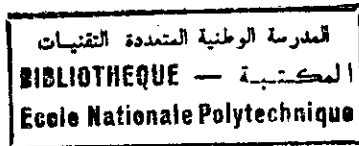


REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE



THESE

présentée à

L'ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

pour l'obtention d'un

MAGISTER EN METALLURGIE

par

SARI ALI

**CONTRIBUTION A L'ETUDE DU COMPORTEMENT STRUCTURAL D'UN
ACIER DE CONSTRUCTION 35NCD16 EN CONDITION DE FLUAGE**

Soutenue le 08 Septembre 1996.

Membres du jury:

- Président : Mr A. BALI (Professeur à l'ENP).
- Rapporteur : Mr K. ABADLI (Chargé de cours à L'ENP).
- Examineurs : Mr M. KADI HANIFI (Professeur à L'USTHB).
- Mr E. SALHI (Maître de Conférence à L'ENP).
- Mr M. BOUABDALLAH (Chargé de cours à L'ENP).

Invités

Mr A. YOUSNADJ (Chargé de cours à l'EMP).
Mr F. BOUDAMOUS (Chercheur à HCR).
Mr M.L. DJEGHLAL (Chargé de cours à l'ENP).

REMERCIEMENTS

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
المكتبة — BIBLIOTHEQUE
Ecole Nationale Polytechnique

Je tiens à exprimer ma reconnaissance et ma gratitude à:

- Monsieur **K. ABADLI**, chargé de cours à l'ENP, qui a dirigé cette étude avec attention.
- Monsieur **A. BALI**, Professeur à l'ENP, qui a bien voulu me faire l'honneur de présider le jury de ma thèse.
- Monsieurs **SALHI**, **BOUABDALLAH** et **KADI HANAFI** d'avoir bien voulu accepter d'être membres de jury et de juger ce travail.
- Monsieurs **M.L. DJEGHLAL**, maître assistant titulaire à l'ENP, **BOUDAMOUS**, enseignant chercheur à HCR et **A. YOUSNADJ**, chargé de cours à l'EMP, d'assister à la soutenance en tant qu'invités d'honneur.
- Monsieur **M.L. DJEGHLAL**, maître assistant titulaire à l'ENP et responsable du projet accord-programme, pour m'avoir fait bénéficier d'un stage à l'Ecole Nationale Supérieure des Arts et Métiers (Aix-en-Provence).
- Monsieur **Y. KHELFAOUI**, chef du département de Métallurgie, pour l'aide et tous les services rendus dont il a fait preuve, qu'il trouve ici toute ma gratitude.

Qu'il me soit permis de témoigner toute ma reconnaissance à:

- Monsieurs **A. YOUSNADJ** et **M. FARES**, chargés de cours à l'EMP, pour m'avoir permis de réaliser les essais de fluage au laboratoire UER mécanique de l'Ecole Militaire Polytechnique et de travailler dans de bonnes conditions.
- Monsieur **M. BRITAH**, enseignant à l'EMP, pour sa précieuse collaboration et sa compétence dans la mise en marche du dispositif de fluage et la disponibilité dont il a fait preuve.
- Monsieurs **M. BENSLIMANE**, **BOUKHARI**, **GUENOVA** et **MAHMOUD** de BCL (Beni-Mered) qui ont facilité mon travail en me fournissant l'acier 35NCD16.

Je voudrais aussi mentionner tous les services rendus par les membres de l'INAPI d'Alger (service de documentations des normes) et particulièrement M^{lle} **D. BOUDRAA**. Qu'ils trouvent ici toute ma gratitude.

Qu'il me soit permis de remercier tout ceux qui ont contribué de près ou de loin, et ils sont nombreux, à la réalisation de cet ouvrage.

DEDICACE

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
المكتبة — BIBLIOTHEQUE
Ecole Nationale Polytechnique

A ma mère.

A mon père.

A mes frères et soeurs.

INTRODUCTION GENERALE.

CHAPITRE I: METALLOGRAPHIE DE L'ACIER 35NCD16.

I.1 STRUCTURE DE L'ACIER 35NCD16.....	1
I.11 influence du nickel sur le diagramme Fe-C.....	1
I.12 Influence du chrome sur le diagramme Fe-C.....	2
I.13 Influence du molybdène sur le diagramme Fe-C.....	3
I.14 Influence conjuguée des éléments d'alliages Ni-Cr-Mo sur le diagramme Fe-C.....	4
I.2 EFFETS SUR LES TRANSFORMATIONS DE PHASES.....	5
I.2.1 Transformations isothermes: Diagramme TTT.....	6
I.2.2 Transformations anisothermes: Diagramme TRC.....	8
I.2.3 Formation de la phase martensite.....	9
I.2.4 Revenu des aciers au nickel-chrome-molybdène.....	11

CHAPITRE II: FLUAGE DES ACIERS ALLIES.

II.1 APPROCHES MECANIQUES.....	15
II.1.1 Description des courbes de fluage.....	15
II.1.2 Influence du temps, de la contrainte et de la température sur le fluage des aciers.....	17
II.1.3 Energie d'activation du fluage stationnaire.....	19
II.2 APPROCHES METALLURGIQUE.....	21
II.2.1 Mécanismes physiques de la déformation par fluage à basse température.....	21
II.2.2 Mécanismes physiques de la déformation par fluage à température élevée.....	22
II.3 PHENOMENE D'ENDOMMAGEMENT EN FLUAGE.....	31
II.4 PRESENTATION DES DONNES TECHNIQUES POUR ESSAI DE FLUAGE.....	32
II.4.1 Prévision des propriétés à long terme.....	32
II.4.2 Les méthodes d'extrapolation en fluage.....	32

CHAPITRE III: MATERIAU ETUDIE ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES.

III.1 MATERIAU ETUDIE.....	35
III.2 REALISATION DES EPROUVETTES.....	35
III.3 TRAITEMENT THERMIQUE.....	35
III.4 STRUCTURE DES ETATS BRUT ET DE REVENU.....	36
III.4.1 Préparation micrographique.....	36
III.4.2 Structure de l'état brut.....	36
III.4.3 Structure de l'état revenu.....	37
III.5 CARACTERISTIQUES MECANIQUES.....	37

III.6 ESSAIS DE FLUAGE.....	37
III.6.1 Système de chargement.....	38
III.6.2 Système de chauffage et de régulation de température.....	39
III.6.3 Eprouvette de fluage.....	40
III.6.4 Mesure de la déformation.....	41
III.7 ANALYSE DES CONTRAINTES RESIDUELLES.....	42
 CHAPITRE IV: RESULTATS EXPERIMENTAUX	
IV.1 ANALYSE DES COURBES DE FLUAGE.....	43
IV.1.1 Conduite des essais de fluage.....	43
IV.1.2 Analyse et résultats de fluage.....	45
IV.2 EVOLUTION MICROSTRUCTURALE AU COURS DU FLUAGE.....	49
IV.2.1 Taille moyenne de particules de cimentite.....	49
IV.2.2 Variation de la distance entre particules.....	55
IV.2.3 Vitesse de coalescence de la cimentite au cours du fluage.....	57
IV.3 LA RUPTURE PAR FLUAGE.....	58
IV.3.1 Examens des surfaces de rupture par fluage.....	58
IV.3.2 Effets de la contrainte et de la température après la rupture.....	59
IV.4 ANALYSE DES CONTRAINTES RESIDUELLES PAR DIFFRACTION DES R-X AVANT ET APRES RUPTURE PAR FLUAGE SOUS 200 MPa.....	64
IV.4.1 Conduite des essais d'analyse des contraintes résiduelles.....	65
IV.4.2 Evolution des contraintes résiduelles au cours du fluage sous 200 MPa.....	66
IV.5 EXTRAPOLATION DES RESULTATS DE RUPTURE PAR FLUAGE.....	68
 CHAPITRE V: INTERPRETATION ET DISCUSSION.	
V.1 EVOLUTION MICROSTRUCTURALE AU COURS DU FLUAGE.....	70
V.1.1 Stade primaire ou transitoire.....	70
V.1.2 Stade secondaire ou stationnaire.....	70
V.1.3 Stade tertiaire et rupture.....	72
V.2 ENDOMMAGEMENT EN FLUAGE.....	73
 CHAPITRE VI: CONCLUSION GENERALE.....	
BIBLIOGRAPHIE.....	76
ABREVIATIONS ET SIGLES.....	78
ANNEXE.....	80
A.1 Vue d'ensemble des expériences effectuées.....	80
A.2 Valeurs expérimentales de l'allongement et de la vitesse de fluage.....	81
A.3 Théorie de la mesure des contraintes par diffraction des Rayons-X.....	83

INTRODUCTION GENERALE.

L'acier constitue depuis longtemps un matériau particulièrement adapté à la fabrication des pièces de construction mécanique; vilebrequins; arbres; pignons;; vis et boulons, soupapes de locomotives, aubes des turbines à gaz et à vapeur....etc. Ces pièces sont destinées à assurer une bonne résistance à l'usure, à la fatigue et au fluage. Parmi les aciers pour traitement thermique, quelques uns se sont distingués depuis longtemps par certaines de leurs propriétés remarquables. L'acier contenant en moyenne 0,35 % de carbone, 4 % de nickel, 1 % de chrome et 0,20 % de molybdène appartient à la famille des aciers de construction pour traitement thermique. Sa désignation conventionnelle selon la norme AFNOR A 35 - 610 est 35NCD16. Grâce à la présence du Nickel et du chrome, cet acier possède des propriétés remarquables caractérisées par une grande trempabilité, une ténacité élevée une très bonne résistance à la fatigue et enfin la possibilité de supporter une contrainte élevée sans subir de rupture brutale.

Ces aciers sont réservés aux pièces les plus chargées ou travaillant à haute température. La longévité d'une pièce est une exigence fonctionnelle forte importante qui peut être évaluée par l'expérience. Malheureusement, ces expériences exigent des durées d'exécution importante dans le cas du fluage par exemple. L'extrapolation des résultats d'essais de courte ou de moyenne durée permet de contourner cette difficulté. Les propriétés mécaniques d'un matériau métallique sont fonctions de sa microstructure. Pour un emploi à haute température il est essentiel de choisir un matériau qui répond pendant toute la durée de service aux exigences de résistance mécanique, de bonne ductilité, de stabilité structurale et de bonne résistance à l'oxydation auxquelles il est confronté.

Le mémoire se rapporte à un ensemble de mesures et d'observations réalisées sur l'acier 35NCD16. A l'état de livraison sous forme de rond de 20 mm de diamètre, sa structure est composée de matrice de ferrite contenant des précipités de cémentite globulaire.

L'objet de ce travail consiste en une contribution à l'étude du comportement structural de l'acier 35NCD16 en condition de fluage. L'étude de l'évolution de la microstructure au cours du fluage est réalisée par les méthodes suivantes:

- Caractérisation par microscopie électronique à balayage.
- Analyses d'image sur micrographies calquées.
- Caractérisations mécaniques.
- Mesure instantanée de l'allongement au cours du fluage.
- Détermination qualitative et quantitative, par diffraction X (méthode des $\sin^2\psi$), des contraintes résiduelles jusqu'à rupture par fluage.

Nous avons présenté le mémoire sous forme de six chapitres dont les deux premiers sont réservés à l'analyse bibliographique. Dans le premier chapitre, nous avons présenté une étude métallurgique des aciers alliés. Le second chapitre comprend un aspect mécanique qui regroupe les expressions mathématiques décrivant les courbes de fluage et les effets des paramètres contraintes et températures sur la vitesse de fluage. En second lieu vient l'aspect métallurgique qui étudie les principaux mécanismes de la déformation par fluage à basse et à haute température. Les modèles de ces mécanismes n'ont pas été exploités car ils ne font pas l'objet de notre étude. Le chapitre III est consacré à la description des méthodes expérimentales et de l'appareillage utilisé. Dans le chapitre IV, nous avons regroupé tout les résultats expérimentaux avec commentaire. Le chapitre V consiste à discuter et interpréter ces résultats. Le chapitre VI est une conclusion générale suivie d'une perspective qui suggère quelques techniques expérimentales complémentaires.

I. METALLOGRAPHIE DE L'ACIER 35NCD16

I.1 STRUCTURE DE L'ACIER 35NCD16.

Introduction.

Le nickel est peu soluble dans la phase ferritique, la solubilité maximale atteinte ne dépassant pas 8 %. Par contre, sa solubilité est illimitée dans l'austénite, ceci est expliqué par la nature gammagène de cet élément.

Le chrome est un élément alphagène, sa solubilité dans la phase ferritique (α et δ) est illimitée. Toutefois, sa solubilité dans le fer γ ne dépasse pas 12 %. Pour des teneurs supérieures à 15 %, le diagramme Fe-C se complique par l'apparition d'une phase σ fragile qui n'apparaît qu'en état solide et cristallise dans le système cubique à face centré avec 25 % de chrome.

Le chrome et le molybdène sont carburigènes, ils forment des carbures stables. La formation de ces carbures engendre une influence considérable sur les propriétés mécaniques de l'acier même à de faible taux d'addition. Le chrome et le molybdène se diffusent dans la cémentite et la stabilisent améliorant ainsi la ténacité de l'acier. L'intérêt de l'addition du molybdène dans les aciers au Ni-Cr est de lutter contre la fragilité au revenu [1], d'améliorer la résistance au fluage et de conférer aux constituants d'équilibre une meilleure stabilité thermodynamique.

I.1.1 Influence du nickel sur le diagramme Fe-C.

Le nickel favorise l'expansion du domaine γ au détriment du domaine α : il élève le point AC_4 et abaisse le point AC_3 (fig. 1.1). Le nickel abaisse aussi bien la température que la composition eutectoïde, mais son effet est relativement faible.

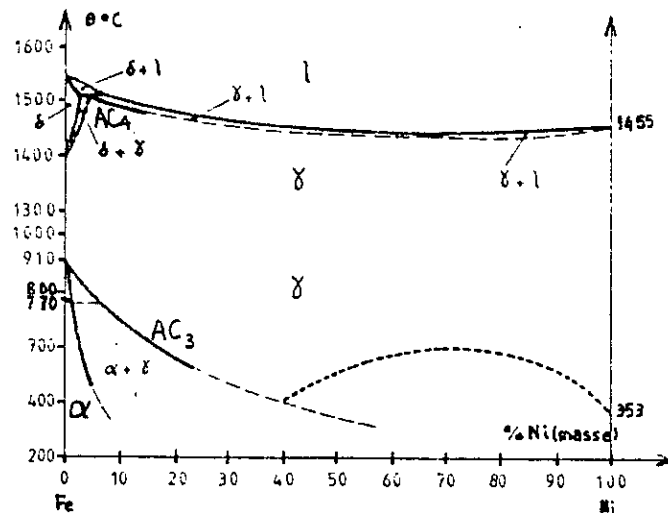


Fig. 1.1 Diagramme Fe-Ni [2].

Le coefficient de partage du nickel entre les carbures et la ferrite est pratiquement nul. De ce fait, le nickel se retrouve, généralement, dissout dans la ferrite en solution solide de substitution. (fig. 1.2)

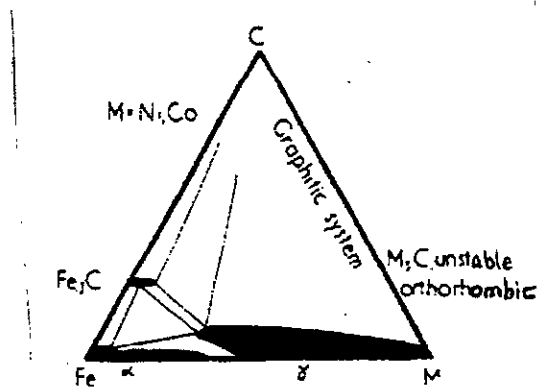


Fig 1.2 Diagramme isotherme ternaire Fe-Ni-C à 20 °C[3].

1.1.2 Influence du chrome sur le diagramme Fe-C.

Le chrome élargi le domaine ferritique par abaissement du point AC_4 et relèvement du point AC_3 , ceci se traduit par le contournement du domaine γ par une boucle constituant le domaine biphasé $\alpha + \gamma$ (fig. 1.3).

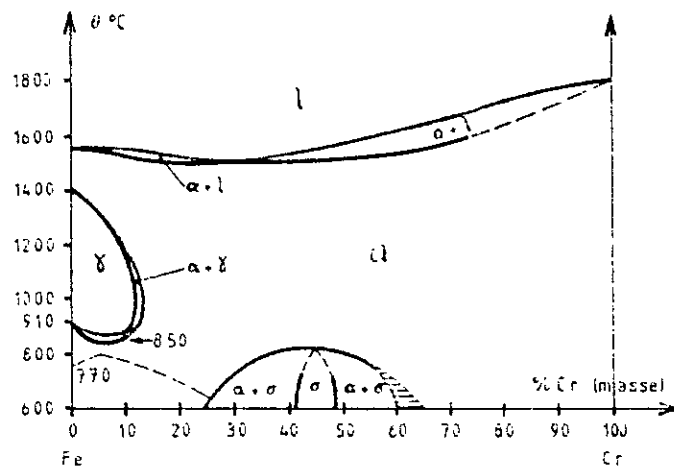


Fig. 1.3 Diagramme Fe-Cr [2].

Pour une teneur en chrome inférieure à 13 %, ces alliages après austénisation peuvent subir la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ par refroidissement lent ou rapide. Toutefois, lorsque la teneur en chrome dépasse 13 %, cette transformation disparaît et la structure de ces alliages demeure ferritique même après trempe.

Le chrome abaisse la composition eutectoïde : à 1 % de chrome la composition eutectoïde atteint 0,7 % de carbone, et à 4 % de chrome elle atteint 0,3 % de carbone. De même, une augmentation du taux de chrome entraîne une élévation de la température eutectoïde (fig. 1.4).

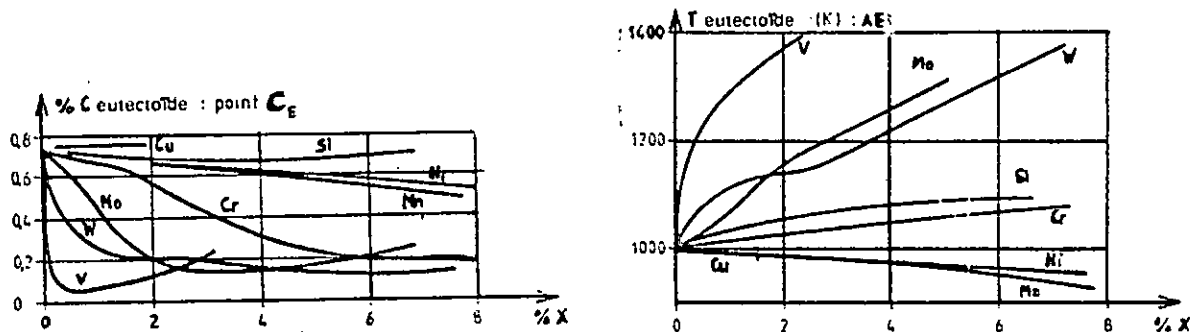


Fig. 1.4 Influence des éléments d'alliage sur les propriétés de l'eutectoïde [2].

Le chrome se partage de manière équitable entre la matrice et la cémentite. La figure 1.5 illustre une coupe isotherme à 20° C d'un système ternaire Fe-Cr-C.

Selon le taux du carbone et du chrome, on peut définir la structure de l'acier. Ainsi, quel que soit le taux du carbone, les aciers dont les taux du chrome sont inférieurs à 3 % ont une structure biphasée composée de ferrite et de cémentite alliée au chrome.

