent de situer le domaine superplastique : celui-ci correspond à un coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation m supérieur à 0,5.

Le maximum de $m = f(\log \dot{\epsilon})$ est obtenu pour des vitesses de déformation d'autant plus grandes que la taille de grain est plus faible [16].

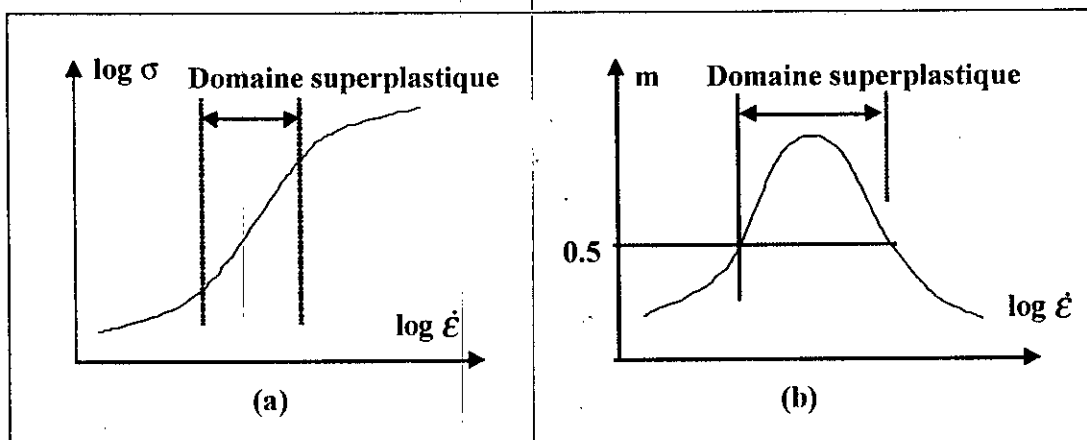


Figure II.8. Domaine superplastique.

II.5. Rupture par fluage

La phase de fluage tertiaire se termine par la rupture au temps t_R . L'amorçage de la rupture dépend du processus d'endommagement qui est fonction, outre de la structure métallurgique, de la température et de la contrainte appliquée. Cette rupture par fluage peut être intragranulaire ou intergranulaire. Pour expliquer cette distinction, on peut considérer dans le diagramme $(T/T_f, s)$ les deux domaines D1 et D2 séparés par une zone $T/T_f \sim 0,5$.

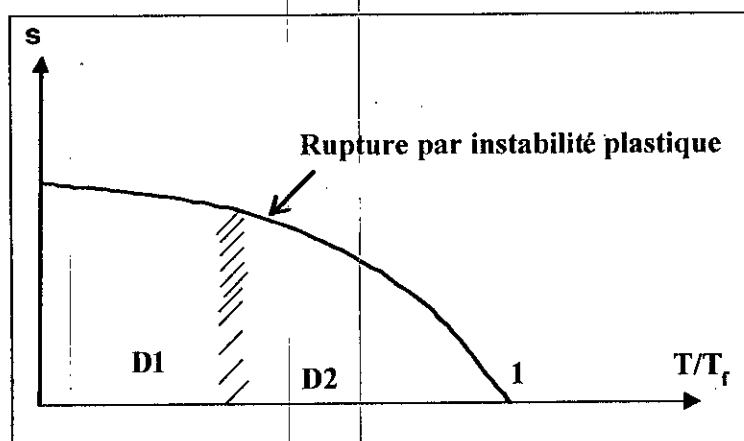


Figure II.9. Type de rupture selon la contrainte et la température.

- Domaine D1** (faibles températures – fortes contraintes). La rupture est intragranulaire (la surface de rupture traverse les grains) : elle est précédée d'une déformation importante avec apparition d'une striction et s'explique comme la rupture au cours d'un essai de traction classique.
- Domaine D2** (fortes températures – faibles contraintes). La rupture peut être partiellement ou totalement intergranulaire. Elle se produit alors après une faible déformation et sans réduction de section importante. Le mécanisme de cette rupture semble s'expliquer par la présence de cavité à l'intérieur du matériau. Ces cavités peuvent se développer, puis se rejoindre et entraîner la rupture.

La limite entre les deux domaines où coexistent les deux types de rupture, correspond à une zone dite d'équicohésion. Le type de rupture dépend également de la vitesse de l'essai (pour un matériau et une température donnée, dire qu'un essai est rapide revient à dire qu'il est effectué à forte contrainte) : plus l'essai est lent plus la rupture a des chances d'être intergranulaire[15].

II.5.1. La cavitation dans le fluage

La cavitation est divisible en trois stades :

- **L'amorçage**, qui est la naissance des cavités bien souvent par deux processus, soit à partir d'un point triple (fissures de type «w» de la figure II.10 a), soit par le développement de cavités isolées intergranulaires (rupture par cavitation de type «r» de la figure II.10 (b, c)). Le mécanisme de germination de fissures de type «w» est basé sur le fait que le glissement intergranulaire peut être bloqué à un point triple et entraîner ainsi une concentration locale de contrainte qui produit une fissuration lorsque la contrainte critique de décohésion est dépassée.

La germination des cavités de type «r» résulte également d'un glissement aux joints de grains et de la présence d'obstacles qui peuvent être soit des marches le long du joint de grains, soit la rupture de précipités intergranulaires, soit la décohésion de particules incohérentes.

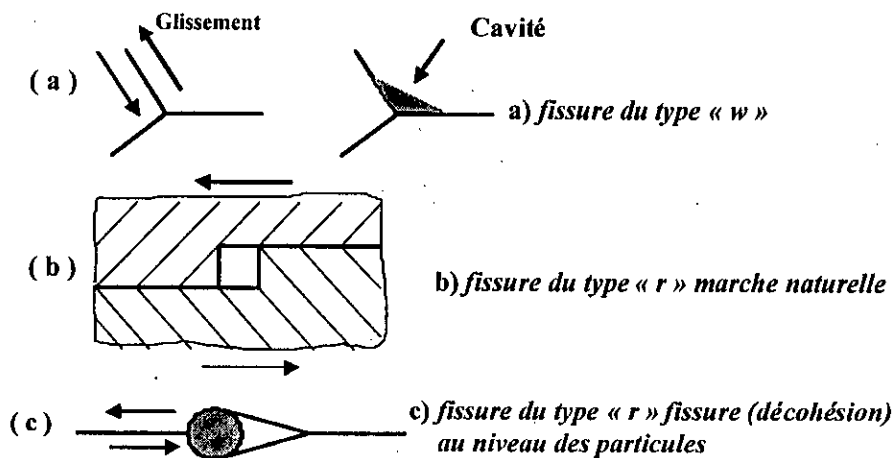


Figure II.10. Mécanisme de cavitation (décohésion) intergranulaire.

Les cavités peuvent se produire à l'interface de deux phases de natures différentes ; la naissance des cavités peut avoir lieu avant le stade tertiaire.

- **La croissance** due à la diffusion de lacune et à la présence d'un champ de contraintes autour des cavités.
- **La coalescence** correspondant à la fusion entre cavités entraînant la création des fissures ; ce stade précède la propagation de celles-ci (figure II.11) [1, 16].

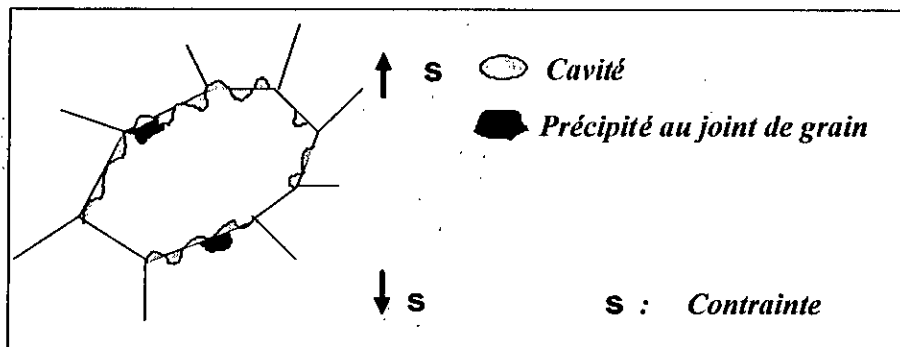


Figure II.11. Coalescence des cavités le long des joints de grain.

II.6. la résistance des matériaux au fluage

Du point de vue pratique, il est intéressant d'introduire les notions suivantes [17] :

a) Résistance au fluage

Elle se définit comme étant la contrainte que peut supporter un matériau telle que, pour une durée donnée, la déformation n'excède pas une certaine valeur (valeur inférieure à l'allongement à rupture), généralement est égale à 1%.

b) Résistance à la rupture par fluage

Elle se définit comme étant la contrainte que peut supporter un matériau sans se rompre, pendant une durée donnée.

Ces deux grandeurs (Résistance au fluage et résistance à la rupture) sont celles utilisées directement dans les dimensionnements de produits ou pièces travaillant à haute température.

II.6.1. Détermination de la résistance au fluage σ_f

Pour un matériau donné l'essai consiste à mesurer à une même température, le temps nécessaire pour que la déformation atteigne une valeur fixée sur des éprouvettes soumis à des contraintes différentes. Les résultats peuvent être représentés en reportant la contrainte donnant l'allongement considéré, en fonction du temps nécessaire pour obtenir cet allongement.

Etant donné que les durées d'utilisation sont en pratique très supérieures à celles qui correspondent aux plus longs essais, il est nécessaire pour connaître la résistance au fluage du matériau, dans ses conditions d'utilisation, d'extrapoler les résultats en fonction du temps. Il existe deux méthodes d'extrapolation :

- 1^{ère} méthode

Nous avons vu précédemment que la vitesse de fluage stationnaire pouvait être représentée par une fonction puissance de la contrainte, à une température donnée.

$$\dot{\epsilon}_{II} = A \sigma^n$$

Par ailleurs, le fluage stationnaire est représenté par :

$$\epsilon = \epsilon_i + \dot{\epsilon}_{II} t \quad (II.17)$$

Où ϵ_i représente l'ordonnée à l'origine ($t = 0$) de la partie linéaire de la courbe de fluage. Si l'on néglige la déformation instantanée et celle correspondant au fluage transitoire, alors :

$$\dot{\epsilon}_{II} = \frac{\epsilon}{t} = A \sigma^n \quad (II.18)$$

Si l'allongement toléré que l'on fixe est ϵ_1 , le temps t_1 nécessaire pour atteindre cet allongement est donné par l'équation :

$$t_1 = \frac{\epsilon_1}{A \sigma^n} \quad (II.19)$$

Ou

$$\log t_1 = \log \frac{\epsilon_1}{A} - n \log \sigma \quad (II.20)$$

En reportant ainsi le *logarithme* de la contrainte (résistance au fluage) en fonction du *logarithme* du temps, on doit obtenir une droite de pente ($-n$). Les points expérimentaux se situent en effet au voisinage d'une droite lorsque l'on utilise un diagramme bi logarithmique.

- 2^{ème} méthode

Cette méthode est basée sur la vitesse de fluage stationnaire $\dot{\epsilon}_{II}$. Si ϵ_1 est la déformation tolérée, pour une durée de service t_1 à une température donnée, on peut écrire :

$$\dot{\epsilon}_{II} = \frac{\epsilon_1}{t_1} \quad (II.21)$$

En négligeant la déformation instantanée et celle correspondant au stade du fluage transitoire. On détermine par l'expérience la vitesse de fluage stationnaire pour diverses valeurs de la contrainte, et l'on reporte la contrainte de fluage en fonction de la vitesse de fluage en échelles bi logarithmiques. Etant donné que $\dot{\epsilon}_{II}$ est donnée par :

$$\log \dot{\epsilon} = \log A + n \log \sigma \quad (II.22)$$

La courbe est donc une droite de pente (n). Ainsi en introduisant sur le graphique la valeur $\frac{\epsilon_1}{t_1}$ correspondant à la déformation tolérée ϵ_1 pour la durée de service t_1 , on en déduit la valeur correspondante de la limite de fluage σ_1 .

II.6.2. Méthodes de détermination de la résistance à la rupture par fluage (Durée de vie)

Pour déterminer la résistance à la rupture par fluage, on distingue la méthode normale et les méthodes paramétriques.

a) Méthode normale

La contrainte de rupture σ_r est reportée en fonction du temps à rupture t_r , sur un diagramme bi logarithmique. On obtient en général des droites, chaque droite correspondant à une température donnée :

$$\log \sigma_r = A + B \log t_r \quad (II.23)$$

Si la durée de service prévue est inférieure à celle des essais les plus longs, la contrainte de rupture par fluage s'obtient par interpolation : la contrainte que l'on pourra admettre en service s'en déduiront en appliquant un coefficient de sécurité s .

En fait, il existe autres méthodes utilisées pour déterminer la résistance à la rupture par fluage, celles-ci ayant des avantages que la méthode précédente, ces méthodes appelées les méthodes paramétriques[17].

b) Méthodes paramétriques

Contrairement, dans ces méthodes, il est possible de prévoir les temps à rupture en fonction de la température et de la contrainte auxquelles sont effectués les essais. Ces méthodes reposent sur le paramètre P d'équivalence temps - température. Les valeurs extrapolées s'obtiennent à partir de l'équation d'une courbe maîtresse $\sigma = f(P)$ exprimée sous la forme :

$$P = a_0 + a_1 \lg(\sigma) + a_2 (\lg \sigma)^2 + \dots + a_n (\lg \sigma)^n \quad (II.24)$$

Avec : $a_0, a_1, a_2, \dots, a_n$: paramètres ajustables [19]

Parmi ces méthodes, on trouve la méthode de **Larson - Miller** et celle de **Dorn**.

1- Méthode de Larson - Miller

A partir d'essais réalisés sous différentes contraintes, la courbe maîtresse qui donne le paramètre de **Larson - Miller** $P(\sigma)$ en fonction de la contrainte permet de déterminer le temps nécessaire pour atteindre une déformation donnée (ou la rupture) avec différents couples (σ, T) .

Le paramètre de Larson - Miller est donné par :

$$P(\sigma) = T (\lg t + \lg B_1) \quad (II.25)$$

Avec :

$B_1 = -\frac{C}{\dot{\epsilon}_d}$; C la déformation donnée (ou la déformation de rupture) ; $\dot{\epsilon}_d$ facteur de pré exponentiel présenté dans l'équation (II.7) [17].

2- Méthode de Dorn

Le paramètre de **Dorn** est le suivant :

$$P(\sigma) = \frac{B_2}{T} - \lg t \quad (II.26)$$

avec : $B_2 = \frac{Q}{2,3R}$; (Q l'énergie d'activation calculée par l'équation II.9, R est la constante molaire des gaz).

Le temps pour atteindre une déformation donnée avec un couple (σ, T) est obtenu de la même manière que dans la méthode de Larson - Miller [16].

Malgré l'efficacité de ces méthodes paramétriques dans la caractérisation des matériaux, celles-ci ont des inconvénients, les principaux inconvénients de ces méthodes sont [18] :

- les a_i n'ont pas de significations physiques,
- si le degré de n est faible, la corrélation est mauvaise,
- si le degré de n est plus grand, l'extrapolation de la courbe est impossible à cause des points de rebroussement.

II.7. Facteurs dont dépend la résistance au fluage

Il y a plusieurs facteurs influent sur la résistance des matériaux au fluage, on cite [16;19]:

* La composition chimique

La composition chimique intervient sur la résistance au fluage par deux effets principaux (modification de la solution solide et création de précipités).

* Effet de solution solide

Le glissement et la montée des dislocations sont freinés par des éléments en solution solide dans la ferrite grâce à différents mécanismes d'interaction. Il en résulte un retard à la restauration qui diminue la vitesse de fluage. L'élément d'addition le plus influent est le molybdène.

* Effet des dispersoïdes sur la résistance au fluage

L'accroissement de la résistance au fluage peut être obtenu par la présence de la fine dispersion d'une deuxième phase dans une matrice : ces dispersoïdes sont des obstacles à la propagation des dislocations. La deuxième phase est composée par :

- des particules de céramique très fines, en général des oxydes,
- des précipités métalliques.

La vitesse de fluage est dépend de la taille des particules et de la distance moyenne entre elles. La résistance au fluage est d'autant plus grande que la distance entre particules est faible.

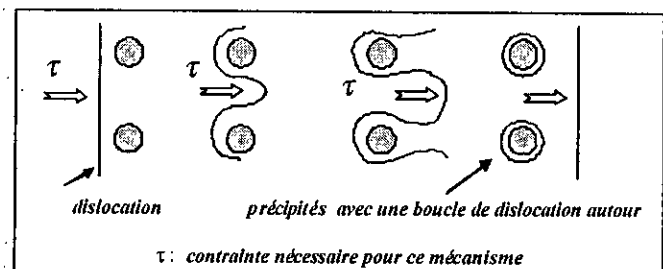
Un précipité peut agir sur une dislocation de diverses manières :

- i) la force de frottement peut être plus importante dans le précipité que dans la matrice,
- ii) le module d'élasticité des précipités peut être différent de celui de la matrice. Ce cas inclut celui des cavités qui ont évidemment un module d'élasticité nul. En cisillant les précipités, le passage de la dislocation produit une marche à l'interface.