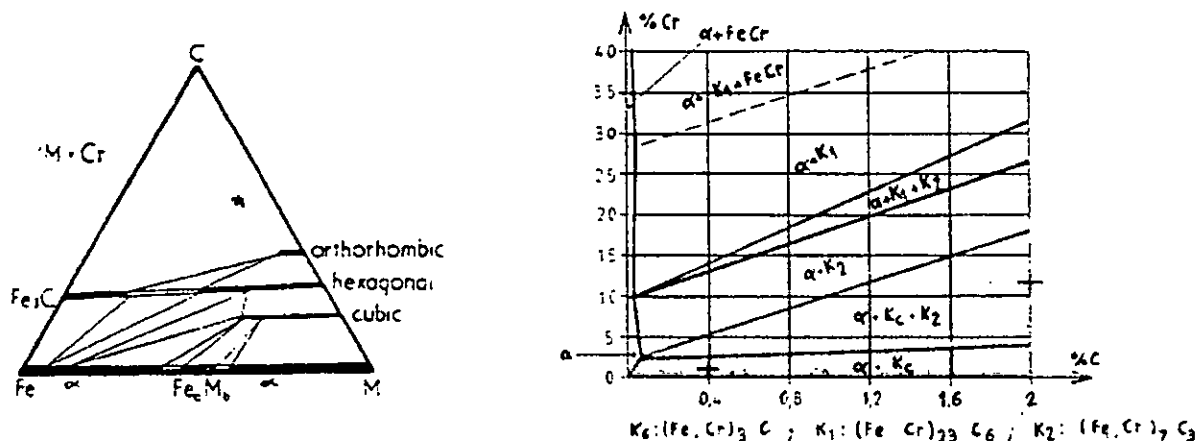


Fig. 1.5 Coupe isotherme ternaire Fe-C-Cr à 20° C [2].

1.1.3 Influence du molybdène sur le diagramme Fe-C.

Comme le chrome, le molybdène élément alphasgène et carburigène stabilise la ferrite et réduit le domaine γ (relèvement de AC_3 et abaissement de AC_4). L'action du molybdène sur la composition et la température eutectoïde est très accentuée par rapport à celle du chrome (fig. 1.4).

La coupe isotherme à 700° C du diagramme ternaire Fe-Mo-C montre que pour de faibles additions de molybdène (inférieurs à 1 %) et quel que soit le taux du carbone, ces aciers ont une structure composée de ferrite et de cémentite alliée au molybdène (fig. 1.6)

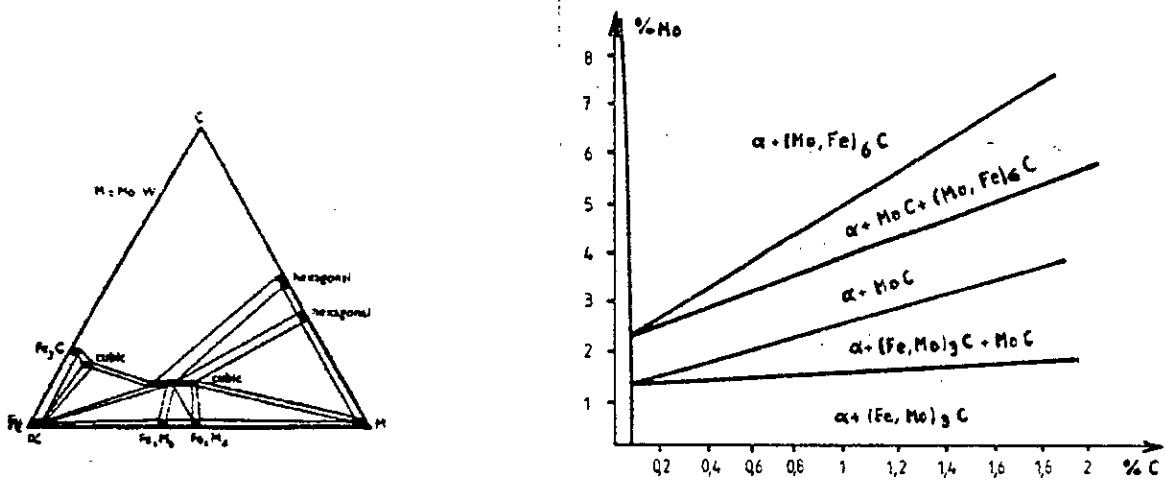


Fig. 1.6 Coupe isotherme ternaire Fe-Mo-C à 700° C [2].

1.1.4 Influence conjuguée des éléments d'alliage Ni-Cr-Mo sur le diagramme Fe-C.

Dans le système Fe-C-Ni-Cr-Mo, le nickel est dissout complètement dans la ferrite lorsque son taux ne dépasse pas 5 %. Les éléments chrome et molybdène sont répartis approximativement de manière équitable entre la ferrite et la cémentite. L'action conjuguée des trois éléments nickel, chrome et molybdène sur le diagramme Fe-C, se traduit de la manière suivante :

1/ Action sur la température AC_1 : cette action est bien définie par la relation d'Andrews [2] :

$$AC_1 (^\circ C) = 727 - 10.7(\% Mn) - 16.9(\% Ni) - 29.1(\% Si) + 16.9(\% Cr) + 6.38(\% W) + 290(\% As) \quad (1)$$

On constate que les effets du chrome (relèvement de AC_1) et du nickel (abaissement de AC_1) se compensent pour les mêmes taux d'additions donc la tendance sera fixée par l'élément ayant la teneur la plus élevée.

2/ Action sur AC_3 : Elle est définie par la seconde relation d'Andrews [2] :

$$AC_3 (^\circ C) = 912 - 203\sqrt{(\% C)} - 15.2(\% Ni) - 30(\% Mn) + 44.7(\% Si) + 104(\% V) + 31.5(\% Mo) + 13.1(\% W) \quad (2)$$

Le molybdène a une influence plus importante que les éléments chrome et nickel. Pour des taux en chrome relativement élevés, le point AC_3 est abaissé, ce qui est en contradiction avec la nature alphaséne du chrome.

3/ Action sur la forme du diagramme Fe-C : Le diagramme Fe-Ni-Cr montre qu'aux basses températures et dans les domaines des faibles additions en nickel et en chrome, respectivement inférieurs à 8 % et à 3 %, la structure de l'alliage est monophasée sous forme de ferrite contenant du nickel et du chrome en solution solide (fig. 1.7).

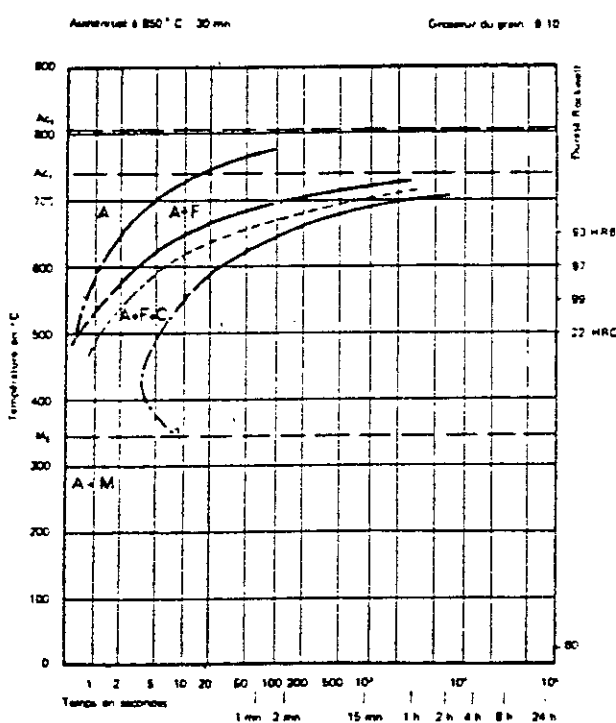
I.2.1 Transformations isothermes : Diagramme TTT.

I.2.1.1 Effet du nickel.

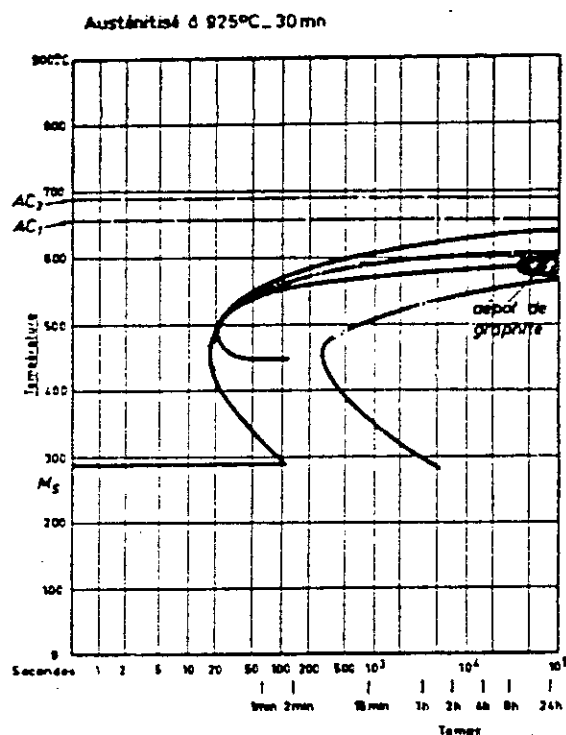
La figure 1.8a qui concerne l'acier sans nickel (XC42) est comparée à la figure 1.8(b) relative à un acier à 0,40 % de carbone et 5 % de nickel. L'étude des diagrammes TTT de ces deux aciers montre que les actions du nickel sur les transformations de l'austénite en conditions isothermes sont :

- abaissement des points AC_1 et AC_3 ;
- abaissement de la température Ms ;
- augmentation des temps d'incubation;
- expansion du domaine bainitique;
- réduction du domaine ferritique.

Ces phénomènes s'expliquent par la stabilité de l'austénite contenant 5 % de nickel.



a) Acier à 0,45 % C et 0,52 % Mn



b) Acier à 0,40 % C, 0,58 % Mn et 5 % Ni.

Fig. 1.8 Influence du nickel sur la forme et position des courbes TTT [4].

I.2.1.2 Effet du chrome.

L'effet du chrome est illustré par les courbes TTT d'un acier 42C4 (fig. 1.9) et de l'acier XC42 (fig. 1.8a). On constate que le chrome repousse la courbe TTT vers la droite. Le nez perlitique se manifeste à 630° C dans l'acier 42C4 et à 500° C dans le cas de l'acier au carbone XC42. Au niveau du domaine bainitique, le chrome ralentit très fortement la cinétique de transformation, si bien qu'il apparaît un large domaine de stabilité de l'austénite (austénite + bainite) où la transformation ne s'achève pas, même après des durées de maintien assez longues.

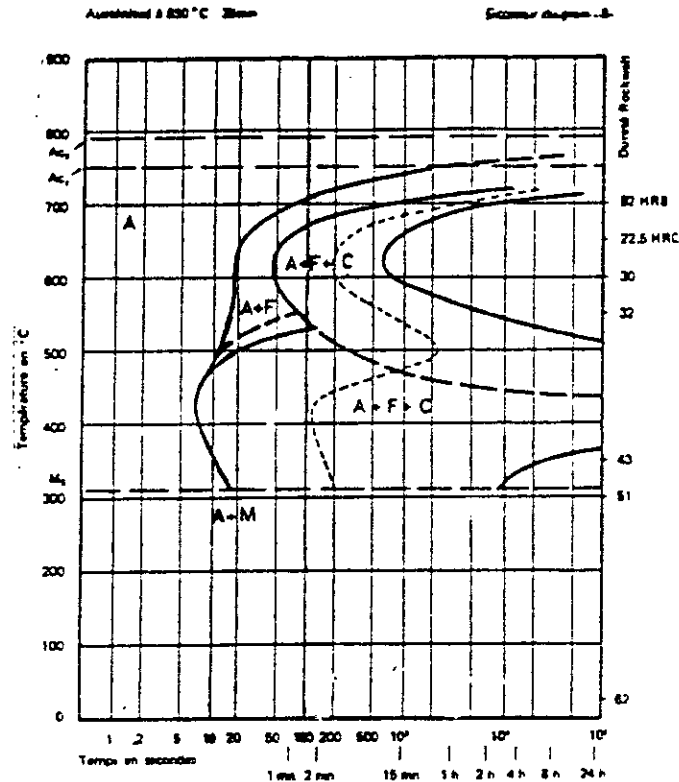


Fig 1.9 Influence du chrome sur la forme et position des courbes TTT [4].
Acier à 0,44% C, 0,80% Mn et 1% Cr.

I.2.1.3 Effet du molybdène.

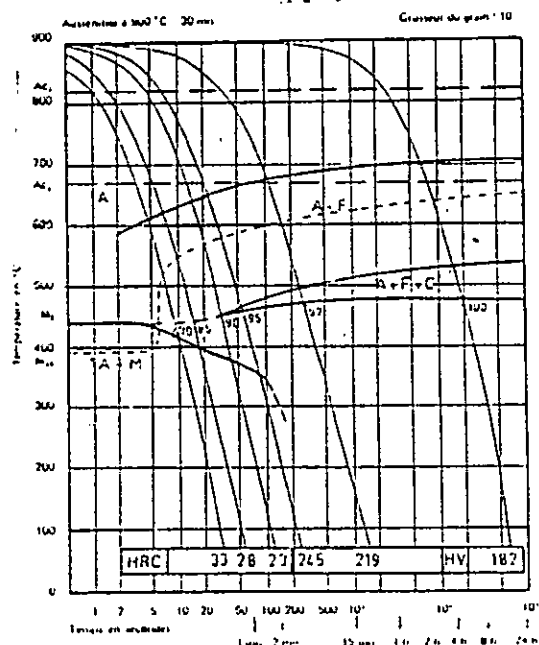
Le molybdène de son côté, a pour effet de repousser le domaine ferrito-perlitique vers la droite du diagramme TTT en affectant peu la position du domaine bainitique. Pour des teneurs comparables, son influence sur la position des courbes TTT est plus forte que celle du chrome.

1.2.2 Transformation anisotherme : Diagramme TRC.

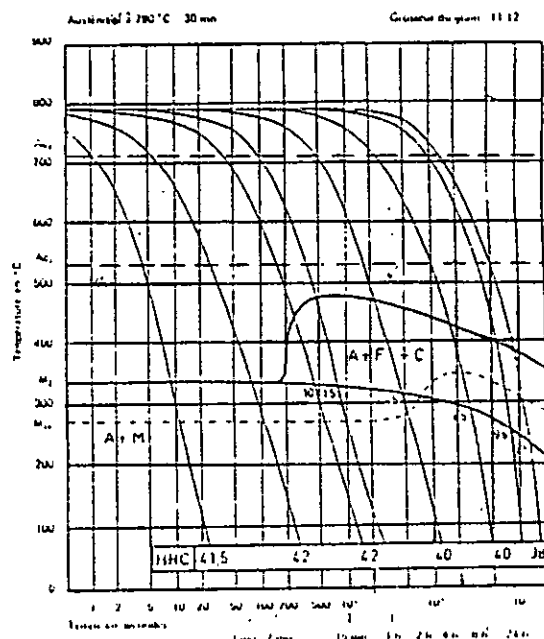
1.2.2.1 Effet du nickel.

L'effet du nickel ne devient sensible que pour des teneurs supérieures à 1-1,5 %. La figure 1.10(a) montre que le trempabilité de l'acier à bas carbone contenant 3,5 % de nickel est relativement faible car la vitesse critique est élevée.

On constate un abaissement général des températures de transformation et l'expansion du domaine bainitique au détriment du domaine de la ferritique proeutectoïde. Ces tendances s'accroissent lorsque la teneur en nickel augmente (fig. 1.10b).



a) Acier à 0,11 % C, 0,44 % Mn et 3,47 % Ni

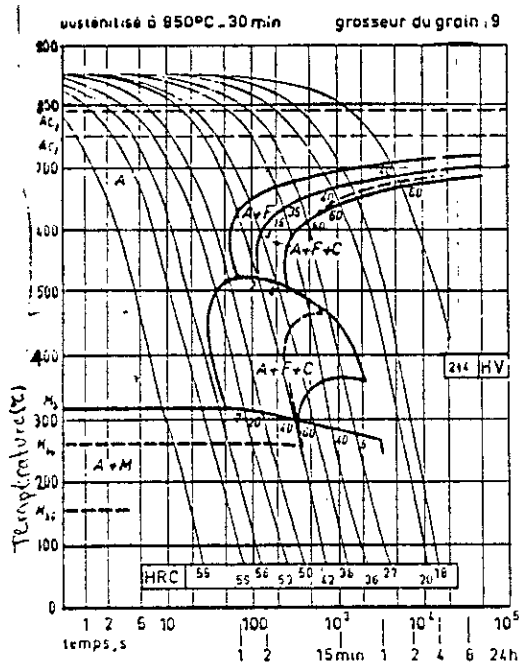


b) Acier à 0,09 % C, 0,51 % Mn et 9 % Ni.

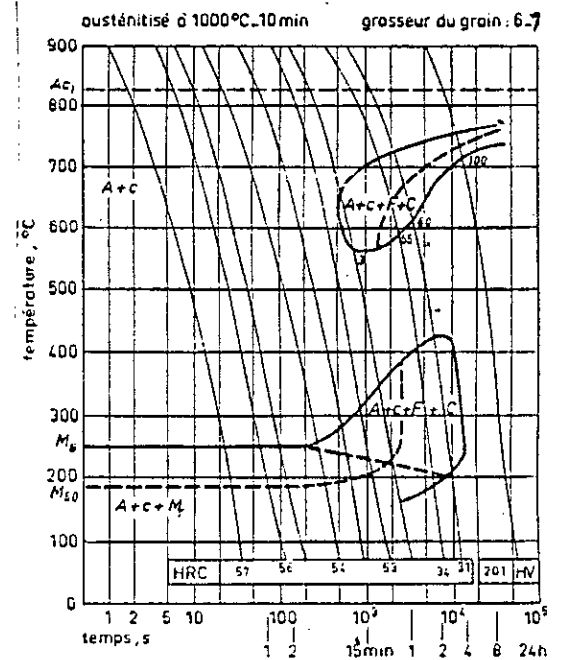
Fig. 1.10 Influence de nickel sur la forme et position des courbes TRC [4].

1.2.2.2 Influence du chrome.

On constate nettement que l'addition de 1 % de chrome a un effet largement bénéfique sur la trempabilité de l'acier (fig.1.11). Les deux domaines ferrito-perlitique et bainitique sont bien différenciés avec un assez large domaine bainitique. L'apparition de la zone de stabilité de l'austénite correspond à l'arrêt de la transformation ferrito-perlitique et à sa reprise dans le domaine bainitique pour les courbes de refroidissement intermédiaires correspondant aux duretés de 36 et 27 ROCKWELL (fig. 1.11a). Pour une teneur de 13 % en chrome, la zone de stabilité de l'austénite se manifeste entre le domaine perlitique et bainitique (fig. 1.11b).



a) Acier à 0,44 % C, 0,80 % Mn et 1 % Cr.



b) Acier à 0,42 % C et 13 % Cr.

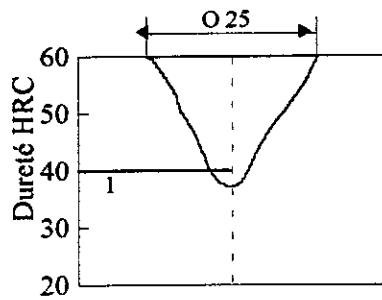
Fig. 1.11 Influence du chrome sur la forme et la position des courbes TRC [4].