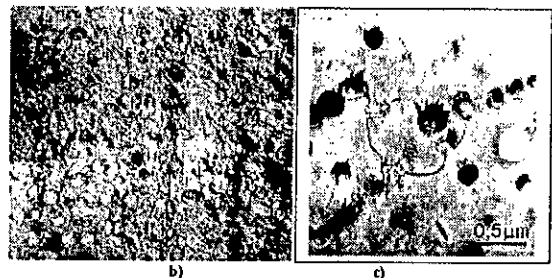
Néanmoins, les mécanismes d'interaction entre les dislocations et les particules peuvent être résumés de la façon suivante :

- contournement (par mécanisme d'**Orowan**) pour tous les types de dispersoïdes ; les dislocations laissent, après leur passage, une boucle autour de chaque précipité. La figure II.12 montre l'effet de contournement des précipités par les dislocations,
- cisaillement des dispersoïdes. Ce mécanisme est possible si les particules sont cohérentes avec la matrice comme pour les superalliages base nickel (précipités ordonnés en Ni_3Al) ; la figure II.13 donne un aperçu de cet effet.

a) Étapes du contournement des précipités (mécanisme d'Orowan).



b et c) Boucles de dislocations laissées autour des particules dans un acier inoxydable ferritique (FeCrNiAl) durci par précipitation de phase NiAl puis écroui de 1%.



b et c) Boucles de dislocations laissées autour des particules dans un acier inoxydable ferritique (FeCrNiAl) durci par précipitation de phase NiAl puis écroui de 1%.

Figure II.1. Effet de contournement des précipités par les dislocations [19].

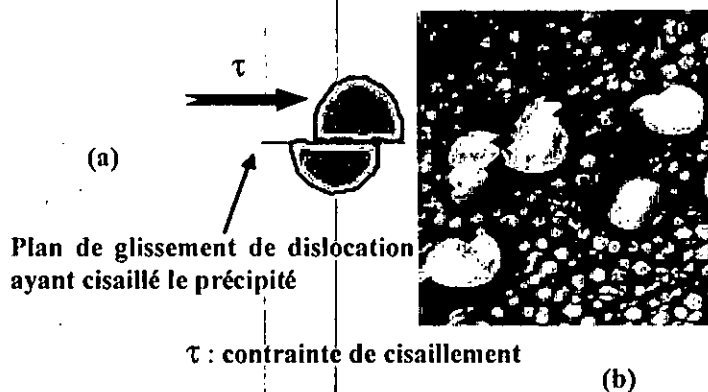


Figure II.13.

a) Mécanisme de cisaillement de précipités

b) Cisaillement des précipités dans un superalliage à base de Nickel (les précipités sont cohérents avec la matrice) [16, 19].

* Microstructure

La microstructure doit être optimisée pour établir un compromis entre résistance à la traction, ténacité et résistance au fluage. Ce compromis est assuré par le choix de traitements thermiques (trempe et revenu) adaptés, le traitement thermique a un effet sur la taille de grain, la précipitation et la stabilité de la structure.

* Influence de la taille de grain

Le rôle des joints de grains dépend de la température. À basse température, la déformation est essentiellement intragranulaire (glissement des dislocations, maclage) ; les joints de grains constituent un obstacle à la mobilité des dislocations et provoquent un effet durcissant (une structure à grains fins est généralement recherchée).

À haute température, il se produit une déformation intergranulaire qui se traduit par un glissement au joint. Il se résulte une diminution de la vitesse de fluage secondaire avec l'augmentation de la taille de grain.

* Evolution microstructurale

L'évolution microstructurale en cours de fluage est principalement de trois ordres :

- une recristallisation qui peut se produire aux températures élevées,
- une précipitation qui peut intervenir soit aux joints de grains, soit sur les dislocations,
- un grossissement et une coalescence des précipités déjà présents dans la structure.

La recristallisation produit un affinement du grain et accroît notablement la vitesse de fluage.

La précipitation au joint de grains peut entraîner, dans le cas où le glissement intergranulaire serait important, la création de cavités qui produisent une rupture intergranulaire prématurée, elle peut aussi diminuer la résistance au fluage globale du matériau, elle entraîne au contraire une augmentation de la résistance au fluage en diminuant le glissement aux joints.

La précipitation sur les dislocations peut, dans certains cas, augmenter la résistance au fluage en diminuant la mobilité des dislocations.

Le phénomène de grossissement et de coalescence des précipités déjà présents dans la structure, entraîne une diminution de la résistance au fluage (survieillissement) [1].

II.8. La relaxation

II.8.1. Définition

La relaxation constitue un autre aspect du fluage, d'un emploi pratique plus limité, cet essai est indispensable pour résoudre certains problèmes particuliers tels que celui des boulons ou ressorts, pièces chargées de transmettre un effort tout en conservant des dimensions constantes. L'essai de relaxation consiste à déterminer la diminution, en fonction du temps, de l'effort initial imposé au métal à température et longueur constantes. Puisqu'il n'existe que très peu d'études sur l'essai de relaxation, il est important de bien décrire ce type d'essai dans un premier temps [7 ; 20].

II.8.2. Essai de relaxation

L'essai de relaxation peut se décomposer en deux étapes (figure II.14) :

a) Chargement

Il est comparable à un essai de traction. La déformation totale ε_t est la somme de la déformation élastique ε_e et la déformation plastique ε_p :

$$\varepsilon_t = \varepsilon_e + \varepsilon_p \quad (II.27)$$

La déformation élastique est reliée à la contrainte par la loi de Hooke.

$$\varepsilon_e = \frac{\sigma}{E} \quad (II.28)$$

Avec E module d'Young du matériau.

Quand l'éprouvette a atteint le taux de déformation choisi, le chargement en traction est arrêté et la relaxation proprement dite commence.

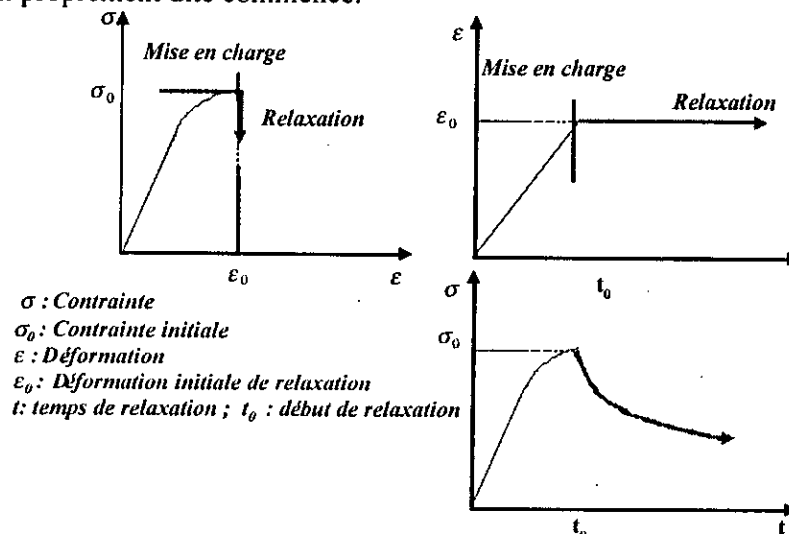


Figure II.14. Essai de relaxation isotherme.

b) Relaxation

Pendant la relaxation, la déformation est imposée et de ce fait, au cours du temps, au cours du temps, la déformation totale atteinte en fin de chargement est maintenue constante. Pour cela, la contrainte doit décroître au cours du temps. En effet, en fin de chargement, si la contrainte atteinte restait constante, la déformation augmenterait. En cours de relaxation, la déformation totale est constante, on a donc :

$$\varepsilon_t = \varepsilon_e + \varepsilon_p = cte \quad (II.29)$$

En dérivant l'expression précédente par rapport au temps, l'équation précédente devient :

$$\left. \begin{aligned} \dot{\varepsilon}_t &= \dot{\varepsilon}_e + \dot{\varepsilon}_p = 0 \\ \dot{\varepsilon}_e &= -\dot{\varepsilon}_p \end{aligned} \right\} \quad (II.30)$$

Où $\dot{\varepsilon}_t$ est la vitesse de déformation totale, $\dot{\varepsilon}_e$ la vitesse de déformation élastique, $\dot{\varepsilon}_p$ la vitesse de déformation plastique.

Cette équation montre que la vitesse de déformation totale est nulle, ou encore, que la vitesse de déformation plastique est égale, en valeur absolue, à la vitesse de déformation élastique. Pendant la relaxation, la déformation plastique croît aux dépens de la déformation élastique. Avec la loi d'élasticité linéaire (loi de Hooke), l'équation (II.30) donne la vitesse de relaxation sous la forme [20 ; 21] :

$$\dot{\varepsilon}_p = -\frac{\dot{\sigma}}{E} \quad (II.31)$$

* Passage chargement relaxation

Dans le cas d'un essai de relaxation avec un chargement à vitesse de déformation constante ($\dot{\varepsilon}_t = cte$), lors du passage fin de chargement – début de relaxation, la vitesse de déformation totale est discontinue (figure II.15) ; $\dot{\varepsilon}_t$ passe instantanément, pour un essai idéal, d'une valeur positive (chargement) à une valeur nulle (relaxation proprement dite).

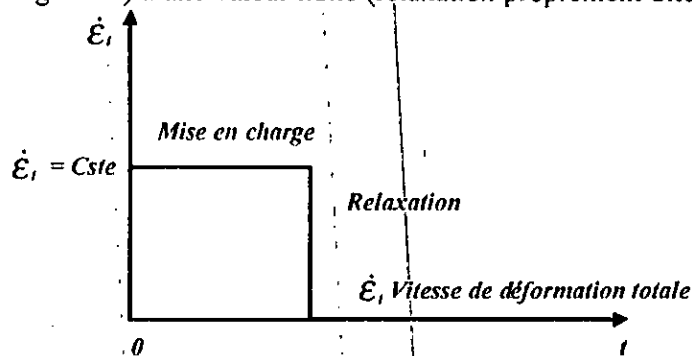


Figure II.15. Discontinuité de $\dot{\varepsilon}_t$ entre la mise en charge et la relaxation

II.8.3. Courbes de relaxation

Les courbes de relaxation sont représentées principalement de deux manières.

- la contrainte de relaxation est reportée en fonction du temps,
- la vitesse de déformation de relaxation, donnée par l'équation (II.31), est reportée en fonction de la contrainte de relaxation [20].

II.8.3.1. Courbe contrainte en fonction du temps

La contrainte de relaxation σ ou encore, la contrainte normalisée par rapport à la contrainte initiale en début d'essai, soit $\frac{\sigma}{\sigma_0}$, est reportée en fonction du temps. Pour le deuxième type, l'échelle du temps est logarithmique, et cela pour les essais de relaxation à long temps. La figure II.16 présente ces deux types de courbes de relaxation.

Quand la contrainte est reportée en fonction du temps sur une échelle linéaire, cette représentation peut donner l'impression que la relaxation tend vers une contrainte limite (contrainte en dessous de laquelle il n'y a plus de relaxation). En fait, pour savoir s'il y a une contrainte de relaxation limite, il est nécessaire de tracer la courbe de vitesse de déformation plastique de relaxation en fonction de la contrainte

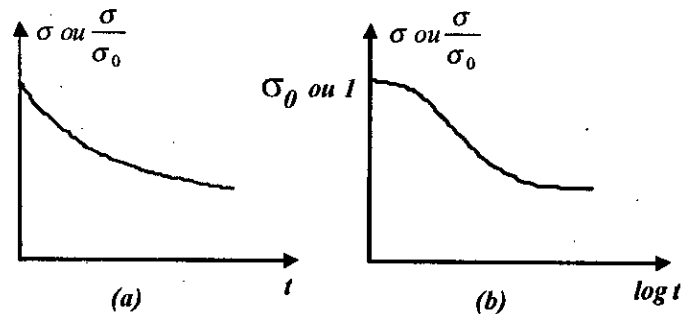


Figure II.16. Représentation d'une courbe de relaxation.

II.8.3.2. Courbe vitesse de déformation plastique en fonction de la contrainte

Le logarithme de la vitesse de déformation plastique de relaxation, donnée par l'équation (II.31), est reporté en fonction du logarithme de la contrainte de relaxation σ , ou encore, de la contrainte normalisée $\frac{\sigma}{\sigma_0}$.

Dans cette représentation, deux types de courbe sont observés (figure II.17) :

- Courbe de type (I), *cas d'une relaxation avec une contrainte seuil*, il y a décroissance de la vitesse de déformation plastique de relaxation avec la décroissance de la contrainte. La contrainte tend vers une contrainte limite, ou contrainte seuil σ_s , en dessous de laquelle il n'y a plus de relaxation.
- Courbe de type (II), *cas d'une relaxation sans contrainte seuil*, il y a aussi décroissance de la vitesse de déformation de relaxation avec la contrainte, mais la relaxation ne semble pas s'arrêter.

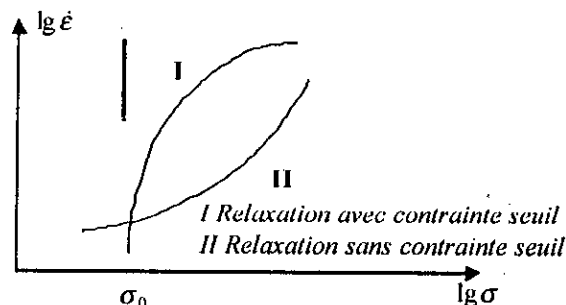


Figure II.17. Schéma type des courbes de relaxation.

II.8.4. Influence des paramètres mécaniques sur le comportement en relaxation

Les paramètres mécaniques ayant une incidence sur le comportement en relaxation sont les suivants :

- *la déformation plastique introduite lors du chargement* (ou déformation initiale de relaxation), celle-ci a une influence directe sur la forme des courbes dans un graphe bilogarithmique $\dot{\epsilon}_p = f(\sigma)$ (figure II.17),

- en fin, comme pour tous les phénomènes activés thermiquement, la *température* a une influence importante sur le comportement en relaxation [20].

II.8.5. Mécanisme de la relaxation isotherme

Dans un essai de relaxation avec la contrainte initiale de relaxation supérieure à la limite d'élasticité, $\sigma_0 > \sigma_e$, lors du chargement, il y a création et propagation de dislocations. Lors de relaxation, la variation de la vitesse de dislocations et la densité des dislocations mobiles ont des influences sur le décroissement de la vitesse de déchargement $\dot{\sigma}$. En générale, la densité des dislocations mobiles est considérée comme constante, car l'accroissement de la déformation plastique en cours de relaxation est faible.

Il est à noter que dans certains alliages à durcissement structural (durcissement par précipités), la précipitation conduit à un durcissement de l'alliage, la contrainte peut alors augmenter au lieu de décroître avec le temps.

II.8.6. Descriptions mathématiques

II.8.6.1. Les différentes formules utilisées pour représenter la courbe de relaxation

Les trois principales formules mathématiques utilisées pour représenter les courbes de relaxation $\sigma = f(t)$ sont : la loi logarithmique, loi de Gittus, loi hyperbolique.

- La loi **logarithmique** : est la plus courante. En général, cette loi donne une bonne représentation des premiers instants de la relaxation. En revanche, pour des temps d'essai longs, il est difficile de faire correspondre une courbe donnée par cette équation avec la courbe expérimentale. La loi logarithmique est donnée par l'expression suivante ;

$$\sigma(t) = \sigma_0 - A \lg(Bt + 1) \dots\dots\dots (II.32)$$

Avec : A et B paramètres ajustables.

- La loi de **Gittus** : permet, en général, de bien représenter des temps courts et longs quand une contrainte seuil ou à l'infini (σ_∞) existe. Cette loi est gouvernée par l'équation suivante :

$$\sigma(t) - \sigma_\infty = (\sigma_0 - \sigma_\infty) \exp(-K t^p) \dots\dots (II.33)$$

K et p sont des paramètres ajustables.

- La loi **hyperbolique** : permet éventuellement de prendre en compte la présence d'une contrainte seuil.

$$\sigma(t) = \sigma_\infty - C(t + D)^{-n} \dots\dots\dots (II.34)$$

C et D et n doivent vérifier la relation suivante à $t = 0$:

$$\sigma_0 - \sigma_\infty = -C(D)^{-n} \dots\dots\dots (II.35)$$

Les paramètres doivent être déterminés pour chaque condition de chargement[21].

II.8.7 méthode d'extrapolation relaxation - fluage

Comme le temps de fonctionnement des systèmes industriels peut être par fois de l'ordre de plusieurs dizaines d'années comme pour les centrales nucléaires, des essais de fluage ayant les mêmes durées ne sont pas disponibles au moment du dimensionnement des structures ; il existe des méthodes d'extrapolation à partir d'essais de fluage courts.

Les essais de relaxation permettent de couvrir un large domaine contrainte σ - déformation plastique $\dot{\epsilon}_p$. A partir de ces courbes d'essais de relaxation de courte durée, on peut extrapoler le comportement en fluage.

II.8.7.1. Détermination des vitesses de fluage secondaire pour différentes contraintes à partir de la courbe de relaxation

Cette méthode consiste à calculer la vitesse de déformation plastique $\dot{\epsilon}_p$ de relaxation avec l'équation (II.31) pour chaque niveau de contrainte. Cette vitesse de déformation est reportée dans un graphe $\lg(\sigma)$ en fonction de $\lg(\dot{\epsilon}_p)$, ce graphe est aussi un mode de représentation de la vitesse de fluage secondaire en fonction de la contrainte. La vitesse de déformation $\dot{\epsilon}_p$ de relaxation à la contrainte σ est alors considérée comme étant égale à la vitesse de fluage secondaire qui serait observée pour un essai de fluage à une contrainte σ .