1.2.2.3 Influence du Molybdène.

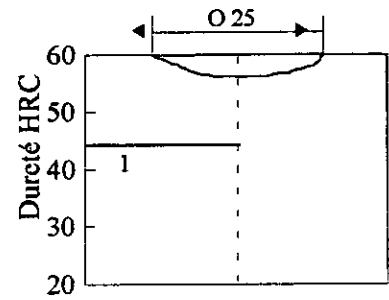
Le molybdène a surtout pour effet de déplacer vers la droite le domaine ferrito-perlitique. Il a une certaine tendance à réduire le domaine bainitique sans pour autant modifier la vitesse critique de trempe bainitique, accentuant ainsi la zone de stabilité de l'austénite entre les domaines. La vitesse critique de trempe passe de 200 à 50 °C/S [4].

1.2.3 Formation de la phase martensite.

Pour obtenir une pénétration de trempe, l'acier est allié le plus souvent aux alliages les moins onéreux que sont le manganèse, le chrome; quelquefois on ajoute également des éléments plus chers que sont le nickel et le molybdène. Plus le taux de nickel dans l'acier est grand, plus la section de trempabilité à coeur est grande; à 3 ou 4 % Ni (fig.1.12). Toutefois, la teneur en éléments d'alliage doit avoir une valeur minimale assurant la trempabilité à coeur nécessaire pour la section donnée et dans les conditions de refroidissement concernées. Dans les aciers de construction, il est recommandé d'introduire une teneur inférieure ou égale à 3 % en nickel, pour éviter la formation excessive de l'austénite résiduelle.



a) 0,4% C; 1,5% Cr.



b) 0,4% C ; 3,5% Ni.

Fig. 1.12 Dureté ROCKWELL d'un acier trempé de compositions chimiques différentes [5].
(1- dureté de la zone demie-martensitique: 50 %).

Si l'on refroidit l'acier à partir de la température austénitique, cette phase se transforme sans diffusion du carbone en une phase martensitique. L'effet du carbone sur le début et la fin de la transformation de l'austénite est illustré par le figure 1.13.

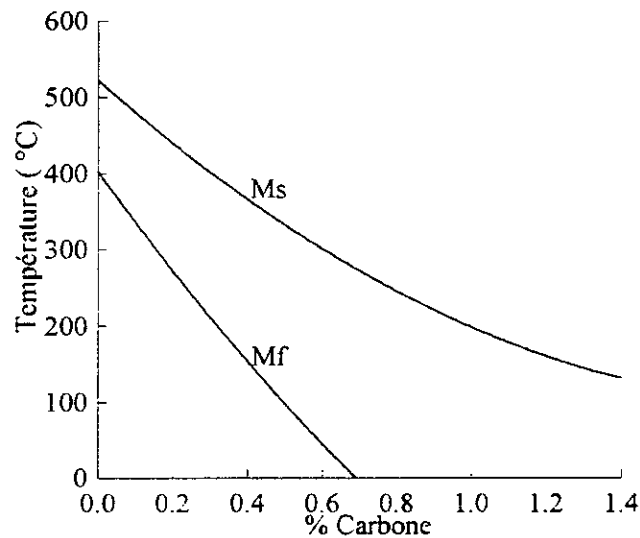


Fig. 1.13 Effet du carbone sur les températures M_s et M_f [6].

Les températures M_s et M_f des aciers sont affectées par la présence des éléments d'alliages et peuvent être ainsi contrôlés. Ces éléments abaissent les températures M_s et M_f , mais l'effet n'est pas quantitativement additif. Selon Andrews [3], la température M_s satisfait l'équation empirique suivante:

$$M_s = 539 - 423 (C) - 30.4 (Mn) - 17.7 (Ni) - 12.1 (Cr) - 7.5 (Mo) \quad (3).$$

L'équation (3) est applicable jusqu'à 0,6 % de carbone et la concentration totale en éléments d'alliage ne dépassant pas les 5 % [3]. D'autre part, la fraction d'austénite transformée obéit à la loi suivante [7]:

$$Y(\theta) = 1 - \text{Exp}[0,011 (M_s - \theta)] \quad (4).$$

Une fois la température M_f est atteinte, toute l'austénite se transforme en martensite. Toutefois, dans la pratique, une faible proportion d'austénite résiduelle reste stable dans l'acier trempé. Le nickel retarde remarquablement la décomposition de l'austénite en abaissant la température M_s de quelque 18 °C pour chaque 1 % de nickel.

La martensite est facilement identifiée, par son apparence, au microscope optique. L'austénite résiduelle peut être révélée comme un réseau fin autour des aiguilles de martensite en utilisant un champ sombre du microscope électronique à balayage [8].

1.2.4 Revenu des aciers au nickel-chrome-molybdène.

Le revenu à 550 ou 600 °C pendant 1 à 2 heures supprime presque complètement les contraintes résiduelles produites par la trempe [5] et se découle selon le processus suivant:

1/ Décomposition de la martensite

Cette première transformation a lieu aux températures inférieures à 150 °C, l'étude de cette étape demeure compliquée par la présence de l'austénite résiduelle. La martensite s'appauvrit en carbone jusqu'à un taux de 0,25% environ. Cet appauvrissement s'accompagne d'une précipitation de carbure ϵ de formule Fe_2C , généralement aux joints des cristaux martensitiques et dans les défauts.

Les particules de carbures dégagées ont la forme de lamelles d'une épaisseur de quelques couches atomiques et d'une longueur de quelques centaines d'Angströms.

2/ Seconde étape de la décomposition de la martensite

Elle s'effectue à des températures comprises entre 150 et 350 °C environ. Dans ce cas, la vitesse de diffusion contribue au grossissement des carbures. La précipitation d'un carbure ϵ au lieu d'une cémentite plus stable est due au fait qu'à la surface de séparation la martensite et l'austénite résiduelle ϵ , la cohésion des réseaux est meilleure, et, par conséquent, l'énergie superficielle est plus basse qu'à la surface de séparation entre la martensite et la cémentite: il en résulte que les fluctuations d'énergie nécessaire pour faire naître un germe critique de carbure ϵ sont moins importantes.

Dans le cas des aciers alliés et faiblement alliés, la distribution par diffusion des éléments nickel, chrome et molybdène ne se produit pas et les carbures précipités ont la même teneur moyenne en éléments d'alliage que la martensite. L'influence exercée par les éléments d'alliage sur la décomposition de la martensite reste négligeable au-dessous de 150 °C. Aux températures plus élevées, une addition modérée du chrome et du molybdène ralentit fortement la décomposition de la martensite, ainsi que la formation et la coalescence des carbures ϵ [5]. Il a été observé que le silicium (1 à 2 %) peut stabiliser les carbures ϵ dans à l'interface martensite-austénite après revenu à 400 °C [6]. Ce phénomène a une grande importance pratique. Si un acier au carbone ou faiblement allié conserve l'état de martensite de revenu seulement jusqu'à 300 ou 350 °C, un acier à outil garde cet état jusqu'à 450 ou 500 °C et plus.

3/ Suppression de la contrainte interne et formation de la cémentite alliée

Elle se produit entre 350 et 400 °C. Dans cette troisième étape de revenu, le degré de sa tétragonalité devient pratiquement égal à l'unité, tout comme le réseau cubique. Ceci s'accompagne d'une rupture de la cohésion et de l'isolation des réseaux ferrite-carbure; cette isolation est due à l'étape de la transformation des carbures ϵ conduisant à la formation de la cémentite (ϵ : $Fe_xC \rightarrow Fe_3C$).

Au-delà de la température 450°C, les éléments d'alliage nickel, chrome et molybdène sont activés thermiquement. En effet, à ces températures la diffusion de ces éléments devient possible et leur affinité pour le carbone peut se manifester; on assiste alors à un échange du carbone entre le fer de la cémentite et les éléments carburigènes. Ainsi, la cémentite peut se dissoudre ou s'enrichir en chrome, molybdène et manganèse. Cette réaction d'échange se développe dans un domaine de température compris entre 450 °C et 600 °C [9].

La morphologie des carbures change et adopte une forme sphéroïdale. Cette transformation est suivie d'une relaxation des macro et micro-contraintes produites par la trempe et d'une polygonisation de la phase ferritique. La structure de revenu à cette étape est une perlite fine.

Pour les applications à haute température, les constituants (ferrite + cémentite) de l'acier 35NCD16 après revenus paraissent moins stabilisés par le chrome que par le molybdène et la résistance au fluage est faible. Grâce au nickel, les aciers au Ni-Cr gardent les grains fins comme dans le cas des aciers au Ni-Mo. Toutefois, un traitement malencontreux peut exposer les aciers au Ni-Cr à la fragilité de revenu. L'addition à l'acier de faible quantité de molybdène (0,2 à 0,3 %) diminue considérablement la sensibilité de l'acier à la fragilité de revenu. Les deux caractéristiques de faible résistance au fluage et fragilité de revenu n'empêchent pas de très large application des aciers Ni-Cr vue la cherté du molybdène par rapport au chrome. En pratique la teneur en chrome varie, selon les cas, de 0,3 à 2 %. On accroît la stabilité à chaud des constituants après revenu des aciers Ni-Cr par addition du molybdène ou tungstène. Le molybdène, plus efficace, donc employé en plus faible teneur (0,15 à 0,45 %) que le tungstène, lui est généralement préféré. L'addition du molybdène est généralement utile d'une part pour éliminer la fragilité de revenu, d'autre part pour améliorer l'aptitude à la trempe et la profondeur de trempe.

1.2.4.1 La coalescence des carbures au revenu.

Ce processus se produit entre 500 et 680 °C. Dans les aciers au carbone et dans de nombreux aciers faiblement et moyennement alliés, l'augmentation de la température de revenu au-dessus de 400 ou 500 °C n'entraîne pas de changement dans la composition de phase [5]. La coalescence des carbures au cours du revenu est due à la migration des atomes de carbone à travers la solution solide de ferrite, qui s'accompagne de la dissolution de particules plus petites et du grossissement de particules de cémentite plus ou moins grosses. Cette solution solide devient plus pauvre en carbone. Les carbures ont une structure granulaire. La formation de ces structures améliore les propriétés mécaniques de l'acier.

Les éléments d'alliage chrome, molybdène ralentissent la marche de coalescence. Après revenu à la même température, un acier additionné de ces éléments possède une dispersion plus élevée de carbures. Les températures aussi élevées rendent également possible la diffusion de ces éléments qui déterminent leur redistribution entre la ferrite et la cémentite. Le chrome et le molybdène diffusent de la ferrite vers la cémentite pour former probablement in-situ de la cémentite alliée. Par ailleurs, le nickel diffuse de la cémentite vers la ferrite. La coalescence de particules de cémentite dans les aciers faiblement et moyennement alliés est un phénomène important qui influe de façon remarquable sur leurs propriétés mécaniques.

La théorie de la coalescence et de la dispersion, selon Lifshitz-Wagner, donnant des particules sphériques dans la matrice est la suivante [10]:

$$\bar{d}^3 - \bar{d}_0^3 = (K/R.T) \cdot (V_m)^2 \cdot D \cdot v \cdot t = K_d \cdot t \quad \text{où} \quad (5).$$

- \bar{d}_0 : diamètre moyen de la particule à l'instant zéro;
- \bar{d} : diamètre de la particule à l'instant t;
- D: coefficient de diffusion de soluté dans la matrice;
- v: énergie interfaciale particule-cémentite;
- V_m : volume molaire de précipité et K une constante;
- K_d : constante de vitesse de coalescence.
- R : constante des gaz parfaits;
- T : température en degré Kelvin.

La vitesse de coalescence dépend du coefficient de diffusion de soluté. Sous les mêmes conditions et pour une température donnée, la cémentite coalesce à une vitesse si élevée que n'importe quel type de carbures alliés. De même l'existence des éléments d'alliage comme le chrome et le molybdène retardent la cinétique de coalescence de la cémentite une fois formée [6].

1.2.4.2 Propriétés mécaniques des aciers au Ni-Cr-Mo au cours du revenu.

Une grande variété des propriétés mécaniques est obtenue par revenu des aciers alliés et faiblement alliés entre 200 et 700 °C. La figure 1.14 illustre un exemple type d'un acier de construction 40NCD6.

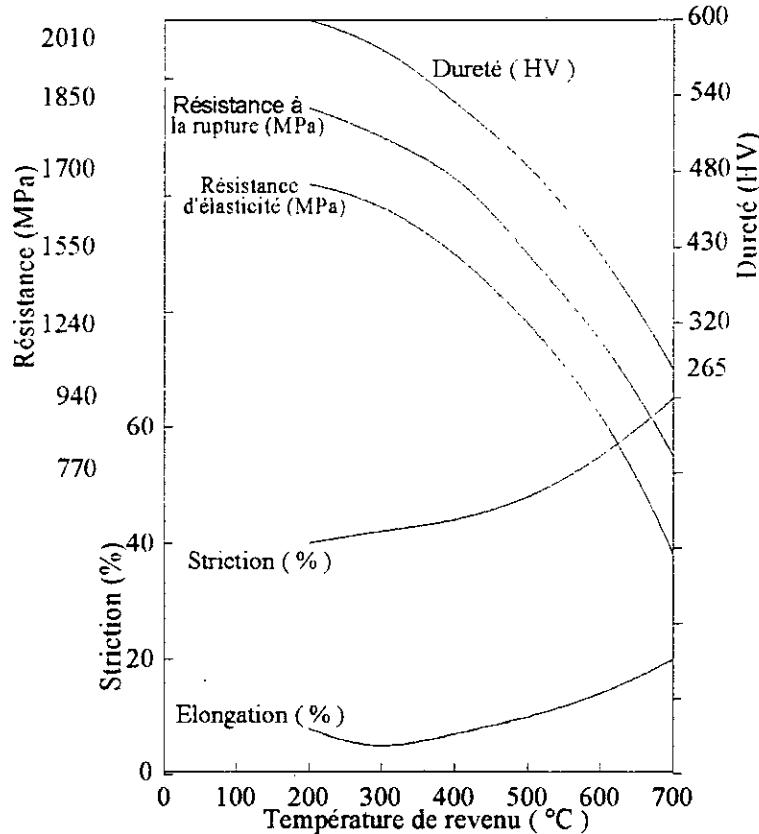


Fig. 1.14 Evolution des caractéristiques mécaniques en fonction de la température de revenu pendant 1 h de l'acier 40NCD6 [3].

Dans le revenu aux températures basses (jusqu'à 200 à 250 °C) la dureté de l'acier ne dépend pas de la teneur en éléments d'alliage, elle est imposée surtout par la teneur en carbone de la martensite. En poussant la température de revenu jusqu'à 750 °C, on diminue sensiblement la dureté, la charge de rupture, la limite d'élasticité tout en améliorant l'allongement et la striction (fig. 1.14). Les modifications des propriétés mécaniques sont dues au comportement structural au cours du revenu qui se traduit par la rupture de cohésion à l'interphase carbure-martensite et par la formation de nouvelles phases (ferrite et cémentite). Cet interphase étant d'abord le siège des processus de restauration suivis à haute température de recristallisation et de coalescence de la cémentite. La présence des éléments chrome et molybdène dans la cémentite entrave la coalescence de cette dernière. Ceci a pour conséquence une amélioration de la résistance de l'acier et à l'adoucissement au cours du fluage. Ainsi, l'acier de construction 35NCD16 est donc plus dure que l'acier au carbone XC38 après revenu aux mêmes températures.

1.2.4.3 Influence sur les propriétés mécaniques de la ferrite.

Dans la pratique, la ferrite résultant de la transformation de l'austénite est un constituant plus complexe et ses propriétés dépendent de plusieurs facteurs dont les plus importants sont les suivants:

- Les éléments en solution solide, soit d'insertion comme le carbone, soit de substitution comme le chrome, molybdène, nickel, sont solubles dans la phase ferritique et interviennent en conséquence par effet de mise en solution solide conduisant à une augmentation de la limite d'élasticité. La figure 1.15 montre qu'à l'exception du chrome, qui a une influence légèrement négative, tous les éléments augmentent la limite d'élasticité de la ferrite, les plus actifs étant le carbone et l'azote interstitiels; viennent ensuite les éléments en solution de substitution dont le plus actif est le phosphore. Le nickel et le manganèse améliorent la résilience et abaissent la température de transition.

- La grosseur optimale du grain qui joue un rôle extrêmement important est favorable à la fois sur la limite d'élasticité et sur la résilience.

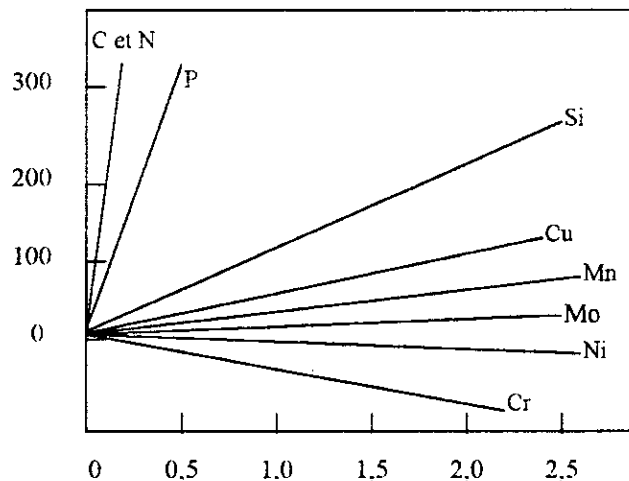


Fig. 1.15 Exemple de l'effet durcissant des atomes de soluté dans des aciers ferritiques [4].

II. FLUAGE DES ACIERS ALLIES.

Introduction.

Aux températures élevées, un matériau soumis à une charge constante présente une déformation plastique évoluant avec le temps et pouvant conduire à la rupture du matériau. La déformation dépend non seulement de la contrainte appliquée (σ) mais aussi du temps (t) et de la température (T). Ce phénomène est appelé fluage, il est décrit par une loi de type:

$$\varepsilon = f(\sigma, T, t, s) : \text{Solide se déformant par fluage et de microstructure } s. \quad (1)$$

La plupart des métaux ont des points de fusion élevés et; à cause de cela, le fluage se manifeste aux températures largement au-dessus de la température ambiante. En l'occurrence, le point de fusion du plomb est 600 K. A la température ambiante, il est à la moitié de sa température de fusion. On peut dire que la température ambiante est une température élevée pour le plomb et il flue sous son propre poids [11]. En effet, la température à laquelle un matériau commence à fluer dépend de son point de fusion :

$$T > 0,3 \text{ à } 0,4 T_F \text{ pour les métaux.}$$

$$T > 0,4 \text{ à } 0,5 T_F \text{ pour les céramiques.}$$

Où T_F est la température de fusion en degré Kelvin.

On distingue deux types d'approche de la durée de vie de fluage des composants métalliques travaillant à chaud

- Approches mécaniques: qui, généralement, ne font pas apparaître de façon explicite le phénomène physique qui conduit à la dégradation de la structure métallurgique.
- Approches métallurgiques: fondées sur les phénomènes physiques et les mécanismes de déformation et de rupture par fluage.

Les approches métallurgiques sont potentiellement plus précises et restent très différentes des approches mécaniques[12].

II.1 APPROCHES MECANIQUES.

II.1.1 Description des courbes de fluage.

La figure 2.1 montre la forme idéale d'une courbe de fluage, la pente de cette courbe est désignée $\dot{\varepsilon}_{vs}$ (vitesse stationnaire de fluage). Après un allongement instantané initial ε_0 , la vitesse de fluage diminue avec le temps (fluage primaire : stade I), pour atteindre le fluage stationnaire (stade II). La vitesse de déformation est pratiquement constante. Ensuite, le matériau entre dans le domaine du fluage tertiaire et la vitesse augmente rapidement jusqu'à rupture du matériau.