II.9. Conclusion

Ce chapitre a été consacré à la présentation des différentes façons de traitement des résultats de fluage. Selon le matériau et les deux paramètres principaux pour le phénomène de fluage (la contrainte appliquée et la température), on trouve différentes formes des courbes de fluage. La courbe la plus importante dans l'étude de fluage des matériaux est généralement composée,

- d'un stade primaire où la vitesse de déformation diminue au fur et à mesure,
- d'un stade secondaire où la vitesse de déformation est constante,
- d'un stade tertiaire où la vitesse de déformation augmente rapidement avant une rupture qui intervient très vite.

Le fluage couvre un intervalle de déformation important. Dans le phénomène de fluage, la déformation est fréquemment due au mouvement des dislocations.

Le fluage représente un facteur fondamental limitant la durée de vie des matériaux fonctionnant sous sollicitation de contrainte et de température.

La relaxation isotherme d'autre côté, c'est un phénomène activé thermiquement comme représente un aspect particulier du phénomène de fluage, s'effectue au niveau des matériaux sollicités par une contrainte et fonctionnent à des températures plus ou moins élevées surtout pour les boulons. Le comportement de relaxation du matériau se traduit par une décroissance du chargement au cours du temps de fonctionnement en conservant la déformation, généralement jusqu'à l'arrivée d'un niveau, au-dessous duquel il n'y a plus de relaxation.

A partir d'une étude de relaxation d'un matériau, on peut aboutir à une extrapolation fluage-relaxation, cela, à travers de courbes représentant la variation de la vitesse de déformation plastique de relaxation en fonction de niveau de contrainte.

L'étude de relaxation du matériau nous permet de résoudre certains problèmes au niveau d'assemblage par boulons à chaud.

CHAPITRE III

Procédures expérimentales et résultats

CHAPITRE III

PROCÉDURES EXPÉRIMENTALES ET RÉSULTATS

En premier lieu, on donne les étapes adoptées pour l'étude expérimentale dans l'organigramme suivant :

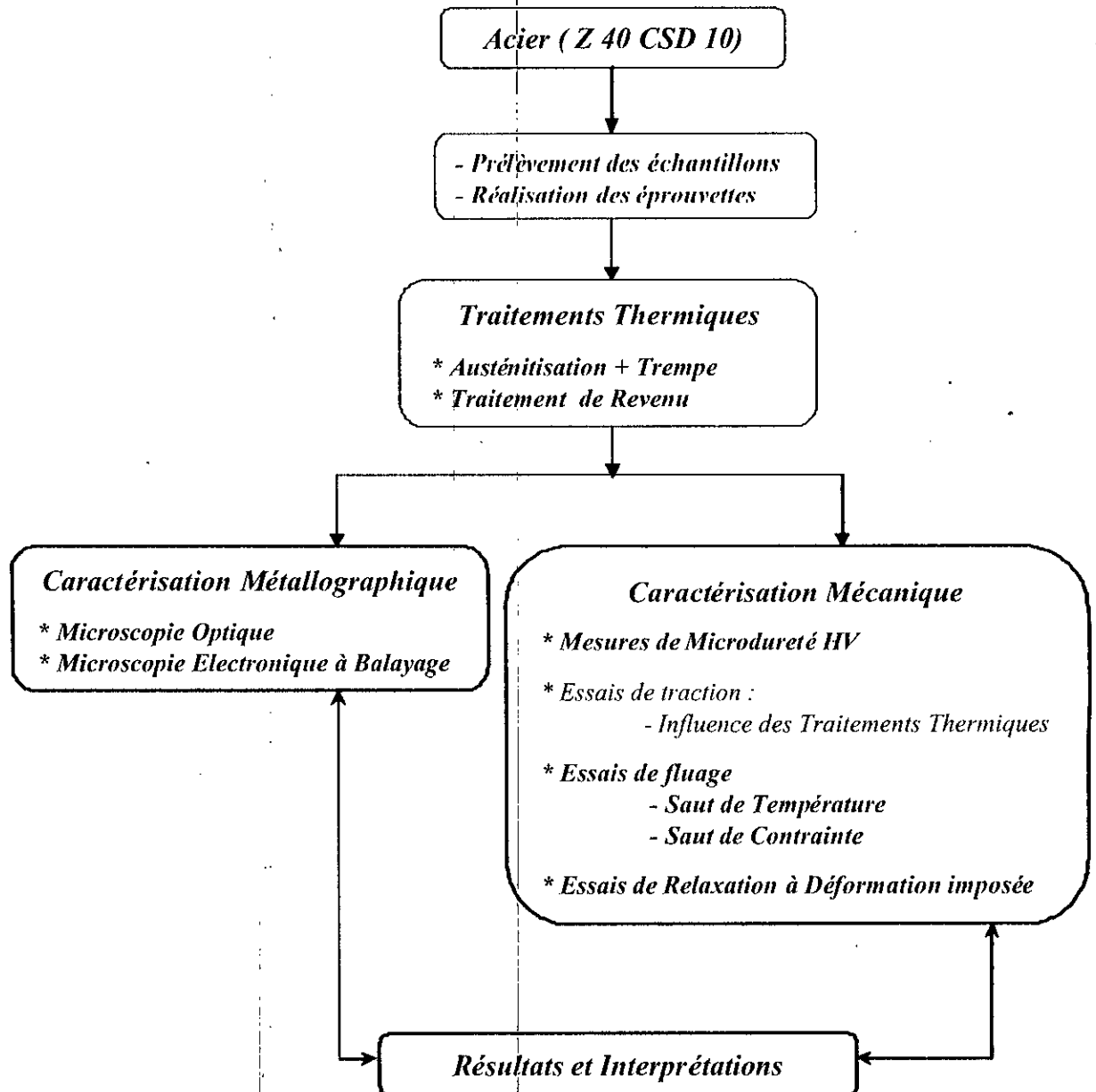


Figure III.1. Organigramme présentant les étapes expérimentales adoptées.

III.1. Matériau étudié

Un type d'acier fréquemment utilisé pour la boulonnerie à chaud et pour la fabrication des soupapes de moteurs à combustion interne est le Z 40CSD10. C'est un acier fortement allié aux Chrome Silicium Molybdène classé dans la famille des aciers à outils alliés pour travail à chaud. Il a été livré par la société «AUBERT & DUVAL» à l'état recuit sous forme de barres de 20 mm de diamètre.

Le tableau III.1 montre la désignation de l'acier selon les normes NF EN 10090 et NF A 35 579 (1991).

Désignation selon NF EN 10090		Désignation selon NF A 35-579 : 1991
Symbolique	Numérique	
X 40 CrSiMo 10-2	1.4731	Z 40CSD10

Tableau III.1. Désignation de l'acier selon les normes NF EN 10090 et NF A 35-579 (1991).

La composition chimique de l'acier donnée, respectivement, par la norme AFNOR[12] et par le fabricant (AUBERT & DUVAL) est reportée dans le tableau III.2.

	C	Cr	Si	Mo	Mn	P (max)	S (max)	Ni
AFNOR	0.35÷0.45	9.5÷11.5	2÷3	0.8÷1.3	0.8max	0.04	0.03	0.5max
Fabricant	0.40	10	2.5	0.9	-	-	-	-

Tableau III.2. Composition chimique de l'acier Z 40CSD10 (% poids).

Les données relatives aux traitements thermiques de l'acier Z 40 CSD 10 sont données dans le tableau III.3.

	Recuit d'adoucissement	Trempe	Revenu
Température (°C)	780 à 820 (Air)	1000 à 1050 (huile)	720 à 820 (air)

Tableau III.3. Données relatives aux traitements thermiques de l'acier Z 40 CSD 10.

Les propriétés physiques de l'acier Z 40 CSD 10 fournies par le fabricant sont données ci-après :

Masse volumique à 20°C	7.7Kg / dm ³				
Conductivité thermique	21 W/m.K				
Capacité thermique	50 J/Kg.K				
Coefficient moyen de dilatation (°C ⁻¹ x10 ⁻⁶)	Entre 20 et 200°C	400°C	600°C	800°C	
	11.4	12.3	12.8	13.0	
Module d'élasticité E (GPa)	20°C	200°C	400°C	600°C	800°C
	214	210	196	171	131

Par ailleurs, les points de transformations caractéristiques puisées de la bibliographie donnent un aperçu des transformations structurales susceptibles de se produire lors des traitements thermiques adoptés :

$$Ac_1 = 860^\circ\text{C} ; Ac_3 = 975^\circ\text{C} ; Ms = 255^\circ\text{C} ; M_{50} = 205^\circ\text{C} ; M_{90} = 160^\circ\text{C} [22]$$

III.2. Préparation des échantillons

Le prélèvement des échantillons s'effectue d'une façon à éviter le plus possible la diffusion de chaleur dans la matière afin de conserver leur structure propre. Dans ce but, on a procédé par tronçonnage lubrifié.

Afin d'améliorer les caractéristiques mécaniques de l'acier à étudier, on adopte un traitement thermique consistant en :

- une trempe (chauffage à une température de 1025°C suivi d'un refroidissement à l'huile),

- un revenu (chauffage à une température de 750°C suivi d'un refroidissement lent à l'air).

Le chauffage a été effectué au moyen d'un four électrique (type ELTI) de température maximale 1200 °C et de puissance 5.8 KW.

Les échantillons sont, par la suite, enrobés dans une résine et polis à l'aide de papiers abrasifs de différentes granulométries ; enfin, un polissage de finition est opéré à l'alumine.

III.3. Caractérisation Métallographique

III.3.1. Microscopie Optique

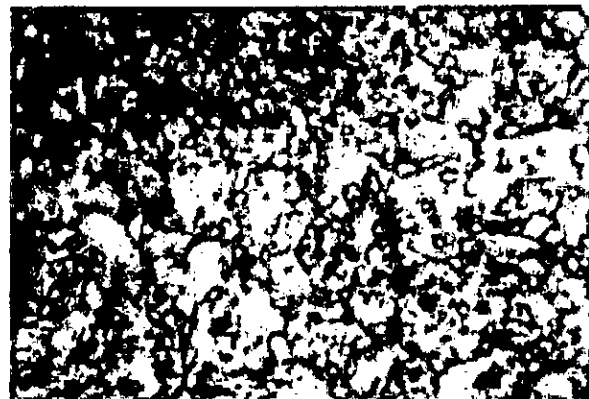
Après préparation (pré polissage + polissage de finition), les échantillons sont attaqués chimiquement à l'aide de réactifs chimiques appropriés :

- Nital à 10% pour révéler les joints de grains ferritiques,
- Chrome Regia (25 ml HCl 1.19 ; 5 ml d'acide chromique 10% en solution) pour détecter la microstructure globale du matériau.
- Nital à 2% pour révéler la structure martensitique après le traitement de trempe.

III.3.1.1. Microstructure à l'état de livraison

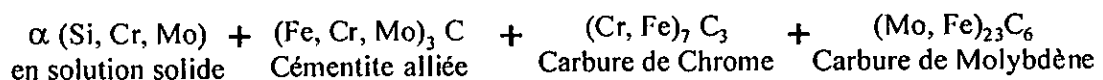
La microstructure de l'acier (Z40CSD10) à l'état de livraison est présentée dans la figure III.2. Cette microstructure est obtenue par microscopie optique avec agrandissement de 1500 x.

Figure III.2. Micrographie optique de l'acier à l'état de livraison (G : 1500x).



D'après le diagramme pseudobinaire (Annexe 3) et les coupes isothermes de l'alliage Fer – Chrome – Carbone et l'alliage Fer – Molybdène – Carbone (Annexe 4), la structure de l'acier Z40CSD10 se présente sous forme de matrice ferritique et de particules de carbure de type M_7C_3 et $M_{23}C_6$ ou $(Cr, Fe)_7C_3$ et $(Mo, Fe)_{23}C_6$.

Compte tenu de la composition chimique de l'acier Z40 CSD10, nous pouvons postuler que sa structure peut être résumée comme suit :



III.3.1.2. Microstructure après traitement de trempe

Dans l'austénisation des échantillons à une température élevée $T_a = 1025^\circ\text{C}$, la ferrite se transforme en austénite. Cette dernière devient riche en chrome et molybdène par la mise en solution des carbures ; la dissolution de ces derniers étant incomplète.

La température de début de transformation martensitique est peu basse ; ceci conduit à la présence d'une quantité d'austénite résiduelle après le traitement de trempe.

Après trempe à l'huile, on assiste à une structure martensitique due à la transformation quasi totale de l'austénite en martensite. Dans cette structure, on trouve aussi des inclusions de carbures, et la présence d'une quantité d'austénite résiduelle.

La structure martensitique obtenue par microscopie optique avec un grossissement de 480 x est illustrée dans la figure III.3.

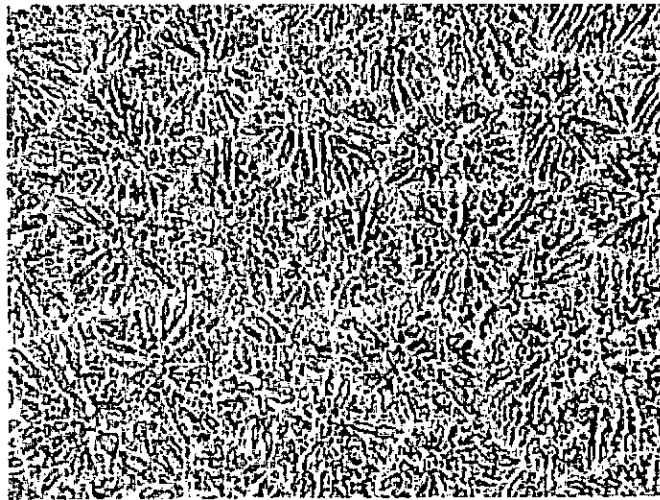


Figure III.3. Structure martensitique de l'acier après traitement de trempe (G : 480x).

Dans cette micrographie, on remarque bien que la martensite se dispose dans la structure sous forme des lattes bien organisée.

III.3.1.3. Microstructure après traitement de revenu

La micrographie de la figure III.4 représente une structure micrographique après traitement thermique (trempe à l'huile + revenu à l'air) de l'acier Z40 CSD10. Cette photo a été observée par microscopie optique avec un grossissement de 1500x.

En premier lieu, nous observons des inclusions de carbures primaires M_7C_3 et $M_{23}C_6$ qui ont été maintenus dans la structure.

Puisque la température que nous avons adopté pour le traitement de revenu est élevée (750°C), la martensite et l'austénite résiduelle se transforment en ferrite et carbure de cémentite ; la transformation de la martensite est complète [23].

La cémentite obtenue coalesce et apparaît sous forme de points sombres et de plaquettes disposées suivant les directions anciennes des lattes de martensite avec présence de précipités dans la structure. On peut résumer la composition de la microstructure après le traitement de revenu comme suit :

- une matrice composée de ferrite comprend (Fe, Si, Cr, Mo), et de cémentite alliée en solution solide $(\text{Fe, Cr, Mo})_3\text{C}$.

- des inclusions de carbures de $(Cr, Fe)_7C_3$ et $(Mo, Fe)_{23}C_6$.

Le développement de la taille de grains selon l'état du matériau (recuit, trempé, revenu) est reporté sur le tableau III.4

Etat du matériau	Etat de livraison	Etat trempé	Etat de revenu
Taille de grain (mm)	0.0114	0.015	0.00845

Tableau III.4. Variation de la taille de grain selon l'état du matériau

Figure III.4. Structure micrographique de l'acier après trempé et revenu (G : 1500 x).



III.4. Caractérisation mécanique

III.4.1. Essais de microdureté

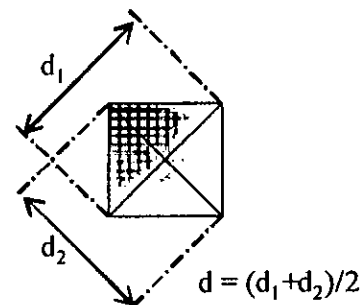
L'essai de microdureté consiste à imprimer dans la pièce à essayer un pénétrateur pyramidal à base carrée (pénétrateur de type Vickers) sous un poids P donné. Le chargement du pénétrateur s'effectue progressivement et automatiquement au moyen d'un dispositif couplé au microscope.

La valeur de microdureté Vickers HV mesurée est donnée par la relation suivante :

$$HV = 1.8544 P / d^2 \text{ [N/mm}^2\text{]} \quad (III.1)$$

Où : d est la valeur moyenne de la diagonale de l'empreinte mesurée (figure III.5).

Figure III.5. Principe de mesure de l'empreinte.



Pour voir la variation de la microdureté selon l'évolution microstructurale de l'acier, on fait l'essai de la microdureté sur trois échantillons d'états différents : le premier à l'état de livraison, le deuxième à l'état trempé et le dernier obtenu après trempé et revenu.

Les résultats obtenus de l'essai de microdureté sont illustrés, respectivement, par la figure (III.6) et le Tableau.III.5.

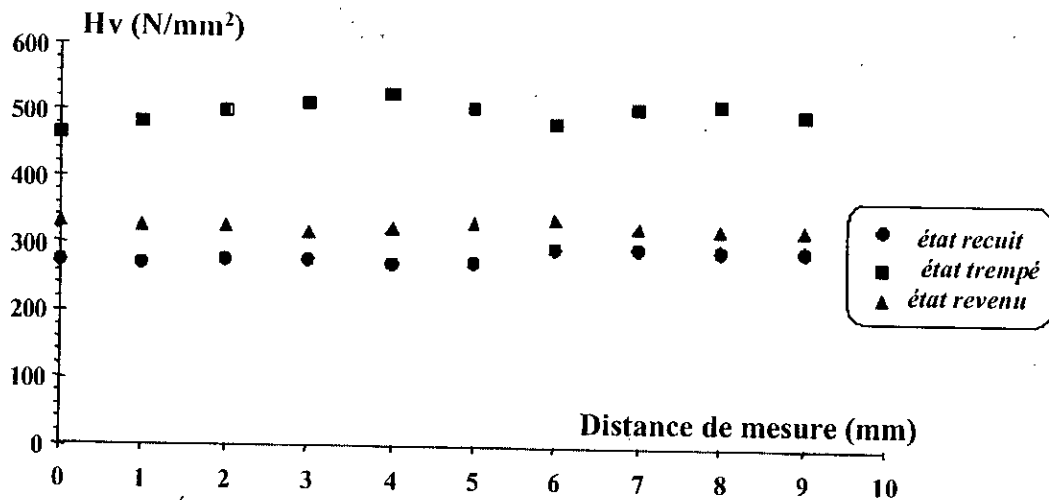


Figure III.6. Évolution de la microdureté pour différents états de l'acier Z40CSD10.

Etat de matériau	Etat de livraison	Austénitisation + trempe à l'huile	Trempe + revenu
HV moy (N/mm ²)	281	498	327

Tableau III.5. Microdureté moyenne pour différents états de l'acier Z40CSD10.

On remarque que, dans le cas du matériau à l'état trempé, la microdureté (HV_{moy}) atteint la valeur maximale. Cette amélioration serait due à la formation de la martensite qui se caractérise par une grande dureté.

La valeur de HV_{moy} diminue si l'on pratique un traitement de revenu mais reste plus élevée que celle mesurée à l'état de livraison. Puisqu'on a un revenu à une température élevée (750°C), la martensite se transforme complètement en ferrite.

III.4.2. Réalisation des éprouvettes

Pour les essais de fluage, de relaxation et de traction, les éprouvettes ont été réalisées à partir d'un barreau de 20mm de diamètre.

L'éprouvette destinée à l'essai de fluage - relaxation est proportionnelle ; la longueur initiale de l'éprouvette vérifie la condition :

$$L = K \cdot \sqrt{S_0}$$

Où :

K est une constante comprise entre 5.65 et 8.16,

S₀ surface initiale de la partie utile de l'éprouvette.

L'éprouvette possède des collerettes permettant de fixer un extensomètre pour la mesure de la déformation. L'état de surface de la partie utile de l'éprouvette joue un rôle très important sur la précision des résultats obtenus, c'est pourquoi on adopte une finition finale par un papier abrasif de granulométrie fine.

La forme et les cotes des éprouvettes sont reportées (selon des conditions de mise en place à la machine d'essai) dans l'Annexe 7.

III.4.3. Essais de traction

Il s'agit d'un des essais les plus pratiqués permettant de déterminer les caractéristiques mécaniques fondamentales des matériaux : limite élastique, charge de rupture, allongement à rupture ...

L'essai consiste à soumettre une éprouvette à un champ de contrainte uniforme uniaxial de traction jusqu'à rupture. On impose en général une déformation croissante à une éprouvette de longueur utile initiale L_0 et on enregistre simultanément l'effort appliqué F et l'allongement résultant $(L-L_0)$.

Nos essais de traction ont été effectués au moyen d'une machine universelle de traction électromécanique de type WOLPERT-AMSLER équipée d'un four thermorégulé.

Notons que les essais de traction ont été effectués à l'ambiante sur des éprouvettes prises l'état de livraison d'une part, et sur des éprouvettes traitées (trempe + revenu).

L'influence de la vitesse de déformation sur les caractéristiques mécaniques de notre acier a été considérée à travers l'adoption de deux vitesses de déformation (4 et 6 mm/min).

Les résultats obtenus sont reportés sur les figures III.7 et III.8.

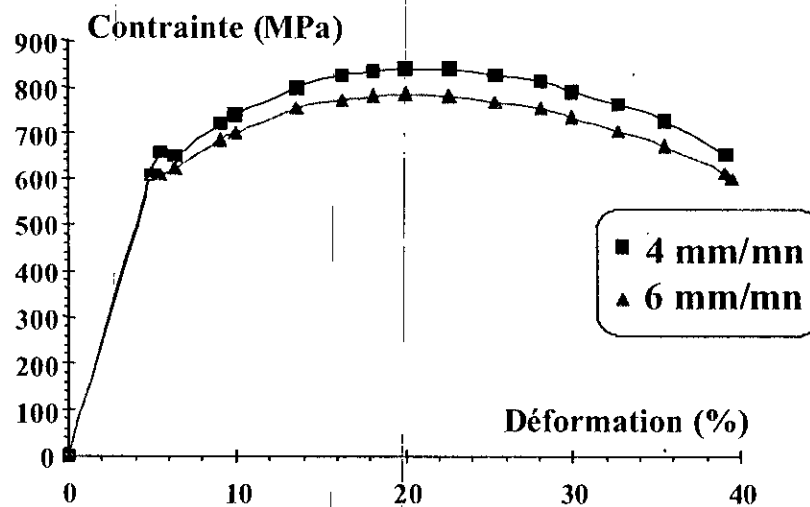


Figure III.7. Essais de traction à l'ambiante pour différentes vitesses de déformation ; état de livraison.

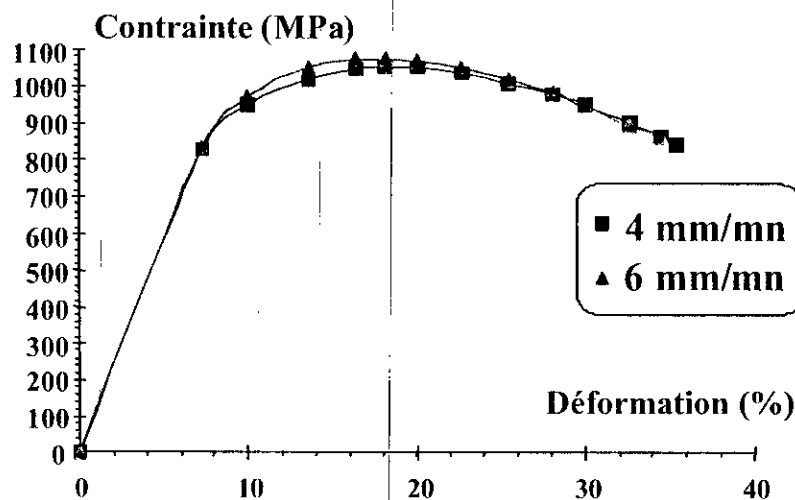


Figure III.8. Essais de traction à l'ambiante pour différentes vitesses de déformation ; état traité.

Chacun des graphes obtenus (contrainte en fonction de la déformation) que ce soit pour les éprouvettes à l'état de livraison ou pour celles à l'état traité se caractérise par :

- une partie rectiligne correspondant au domaine d'élasticité (comportement purement élastique) ; dans ce domaine, on admet que la contrainte varie linéairement avec la déformation,
- un domaine de déformation plastique uniforme. Dans ce cas si l'éprouvette est déchargée, elle conserve un allongement (la déformation n'est pas réversible),
- le domaine de striction dans lequel les déformations se localisent dans une zone limitée dont la section diminue rapidement,
- le point de fin de courbe correspondant à la rupture de l'éprouvette.

Sur le tableau 6 ci-après, quelques grandeurs fondamentales relatives à l'essai de traction sont données.

<i>Etat de l'éprouvette</i>	<i>Etat de livraison</i>		<i>Etat traité</i>	
<i>N° de l'éprouvette</i>	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
<i>Vitesse de déformation (mm/min)</i>	<i>4</i>	<i>6</i>	<i>4</i>	<i>6</i>
σ_e (MPa)	$R_{eH} = 661.37$ $R_{eL} = 647.23$	$R_{eH} = 615.40$ $R_{eL} = 608,33$	827.60	834.68
σ_m (MPa)	841.75	785.16	1050.42	1078.72
σ_r (MPa)	657.84	601.25	841.75	862.97
ε_m (%)	21.36	21.8	19.09	18.18
$A_r = \frac{L_u - L_0}{L_0} \times 100$ (%)	41.27	51.82	36.9	31.82
$Z = \frac{S_0 - S_u}{S_0} \times 100$ (%)	85	85.4	84.5	84.2

Tableau III.6. Grandeurs fondamentales relatives à l'essai de traction.

Avec :

- σ_e Limite d'élasticité du matériau,
- σ_m Résistance à la traction,
- σ_r Contrainte à rupture de l'éprouvette,
- ε_m Déformation maximale correspondant à la résistance à la traction σ_m ,
- R_{eH} (MPa) Limite supérieure d'écoulement,
- R_{eL} (MPa) Limite inférieure d'écoulement,
- A_r, Z Respectivement allongement à rupture et striction de l'éprouvette,
- L_u, S_u Respectivement allongement et section à rupture de l'éprouvette.

III.4.3.1. Influence de la vitesse de déformation

À partir des figures III.7 et III.8 précédentes, on peut noter :

* *Pour les éprouvettes à l'état de livraison :*

Avec l'augmentation de la vitesse de déformation, on peut remarquer une diminution au niveau des caractéristiques mécaniques (limite d'élasticité σ_e , résistance à la traction σ_{max}).

Ceci montre que notre acier est excepté de la règle générale qui dit qu'avec l'augmentation de la vitesse de déformation, les caractéristiques mécaniques vont aussi augmenter[23].

*** Pour les éprouvettes à l'état traité :**

L'augmentation de la vitesse de déformation se répercute sur les caractéristiques mécaniques ; on enregistre par exemple, une augmentation de 2.62% pour la résistance à la traction.

III.4.3.2. Influence du traitement thermique

Avec le traitement thermique de l'éprouvette (trempe à l'huile et revenu à l'air), on note une amélioration dans les caractéristiques mécaniques.

Rappelons que les caractéristiques mécaniques sont inversement proportionnelles avec la taille du grain [24]. Cet effet est confirmé lorsqu'on compare cette variation avec le développement de la taille de grains (tableau III.4) où on trouve que les caractéristiques mécaniques améliorées correspondent à une faible taille de grain.

III.5. Essais de fluage

Les essais de fluage ont été effectués sur des éprouvettes à l'état traité (trempe + revenu) de l'acier Z40 CSD10 sous la forme géométrique illustrée dans l'Annexe 7.

III.5.1. Principe

L'essai de fluage consiste à soumettre une éprouvette (pour une température donnée) à une charge de traction constante dirigée suivant son axe longitudinal pendant une certaine durée soit, jusqu'à l'obtention d'un allongement de fluage spécifié, soit jusqu'à la rupture de l'éprouvette. Pendant l'essai, on enregistre la valeur de l'allongement obtenu en fonction du temps.

III.5.2. Appareillage

La machine utilisée (de marque **ROELL-AMSLER** ; Annexe 6) se compose de :

- *Dispositif de mise en charge*

Le dispositif d'amarrage de l'éprouvette est suspendu à un ressort de mise en charge dont la tension induit la mise en charge progressive de l'éprouvette ; le chargement de l'éprouvette se fait par entraînement donné par un moteur.

La rupture de l'éprouvette libère l'énergie emmagasinée dans le ressort de mise en charge ; pour que cette "libération" n'endommage pas la machine, le choc est absorbé par un amortisseur qui compense la libération d'énergie.

- *Dispositif de mesure de la force*

L'allongement du ressort de mise en charge est transmis à un comparateur par un palpeur de course de mesure ; ce qui permet de lire directement la force exercée pour l'essai.

- *Dispositif de mesure de l'allongement*

La mesure de l'allongement de l'éprouvette est donnée par un extensomètre à chaud (Annexe 6) ; elle peut être assurée par un capteur de distances.

Ce dernier, (constitué d'une colonne ferromagnétique fixée à un coté de l'éprouvette), bouge dans une bobine sous tension; ce mouvement crée une variation au niveau de la tension qui se transforme en déplacement sur le graphe tracé.

- *Fixation de l'éprouvette*

Afin de rendre aisé le démontage de l'éprouvette après un essai à une température élevée, les filets de l'éprouvette sont enduits de pâte graphitée; l'emplacement de l'éprouvette est illustré dans l'Annexe 6.

- *Dispositif de chauffage et de régulation de température*

Il est assuré au moyen d'un four thermostaté dans le sens axial de manière à obtenir une température régulière sur toute la longueur de l'éprouvette. Le four est orientable, ce qui permet d'aligner, avant l'essai, le centre du four sur l'axe de l'éprouvette.

La température spécifiée de l'essai est assurée par un régulateur (Annexe 6). Deux thermocouples disposés aux extrémités de la longueur calibrée de l'éprouvette sont suffisants pour garantir une uniformité satisfaisante de la température de l'éprouvette.

III.5.3. Résultats

Les figures III.9 et III.10 montrent les courbes d'évolution de la déformation ε au cours du temps t pendant l'essai de fluage.

La première courbe est tirée d'un essai mené à une contrainte de 600 MPa, et la deuxième, d'un essai sous une contrainte de 650 MPa. La température des deux essais est 500 °C.

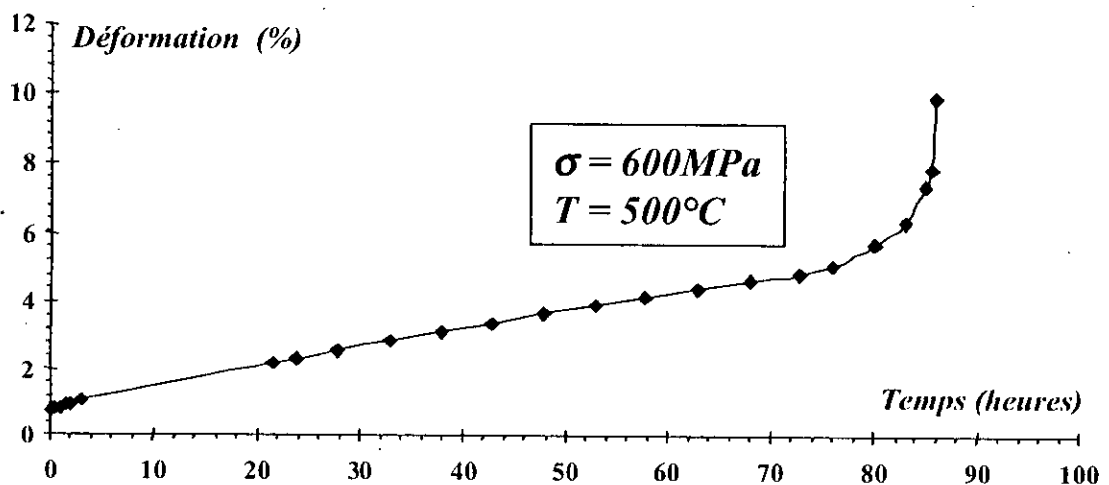


Figure III.9. Courbe de fluage pour un essai mené à $\sigma = 600 \text{ MPa}$ et $T = 500 \text{ °C}$.

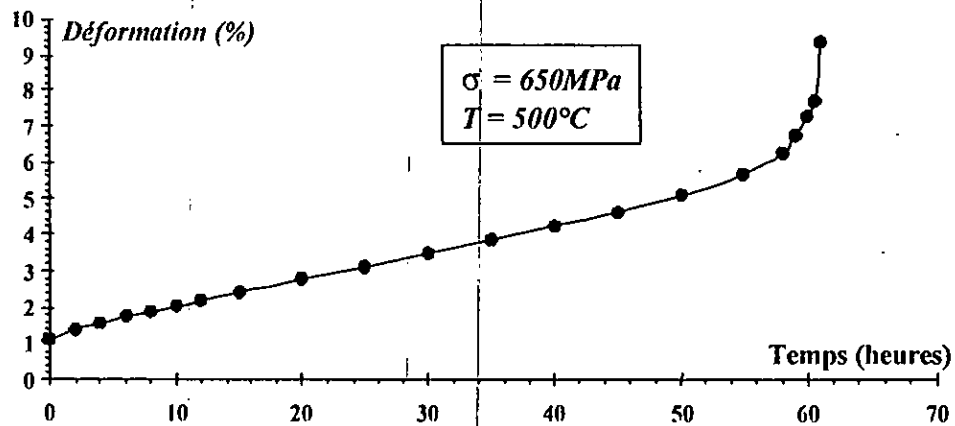


Figure III.10. Courbe de fluage pour un essai mené à $\sigma = 650 \text{ MPa}$ et $T = 500^\circ\text{C}$.

L'évolution de la déformation en fonction du temps montre un schéma classique du fluage à partir duquel on peut distinguer les trois domaines connus (domaines primaire, secondaire et tertiaire) :

- dans le premier, on enregistre une croissance de la déformation à partir de la mise en charge jusqu'à 1.89% pour le premier diagramme et 1.06% pour le second,
- dans le deuxième domaine, on assiste à un ralentissement de la déformation où elle reste constante,
- dans le troisième domaine, on note une accélération de la déformation traduisant en fait une instabilité de la microstructure ; l'éprouvette va s'allonger continuellement jusqu'à sa rupture.

D'un point de vue structural, on peut penser qu'au début de l'essai, la vitesse initiale de fluage serait contrôlée par la diffusion sous forme de "nuages" d'éléments tels que le chrome et le molybdène. Cette diffusion peut à la fois conditionner la vitesse des dislocations par un effet de traînage et la croissance des précipités ; ceux-ci seraient liés à l'interaction chimique entre éléments substitutionnels (Cr, Mo, Si, Mn,...) et interstitiels (C) [10].