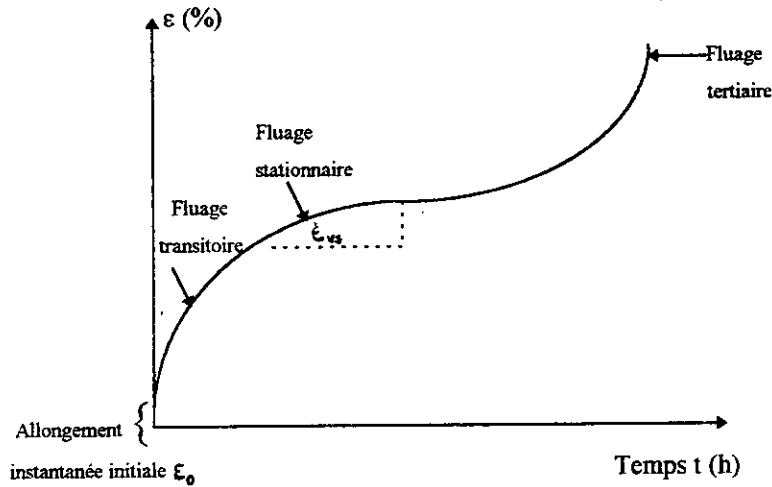


Fig 2.1 Courbe classique des essais de fluage [11].

La forme des courbes de fluage est fortement liée à la charge appliquée et à la température (fig. 2..2).

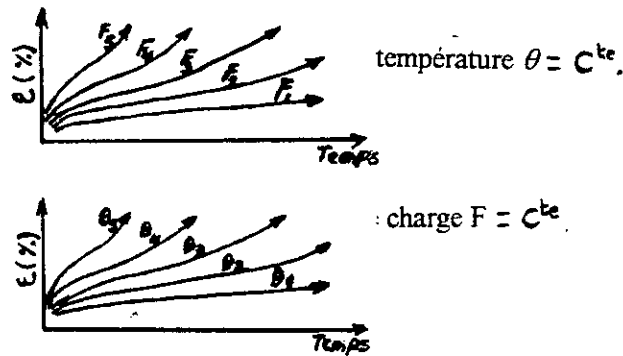


Fig. 2.2 Schémas de courbes de fluage [13].

La figure 2.2 représente schématiquement une famille de courbes de fluage caractérisant l'évolution de l'allongement d'une éprouvette en fonction du temps. Une telle famille de courbes peut être tracée à la même température θ :

$$\theta_1 = \theta_2 = \theta_3 = \theta_4 = \theta_5$$

Sous des charges F différentes mais telles que :

$$F_1 < F_2 < F_3 < F_4 < F_5$$

Ou sous une même charge F :

$$F_1 = F_2 = F_3 = F_4 = F_5 \text{ ; mais à des températures différentes telles que :}$$

$$\theta_1 < \theta_2 < \theta_3 < \theta_4 < \theta_5.$$

En réalité, l'expérience montre que, pour les aciers, les proportions relatives du fluage primaire et du fluage tertiaire sont assez difficiles à représenter sur un même diagramme. Ce point d'inflexion séparant ces deux stades apparaît généralement pour de faibles valeurs de l'allongement.

Dans la réalisation d'essai de fluage, il est souvent pratique de maintenir la charge constante pendant tout l'essai. Ceci permet l'augmentation de la contrainte axiale quand l'éprouvette s'allonge.

II.1.2 Influence du temps, de la contrainte et de la température sur le fluage des aciers.

Ignorant l'influence de l'environnement, il est demandé de déterminer l'allongement de fluage (ε) comme fonction de la contrainte, de température et du temps pour un matériau de structure (s), soumis à une contrainte constante uniaxiale :

$$\varepsilon = f(\sigma, T, t, s) \quad (2)$$

1) Influence du temps :

Ignorant l'allongement instantané ε_0 , qui est proportionnel à la charge constante appliquée, l'allongement ε est relié au temps t sous plusieurs formes proposées [14]. Lorsque la température est à $0,3 T_F$, le seul type de fluage observé expérimentalement est le fluage primaire qui utilise des lois logarithmiques ou puissance :

$$\varepsilon_p = \alpha_1 \ln(1 + \alpha_2 t) \quad (3)$$

$$\varepsilon_p = \alpha_3 t^m \quad \text{avec } 0 < m < 1 \quad (4)$$

α_1 , α_2 , α_3 et m sont des paramètres dépendant de la contrainte et de la température pour un matériau donné. A partir des données expérimentales, il n'est pas facile de déterminer laquelle de ces deux équations est la plus appropriée au fluage primaire bien que ces équations aient des formes approximativement similaires [15]. Plusieurs travaux se sont axés sur l'importance du fluage stationnaire qui est souvent de très courte durée dans les matériaux résistants au fluage. En outre, la formation du fluage primaire et tertiaire et l'addition des termes à chaque état de fluage, peut conduire à exprimer la dépendance temps-allongement de fluage par une expression plus récente et très fiable [16].

$$\varepsilon = \theta_1 [1 - \exp(-\theta_2 t)] + \theta_3 [\exp(+\theta_4 t) - 1] \quad (5)$$

Les paramètres θ_i , fonctions de chaque contrainte et température, sont supposés prendre la forme :

$$\log \theta_i = a_i + b_i T + c_i \sigma + d_i \sigma T \quad (6)$$

Les caractéristiques chimiques et microstructurales sont incorporées dans l'équation 6. Sur un tel fondement, il semble qu'au total, 16 paramètres sont suffisants pour décrire totalement la courbe de fluage.

Il est évident que la vitesse minimale du fluage (vitesse stationnaire du fluage) est représentée par le point d'inflexion de l'équation 5 :

$$\frac{d\varepsilon}{dt} = \theta_1 \theta_2 \exp(-\theta_2 t) + \theta_3 \theta_4 \exp(\theta_4 t) \quad (7)$$

Le temps minimal t_m pour atteindre la vitesse minimale du fluage est :

$$t_m = [1/(\theta_2 + \theta_4)] \ln (\theta_1 \theta_2^2 / \theta_3 \theta_4^2) \quad (8)$$

Par conséquent, la vitesse minimale du fluage est :

$$\dot{\epsilon}_m = \theta_1 \theta_2 (\theta_3 \theta_4^2 / \theta_1 \theta_2^2)^{\theta_2 / (\theta_2 + \theta_4)} + \theta_3 \theta_4 (\theta_1 \theta_2^2 / \theta_3 \theta_4^2)^{\theta_4 / (\theta_2 + \theta_4)} \quad (9)$$

Il est évident que l'équation 9 diffère de la loi de Norton (Eq. 10) qui a été longtemps considérée comme relation fondamentale dans les essais de fluage. Désormais, le désaccord sur les résultats reste.

2) Influence de la contrainte:

Le rapport entre l'allongement ϵ et la contrainte σ à temps et température constants dépend de la forme de la couche de fluage. Des résultats expérimentaux [17] ont montrés que l'utilisation de la vitesse minimale du fluage présente un moyen direct et simple pour comparer l'effet de la contrainte sur différents matériaux flués (Fig. 2.3).

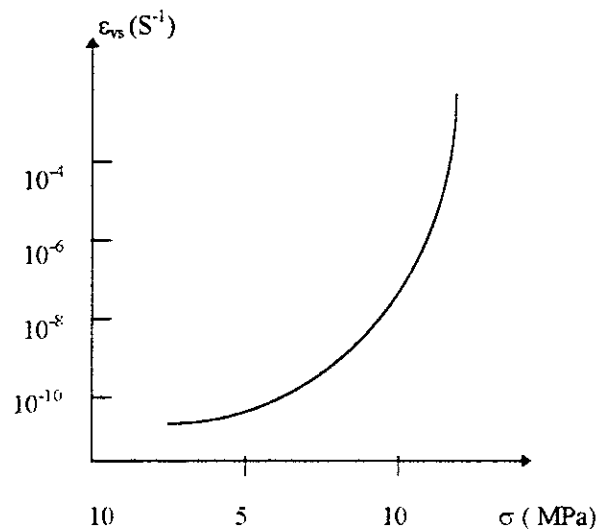


Fig. 2.3 Détermination expérimentale de la vitesse minimale du fluage en fonction de la contrainte appliquée à 565 °C. Acier à 0,5 % Cr, 0,5 % Mo et 0,25 % V [18].

La fonction la plus utilisée est la loi de Norton [19].

$$\dot{\epsilon}_{vs} = A \cdot \sigma^n \quad (10)$$

Dans l'équation 10 l'exposant apparent de contrainte n varie de 1 à 5 pour les métaux purs et de 7 à 10 pour les alliages et les aciers. En pratique, les problèmes des allongements de fluage et la prévision de la rupture par fluage sont très complexes, car tous les paramètres des relations empiriques cités plus hauts sont très dépendants les uns des autres. Pour le même matériau, la structure est influée par la contrainte et la température. Ainsi, le paramètre microstructural s peut changer avec le temps [18].

3) Influence de la température

Le fluage des aciers est un phénomène thermiquement activé et, de ce fait, il a un double effet sur la vitesse de fluage à charge constante [20] :

- Effet immédiat sur les constantes des matériaux.
- Effet stimulant la variation structurale.

La fonction la plus utilisée est la relation d'Arrhénius.

$$\dot{\epsilon}_{vs} = B \exp\left(-\frac{Q_a}{RT}\right) \quad (11)$$

Q_a : Energie apparente d'activation des mécanismes qui régissent le phénomène de fluage.

R : Constante des gaz parfaits ($R = 8,312 \text{ J/mole.}^\circ\text{K}$).

B : Constante dépendant de la contrainte.

En portant $\ln(\dot{\epsilon}_{vs})$ en fonction de $1/T$ (T est la température absolue) comme indiqué sur la figure 2.4, on peut alors calculer la valeur de l'énergie d'activation Q_a .

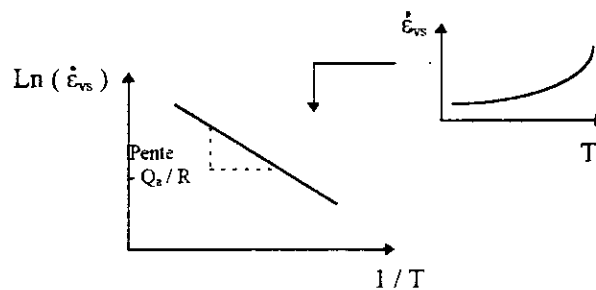


Fig. 2.4 Variation de la vitesse de fluage avec la température [11].

On peut constater que la vitesse de fluage augmente exponentiellement avec la température (Eq. 11).

II.1.3 Energie d'activation du fluage stationnaire.

Des essais anisothermes sous la même charge sont souvent effectués afin de mesurer l'énergie apparente d'activation du fluage à un petit intervalle des températures pour assurer la stabilité du mécanisme de fluage prédominant. On peut établir la relation suivante :

$$\dot{\epsilon}_{vs} = A \sigma_a^{n_a} \cdot \exp(-Q_a / RT) = B \exp(-Q_a / RT) \quad (12)$$

Pour deux températures T_1 et T_2 tel qu'à $\sigma = C^{lc}$: $T_1 < T_2$ et $\dot{\epsilon}_{1vs} < \dot{\epsilon}_{2vs}$, la valeur de l'énergie apparente d'activation du fluage est :

$$Q_a = R \frac{\ln(\dot{\epsilon}_{1vs} / \dot{\epsilon}_{2vs})}{(1/T_2 - 1/T_1)} \quad (13)$$

Aux basses températures cette énergie varie. Toutefois, au-dessus de $0,6 T_F$, elle devient indépendante de la température et s'approche de l'énergie d'auto-diffusion. les métaux purs en sont un bon exemple.

Pour des matériaux plus complexes, la fraction volumiques des précipités et la composition de la matrice ainsi que celle des précipités évoluent avec la température, les paramètres apparents y prennent des valeurs très élevées ($n_a=11$ et $Q_a= 564$ KJ / mole pour les superalliages à base de nickel).

Ceci étant incompatible avec les modèles physiques de fluage-dislocation et fluage-diffusion. Il n'est donc pas possible de donner une signification physique simple à l'énergie d'activation Q_a dépendant elle-même de la contrainte. Cette grandeur peut être utilisée en particulier pour effectuer des équivalences temps-température pour évaluer un temps à rupture sur une période très longue non accessible par l'expérimentation à une température donnée. Pour apporter un sens physique à ces lois de comportement, divers auteurs ont substitués à la contrainte appliquée, σ_a , une contrainte effective σ_e définie par :

$$\sigma_e = \sigma_a - \sigma_i \quad (14)$$

où σ_i est la contrainte interne qui tient compte des effets de la taille des grains, taille des précipités, module d'élasticité...etc, sur le mouvement des dislocations. Ces auteurs utilisent souvent la contrainte seuil σ_s qui représente la contrainte interne moyenne :

$$\sigma_e = \sigma_a - \sigma_s \quad (15)$$

De l'équation (12) on déduit les paramètres effectifs :

$$n_e = [\delta \log \varepsilon_s / \delta \log \varepsilon_s]_T \quad (16)$$

$$Q_e = -R [\delta \log \varepsilon / \delta (1/T)] \sigma_e \quad (17)$$

On établit donc, les relations entre les paramètres effectifs et apparents :

$$n_a = n_e [\delta \log \sigma_e / \delta \log \sigma_a]_T \quad (18)$$

$$Q_a = Q_e + RT n_e [\delta \log \sigma_e / \delta \log T] \sigma_a \quad (19)$$

Dans les cas des superalliages [21], des expressions ont été proposés pour faire apparaître des grandeurs dont la signification physique peut être établie par les grandeurs expérimentalement mesurées: La première de ces grandeurs est la variation de la contrainte seuil avec la contrainte appliquée:

$$\sigma'_s = [\delta \sigma_s / \delta \sigma_a]_T \quad (20)$$

La seconde est la variation de la contrainte seuil avec la température :

$$\sigma^*_s = [\delta \sigma_s / \delta T] \sigma_a \quad (21)$$

Pour l'énergie d'activation, l'équation (19) peut se présenter sous la forme de l'expression suivante, après dérivation des fonctions logarithmiques $\delta \log \sigma_e = \frac{\delta \sigma_e}{\sigma_e}$ et $\delta \log T = \frac{\delta T}{T}$.

$$Q_a = Q_e + RT^2 (n_e / \sigma_e) (\delta \sigma_e / \delta T) \sigma_a \quad (22)$$

En dérivant les deux membres de l'équation 15 par rapport à la température :

$$(\delta\sigma_e / \delta T)\sigma_a = - (\delta\sigma_s / \delta T)\sigma_a \quad (23)$$

En tenant compte des équations (21) et (23), l'expression finale de l'énergie apparente d'activation en fonction de l'énergie d'activation effective est :

$$Q_a = Q_e - (RT^2 n_e / \sigma_e) \cdot \sigma_s^* \quad (24)$$

Or

$$n_a = n_e \sigma_a (1 - \sigma_s^*) / \sigma_e \quad (25)$$

D'où

$$Q_a = Q_e - RT^2 n_a \sigma_s^* / (1 - \sigma_s^*) \sigma_a \quad (26)$$

Nous pouvons conclure ce paragraphe en disant que les paramètres effectives Q_e et n_e caractérisent respectivement le rôle de la température et de la contrainte sur le mouvement des dislocations. Ces paramètres sont donc en relation directe avec les mécanismes fluage-dislocation et fluage-diffusion qui régissent la déformation du fluage. Ils sont reliés aux paramètres apparents, mesurés à l'échelle macroscopiques, par les équations (25) et (26) faisant intervenir d'une part, les variations de la contrainte seuil avec la température (σ_s^*) et d'autre part, avec la contrainte appliquée (σ_a).

II.2 APPROCHES METTALURGIQUES.

II.2.1 Mécanismes physiques de la déformation par fluage à basse température.

Aux basses températures ($T < 0,5 T_F$) et contraintes modérées, l'activation thermique est insuffisante. Le fluage suit une loi logarithmique (Eq. 3). Le fluage logarithmique apparaît pour des températures assez basses ($T < 0,5 T_F$) et des contraintes appliquées modérées. Dans ces conditions, les dislocations restent confinées dans leur plan de glissement, aucune restauration ne se produit et la courbe de fluage $\epsilon(t)$ décrit un ralentissement progressif dû au durcissement croissant du cristal. Par suite de l'existence d'un durcissement, la contrainte interne σ_i augmente pendant le fluage, ce qui diminue la contrainte effective σ_e et augmente par conséquent l'énergie d'activation de fluage. Au fur et à mesure que la déformation progresse, des dislocations s'accumulent en certains points contre des obstacles infranchissables créant ainsi des contraintes internes qui s'opposent à la contrainte appliquée. La contrainte interne, désignée par σ_s , est appelée seuil de contrainte que la contrainte appliquée doit dépasser pour vaincre l'ancrage des dislocations. Elle est propre au matériau et éventuellement fonction de la température.

La contrainte seuil σ_s est la somme, en chaque point du cristal, de toutes les contraintes associées aux précipités et de toutes les contraintes de friction associés à l'effet des autres dislocations (arbres de la forêt de dislocation) [22]. Les obstacles que rencontre une dislocation se regroupent en deux grandes catégories :

- Obstacles extrinsèques : soit préexistant comme les précipités, les atomes dissous ou les autres dislocations, soit induit par la déformation comme les arbres de la forêt de dislocation (fig. 2.5). La vitesse de déformation est contrôlée par la cinétique de cisaillement des obstacles

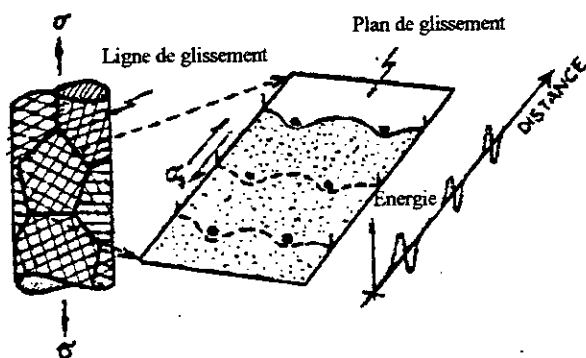


Fig. 2.5 Plasticité à basse température limité par des précipités [23].

- Obstacles intrinsèques : sont définis comme forces du réseau, qui sont surmontés par le décrochement ou le désancrage sur les dislocations à basse température. (fig. 2.6), la vitesse de déformation est contrôlée par la cinétique de désancrage et de propagation. [23].

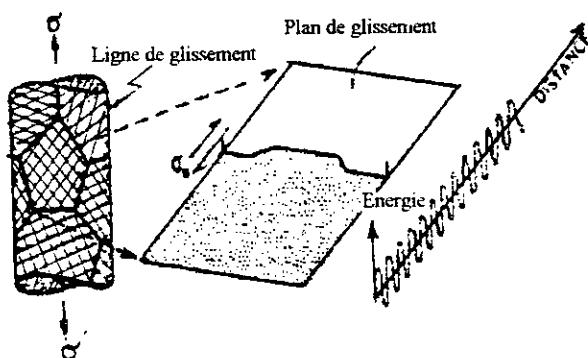


Fig. 2.6 Plasticité à basse température limitée par la résistance du réseau [23].

II.2.2 Mécanismes physiques de la déformation par fluage à température élevée.