Lorsque les précipités atteignent une taille critique à partir de laquelle les dislocations ne sont plus retenues par les carbures, la vitesse de fluage peut ralentir, notamment sous l'effet de dispersoïdes de type $(\text{Mo, Si})_x(\text{C})$, ou augmenter dès lors qu'il y a apparition de carbures de type M_{23}C_6 (M : Cr, Mo, Si,...) pouvant affecter la résistance au fluage [1, 10].

III.5.3.1. Influence de la contrainte

Pour la plupart des matériaux, la sous-structure de fluage dépend essentiellement de la contrainte appliquée. Dans le cas de l'acier Z 40CSDC 10, la dépendance de la vitesse de fluage avec la contrainte appliquée, à une température donnée, peut être tributaire de plusieurs phénomènes physiques dont les plus probables seraient :

- le mécanisme propre de la déformation : mode de déplacement des dislocations,
- la précipitation en cours de fluage,
- la présence de dispersoïdes (carbures, phases intermétalliques) dont les caractéristiques dépendent de la température, de la teneur en carbone et du temps,
- l'existence éventuelle de "nuages" de chrome-carbone.

Sur les deux courbes présentées respectivement dans les figures III.9 et III.10, on peut constater que pour une même température (500°C), le saut de contrainte ($600 \div 650 \text{ MPa}$) engendre une diminution de la durée de vie de la pièce passant de près de 86 heures à 61 heures. Cette évolution montre que la sous-structure de fluage dépend fortement du niveau de paramètre macroscopique (contrainte appliquée).

En considérant l'hypothèse d'un fluage "permanent" [10], la vitesse de fluage peut être reliée à la contrainte par une relation empirique du type :

$$\dot{\epsilon}_H = f(T) \sigma^n$$

où :

$f(T) = \exp(-Q/RT)$ avec Q énergie d'activation thermique (KJ/mole) ; R constante des gaz parfaits.

L'exposant n , appelé aussi coefficient de sensibilité à la contrainte, est déterminé expérimentalement en calculant la pente de la droite obtenue sur le graphe tracé en échelle bi logarithmique, (figure III.11), $\dot{\epsilon}_H = f(\sigma)$.

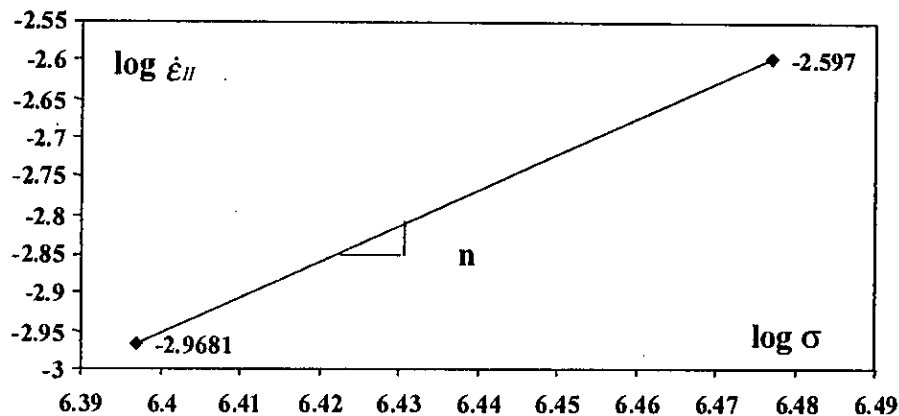


Figure III.11. Détermination expérimentale du coefficient de sensibilité à la contrainte.

Si la détermination expérimentale du coefficient n (≈ 5), en cohérence avec la littérature [1,10], a pu être effectuée en procédant à des essais à 500°C à différentes valeurs de contrainte (600, 650MPa), l'évolution au cours du temps de la déformation suggère que la sous-structure de fluage dépend fortement du niveau de contrainte appliquée.

Ainsi, entre le domaine de contrainte élevée (650MPa) et celui de contrainte moins élevée (600MPa), le matériau manifeste une instabilité de comportement ; il peut soit entrer en période de fluage accéléré à partir d'un taux de déformation bas (1.6% à 600MPa), soit au contraire, présenter une stabilisation de la déformation. Celle-ci se traduit par un palier de vitesse qui se poursuit jusqu'à plusieurs pourcents (650MPa). D'un point de vue structural, l'instabilité de comportement peut être associée à la croissance de carbures du type $M_{23}C_6$ qui atteignent à 500°C une taille "critique" pouvant agir sur la mobilité des dislocations (ralentissement de déformation observé à 600MPa).

III.5.3.2. Influence de la température

Si le fluage est un processus thermiquement activé, la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}_H$ doit suivre une loi d'Arrhénius : $\dot{\epsilon}_H = \dot{\epsilon}_0 \exp(-Q/RT)$ où Q est l'énergie d'activation thermique, R la constante des gaz parfaits.

En fait, $\dot{\epsilon}_H$ dépend des deux paramètres macroscopiques principaux que sont la température et la contrainte. En effet, sous l'action simultanée de la température et de la contrainte, différents mécanismes sont, alors, mis en jeu : déplacement thermiquement activé des dislocations (glissement, montée), cisaillement des joints de grains, diffusion des lacunes. Nous avons, donc, tenté de séparer ces deux effets en procédant à deux types d'essais spécifiques ; le premier a été décrit au paragraphe précédent, le second est présenté ci-après.

Afin d'établir l'influence du paramètre macroscopique température à travers la détermination de l'énergie d'activation thermique Q , nous avons mené, pour une contrainte donnée, deux séries d'essais avec saut de température $450 \div 500^\circ\text{C}$:

- pour le premier, l'essai a été mené à une contrainte de 600MPa ; le saut de température $450 \div 500^\circ\text{C}$ a été opéré après 520 heures de fluage,
- pour le second, l'essai a été mené à une contrainte de 650MPa ; le saut de température $450 \div 500^\circ\text{C}$ a été opéré après 118 heures de fluage.

L'évolution de la déformation au cours du temps, pour les deux séries d'essai, est reportée par les figures III.12 et III.13 ci-après.

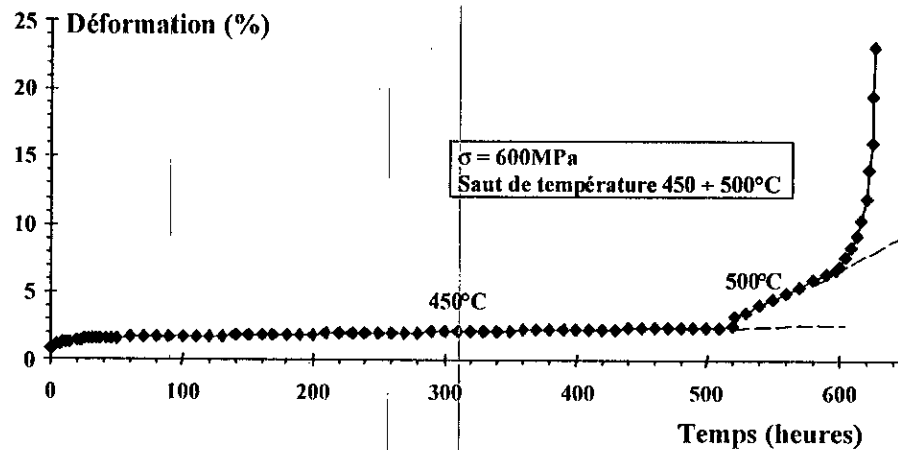


Figure III.12. Diagramme de fluage pour une éprouvette subissant une contrainte de 600MPa.

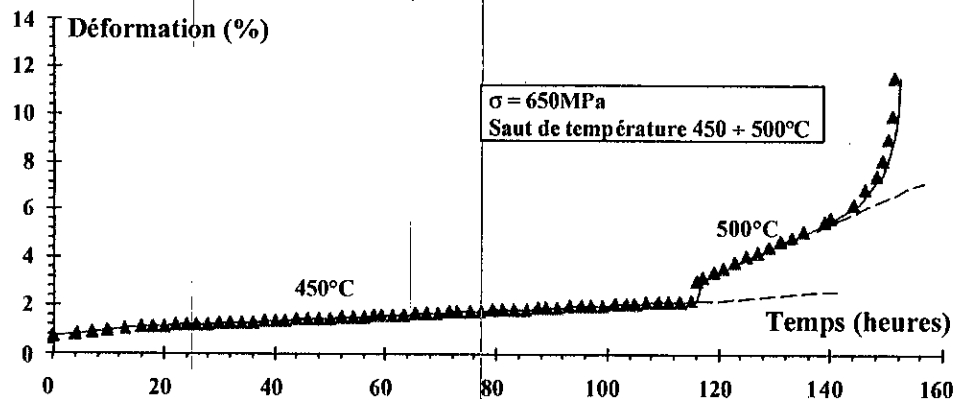


Figure III.13. Diagramme de fluage pour une éprouvette subissant une contrainte de 650MPa.

Sur le réseau de courbes $\epsilon = f(\text{temps})$ obtenues à partir des essais menés à 450 et 500°C aux contraintes de 600 et 650MPa, nous avons déterminé pour une même déformation, les vitesses de fluage secondaires correspondantes. Celles-ci ont permis, alors, de déterminer la pente $\delta \text{Log } \dot{\epsilon}_{II} / \delta(1/T)$ correspondant à l'énergie d'activation thermique Q dont la valeur peut être comparée à l'énergie d'autodiffusion des différents éléments constitutifs de l'alliage notamment le fer (280 KJ/mole), le chrome (246 KJ/mole), le molybdène (234 KJ/mole) [10]. La valeur de Q (~ 223 KJ/mole) obtenue des essais menés à 650MPa pour un saut de température $450 \div 500^\circ\text{C}$ semble très voisine de celles trouvées dans la littérature, [1, 10], pour un matériau de composition chimique voisine du notre.

On postule dans ce cas que les mécanismes gouvernant le phénomène de fluage sont essentiellement dus à l'effet de diffusion.

Par contre, pour les essais menés à 600MPa pour un saut de température $450 \div 500^\circ\text{C}$, on constate que l'énergie d'activation trouvée pour le fluage (~ 332 KJ/mole) est nettement supérieure à l'énergie d'autodiffusion des différents éléments constitutifs de l'alliage. Ceci pourrait suggérer que nous ne sommes pas uniquement en présence d'un phénomène de fluage contrôlé par la diffusion (mécanisme dit de Herring-Nabarro).

En fait, le mécanisme doit être plus complexe car, outre la contrainte appliquée, il faut tenir compte de l'effet de la température sur la diffusion et sur la précipitation à travers les vitesses de déformation engendrées : la précipitation et la déformation étant des phénomènes fortement interactifs :

- à 450°C , on enregistre, à partir de la mise en charge pour $\sigma = 600$ et $\sigma = 650\text{MPa}$, une croissance relativement lente de la déformation dans un domaine s'étendant de 0.6 à 0.8% environ. On pense que le ralentissement des vitesses de fluage initiales serait dû à un faible déplacement des dislocations, dans le matériau, ce qui favoriserait la ségrégation d'éléments carburigènes tels que le carbone, le chrome, le molybdène, autour des dislocations et donc la précipitation.

À partir de 1% de déformation correspondant au début du palier de la courbe $\epsilon=f(\text{temps})$, une légère augmentation de la vitesse de fluage est notée : la taille des précipités croissant sur les dislocations atteint une "valeur critique" à laquelle un désencrage pourrait se produire. Par la suite, on enregistre pendant un temps relativement long (~ 118 et 520 heures), un ralentissement de la vitesse de fluage par suite de la croissance de précipités qui seraient, selon BÉRANGER et al, du type $(\text{Nb}, \text{V})_2\text{C}$ responsables en grande partie d'une diminution de la mobilité des dislocations.

- à 500°C et pour les contraintes 600 et 650MPa, l'évolution de la déformation en fonction du temps suit un schéma classique permettant de distinguer les stades primaire, secondaire et tertiaire caractérisés, respectivement, par :

- une croissance de la déformation à partir de la mise en charge jusqu'à une valeur de l'ordre de 2%,
- un ralentissement de la vitesse de déformation dans un domaine s'étendant de 2 à 5% correspondant au palier observé sur la courbe $\epsilon = f(\text{temps})$,
- une accélération de la déformation se produisant à partir de 2% et se prolongeant jusqu'à la rupture.

De ce qui précède, nous pouvons noter que pour le saut de température ($450 \div 500^\circ\text{C}$), la valeur sensiblement élevée de l'énergie d'activation Q , pour $\sigma = 600\text{MPa}$, peut être associée à la présence de fins dispersoïdes (notamment à 450°C), qui au delà d'une certaine taille et d'une certaine densité, n'auraient plus d'influence sur la vitesse d'écoulement. La précipitation, à 500°C , de carbures M_{23}C_6 formés à partir du carbone en solution solide favorise l'augmentation de la vitesse de fluage et, par conséquent, une augmentation de l'énergie d'activation thermique.

III.5.3.3. Détermination de la résistance à la rupture par fluage

En appliquant la méthode normale exposée dans le deuxième chapitre, par le tracé du graphe représentant la contrainte à rupture σ_r en fonction du temps à rupture t_r en échelle bilogarithmique, on peut prévoir la durée de vie d'une pièce soumise à une contrainte et à une température données.

Puisque nos essais ont été menés à la température de 500°C, ce graphe ne permet d'estimer que les contraintes que nous pouvons admettre sous cette température.

D'après les résultats obtenus des deux premiers essais de fluage, on peut déterminer les deux paramètres A et B de l'équation (II.23) du Chapitre II. L'équation va, alors, prendre la forme suivante :

$$\log(\sigma_r) = -0.23391 \times \log(t_r) + 3.23052$$

On peut tracer maintenant, le graphe représentant la variation de la durée de vie en fonction de la contrainte ; ce graphe est illustré par la figure III.14 ci-après.

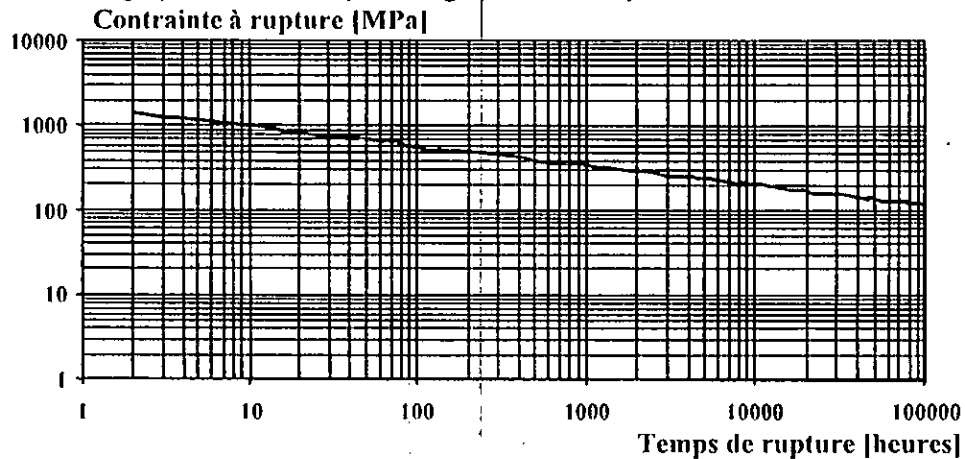


Figure III.14. Résistance à la rupture par fluage de l'acier Z 40 CSD 10 pour T = 500°C.

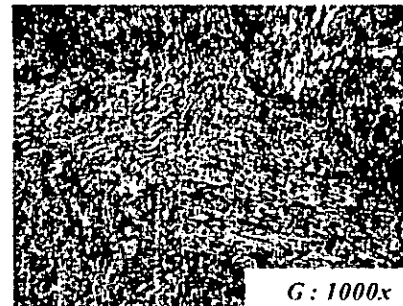
De ce diagramme, on peut remarquer que, la durée de vie de l'éprouvette est inversement proportionnelle à la contrainte appliquée. C'est-à-dire, si la durée de vie voulue est large, la contrainte appliquée doit être diminuée.

Nous pouvons employer cet abaque de deux manières : si nous avons une pièce travaillant sous une certaine contrainte (définie au préalable), nous pouvons prévoir le temps nécessaire pour qu'elle arrive à rupture. D'une autre manière, si nous visons une durée de vie bien déterminée pour une pièce donnée, par extrapolation (sur le graphe ci-dessus) nous pouvons prévoir la contrainte que nous ne devons pas dépasser. Pour les températures inférieures à 500 °C, les contraintes admises sont supérieures aux contraintes déterminées par cette courbe.

III.5.4. Micrographie de l'acier après essai de fluage

Après essai de fluage, une observation au microscope optique est opérée sur le fût de l'éprouvette dans la zone de rupture (figure III.15).

Figure III.15. Micrographie optique du matériau après un essai de fluage à $\sigma = 600\text{MPa}$; T = 500°C.

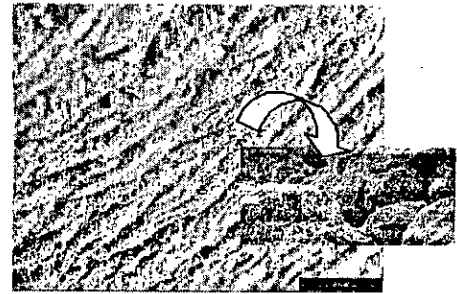


G : 1000x

La micrographie révèle une multiplication des bandes de glissement le long du fût de l'éprouvette dont le rôle est essentiel dans le processus d'endommagement du matériau. En effet, les bandes de glissement peuvent, dans la majorité de cas, être le siège de l'amorce de fissures traversant les joints de grains.

Par ailleurs, l'examen du fût de l'éprouvette est opéré au moyen du microscope électronique à balayage ; il est illustré par la figure III.16 ci-après.

Figure III.16. Examen par microscopie électronique à balayage du fût de l'éprouvette (G : 163x).



L'observation du fût de l'éprouvette met en évidence une structure caractéristique d'une déformation par fluage. La rupture de l'éprouvette est obtenue par décohesion des grains le long de l'axe de sollicitation; la déformation plastique induite par l'effet conjugué de la contrainte et de la température s'est traduite par des amoncellements de la structure le long du fût de l'éprouvette.

III.5.4.1. Examen des faciès de rupture

Les faciès de rupture par fluage (figure III.17) ont été examinés au moyen du microscope électronique à balayage.

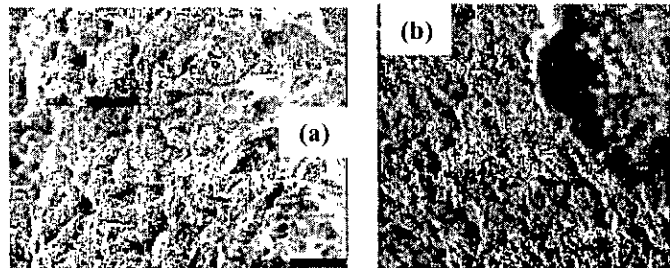
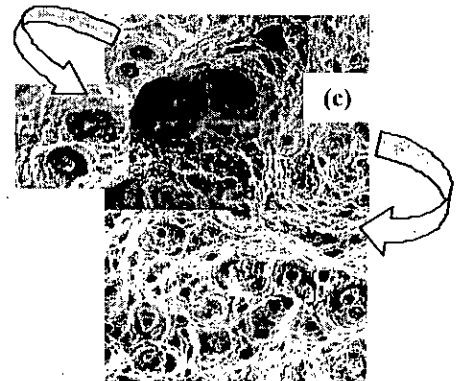


Figure III.17. Faciès de rupture après un essai de fluage à $\sigma = 600\text{MPa}$; $T = 500^\circ\text{C}$; (G : 625x).



Au cours de la forte déformation plastique pendant l'essai de fluage, de petites cavités se forment d'abord en des endroits isolés, là où la compatibilité entre déformation globale et locale est difficile à assurer (inclusion, carbures). Ces cavités deviennent plus nombreuses et augmentent de volume ; la réunion de ces cavités donnent naissance à une fissure. La coalescence des cavités est effectuée par striction interne des pédoncules séparant les trous dont la croissance conduit à la rupture. D'après la photo présentée dans la figure III.17, on remarque bien que le faciès de rupture ductile se constitue de cupules juxtaposées. Au fond des cupules il existe souvent des inclusions ou des précipités qui leur ont donné naissance. Cet effet est mis en évidence par la photo agrandie qui présente deux trous adjacents à l'intérieur desquels se trouvent des précipités ; nous pensons que ce sont des carbures existant dans la microstructure du matériau.

III.6. Essai de relaxation

L'essai de relaxation consiste à porter une éprouvette à la température spécifiée et à la soumettre à une charge de traction dirigée suivant son axe longitudinal. Pendant la relaxation, la déformation de l'éprouvette est imposée. on enregistre alors, l'évolution de la contrainte au cours du temps.

Afin d'étudier le comportement de l'acier Z40CSD10 en relaxation, deux essais ont été menés aux températures de 400 et 500°C. Sur les figures III.18 et III.19 ci-après sont représentées, respectivement l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation et au cours du temps.

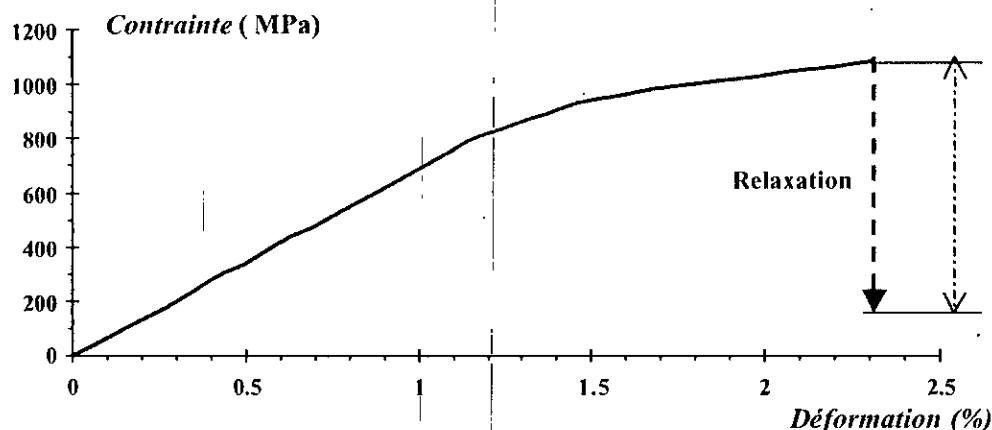


Figure III.18. Evolution de la contrainte en fonction de la déformation pour un essai de relaxation à une température de 500°C ($\epsilon_0 = 2.3\%$).

La contrainte augmente progressivement jusqu'à l'instant où la déformation sera égale à la valeur imposée à partir de laquelle le niveau de la contrainte va décroître au cours du temps.

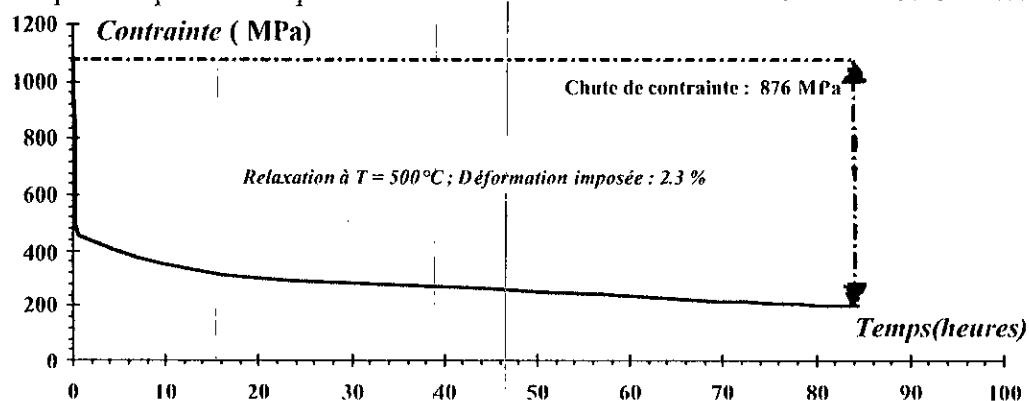


Figure III.19. Evolution de la contrainte au cours du temps pour un essai de relaxation à $T=500^{\circ}\text{C}$ ($\epsilon_0 = 2.3\%$).

Cet essai a permis de mettre en évidence la diminution de contrainte résultant du maintien d'une déformation constante. D'après la figure III.19 et puisque la déformation imposée ϵ_0 est proche de la déformation correspondant à la résistance à la traction (où l'écoulement est important), on remarque préalablement, une réduction rapide de la contrainte jusqu'à la valeur de 471MPa à partir de laquelle, la contrainte va décroître d'une manière considérable. Après un temps de 84.5 heures depuis le début d'essai, on enregistre une chute de contrainte de l'ordre de 876MPa.

Ainsi, chaque point de la courbe de relaxation $\sigma = f(\text{temps})$ donne la contrainte et la vitesse de déformation viscoplastique. Cette dernière peut être elle même considérée comme étant la

vitesse de fluage secondaire en fluage si on applique ce niveau de contrainte à la même température [18].

$$\dot{\epsilon} = (\sigma_{i+1} - \sigma_i) / E \cdot (t_{i+1} - t_i)$$

Avec :

E module d'Young du matériau,

t_i ; t_{i+1} deux instants successifs où les contraintes σ_i et σ_{i+1} sont mesurées.

L'évolution de la vitesse de déformation en fonction du niveau de contrainte est illustrée par la figure III.20.

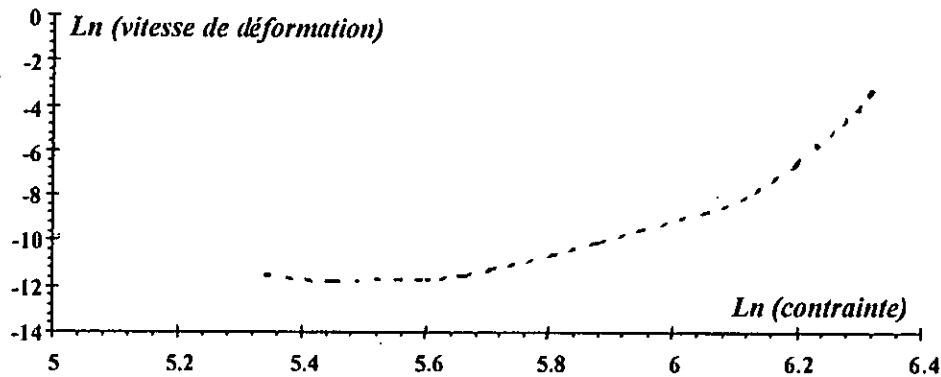


Figure III.20. Evolution de la vitesse de déformation plastique en fonction du niveau de contrainte pour un essai de relaxation à $T=500^{\circ}\text{C}$ ($\epsilon_0=2.3\%$).

La vitesse de déformation diminue avec la diminution de la contrainte. D'après cette figure et selon la concavité de la courbe, on peut constater que la vitesse de déformation ne pourra pas être égale à zéro. Ceci montre l'absence d'une contrainte seuil traduisant une relaxation permanente de la contrainte en fonction du temps; par conséquent, le phénomène de fluage peut exister pour tous les niveaux de contrainte.

Si on lance juste après la durée indiquée de l'essai de relaxation, un essai de fluage à la même température et pour une contrainte de 650MPa, la réponse de l'éprouvette telle que présentée par la figure III.21 montrè une "combinaison" entre cette dernière et celle d'un essai mené directement en fluage.

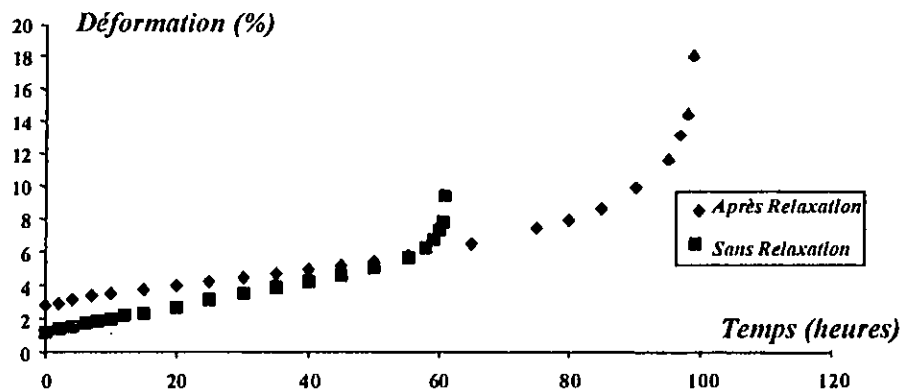


Figure III.21. Réponse d'un essai de fluage lancé après un essai de relaxation.

La réponse montre qu'il se fait une réduction dans la vitesse de fluage secondaire, au-delà, un agrandissement dans le domaine stationnaire puis la durée de vie de l'éprouvette qui a été utilisée dans un essai de relaxation. D'autre coté, on enregistre une augmentation dans la valeur de l'allongement à rupture.

L'autre essai de relaxation mené à la température de 400°C et pour une déformation constante de 0.59% est illustré par les figures III.22, III.23 et III.24 ci-après.

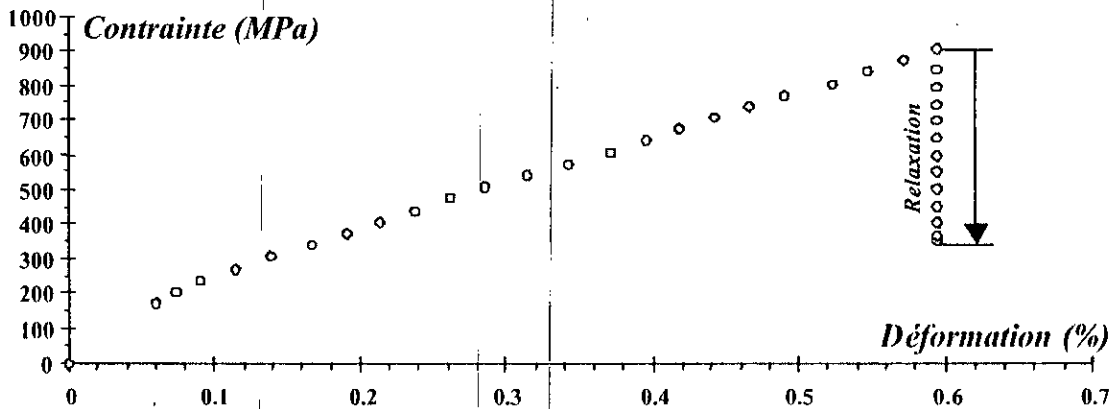


Figure III.22. Evolution de la contrainte en fonction de la déformation pour un essai de relaxation à une température de 400°C.

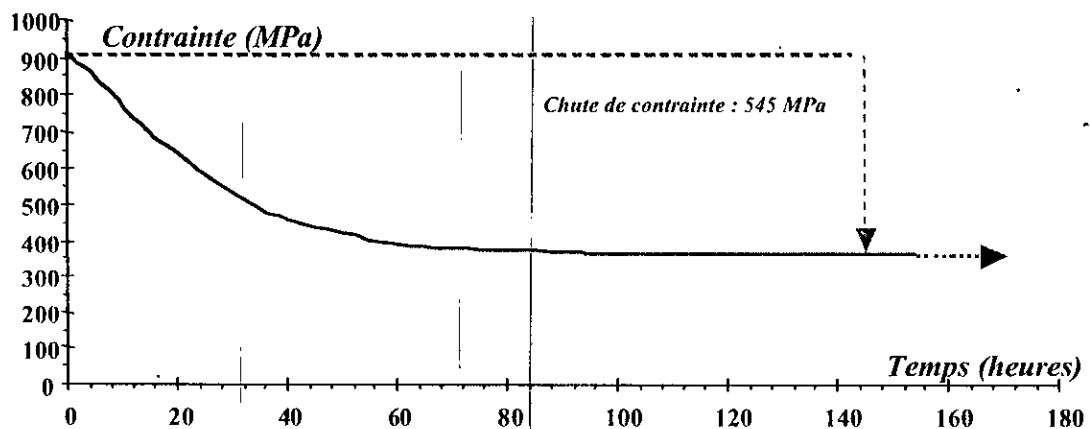


Figure III.23. Relaxation de la contrainte au cours du temps pour un essai mené à une température de 400°C.

Dans un premier temps, la contrainte augmente progressivement jusqu'à une valeur $\sigma_0 \approx 909$ MPa correspondant à la valeur de la déformation imposée $\varepsilon_0 = 0.59\%$ (figure III.22).

La valeur atteinte de contrainte représente la contrainte initiale de l'essai de relaxation; au delà de ce niveau, la contrainte se relaxe d'une manière dégressive. Après une durée de 96 heures, la contrainte va se stabiliser au cours du temps (figure III.23) à un niveau appelé contrainte seuil ($\sigma_s \approx 363$ MPa). Depuis le début de l'essai jusqu'à l'atteinte de la contrainte seuil, on enregistre une chute de contrainte d'environ 545 MPa.

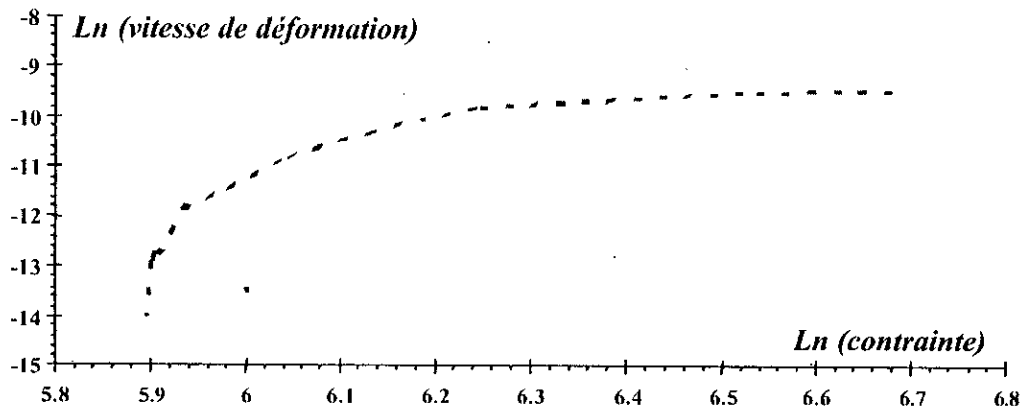


Figure III.24. Vitesse de déformation plastique de relaxation en fonction de la contrainte pour un essai mené à une température de 400°C.

La figure III.24 montre l'évolution de la vitesse de déformation plastique de relaxation en fonction du niveau de contrainte. On remarque que la vitesse représente une fonction proportionnelle à la contrainte, où pour diminuer la valeur de celle-ci, on doit diminuer le niveau de contrainte et inversement.