Aux températures élevées, les matériaux se distinguent par une dépendance : vitesse de déformation-plasticité; au delà de $0,3 T_F$. Cette dépendance devient plus intense pour les métaux purs au-delà de $0,4 T_F$ et pour les alliages et les céramiques au delà de $0,5 T_F$. Pour faire un bon choix des matériaux résistants à la déformation et la rupture par fluage, nous devons comprendre leur comportement en fluage au niveau atomique, autrement dit; nous devons identifier et comprendre les mécanismes de fluage.

Il existe deux mécanismes de fluage : le fluage par les dislocations qui donne le comportement en loi puissance et le fluage par diffusion contrôlé par un déplacement de matière assuré par la diffusion intragranulaire ou intergranulaire. La diffusion devient appréciable aux alentours de $0,3 T_F$: c'est la raison pour laquelle les matériaux commencent à fluer au-dessus de cette température.

II.2.2.1 Glissement par fluage gouverné par montée: (loi-puissance).

Dans ce type de fluage, la majorité de la déformation a lieu par glissement de dislocation, celui-ci étant continuellement débloqué par la montée très localisée de certaines dislocations. Ces montées contribuent très peu directement à la déformation. En outre, le glissement dévié peut dans un certain domaine de température être le processus dominant qui régit le glissement [24]. La diffusion des atomes peut aider à débloquer les dislocations et c'est le mouvement de ces dislocations libérées, sous l'effet de la contrainte appliquée, qui produit le fluage par dislocations. Ce mécanisme est décrit par la loi-puissance du fluage :

$$\dot{\epsilon}_{vs} = \frac{AD_v G \cdot b}{RT} (\sigma / G)^n \quad (27)$$

D_v : Coefficient d'autodiffusion ($D_v = D_0 \exp(-Q_v/RT)$ ou Q_v est l'énergie d'autodiffusion).

A : Constante de proportionnalité (déformation - densité de dislocation).

n : varie de 1 à 5 pour les métaux purs et de 7 à 10 pour les alliages et les aciers.

Ce mécanisme permet d'assurer la restauration. La vitesse de restauration est d'autant plus rapide que la taille de cellules formées par les dislocations est faible. Il est important dans les métaux et alliages au-dessus de la températures $0,5 T_F$.

Aux contraintes élevées ($\sigma/G \approx 10^{-3}$ où G est le module de cisaillement), la vitesse de déformation de fluage mesurée est supérieure à celle calculée par la relation (27). Le mécanisme de la déformation par fluage passe du glissement vers la montée (fig. 2.7).

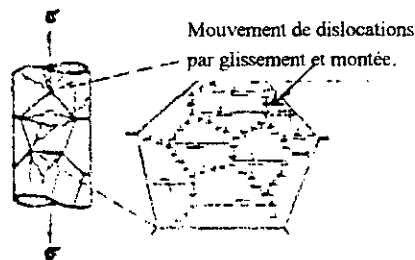


Fig. 2.7 Mécanisme de fluage de glissement gouverné par montée [23].

Par ailleurs, l'énergie d'activation mesurée est supérieure à l'énergie d'autodiffusion calculée par la relation (27). Cette remarque est souvent prise en compte pour différencier entre le glissement et la montée de dislocations. La figure 2.8 illustre le cas d'une dislocation bloquée sur son plan de glissement par un précipité.

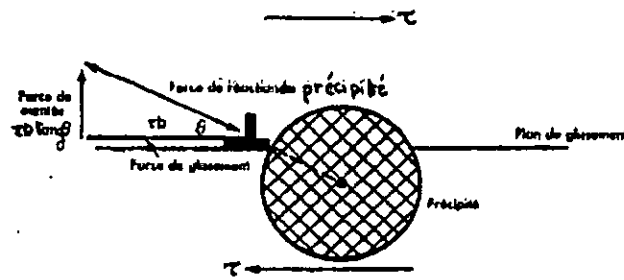


Fig. 2.8 Force de montée sur une dislocation [1].

Selon le schéma de la figure 2.9, la force de glissement (τb par unité de longueur) est équilibrée par la réaction F_0 du précipité. Avant que la dislocation ne s'appuie sur l'obstacle, il existe une composante de force $\tau b \sin \theta$ qui tend à faire monter la dislocation hors de son plan de glissement. La dislocation ne peut « glisser » vers le haut par cisaillement de plans atomique car la géométrie du cristal s'y oppose. Toutefois, la dislocation peut se déplacer vers le haut si les atomes à la base du demi-plan supplémentaire migrent par diffusion (fig. 2.9).

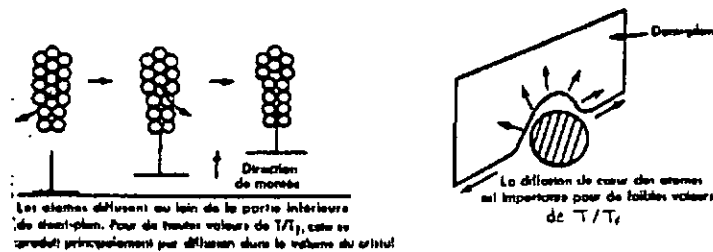


Fig. 2.9 Schémas montrant la contribution de la diffusion dans le mécanisme de montée [1].

Aux basses températures, le fluage dans les solutions solides pourrait s'effectuer selon les mêmes mécanismes qu'en cas des métaux purs. Les auteurs R. Shewfelt et L. Brown [24], ont constaté que le fluage des monocristaux durcis par dispersion est contrôlé par le mécanisme de montée. Néanmoins, un modèle satisfaisant les polycristaux (glissement par cisaillement) reste nécessaire. Généralement, la concentration de soluté au cœur de la dislocation diffère de celle de la matrice, ce qui peut affecter, en conséquence la diffusion dans le volume du cristal.

La dispersion de particules de seconde phase bloquent le glissement et monté de la dislocation et aident à stabiliser le réseau cellulaire de dislocations et la recristallisation dynamique est ainsi supprimé (fig. 2.10). Dans ce cas, le glissement peut conduire à un comportement du fluage logarithmique.

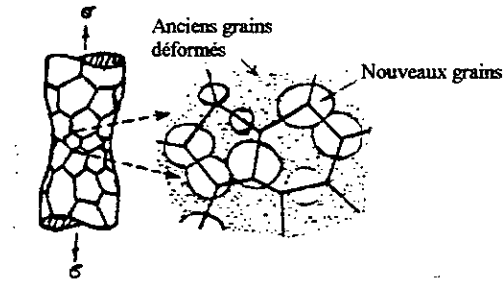


Fig. 2.10 Schémas montrant la recristallisation dynamique [23].

Pour les alliages durcis par précipitation, l'exposant de la contrainte n a été trouvé élevé $n \geq 7$ et l'énergie d'activation du fluage est souvent plus grande que l'énergie d'autodiffusion [23]. Le processus de montée ne se produit qu'à des températures supérieures à $0,3 T_F$ environ où la diffusion dans le volume du cristal est le mécanisme dominant alors qu'aux basses températures c'est la diffusion de coeur qui contrôle la déformation par fluage. Le mécanisme de montée assure le désancrage de la dislocation et va glisser vers d'autres obstacles et le glissement peut ensuite se produire (fig. 2.11).

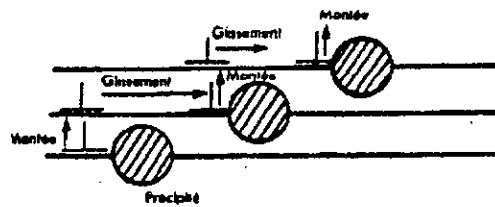


Fig. 2.11 Schémas montrant comment la séquence montée/glisement conduit au fluage [1].

Un comportement similaire a lieu dans le cas d'ancrage de dislocations par des atomes de soluté ou par d'autres dislocations. En effet le transport diffusionnel entraîne le déplacement de deux ou plusieurs espèces d'atomes avec des vitesses différentes. Les atomes de soluté interceptent les dislocations mobiles et immobiles engendrant ainsi une contrainte de friction au mécanisme fluage-restauration alors qu'une traînée de soluté entrave le mécanisme fluage-montée. Les précipités fines ne sont pas stables aux températures de service en fluage. Elles peuvent contribuer à réduire la résistance au fluage; les alliages dont la précipitation s'effectue continuellement dans le temps possèdent souvent une bonne résistance au fluage. Toutefois, la coalescence affecte très souvent et remarquablement la dispersion des particules et en conséquence la vitesse de fluage [25]. La répétition de la séquence montée/glisement explique la nature continue et progressive du fluage; et le rôle de la diffusion avec le coefficient de diffusion $D_v = D_0 e^{-\frac{Q_v}{RT}}$ explique la dépendance en température de la vitesse de fluage (Eq. 27). D'autre part, la dépendance en contrainte de la vitesse de fluage est due à la force de montée. Plus la contrainte appliquée est élevée, plus la force de montée est grande, plus sont nombreuses les dislocations désancrées par seconde, plus leur vitesse de glissement est rapide et plus la vitesse de fluage est importante.

En conclusion, les dislocations deviennent mobiles immédiatement après l'application de la charge donnant lieu à la multiplication et la montée de dislocations. Leur configurations change d'une distribution hasardeuse en un réseau cellulaire très ordonné tridimensionnel. La formation de substructure cellulaire est due à la diminution de la densité de dislocation et donc à la diminution de la vitesse de fluage. Lorsque la charge augmente, la loi-puissance du fluage s'effectue par glissement aux joints de cellules et par montée à l'intérieur des cellules. Par conséquent, la contribution du fluage contrôlé par montée à l'intérieur des cellules de dislocations est très grande par rapport à la contribution du fluage contrôlé par glissement de dislocation le long des joints cellulaires.

II.2.2.2 MECANISME DU FLUAGE DIFFUSIONNEL.

La déformation est produite par montée de dislocations, leur glissement reste négligeable, ou même totalement absent dans les conditions de l'expérience. Ce type de fluage repose sur le transport de lacunes par diffusion entre des sources et des puits qui sont en général les dislocations isolées, ce qui engendre leur montée. Toutefois, d'autres sources comme le réseau cellulaire de dislocations; les joints de grains dans un polycristal et les surfaces du cristal elles-mêmes peuvent aussi intervenir. La figure 2.12 illustre schématiquement un monocristal sous forme d'un cube d'arête L sur lequel s'exerce le système de contrainte σ : deux forces en compression et deux forces en tension, compression et tension étant égales en valeur absolue à σ . On notera que ce système de contrainte est équivalent à une scission τ sur les plans à 45° du cube (en tirets sur la figure 2.12). Ce système de contrainte modifie le potentiel chimique d'une lacune au voisinage des faces du cube. Sur les faces en tension, la formation de lacune est rendue plus facile par la contrainte qui maintient la surconcentration C^+ sur la face. Par contre, sur les faces en compression, la contrainte maintient les sousconcentration C^- . Le maintien de concentration différentes sur des faces voisines entraîne, selon la loi de FICK l'apparition d'un flux de lacunes entre les deux faces (fig. 2.12).

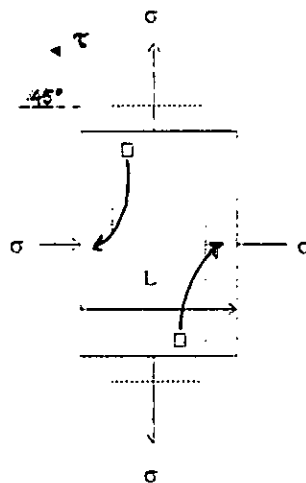


Fig. 2.12 diffusion intragranulaire et aux joints du grain [23].
□ lacune.

De nombreux modèles montrent que ce mécanisme se produit par transport de matière sans glissement de dislocation [26]. Ce mécanisme est contrôlé soit par la diffusion aux joints ou intergranulaire (modèle Cobble), soit par la diffusion volumique ou intragranulaire (modèle Herring-Nabarro) (fig. 2.13).

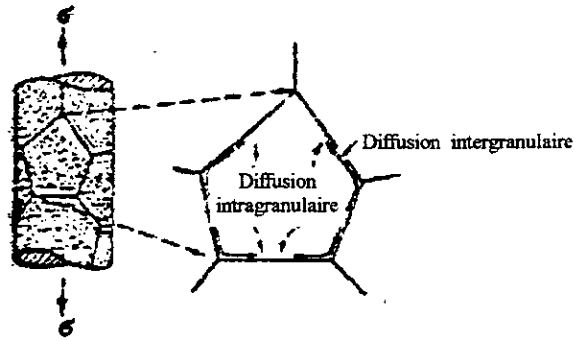


Fig. 2.13 Mécanisme du fluage diffusif inter et intragranulaire [23].

Le mécanisme du fluage diffusif est exprimé par la relation suivante :

$$\dot{\epsilon}_{vs} = \frac{14\sigma b^3}{RTd^2} \cdot D_{EFF} \quad (28)$$

avec

$$D_{EFF} = D_v \left[1 + \pi \cdot \frac{\delta_j D_g}{D_v \cdot d} \right] \quad (29)$$

d : Taille du grain.

D_g : Coefficient de diffusion intergranulaire.

δ_j : Epaisseur effective du joint de grain.

D_{eff} : Coefficient de diffusion effectif.

En réalité, l'équation (28) est composée par deux équations dont les bases pour ce modèle sont les mêmes.

A T/T_f élevé la diffusion se produit dans le volume du cristal lui-même selon l'équation suivante.

$$\dot{\epsilon}_{vs} = \frac{42\sigma b^3}{RTd^2} \cdot D_v \quad (30)$$

La vitesse de fluage est alors proportionnelle au coefficient de diffusion D_v et à la contrainte σ car cette dernière est la force motrice de diffusion qui est la même que dC/dx dans la loi de FICK. D'autre part, la vitesse de Fluage varie comme $1/d^2$. On peut constater que le grossissement du grain permet la diffusion de la matière sur de longues distances. L'écoulement plastique résultant est connu sous le nom de fluage Nabarro-Herring.

A T/T_f plus faible, quand la diffusion volumique est trop lente, la diffusion au joint de grain devient prédominante mais la vitesse de fluage demeure proportionnelle à σ selon la relation suivante:

$$\dot{\epsilon}_{vs} = \frac{42\sigma b^3}{RTd^3} \cdot \pi \delta_j D_g \quad (31)$$

Ce modèle est connu sous le nom de fluage Cobble. Pour éviter que des cavités n'apparaissent entre les grains, ce mécanisme nécessite un glissement au joint de grain [11]. La différence entre ces deux modèles c'est que le modèle de Nabarro Herring s'appuie sur l'influence de la taille du grain alors que le modèle de Cobble prend en considération l'énergie d'activation du fluage. La solution solide peut influencer sur le fluage diffusionnel par variation du coefficient de diffusion intergranulaire et intragranulaire [23].

Etant donné que, les joints de grains agissent comme une source de lacune, la dispersion de la seconde phase constitue une large barrière d'interphase de réaction à la diffusion, et de ce fait une contrainte seuil σ_s au dessous de laquelle, le fluage cessera. L'influence de la précipitation sur l'écoulement diffusionnel est observée aux températures élevées ($T > 0,5 T_f$) où plusieurs précipités peuvent se dissoudre ou coalescer rapidement. La figure 2.14 illustre un schéma récapitulatif des différents mécanismes de la déformation par fluage.

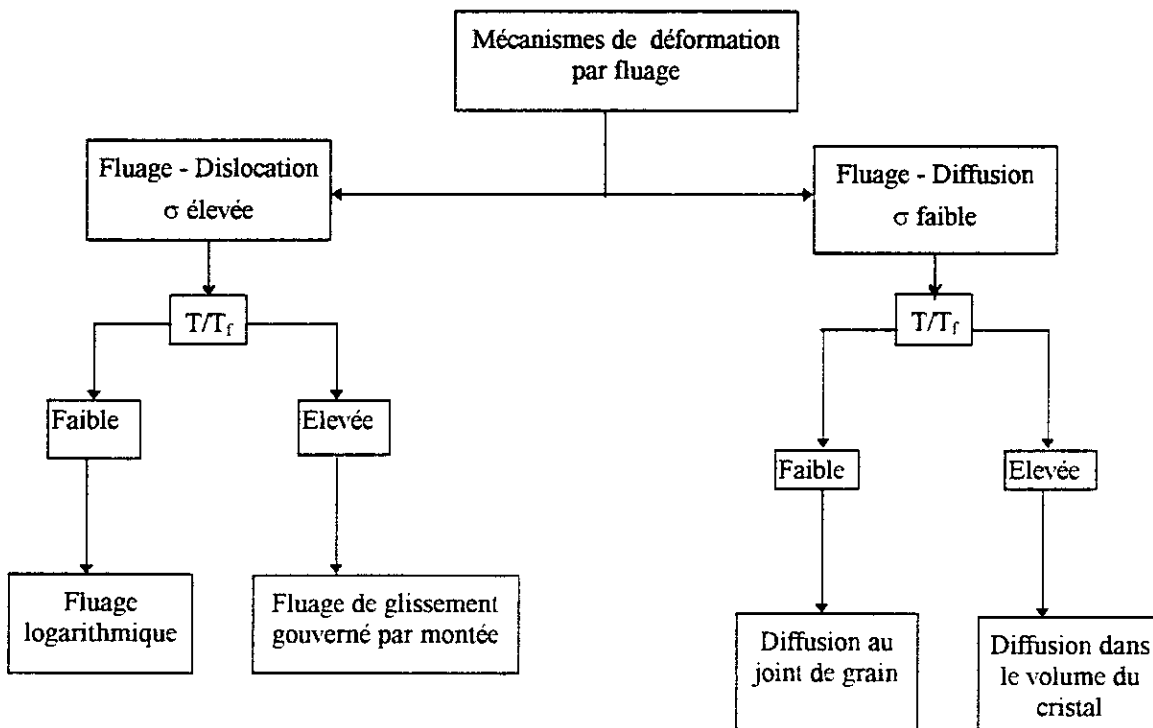


Fig. 2.14 Organigramme des mécanismes de déformation par fluage.

II.2.2.3 Cartes des mécanismes de déformation: Diagramme du fluage.

L'utilisation et illustration pratique des équations des mécanismes de déformation par fluage, d'un certain nombre de matériaux monocristallins et polycristallins, a été développée par Ashby et Coworks [23] sous forme de carte ou diagramme (fig. 2.15).

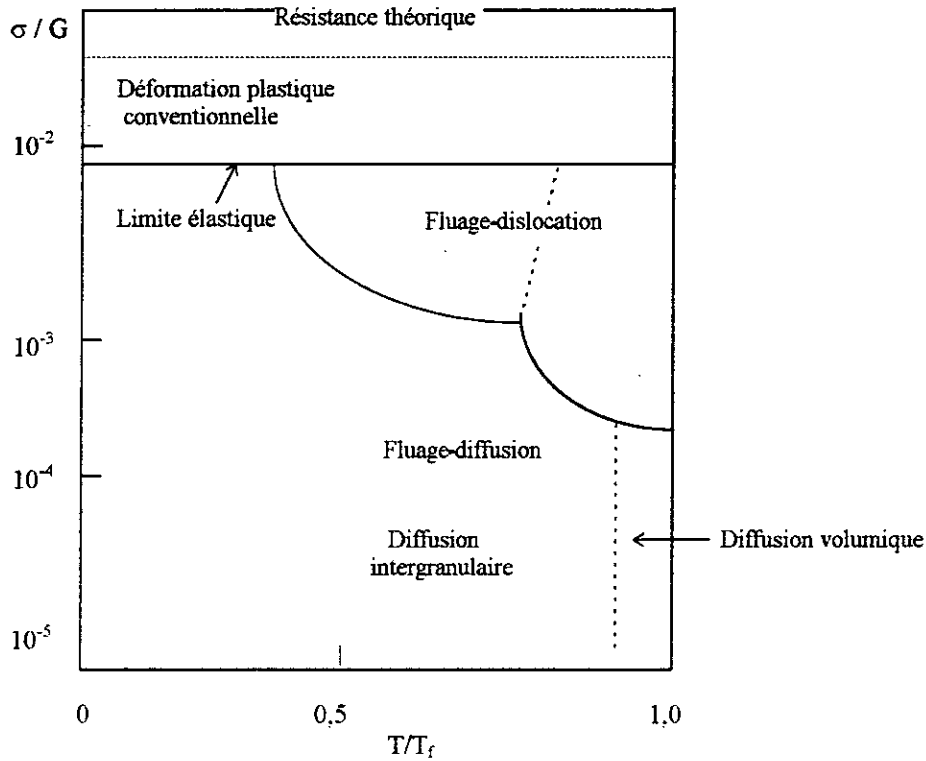


Fig. 2.15 Mécanismes de déformations à différentes températures et différentes contraintes [11].

En ordonnée, on porte une contrainte additionnelle σ/G ou G est le module de cisaillement et σ la contrainte équivalente définie par :

$$\sigma = \left[\frac{1}{2} S_{ij} S_{ij} \right]^{1/2} \quad (32)$$

avec

$$S_{ij} = \sigma_{ij} - \frac{1}{3} S_{kk} \delta_{ij}$$

σ_{ij} contrainte principale et δ_{ij} symbole de Kronicker.

Dans le cas d'une charge uniaxiale $i = j = 1$ et $S_{11} = \sigma_{11} = \sigma_a$ car $\delta_{11} = 0$. La contrainte $\sigma = \sigma_a / \sqrt{2}$ avec σ_a est la contrainte appliquée. Sur l'axe des abscisses, on porte la température sous forme de T/T_F où T_F est la température de fusion en degré Kelvin.

Les différentes régions de la carte (fig. 2.15) montrent la dominance du mécanisme de la déformation pour une combinaison contrainte-température. Les joints de séparation sont obtenus en égalant les équations de chaque mécanisme de déformation par fluage, et en résolvant ensuite la contrainte comme fonction de la température. Ces joints représentent la vitesse de déformation définie par :

$$\dot{\gamma} = (2 \dot{\epsilon}_{ij} \dot{\epsilon}_{ij})^{1/2} \quad (33)$$

En utilisant ces diagrammes, il faut bien veiller à ne pas leur attribuer une grande précision car les données expérimentales et les modèles qui ont servi à les établir, comportent nécessairement un certain nombre d'imperfection. Pour identifier le type de mécanisme qui opère dans des conditions données, on fixe les ordres de grandeurs des vitesses de fluage pour un état de contrainte et de température donné. Ainsi la loi qui contrôle le fluage est identifiée. Ces cartes de déformation sont surtout bien établies pour les métaux purs.

CONCLUSION

Nous n'avons décrit, dans ce chapitre, que les quelques mécanismes de fluage qui paraissent actuellement les plus importants et les mieux confirmés.

Le but des modèles actuels qui décrivent les différents mécanismes de déformation par fluage est essentiellement de montrer comment mettre en équation et comment estimer l'importance de quelques processus généraux de la physique des dislocations et des défauts ponctuels.

A haute température, les mécanismes que nous avons présentés montrent que la proportionnalité de la vitesse de fluage $\dot{\epsilon}_{vs}$ et du coefficient d'autodiffusion provient en général du seul fait que les dislocations montent en absorbant facilement les lacunes (saturation des crans en lacunes). Par contre, la variation de $\dot{\epsilon}_{vs}$ en σ^n provient à la fois de la multiplication des dislocations et de la fréquence d'annihilation.

Rappelons toutefois que les seules dépendances en contraintes et en températures ne permettent pas d'identification univoque d'un mécanisme. L'observation de la sous-structure de fluage à l'échelle microscopique reste un élément indispensable pour identifier le type de mécanisme responsable de la déformation par fluage. Plus d'un mécanisme de déformation de fluage peuvent opérer simultanément. Si les différents mécanismes s'effectuent en parallèles (mécanismes indépendants) alors la vitesse du fluage stationnaire est donnée par :

$$\dot{\epsilon}_{vs} = \sum_i \dot{\epsilon}_i \quad (34)$$

où $\dot{\epsilon}_i$ est la vitesse du fluage stationnaire du $i^{\text{ème}}$ mécanisme. Dans ce cas, le mécanisme le plus rapide contrôlera la déformation par fluage. Toutefois, s'il y a un nombre i de mécanismes opérant en série, la vitesse du fluage stationnaire devient :

$$1/\dot{\epsilon}_{vs} = \sum_i (1/\dot{\epsilon}_i) \quad (35)$$

Dans ce cas, le mécanisme le plus lent contrôlera la déformation par fluage.

II.3 PHENOMENE D'ENDOMMAGEMENT EN FLUAGE.

Aux températures $0,4 - 0,5 T$, les joints de graine constituent des sites privilégiés pour l'apparition de cavités. Celles-ci proviennent du blocage des lignes de glissement sur les joints, ou encore et surtout, des blocages des joints eux-mêmes qui est un phénomène actif à haute température. Les microcavités croissent à la fois sous l'effet de la déformation plastique et de la diffusion de lacunes. La rupture finale est intergranulaire. La figure 2.16 représente un schémas de divers mécanisme possible d'amorçage de cavités sur joints de grains.

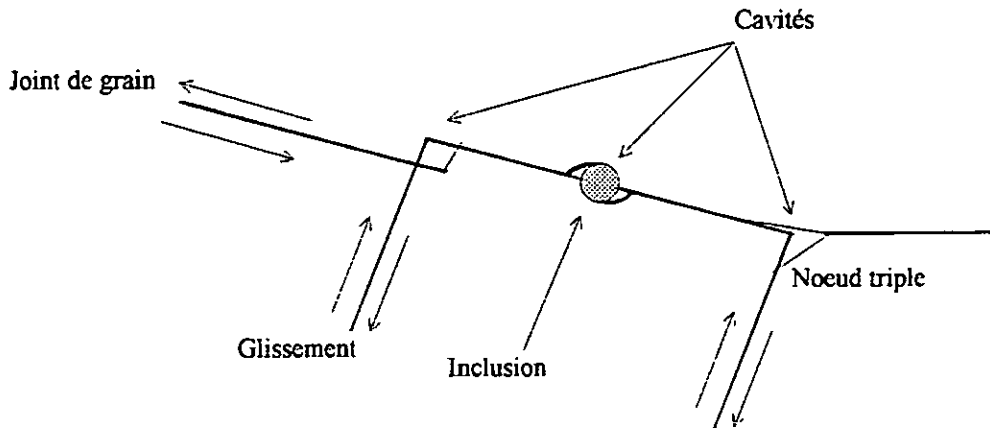


Fig 2.16 Schémas montrant les différents mécanismes d'amorçage de cavités sur les joints de grains [26].

Si la cavitation est spécifique à l'endommagement par fluage sous forte contrainte, la germination peut avoir lieu de façon transgranulaire sur les inclusions ou les précipités [27]. Les étapes de formation de cavités sont : la germination, la croissance et la coalescence, et grâce à l'agitation thermique, des cavités peuvent germer et cela, à une vitesse d'autant plus grande que la température et la contrainte sont élevés. Il semble que la nucléation est une déformation plutôt qu'un processus dépendant du temps [28]. Comme dans beaucoup d'autres domaines de la science des matériaux, c'est l'étape de la nucléation qui est mal connue [29].

II.4 PRESENTATION DES DONNEES TECHNIQUES POUR ESSAI DE FLUAGE.

Généralement, les données du fluage et rupture par fluage, sont analysées en terme de trois variables; temps, contrainte et température.

1) Le temps à rupture (t_r):

A température constante tout essai est présenté comme fonction de la contrainte σ tel que :

$$t_r = K_1 \exp [\alpha \sigma] \quad (36)$$

et

$$t_r = K_2 \sigma^m \quad (37)$$

Où K_1 , K_2 et α sont constants et m l'exposant de contrainte de rupture.

Les deux équations 36 et 37 donnent des droites linéaires dont le coefficient de régressions linéaire est très proche de l'unité. L'effet de la température est exprimée par la relation :

$$t_r = K_3 \exp \left[\frac{Q_r}{R.T} \right] \quad (38)$$

K_3 une constante, Q_r : énergie d'activation de rupture, R constante des gaz parfaits $R = 8,314 \text{ KJ/mole.}^\circ\text{K}$, T est la température absolue en degré K

2) Vitesse du fluage de l'état stationnaire (Fluage secondaire):

Le paramètre le plus important en terme d'analyse théorique, est la vitesse minimale du fluage ou la vitesse du fluage de l'état stationnaire $\dot{\epsilon}_{vs}$. Sa dépendance avec la contrainte est décrite par la relation de Norton (Eq. 10) alors que sa dépendance avec la température est décrite par la relation d'Arrhenius (Eq. 11)

3) La relation Monkman - Grant:

Dans les essais de rupture par fluage, à haute température, le produit du temps à rupture t_r par la vitesse du fluage de l'état stationnaire $\dot{\epsilon}_{vs}$ élevée à la puissance M est constant :

$$t_r \cdot \dot{\epsilon}_{vs}^M = K_4 \quad (39)$$

où K_4 et M sont des constantes proches de l'unité. Une fois M et K_4 sont connus, on pourra prévoir soit le temps à rupture soit la vitesse $\dot{\epsilon}_{vs}$ par connaissance de l'un des deux [30].

II.4.1 Prévision des propriétés à long terme.

Souvent les propriétés les données de la résistance au fluage à température élevées sont très utiles quand les résultats expérimentaux ne sont pas disponibles, c'est le cas de l'estimation de la résistance au fluage donnant une déformation de 1 % dans 100.000 heures (11 ans). De telles situations exigent une extrapolation de données à long termes. Des extrapolations fiables des courbes de fluage et des courbes de rupture par fluage s'effectuent uniquement en absence d'une variation microstructurale (fig 2.3). Généralement, ces variations ont lieu aux températures élevées de courtes durées, une manière de tester ce point est de construire le diagramme log contrainte - log temps à rupture.

Si dans 1000 h la pente de la courbe contrainte - temps à rupture ne change pas au dessus de la température réelle de service, alors l'extrapolation à 10.000 h à une température plus basse est très probable et elle est possible à 100.000 h [31].

Plusieurs paramètres figurants dans les relations température - temps à rupture ont été proposé pour permettre la prédiction de la rupture par fluage à long terme à partir des résultats d'essais obtenus à température élevée et de courte durée. Quand ces paramètres sont soigneusement identifiés, ils peuvent être utilisés à représenter les données de rupture par fluage par une relation paramétrique, permettant la représentation analytique et l'interpolation des données. Ils peuvent, aussi, être utilisés pour fournir des moyens simples de confrontation et d'estimation du comportement de divers matériaux. En conséquence ces paramètres sont donc très importants pour permettre une extrapolation des résultats expérimentaux à long terme.

II.4.2 Les méthodes d'extrapolation en fluage.

Un grand nombre de méthodes ont été proposés pour extrapoler les résultats des essais de fluage, en particulier la durée de vie t_r .

Certaines de ces méthodes reposent sur un principe d'équivalence temps - température. Le nombre de ces méthodes est considérable et nous ne rappellerons pas les plus utilisées: Larson - Miller, Dorn, Manson Haferd [32].

Elles permettent de placer sur une même courbe (courbe maîtresse), les résultats obtenus à différents températures T (°K) :

$$\sigma_R = f [P (t_r, T)] \quad (40)$$

Ces paramètres sont exprimés par les relations suivantes :

$$P_{LM} = T (\log_{10} t_r + C) \quad \text{Larson - Miller [13]} \quad (41)$$

$$P_D = t_r \exp - \frac{Q_r}{R.T} \quad \text{Dorn [13]} \quad (42)$$

Pour la méthode proposée par Manson Haferd [32], l'expression du paramètre P est donnée par :

$$P_{MH} = \frac{T - T_a}{\log_{10} t_{ra} - \log_{10} t_r} \quad \text{Manson - Haferd} \quad (43)$$

Où C , Q_r , T_a et t_{ra} sont des constantes que l'on peut déterminer graphiquement ou numériquement. Les constantes T_a et t_{ra} sont égales à l'intersection de la droite linéaire $\log_{10} t_r = f(1/T)$ à contrainte constante avec l'axe des temps à rupture et celui des températures.

Les moyens d'extrapolation possible proposées sont les suivants :

1. Pour les résultats des essais de rupture par fluage :

a) Extrapolation linéaire à contrainte constante des droites $\log_{10} t_r = f(1/T)$ (fig 2.17).

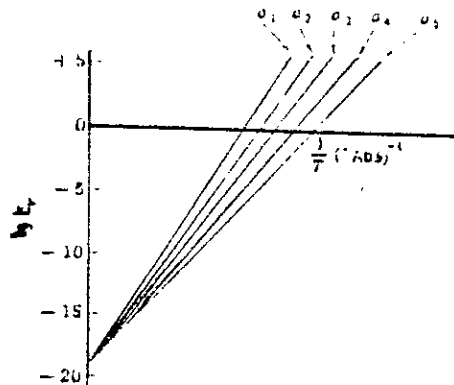


Fig. 2.17 Les droites isocontraintes à différentes températures. Acier à 20 % Cr, 20 % Ni et 20 % Co [45].

b) Extrapolation paramétrique à l'aide de la courbe maîtresse $\sigma = f(P)$ (fig. 2.18). Le paramètre P_r est donné par l'équation (41).

$$P_r = T (\log_{10} t_r + C) \quad (44)$$

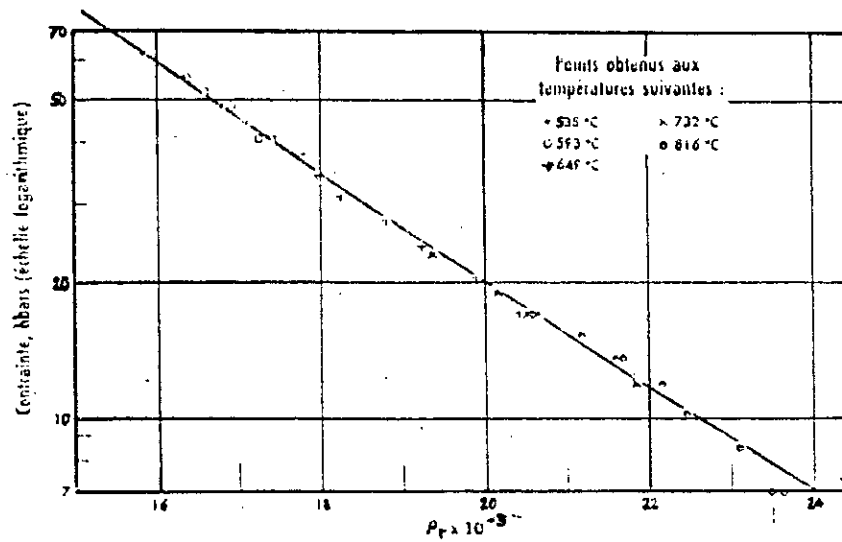


Fig. 2.18 Courbe maîtresse de la méthode paramétrique Larson - Miller. Acier à 20 % Cr, 20 % Ni et 20 % Co [45].
 $P_r = T (\log_{10} t_r + 17,5)$ [45].

2/ Pour les résultats d'allongement par fluage :

- a) Extrapolation linéaire à contrainte et déformation constante des droites $\log_{10} t_f = f (1/T)$ où t_f est le temps de fluage dans la mesure ou l'allongement plastique instantané lors de la mise sous charge est nul (ϵ_0).
- b) Extrapolation paramétrique de la courbe maîtresse $\sigma_0 = f (P_f)$ avec

$$P_f = T (\log_{10} t_f - C) \tag{45}$$

pour une déformation donnée et dans la mesure ou l'allongement instantané lors de la mise sous charge reste élastique. Le tableau 2.1 illustre la comparaison entre les des différentes méthodes d'extrapolation en fluage [32].

Tableau 2.1 Les différentes méthodes d'extrapolation en fluage.

Méthode	Expression	Observations
Givar		Ne permet pas une extrapolation satisfaisante car, elle ne repose sur aucune base métallurgique et se contente de faire une description la plus exacte possible des essais existants
Minimum - Continûment	$f (\log_{10} t_r) + P(T) + G(\log \sigma) = 0$	Autorise un extrapolation correcte des résultats dont les temps à rupture sont inférieurs à 30.000 h .
Différence fines	$\log \sigma_v = \sum_{p=1}^a A_p \log \sigma_{i-p}$	Autorise une extrapolation correcte des résultats dont les temps à rupture sont inférieurs à 3000 h , les coefficients A_p sont déterminés par la méthode des moindres carrés.
Paramétriques	$P_{LM} = T(\log_{10} t_r + C)$ Larson-Miller $P = t_r \exp - \frac{\Delta H}{RT}$ Dorn $P_{MH} = \frac{T - T_\alpha}{\log t_{ra} - \log t_r}$ Manson-Haferd	1000 heures d'essais auraient suffi pour une extrapolation suffisante. La meilleure prédiction du temps à rupture t_r est donnée par la méthode de Manson-Haferd dont les valeurs de t_r varient de 30 à 300 h. Cette méthode exige un nombre d'essais très importants.

III MATERIAU ETUDE ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES.

III.1 MATERIAU ETUDE:

L'acier étudié nous a été fourni par la Base Centrale Logistique de Beni-Mared sous forme de barreau cylindrique de 20 mm de diamètre. L'analyse chimique a été réalisée par la technique de spectrographie de masse sous argon. L'appareil est de type spectrovac 1000 PAIRD modèle DV1. La composition chimique de cet acier est regroupée dans le tableau 3.1 :

Tableau 3.1 : Composition chimique de l'acier étudié

Elément	C	Si	S	P	Mn	Ni	Cr	Mo	V	Cu
% en masse	0,35	0,29	0,013	0,032	0,56	3,40	0,83	0,16	0,03	0,26

Cette composition confirme que l'acier appartient à la famille des aciers de construction alliés au nickel, chrome et molybdène. Sa nuance est désignée par 35NCD16 en conformité avec la norme AFNOR A 03-665. Les observations micrographiques montrent que l'acier étudié est livré à l'état de revenu poussé afin de permettre les opérations d'usinage.

III.2 REALISATION DES EPROUVETTES.

L'usinage des éprouvettes de traction à froid, destinées à la caractérisation mécanique, est réalisé dans l'atelier de l'U.E.R mécanique de l'Ecole Militaire Polytechnique ex. ENITA de Bordj-El-Bahri. La forme et les dimensions des éprouvettes sont conformes aux spécifications définies par la norme française NF A 03-151 (fig. 3.1).

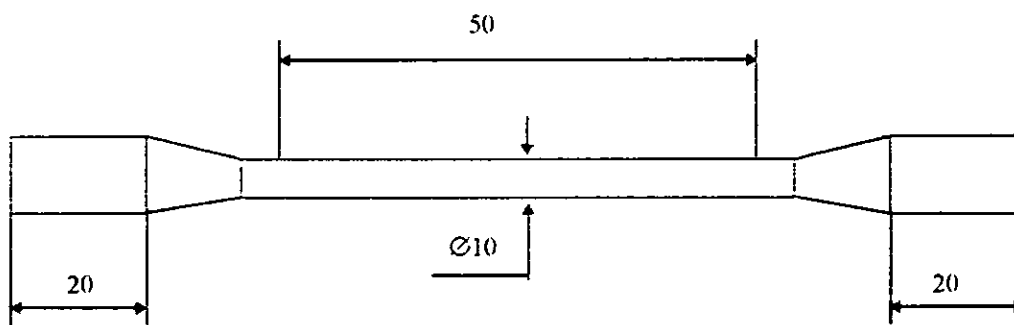


Fig. 3.1 Eprouvette de traction normalisée selon NF A 03-151.