À partir de la contrainte seuil σ_s , la vitesse de déformation plastique de relaxation tend à s'annuler ; ceci suggère que la relaxation à 400°C est achevée. Dans ce cas, on peut postuler que les essais de fluage menés dans ces conditions peuvent être similaires au fluage logarithmique présenté dans le deuxième chapitre de ce mémoire.

**Conclusion
et
perspectives**

CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Le présent travail a été consacré à l'étude d'un acier à outils de type Z40CSD10 en vue de déterminer ses caractéristiques thermomécaniques en fluage - relaxation.

L'étude bibliographique a permis de mettre en évidence ses caractéristiques principales en relation avec les phénomènes de fluage et de relaxation dans leurs différents aspects ainsi que les méthodes utilisées pour les traiter.

La caractérisation, d'un point de vue expérimental, de l'acier en question a été menée selon deux approches majeures :

- une première approche centrée sur les éléments structuraux de l'acier ainsi que les transformations de phase susceptibles d'être induites suite aux traitements thermiques adoptés (conditions de chauffage et de refroidissement),
- une approche dite «thermomécanique» basée sur des essais de traction, de relaxation et de fluage dans des gammes de températures et de contraintes caractéristiques des transformations de phase induites.

Des liens entre les deux approches ont pu être ainsi établis. Nous en résumons dans un premier temps les principaux éléments ; nous proposerons, dans un deuxième temps, des perspectives pour des travaux futurs tant du point de vue microstructural (Microscopie électronique en transmission et Diffractométrie X notamment) que de celui des essais thermomécaniques dans des gammes de températures et de contraintes correspondant aux conditions de service rencontrées.

La caractérisation structurale a porté essentiellement sur des observations au microscope optique et au microscope électronique à balayage, des mesures de microdureté en corrélation avec les points de transformations caractéristiques de l'acier.

Pour l'étude du comportement "thermomécanique", notre champ d'investigation concernait à la fois des essais de traction, de relaxation sous déformation totale imposée aux températures où les phénomènes de viscosité sont susceptibles de se manifester et enfin des essais de fluage à différentes températures et/ou à différentes contraintes appliquées.

L'investigation microstructurale a permis, de par la composition de l'acier, de mettre en évidence à l'état de livraison une matrice ferritique décorée de nombreux carbures de cémentite alliée, de carbures de chrome et de carbures de molybdène.

Après un traitement de trempe opéré dans les conditions spécifiées, la microscopie optique et surtout à balayage a mis en évidence la formation de lattes de martensite dans la structure du matériau. Si la trempe est suivie d'un revenu à température choisie la martensite et l'austénite résiduelle formées par la trempe se transforment complètement en ferrite avec de fortes précipitations de carbures à travers les niveaux de microdureté atteints.

L'étude du comportement "thermomécanique" a permis d'établir des résultats appréciables pour la tenue en service d'un tel matériau.

Ainsi, s'agissant des phénomènes de viscosité intervenant à haute température, les essais de fluage et de relaxation menés selon les conditions choisies ont permis d'établir et de discuter des mécanismes propres à ces phénomènes en confrontant les résultats de ces essais à ceux trouvés dans la bibliographie concernant des matériaux de composition chimique voisine du notre.

En fluage, nous avons déterminé une énergie d'activation thermique qui, en dehors de sa valeur numérique, dénote l'action simultanée de la température à travers les phénomènes de précipitation, et de la contrainte appliquée à travers les vitesses de déformation engendrées.

L'évolution des vitesses de fluage semble conditionnée par la diffusion des éléments d'alliage au début des essais et la croissance des précipités par la suite qui agissent sur la mobilité des dislocations (ralentissement ou augmentation de la vitesse de déformation).

Les essais de relaxation menés à déformation totale imposée ont permis de mettre en évidence la relative viscosité du matériau, aux températures où celle-ci se manifeste, à travers la diminution de contrainte obtenue.

Nous avons établi que pour une température spécifique (500°C), le comportement de l'acier n'admet pas de contrainte seuil au-delà de laquelle, la relaxation de contrainte est permanente.

Pour un autre niveau de température (400°C), le comportement de l'acier peut admettre une contrainte seuil à partir de laquelle, la vitesse de déformation en relaxation s'annule. Par extrapolation on peut déduire que, pour la première température, des bas niveaux de contraintes peuvent provoquer un fluage avec vitesse de déformation de fluage secondaire, alors que pour la deuxième température, l'utilisation des contraintes inférieures à la contrainte seuil assure la nullité de la vitesse de déformation ; la rupture par fluage est dans ce cas évitée.

Au terme de ce travail un certain nombre de perspectives restent ouvertes aussi bien pour l'investigation microstructurale que pour la conduite des essais mécaniques.

Ainsi, pour les essais de fluage et de relaxation certains mécanismes microstructuraux intervenant dans le comportement du matériau (précipités, réarrangement des dislocations,...) nécessitent d'être approfondis par les apports, notamment, de la microscopie électronique en transmission.

Nous avons, au cours des essais, formulé des hypothèses qu'il convient d'infirmer ou de confirmer ; en effet, même si les données bibliographiques sont fiables il a été montré que la structure du matériau et ses caractéristiques mécaniques restent étroitement liées à son mode d'élaboration ; c'est donc un examen plus complet, du matériau, en microscopie électronique en transmission qui permettra de valider plus particulièrement les hypothèses émises.

Cette approche mérite également d'être étendue à l'étude de la cinétique d'endommagement de l'acier soumis aux sollicitations dans les gammes de températures supérieures à 500°C permettant de plastifier plus le matériau, (700°C par exemple), dans le but d'établir une prévision de sa durée de vie par des méthodes appropriées (température équivalente, interaction fluage - relaxation).

En conclusion, ce travail présente des intérêts scientifique et technologique dans la mesure où il a permis de mettre au point une approche systématique qui pourrait être étendue, sur le plan expérimental, à l'étude d'autres matériaux soumis à des sollicitations complexes.

Bibliographie

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] G.BÉRANGER ; G. HENRY ; G. LABBE ; P. SOULIGNAC. "Les Aciers Spéciaux", *Technique & Documentation*, 1997, pp.584 – 592.
- [2] R. LEVÊQUE. "Aciers à Outils", *Techniques de l'Ingénieur*, M330, 2002.
- [3] H.De LEIRIS. "Matériaux et Alliages", Tome 2, *Masson & Cie*, 1971, pp.94 – 105.
- [4] B.HOCHEID ; P. POUPEAU. "Diagrammes d'Équilibre, Alliages Ternaires", *Techniques de l'Ingénieur*, M 76, 2002.
- [5] K.OURARI. Thèse de Magister, E.N.P – ALGER, 2001, pp.33 – 39.
- [6] N. HAMDJ. Thèse de Magister, E.N.P – ALGER, 2002, pp.37 – 38.
- [7] J. HOCHMANN. "Aciers et Alliages Réfractaires", *Techniques de l'Ingénieur*, M325, 2002.
- [8] C.CHAUSSIN; G. HILLY. "Métallurgie", Tome 1, *Dunod*, 1976, pp.108–109 ; 174.
- [9] P.LACOMBE ; B. BAROUX ; G. BÉRANGER. "Les Aciers Inoxydables", *Les Éditions de Physique*, 1990.
- [10] K. NECIB. Thèse de Doctorat, Université de Technologie de Compiègne – FRANCE, 1995.
- [11] B. SCHMITT. "Matériaux Ferreux", Polycopié, E. N. P – ALGER, 1978, pp.28-29.
- [12] NORME AFNOR. "Produits Sidérurgiques", Tome 5, 2000.
- [13] Y.ADDA ; J.M. DUPOUY ; J. PHILIBERT ; Y. QUÉRÉ. "Elément de Métallurgie Physique", Tome 5, Collection de l'INSTN -FRANCE, 1991, pp.160 – 167.
- [14] J.M. DORLOT; J. BAÏLON ; J. MASOUNAVE. "Des Matériaux", 2^{ème} Édition de l'École Polytechnique de Montréal -CANADA, 1986, pp. 174 – 176.
- [15] G.CHAMPIER. "Déformation Plastique des Métaux et Alliages", *Masson*, 1968.
- [16] F. SAINT-ANTONIN. "Essai de Fluage", *Techniques de l'Ingénieur*, M140, 2002.
- [17] P.LEHR. "Structure et Plasticité des Matériaux Métalliques", Tome 3, Collection de l'ENSTA -FRANCE, 1975, pp.29 – 43.
- [18] A. IOST ; C. KIBELOLO. "Acier à 12% de Chrome: Application à la Relaxation et au Fluage de l'Équation de Hart", *Mémoires et Études Scientifiques/CIT -Revue de Métallurgie*, mars 1990, pp. 165 – 172.
- [19] D. FRANÇOIS; A. PINEAU ; A. ZAOUI. "Comportement Mécanique des Matériaux : Élasticité et Plasticité", *Hermès*, 1995.
- [20] F. SAINT-ANTONIN. "Essai de Relaxation Isotherme", *Techniques de l'Ingénieur*, M141, 2002.
- [21] J. LEMAÎTRE ; J.L. CHABOCHE. "Mécanique des Matériaux Solides", *Dunod*, 2001.
- [22] V. VANDER ; F. GEORGE. "Atlas of Time-Temperature Diagrams for Irons and Steels", ASM International, 1991, pp.262 – 263.

- [23] J. PHILIBERT; A. VIGNES ; Y. BRECHET ; P. COMBRADE. "Métallurgie : Du Minerai au Matériau", *Masson*, 1998.
- [24] J. BARRALIS; G. MAEDER. "Précis de Métallurgie", AFNOR ; *Nathan*, 1997, pp.145-147.
- [25] J. BARBE. "Mécanique des Structures", Tome 3, Collection de l'ENSAE, 1983.
- [26] L.H. VAN VLACK. "Materials Science for Engineers", *Addison-Wesley*, 1970, pp. 361.

Annexes

Annexe 1

Désignation des Aciers à Outils

* Aciers à Outils non alliés pour Travail à Froid (classe 1)

Appelée aussi aciers à outils au carbone, cette classe d'aciers est subdivisée en trois groupes de qualité ; leur désignation comporte la lettre C suivie d'un nombre exprimant la teneur moyenne en carbone, en centième pour-cent, puis la lettre E suivie d'un indice de qualité (2, 3, 4).

De légères additions éventuelles, par exemple de vanadium ou de chrome sont rappelées par les symboles abrégés V ou Cr, placés en fin de désignation [2].

* Aciers à Outils alliés pour Travail à Froid et à Chaud (classe 2 et 3)

Les désignations correspondent à celles des normes allemandes avec la teneur en carbone en centième pour-cent suivie des éléments d'alliage dans l'ordre des teneurs décroissantes et, un nombre correspondant à la concentration la plus importante (en général multiplié par 4).

Lorsque la teneur en élément d'alliage est supérieure à 5%, le nombre (teneur en carbone $\times 100$) est précédé de la lettre X et suivi par les éléments d'alliage dans l'ordre des teneurs décroissantes avec un ou plusieurs nombres correspondant à la concentration réelle (du) des éléments présents en plus grande quantité.

* Aciers à Coupe Rapide (classe 4)

Leur composition chimique permet une désignation abrégée définie de la manière suivante :

- trois chiffres donnant les teneurs moyennes en W, Mo, V dans cet ordre pour les aciers sans cobalt,
- quatre chiffres donnant les teneurs moyennes en W, Mo, V, Co dans ce même ordre pour les aciers contenant du cobalt,
- les trois ou quatre chiffres sont précédés du symbole HS.

Le chrome et le carbone sont omis dans le cas où deux nuances se différencient uniquement par la teneur en carbone, le symbole HC placé en fin de la désignation abrégée permet de désigner la variante à teneur en carbone plus élevée [2].

Annexe 2

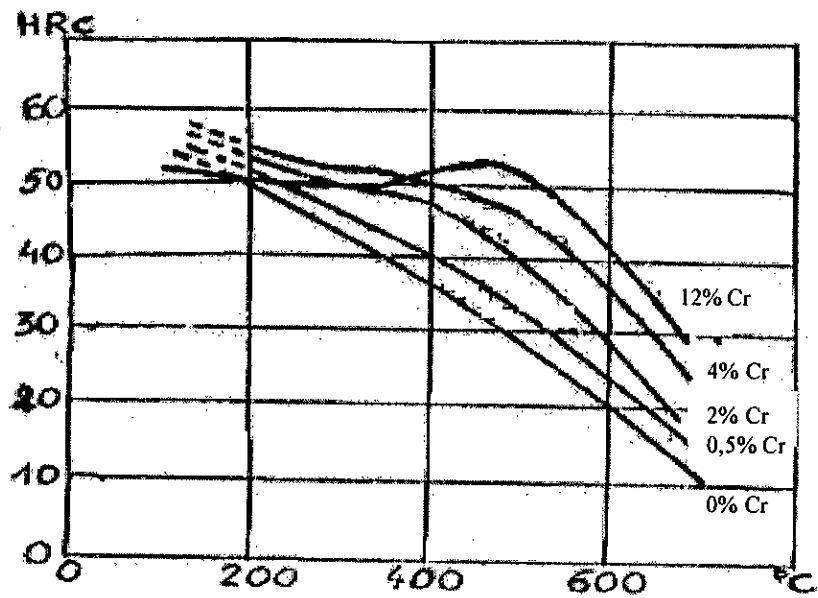


Figure 1. Courbe de revenu d'un acier au chrome à 0.35% de carbone [11].

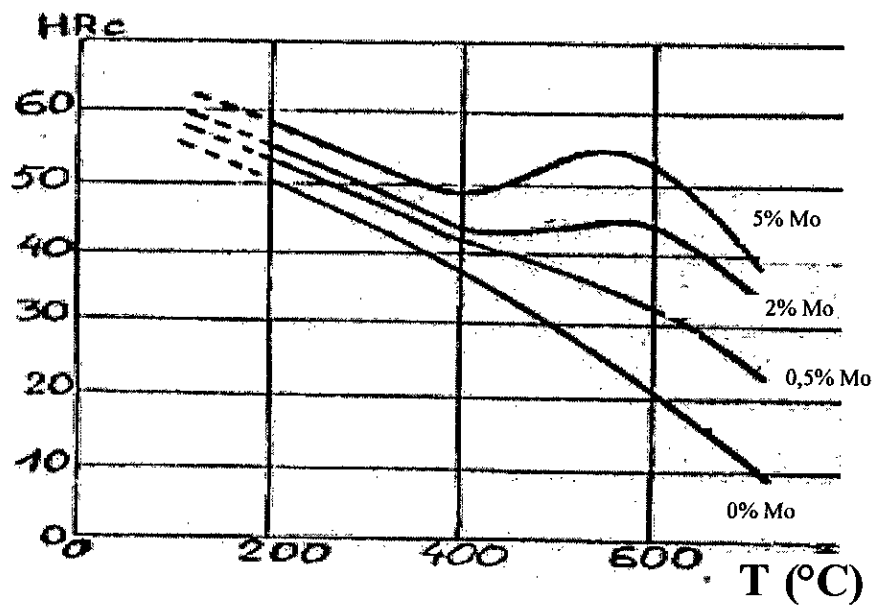


Figure 2. Courbe de revenu d'un acier au Molybdène à 0.35 % de carbone [11].

Annexe 3

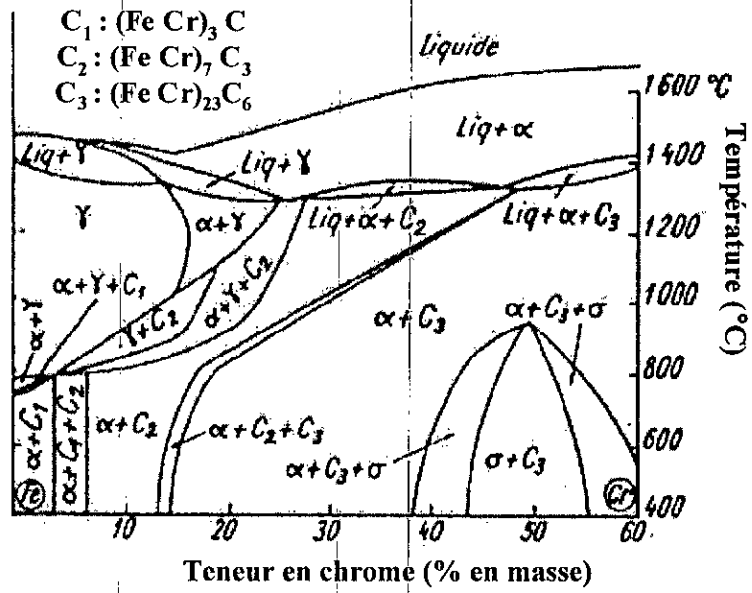


Figure 2. Diagramme Fe - C - Cr pour C=0.5% [8].

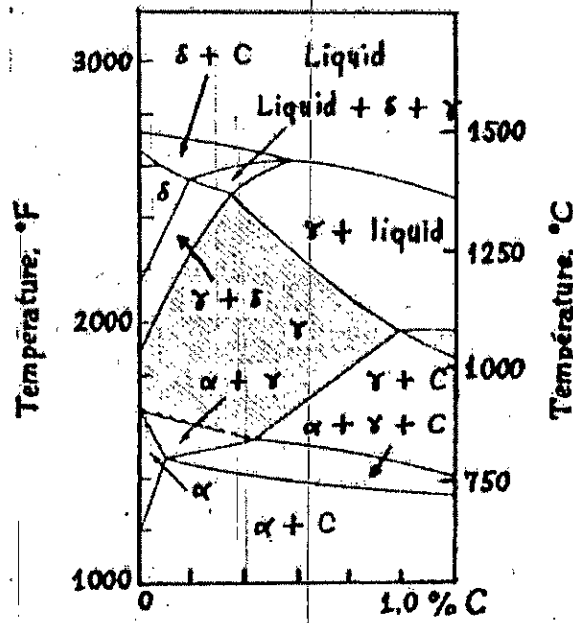


Figure 4. Diagramme ternaire Fe - Cr - C pour Cr = 10% [26].