L'usinage des éprouvettes de fluage est réalisé dans l'atelier de l'Institut National de Génie Mécanique de Boumerdès selon la norme allemande DIN 50125 (fig. 3.2). Les éprouvettes ont été réalisées à partir d'un gabarit monté sur le tour à copier. L'état de surface et les dimensions ont été rigoureusement rectifiées.

Avec l'installation actuelle, en particulier le système de mesure de l'allongement, il n'est possible d'employer qu'une seule éprouvette. L'usinage des éprouvettes de fluage a été réalisé dans l'atelier de l'Institut National de Génie Mécanique (INGM de Boumerdès) selon les recommandation de la norme allemande DIN 50125.

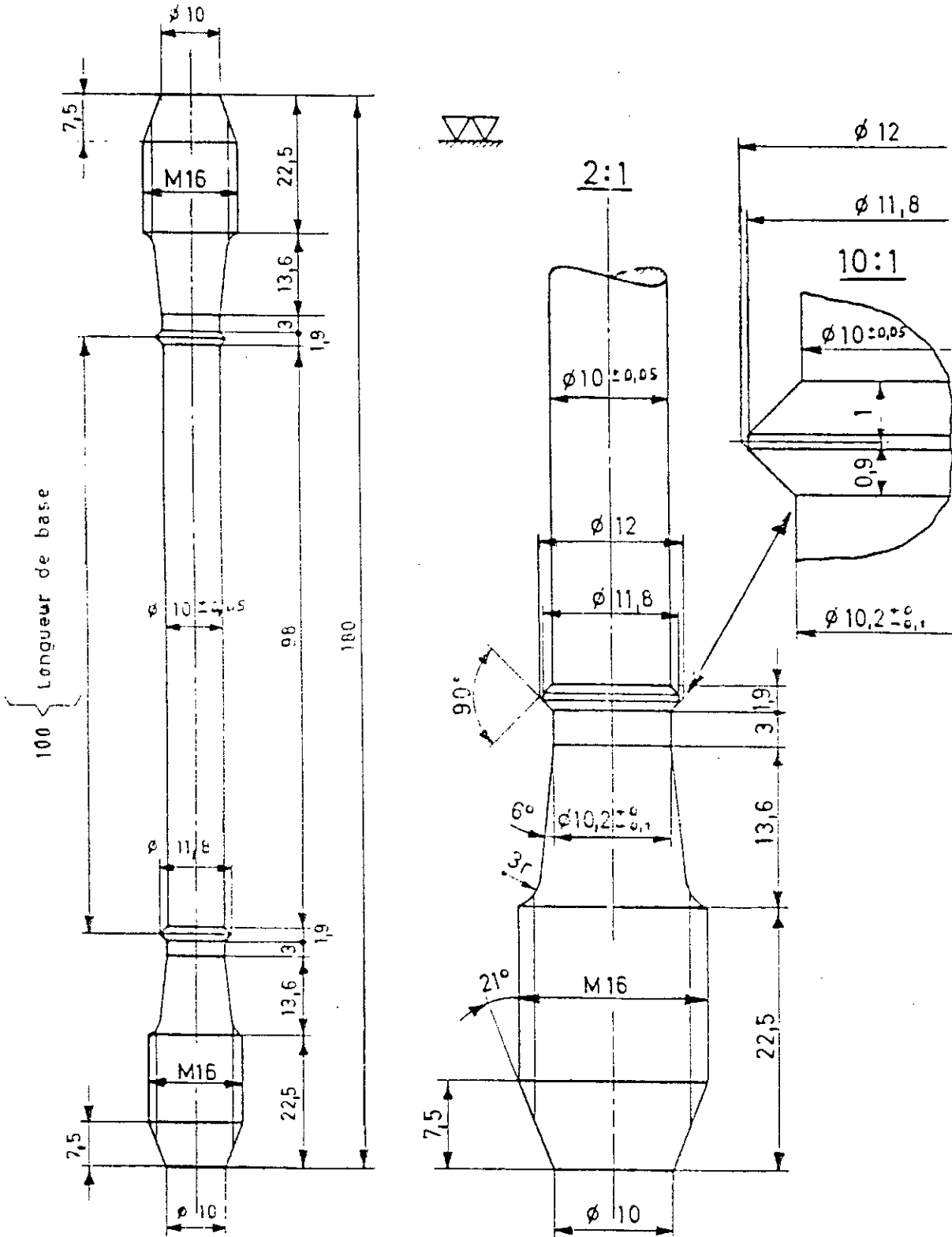


Fig. 3.2 Epreuve pour machine de fluage (DIN 50125).

III.3 TRAITEMENT THERMIQUE.

Les traitements thermiques de trempe et revenu ont été réalisés au laboratoire U.E.R mécanique de l'EMP moyen d'un four électrique sous atmosphère oxydante. La lecture digitale de la température est donnée au moyen d'un thermocouple NiCr-NiAl. Les différents traitements thermiques appliqués à l'état brut sont les suivants:

- Austénisation à 880 °C pendant 30 minutes suivie d'une trempe à l'huile.
- Revenu à 600 °C pendant 1 heure suivi d'un refroidissement à l'ambiante.

Les paramètres de traitements thermiques (température et temps) ont été soigneusement choisis en tenant compte de la nature de l'acier et de la taille des éprouvettes [33].

III.4 STRUCTURE DES ETATS BRUT ET DE REVENU.

Pour les observations structurales nous avons utilisé un microscope optique type Leitz, un microscope électronique à balayage Jeol type JSM-6400 équipé d'un analyseur LINK AN10000 et d'un Software LINK pour analyses à dispersion d'énergie (EDAX). La microscopie quantitative de particules de cémentite a été effectuée par un analyseur d'image dont le logiciel photoshop permet de scanneriser les micrographies et optilab de les traiter par détection des particules de cémentite. Les travaux d'observations et d'analyses ont été réalisés au laboratoire MécaSurf de l'Ecole Nationale des Arts et Métiers (Aix-en-Provence).

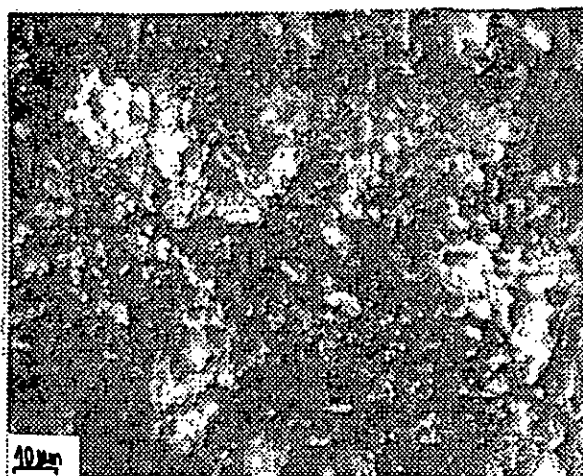
III.4.1 Préparation micrographique:

Des tranches transversales, des échantillons, ont été découpées par une tronçonneuse en mode automatique sous lubrification appropriée afin d'éviter la surchauffe des pièces . Le polissage est réalisé mécaniquement sur papier abrasif de granulométrie 320, 400, 600 et 1000 sous une lubrification d'eau, suivi d'un polissage de finition sur disque en toile et l'utilisation de la pâte diamantée de granulométrie d'un micron et d'un lubrifiant approprié.

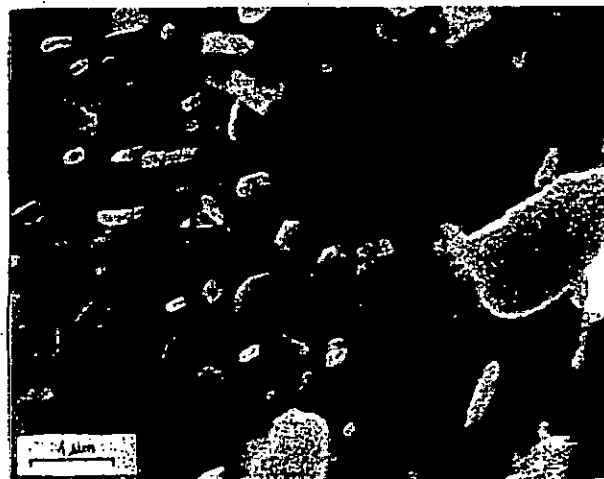
L'attaque chimique est réalisée par le Nital à 4 %. Ce dernier est composé de 98 % d'alcool et 2 % d'acide nitrique pour 1 litre de solution du Nital. Après plusieurs essais nous avons optimisé le temps d'attaque à une minute.

III.4.2 Structure de l'état brut.

L'aspect caractéristique de l'état brut, observé par microscope optique, est représenté sur la figure 3.3a. La micrographie montre une structure de cémentite plus ou moins globulaire dans une matrice ferritique. Au microscope électronique à balayage on observe des particules de cémentite très coalescées et moins dispersées (fig. 3.3b). La taille moyenne de ces particules est de 220 nm.



a) M.O.

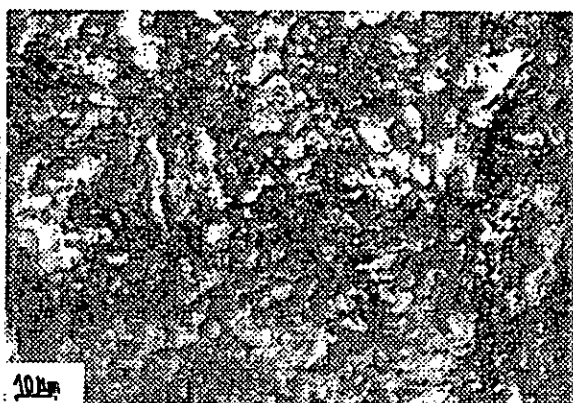


b) M.E.B.

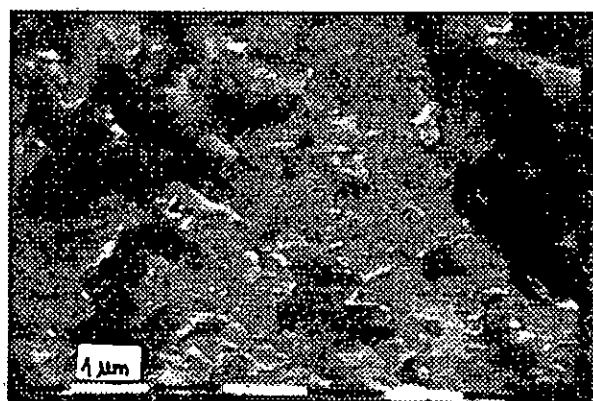
Fig. 3.3 Micrographies optique (a) et électronique à balayage(b) de l'état brut.

III.4.3 Structure de l'état revenu.

L'aspect micrographique de la structure de revenu que nous désignons comme état de référence est représenté par la figure 3.4a. Le traitement thermique de trempe et de revenu a conféré à l'acier 35NCD16 une structure plus ou moins fine par rapport à l'état brut. L'observation au microscope électronique montre qu'une structure fine de particules de cémentite dans une matrice de ferrite qui apparaît avec une couleur noir (fig. 3.4b). La taille moyenne de cémentite est estimée à 100 nm.



a) M.O.



b) M.E.B.

Fig. 3.4 Micrographie optique (a) et électronique (b) de l'état de référence.

III.5 CARACTERISTIQUES MECANQUES.

Pour déterminer les caractéristiques mécaniques de l'acier 35NCD16, nous avons procédé aux essais de traction et de dureté:

L'essai de traction est réalisé sur une machine universelle de traction au laboratoire de l'U.E.R mécanique de l'E.M.P. Les caractéristiques mécaniques de l'acier 35NCD16 sont exprimées en mégaPascal pour la limite élastique et la charge de rupture et en pour-cent pour l'allongement de rupture.

Pour une bonne reproductibilité des résultats, la surface visée de l'échantillon a reçu une bonne planéité et un polissage sans rayures profondes. L'essai a lieu au laboratoire du département de métallurgie de l'école nationale polytechnique (E.N.P). L'appareil est un duromètre à lecture numérique de marque LECCO. Les empreintes sont obtenues au moyen d'un pénétrateur conique en diamant, la charge appliquée est de 150 Kgf pendant 10 secondes.

Les caractéristiques mécaniques de traction et de dureté sont citées dans le tableau 3.2:

Tableau. 3.2 Caractéristiques mécaniques de l'acier 35NCD16 trempé et revenu.

E (GPa)	R _{0,2} % (MPa)	R _m (MPa)	A (%)	Dureté HRC
15.7	740	850	15	27

III.6 ESSAIS DE FLUAGE.

Les essais de fluage sont réalisés au laboratoire de l'U.E.R mécanique de l'E.M.P. Nous avons utilisé une machine universelle AMSLER modèle 50 KN DSM 1061-F à charge par ressort avec moteur électrique (fig. 3.5) qui peut fonctionner aussi bien en mode fluage qu'en mode relaxation.

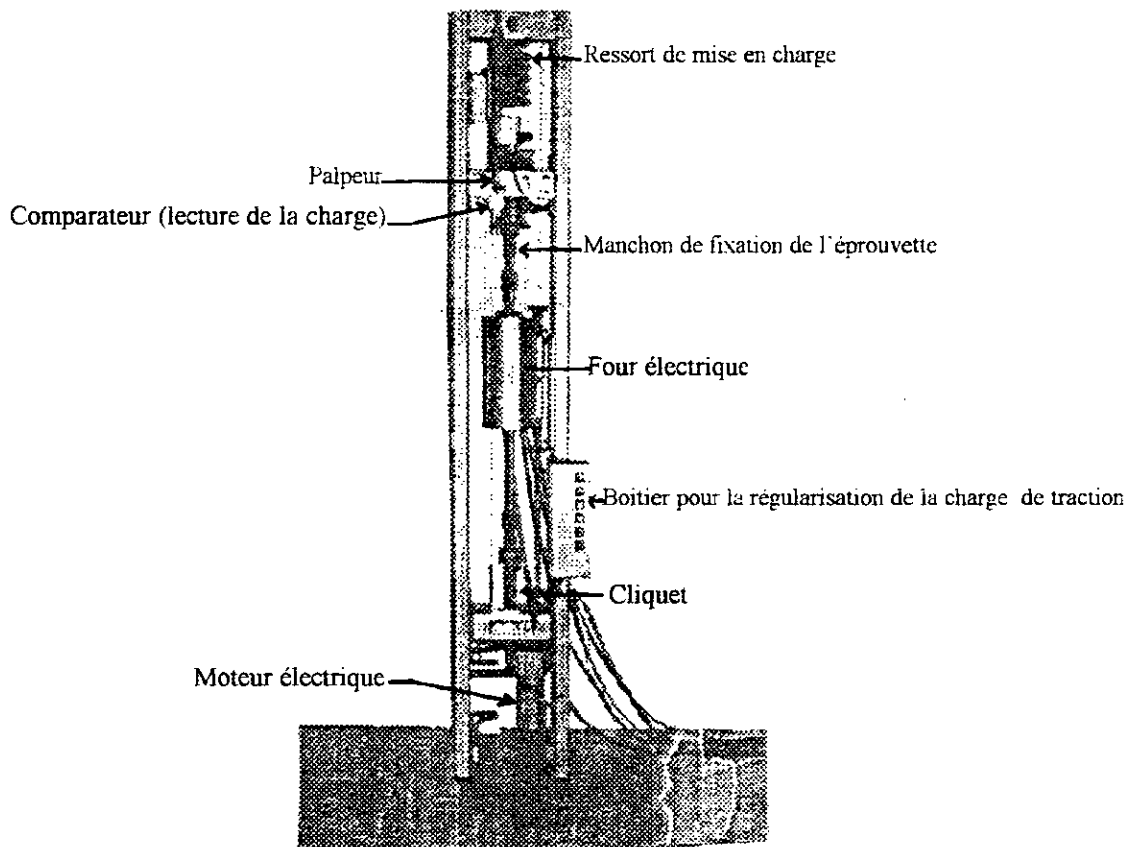


Fig. 3.5 Photographie de la machine d'essai de fluage.

III.6.1 Le système de chargement.

Le schéma de principe d'application de la charge de traction est le suivant:

La charge de traction constante est obtenue soit par entraînement manuel au moyen du cliquet, soit par moteur électrique (fig. 3.5). Dans nos essais, nous avons opté pour la mise en charge automatique. Ainsi, les éprouvettes peuvent être chargées progressivement avec une vitesse de 1 KN/min. L'allongement du ressort de mise en charge est transmis au capteur de charge, fixé sur la traverse supérieure, par le palpeur de course de mesure, ce qui permet de lire directement la charge appliquée à l'éprouvette. Les tarages des ressorts de mise en charge sont les suivants: 5, 10, 25 et 50 KN. Le ressort utilisé dans nos essais est de 50 KN dont la gamme de charges varie de 2.5 à 50 KN. La distance de mesure de chaque ressort est de 50 mm.

III.6.2 Système de chauffage et de régulation de température.

La machine est équipée d'un four électrique qui possède trois zones, si bien que les variations de température le long de l'éprouvette et au cours du temps de fluage ne dépassent pas 1 °C. Le schéma de principe de la régulation thermique est donné par la figure 3.6. La température est réglée avec un appareil de régulation numérique de fabrication AMSLER. Au voisinage du fût de l'éprouvette sont placés trois thermocouples platine-rhodié platine de type S (précision ± 3.5 °C), Ce qui nous permet de contrôler la température pendant tout l'essai.

Les valeurs mesurées par les thermocouples sont transmises à trois régulateurs type P.I.D. (proportionnel, intégral et dérivé). Ces derniers comparent ces trois valeurs à la température de consigne préalablement réglée de 20 à 1200 °C. En raison de la différence de température, les régulateurs P.I.D. commutent automatiquement les triacs (trois diodes) qui transmettent sous forme d'impulsion électrique la puissance calorifique correspondante aux différents enroulements du chauffage. Cette disposition d'enroulements et de thermocouples permet d'obtenir une température constante le long de l'éprouvette.

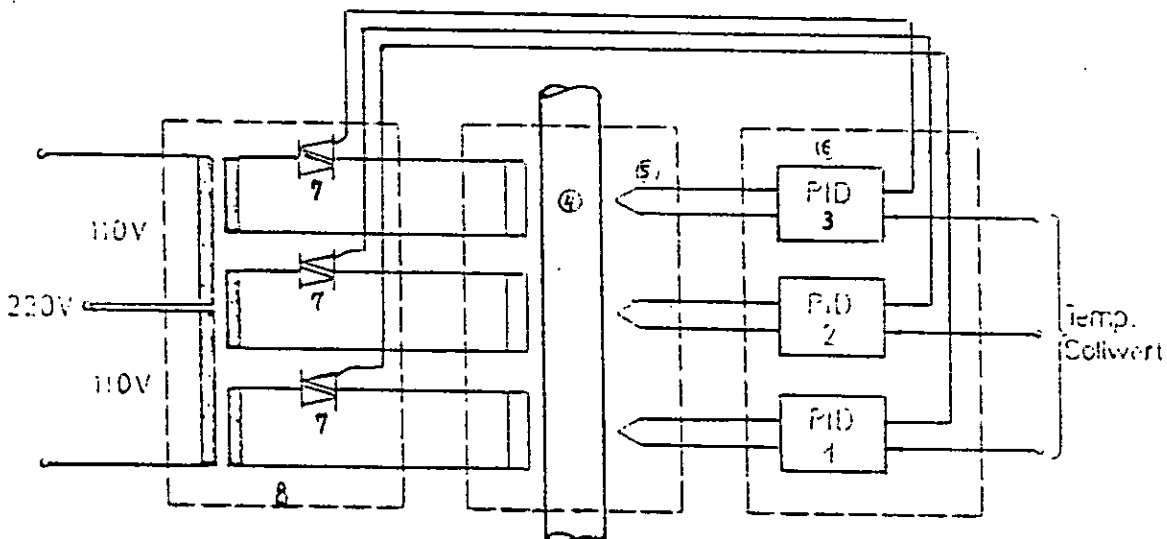


Fig. 3.6 Schéma du montage de la régulation thermique.