Annexe 4

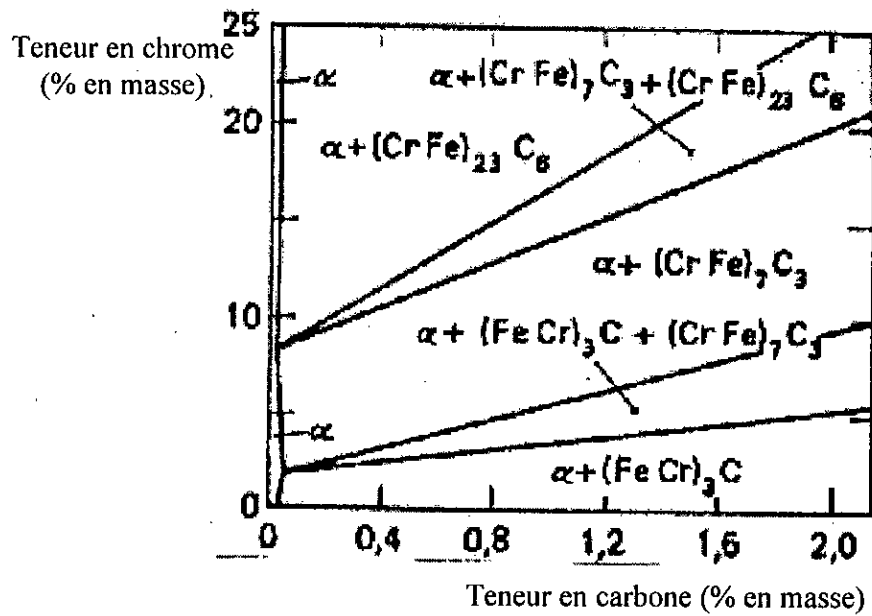


Figure 5. Microstructure des aciers au chrome recuit [8].

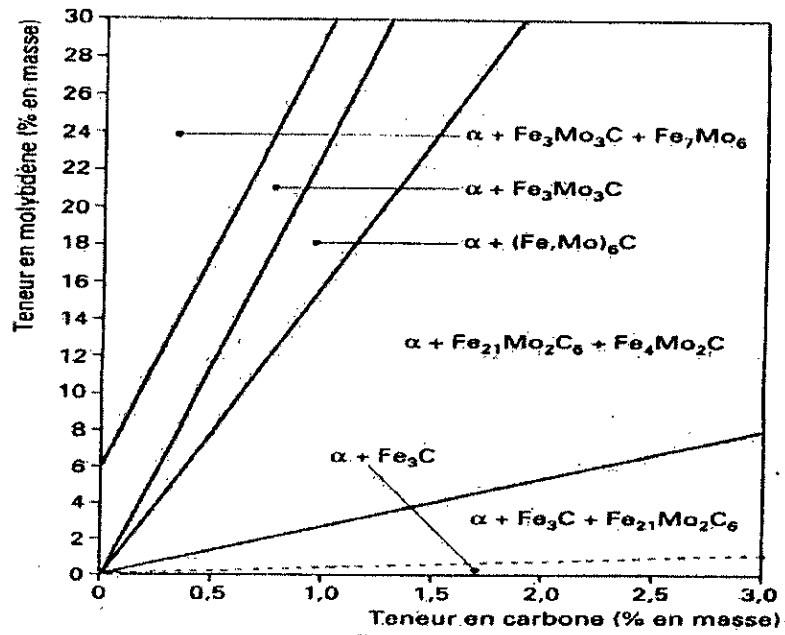
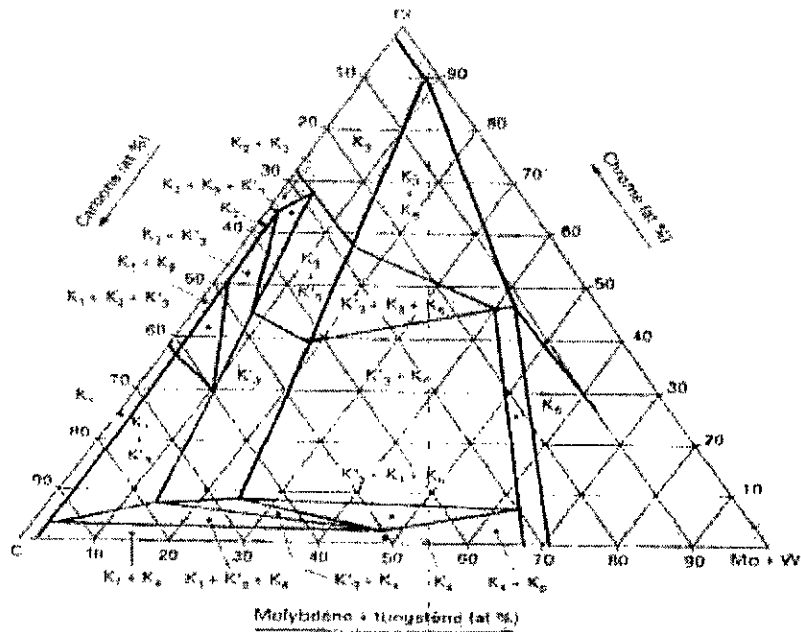


Figure 6. Coupe isotherme du diagramme Fe - Mo - C à 700°C [2].

Annexe 5



$K_1=M_3C$, $K_2=M_7C_3$, $K_3=M_{23}C_6(Cr_{23}C_6)$, $K_3'=M_{23}C_6[Fe_{21}(W,Mo)_2C_6]$, $K_4=MC(Mo,W)C$, $K_6=M_6C$ -
Figure 7. Coupe isotherme du diagramme quaternaire Fe - (Mo + W) - Cr - C à 700°C.
 (domaine de stabilité des principaux carbures [2])

Annexe 6

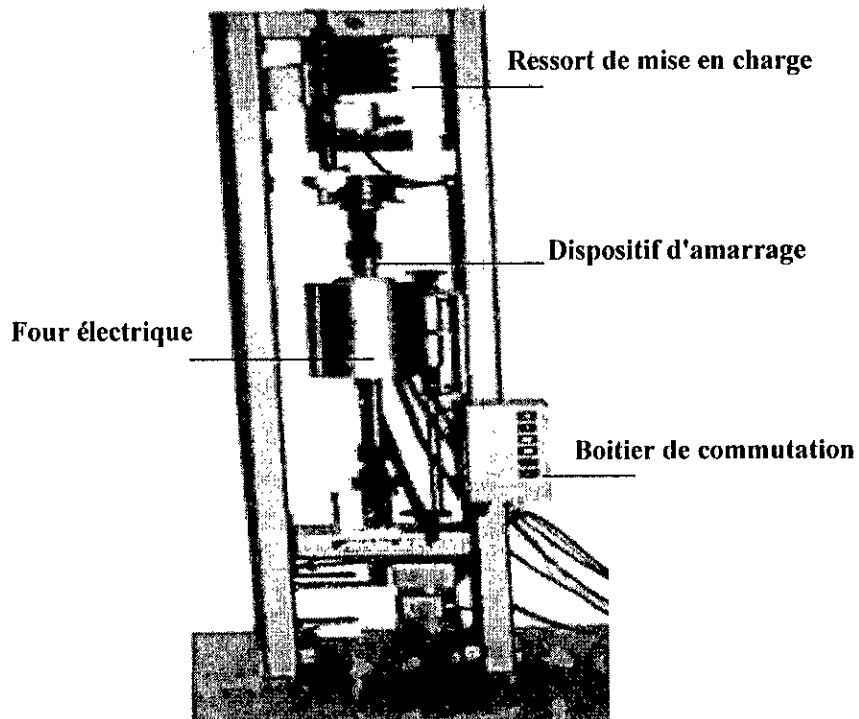


Figure 8. Machine d'essai de fluage - relaxation (document du Laboratoire).

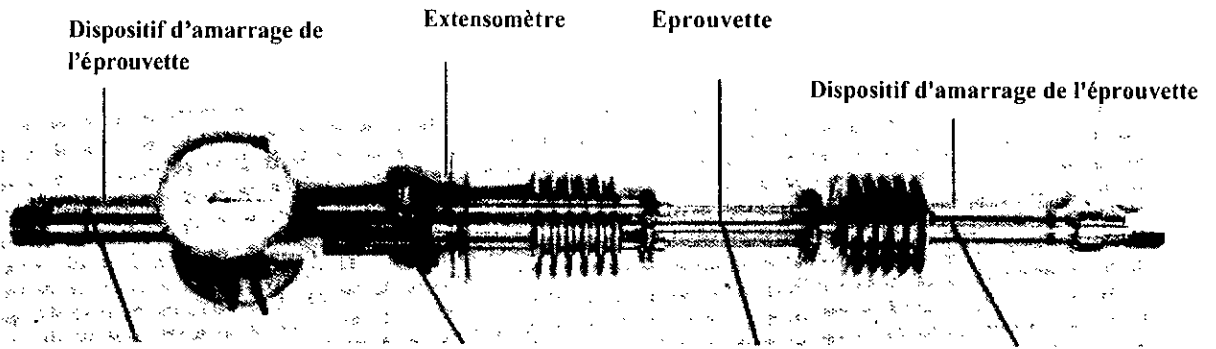


Figure 9. Représentation de la mise en place de l'éprouvette.

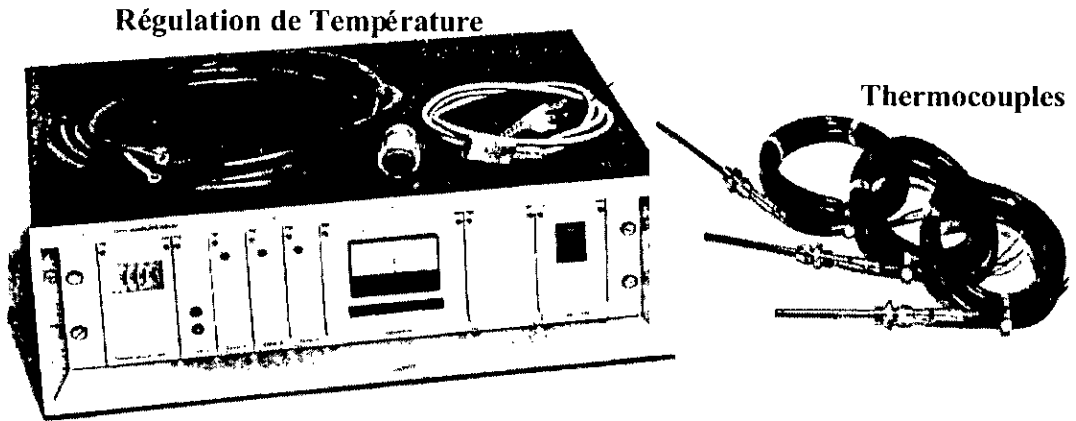
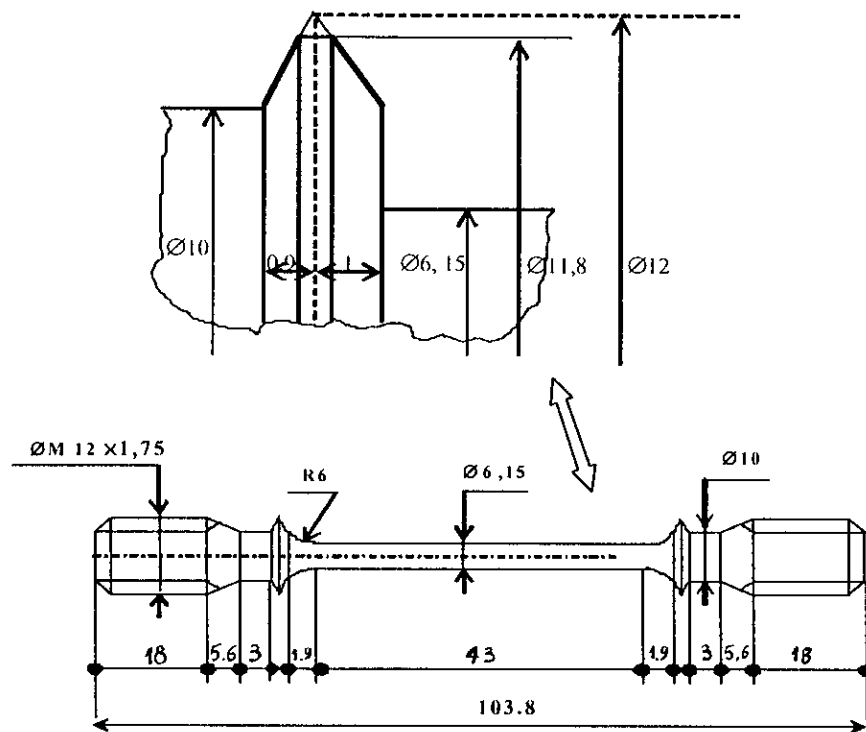
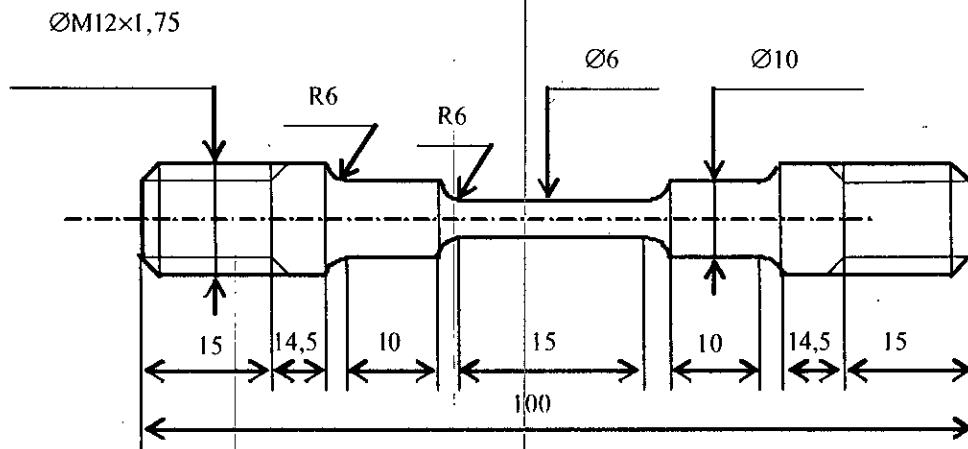


Figure 10. Représentation du régulateur de température.

Annexe 7



(a) Eprouvette pour les essais de fluage et de relaxation



(b) Eprouvette pour l'essai de traction

Remarque : les côtes sont en millimètres.

ملخص :

الهدف من هذا البحث هو تحديد خصائص التشوه البطيء و الاسترخاء لصلب من نوع Z40CSD10 خاص بالمحازق الحرارية.

التميز الخاص ببنية الصلب، مركز أساسا على الدراسة المجهرية و الميكروصلادة. جانب آخر من التمييز قد اخذ بعين الاعتبار، ذلك المتعلق بالاستجابة الحرارية- الميكانيكية للصلب تحت تأثيرات خاصة معينة. المقصود، تجارب الشد (في الحالة الابتدائية، بعد المعالجة الحرارية)، تجارب التشوه البطيء و الاسترخاء تحت تأثير اجهادات مختلفة و/ أو بتشوهات مقترحة مع حرارة مختارة حسب الاستعمالات المستقبلية للصلب.

النتائج الأساسية تبين تأثير المعالجات الحرارية واجهادات التأثير (شد، تشوه بطيء، استرخاء) على بنية الصلب.

مفاتيح : التشوه البطيء - الاسترخاء - صلب - المعالجات الحرارية - الميكروصلادة.

Résumé

Le présent travail porte sur les caractéristiques de fluage-relaxation d'un acier à outils de type Z40CSD10 pour boulonnerie à chaud.

La caractérisation a porté sur les éléments structuraux de l'acier, centrée principalement sur la métallographie et de la microdureté.

Un autre volet de la caractérisation a été considéré ; il concerne la réponse « thermomécanique » de l'acier suite à des sollicitations particulières choisies. Il s'agit des essais de traction (à l'état de livraison, après traitements thermiques), de fluage et de relaxation à différentes contraintes et / ou à déformations imposées en corrélation avec la température ; choisie en fonction de l'emploi ultérieur du matériau.

Les principaux résultats montrent l'influence des traitements thermiques et des conditions de sollicitation (traction, fluage, relaxation) sur la microstructure.

Mots clés : Fluage – Relaxation – Acier à outils – traitements thermiques – Microdureté.

Abstract

This work concerns the characteristics of creep-relieving of a tool steel of the type Z40CSD10 for hot nuts and bolts.

The characterization related to the structural elements of the steel, centred mainly on metallography and of the microhardness.

Another shutter of the characterization was considered; it concerns the answer 'thermo-mechanical' of the steel following by the desired particular effects. It means the tensile tryings (with the delivery condition, after heat treatments), creep tests with various constraints and / or deformations imposed in correlation with the temperature; chosen according to the later use of material.

The principal results show the influence of the heat treatments and the requested conditions (tensile, creep, relieving) on the microstructure.

Key words: Creep – Relieving – Tool steel – heat treatments – Microhardness.