1,2,3 -thermocouples, (P.I.D. 1,2,3) -régulateurs:

4 -éprouvette;

5 -four;

6 -résistance d'enroulement de four;

7 -diodes (triacs);

8 -appareil de régulation numérique.

III.6.3 Mesure de la déformation.

La déformation est mesurée par l'allongement de l'éprouvette au cours de l'essai. Afin d'améliorer la précision des mesures, nous avons utilisé deux extensomètres en série:

-Un extensomètre mécanique de fabrication AMSLER ayant une course libre de 16 mm (fig.3.7). L'avantage de ce système de mesure est qu'il permet de suivre rigoureusement tout mouvement de l'éprouvette.

-Un capteur inductif type 500 HR S/N 3538 de fabrication SHAEVITZ ENGINEERING.

Une tige en acier réfractaire transmet l'allongement de l'éprouvette au noyau du capteur inductif. Ce capteur, avec un déplacement réglé à 16 mm, est relié à un amplificateur. Le signal électrique amplifié est envoyé sur le second canal de l'enregistreur graphique sous forme de tension (mV) laquelle est convertie en unité de déplacement par étalonnage. L'enregistreur est un appareil IFELEC double voie TF 5000 muni d'une unité multigamme de 0,01 à 50 Volt. La largeur de la bande papier est de 240 mm dans nos essais de fluage. L'amplification utilisée jusqu'à la fin des essais correspond à 16 mm pour une largeur de la bande de 240 mm d'enregistrement, ce qui donne $67 \mu\text{m}/\text{mm}$.

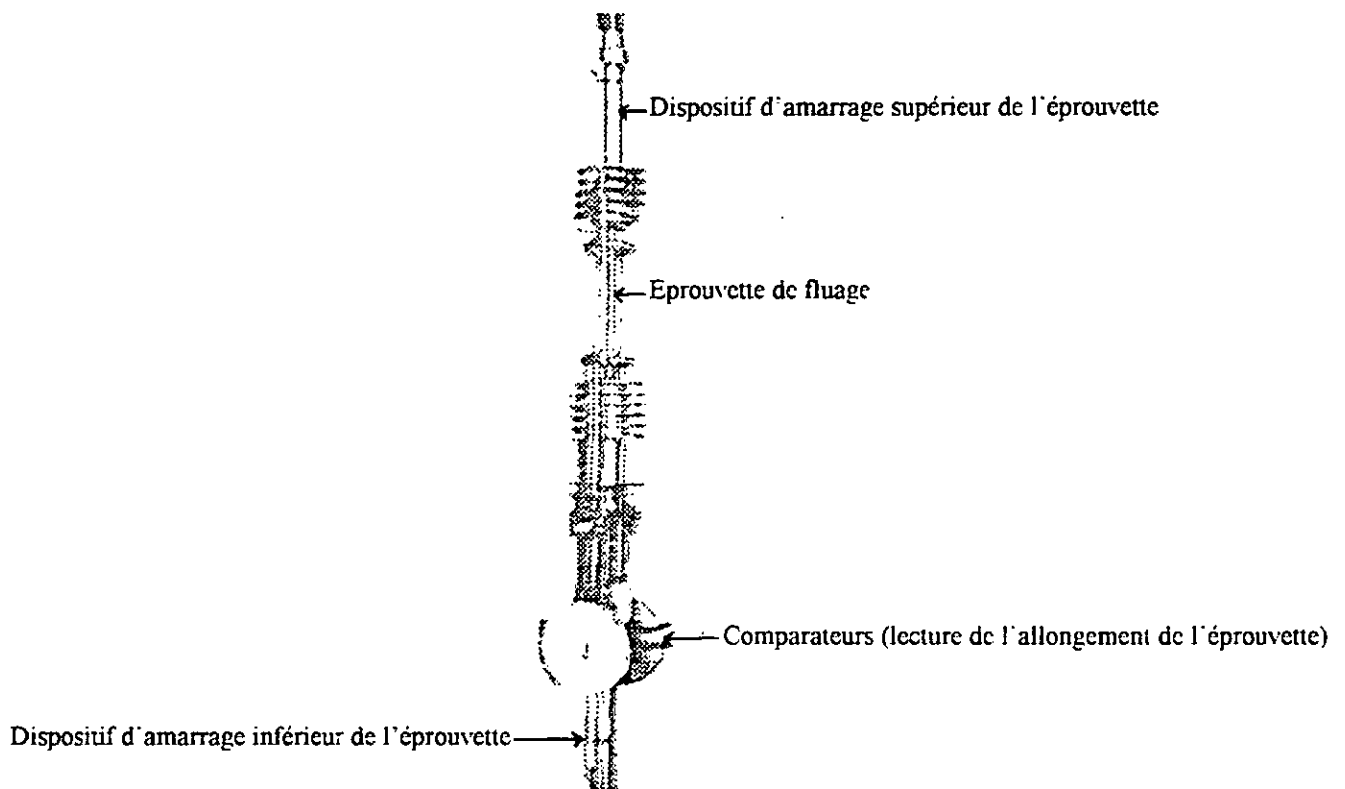


Fig. 3.7 Photographie de l'extensomètre à chaud.

Une amplification plus forte est possible, mais en raison des effets parasites, elle n'apporte pas d'informations supplémentaires. La vitesse de défilement de la bande d'enregistrement était de 60 mm/min lors de la mise en charge et de 20 mm/mn après application de la charge totale. La sensibilité est fixée à 200 mV/cm

Les courbes enregistrées ont une forme régulière exception faite pour l'essai sous 150 MPa à 510 °C où la lecture de l'allongement est lue directement sur un comparateur mécanique (1 division pour 0,01 mm) à cause des perturbations électriques dues aux faibles déformations de fluage.

III.7 ANALYSE DES CONTRAINTES RÉSIDUELLES.

La détermination des contraintes résiduelles a été effectuée en utilisant la diffractométrie à rayons X [34]. Cette technique de mesure a été réalisée au laboratoire MécaSurf par un appareil SET-X équipé d'un détecteur à localisation linéaire ELPHYSE avec montage ψ (loi des $\sin^2 \psi$: voir annexe). L'angle ψ étant l'angle que fait la normale à la pièce avec la normale aux plans diffractant. Cet appareil permet de visualiser sur l'écran les itérations du pic de diffraction pour chaque durée d'acquisition et d'imprimer les résultats numériques, en l'occurrence les contraintes résiduelles et de cisaillements, les constantes élastiques S_1 et S_2 , rapport d'intensité des pics K_1 et la largeur moyenne des pics. Dans nos essais, les analyses sont réalisées avec un angle ψ égale à 35° d'un pas de -5° . Pour chaque pas le goniomètre, de rayon 230 mm, balaye 20 valeurs de ψ pour un temps d'acquisition de 60 secondes. Ce dispositif ainsi conçu, permet l'économie de déplacement du goniomètre. Le domaine angulaire de l'angle (2θ) varie entre 140 et 170° alors que l'incidence angulaire ψ varie entre 0 et 45° .

L'analyseur de contraintes résiduelles est un détecteur de type proportionnel (Le rayonnement X ionise les atomes d'un gaz) qui permet de mesurer l'intensité d'un rayonnement X et sa localisation. Il permet de localiser les photons X dans un angle de 12° sur un diffractomètre de rayon 250 mm (fig. 3.8). Sa résolution est de $0,02^\circ$. Il est couplé à un analyseur multicanal et à un ordinateur qui permet de traiter instantanément les pics enregistrés. Ce détecteur ne se déplace pas pendant les acquisitions d'où son nom de détecteur à localisation linéaire (D.L.L.).

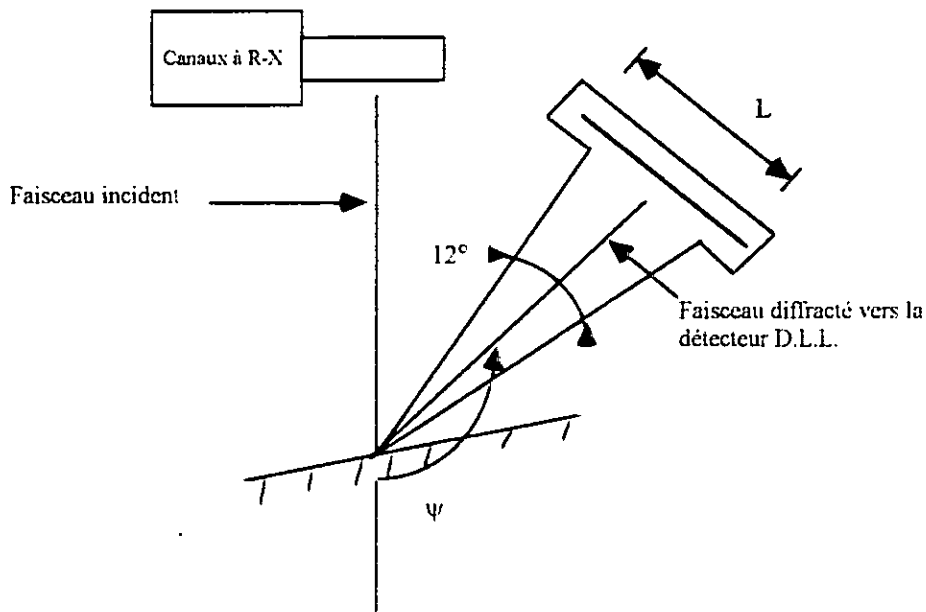


Fig. 3.8 Illustration schématique d'un détecteur à localisation linéaire.
L: longueur du filtre en vanadium pour éviter le phénomène de fluorescence [35].

IV RESULTATS EXPERIMENTAUX.

IV.1 ANALYSE DES COURBES DE FLUAGE.

Introduction.

Dans ce chapitre, nous présentons les différentes manipulations que nous avons réalisé au laboratoire de L'UER Mécanique pour permettre le déroulement des essais de fluage. Ensuite, nous étudions l'effet des paramètres contraintes et températures sur la forme des courbes de fluage. En l'occurrence, l'allongement instantané lors de la mise en charge et le degré sigmoïde du fluage transitoire.

Les essais de fluage ont été réalisés sous atmosphère oxydante sur des éprouvettes cylindriques ayant toute subi le traitement thermique de trempe et revenu comme indiqué au chapitre trois. Ainsi, nous avons effectué deux types d'essais de fluage:

- Fluage ininterrompu qui consiste à suivre l'essai jusqu'à la rupture, ce qui nous permet d'étudier la microstructure de différentes zones de rupture d'une part et de déterminer le temps à rupture t_r d'autre part.
- Fluage interrompu qui nous permet de caractériser la microstructure du fluage transitoire et du fluage stationnaire et de suivre la variation des contraintes résiduelles en fonction du temps et de la température.

IV.1.1 Conduite des essais de fluage.

IV.1.1.1 Etalonnage.

Avant d'entamer les essais de fluage, nous avons procédé comme suit:

- Etalonnage du dispositif de régulation de température selon les directives du fournisseur.
- Vérification de la linéarité du capteur inductif, de 50 mm de long et de 20 mm de diamètre, en traçant la courbe hystérésis.
- Nous avons, ensuite, étalonné à l'ambiante les valeurs de la déformation au moyen du comparateur, du capteur inductif et de l'enregistreur. A l'aide de la vis moletée du comparateur, on déplace le noyau à travers la bobine avec un pas de 0.10 mm jusqu'à 16 mm et on lit la valeur correspondante en mV sur l'enregistreur (fig. 4.1). La sensibilité du comparateur est de 0.01mm.

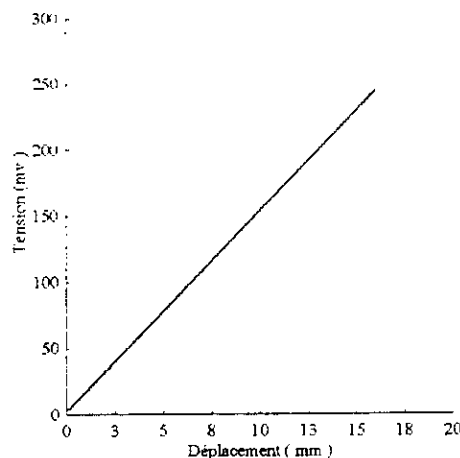


Fig. 4.1 courbe d'étalonnage de l'extensomètre pour la mesure de l'allongement.

Après avoir vissé à fond l'éprouvette dans le dispositif d'amarrage supérieur et inférieur, on exerce un effort de traction de 10 % de la charge totale appliquée, qui permet l'alignement du train de charge (tête d'amarrage, éprouvette, extensomètre et accessoires) [36]. On introduit ensuite les trois thermocouples dans les ouvertures du four correspondantes et on alimente ce dernier. Une fois que les trois thermocouples indiquent une température stationnaire à ± 1 °C de la température de consigne, on applique alors la charge progressivement avec une vitesse constante de 1 KN/min. Le maintien automatique de la charge totale s'effectue avec une erreur absolue de $\pm 0,03$ KN autrement dit 0,19 % pour la charge 15,78 KN (200 MPa) et 0,26 % pour la charge 11,70 KN (150 MPa), ce qui correspond à une erreur d'application de la charge bien inférieure à celle conseillée par la norme ASTM qui est de 1 % [36].

L'erreur sur l'application de la charge est calculée comme suit :

$$\text{Erreur pour cent : } E = \frac{|A - B|}{B} 100\% \quad (1)$$

Les grandeurs A et B sont définies respectivement comme la charge réellement appliquée et la charge indiquée après maintien automatique. La différence $A - B$ est égale à $\pm 0,03$ KN quelle que soit la charge appliquée.

IV.1.1.2 Essais préliminaires pour le choix des charges à appliquer.

D'après les résultats obtenus, on constate que l'allongement instantané ϵ_0 augmente avec la température sous contrainte constante et augmente avec la contrainte à température constante (tab.4.1). A 540 °C, ϵ_0 est nul à toute contrainte inférieure à 200 MPa. D'autre part, ϵ_0 est nul sous 80 MPa à toute température inférieure à 600 °C. Sous les contraintes 150 et 250 MPa ϵ_0 prend des valeurs significatives et facilement mesurables. Ceci nous a permis de choisir les contraintes 150 et 200 MPa pour les essais de fluage.

Chaque charge est maintenue constante dans l'intervalle de température 510 à 600 °C avec un incrément de 30 °C. La contrainte appliquée durant tout l'essai est la contrainte initiale σ définie par le rapport de la charge appliquée F et de la section normalisée S_0 de l'éprouvette cylindrique de diamètre initiale d_0 égale à 10 mm.

$$\sigma = F / S_0 \quad (2)$$

L'allongement de l'éprouvette, aussi bien que la vitesse de fluage, est exprimé par l'allongement rationnel:

$$\epsilon (\%) = \ln (l / l_0) \quad (3)$$

l_0 : 100 mm, étant la distance entre repère de l'éprouvette avant les essais de fluage et Δl l'élongation de l'éprouvette au cours du fluage.

Tableau 4.1 Résultats préliminaires des essais de fluage.

σ (MPa)	80	100	150	250
T (°C)				
540	-	$\epsilon_0 = 0 \%$	$\epsilon_0 = 0 \%$	-
570	$\epsilon_0 = 0 \%$	$\epsilon_0 = 0.05 \%$	$\epsilon_0 = 0.15 \%$	-
600	-	$\epsilon_0 = 0.10 \%$	$\epsilon_0 = 0.30 \%$	$\epsilon_0 = 8 \%$

IV.1.2 Analyse et résultats du fluage.

IV.1.2.1 Effets de la contrainte et de la température sur la forme des courbes de fluage.

Nous avons réalisé des essais de fluage jusqu'à rupture à 510, 540, 570 et 600 °C respectivement sous 150 et 200 MPa. Nous avons enregistré instantanément les courbes temps-allongement au cours des essais ininterrompus. Nous avons ensuite réalisé des essais de fluage interrompu aux stades primaire et secondaire. Les résultats obtenus donnant le temps à rupture t_r , le temps de fluage t_f et l'allongement total ϵ en fonction de température et de la contrainte σ appliquée sont regroupés dans le tableau 4.2 pour le fluage ininterrompu et tableau 4.3 pour le fluage interrompu.

Nous étions contraint d'interrompre les essais à 510 °C pour les deux valeurs des contraintes appliquées car l'allongement de l'éprouvette est très faible où le fluage transitoire est prédominant durant toute la période du fluage et la rupture n'apparaît probablement qu'après une longue durée.

Tableau 4.2 Fluage ininterrompu.

Conditions de fluage	510 °C	540 °C	570 °C	600 °C
150 MPa	$t_r = 306$ h $\epsilon = 1.04$ %	$t_r = 267$ h $\epsilon = 26$ %	$t_r = 32$ h $\epsilon = 34$ %	$t_r = 3$ h $\epsilon = 41$ %
200 MPa	$t_r = 150$ h $\epsilon = 2.86$ %	$t_r = 51$ h $\epsilon = 29$ %	$t_r = 9$ h $\epsilon = 39$ %	$t_r = 1$ h $\epsilon = 47$ %

Tableau 4.3 Fluage interrompu.

Conditions de fluage	540 °C	570 °C
150 MPa	4 h (transitoire)	4 h (transitoire)
200 MPa	4h (transitoire) 20 h (stationnaire)	1h (transitoire) 3.75h (stationnaire)

La séquence des essais de fluage conduits sous les contraintes 150 et 200 MPa respectivement aux températures 510, 540, 570 et 570 °C est comme suit:

a) Fluage à 510 °C:

Les essais à 510 °C sous 150 et 200 MPa ont été interrompus respectivement après 306 et 150 h. Les courbes présentent une prédominance du fluage transitoire. Après 306 h le fluage tertiaire n'est pas entamé. L'allongement atteint 1,04 % sous 150 MPa après 306 h et 2.86 % sous 200 MPa après 150 h (fig. 4.2a -b). Les vitesses de fluage sont respectivement $0,2 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ sous 150 MPa et $5 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ sous 200 MPa.

b) Fluage à 540 °C:

On constate l'apparition du fluage secondaire. L'augmentation de la contrainte a pour effet de réduire la durée du fluage secondaire (25 h sous 150 MPa à 12 h sous 200 MPa) et d'augmenter la vitesse minimale du fluage ($1,5 \cdot 10^{-7}$ sous 150 MPa à $1,3 \cdot 10^{-6} \text{ S}^{-1}$ sous 200 MPa). Ce comportement s'explique par le fait que, la vitesse de fluage stationnaire est proportionnelle à la contrainte appliquée et suit la loi de Norton. Nous constatons que la durée la plus longue est attribuée au fluage tertiaire:

- Sous 150 MPa on note 65 h en primaire, 25 h en secondaire et 172 h en tertiaire.
- Sous 200 MPa on note 13 h en primaire, 12 h en secondaire et 28 h en tertiaire.

c) Fluage à 570 °C:

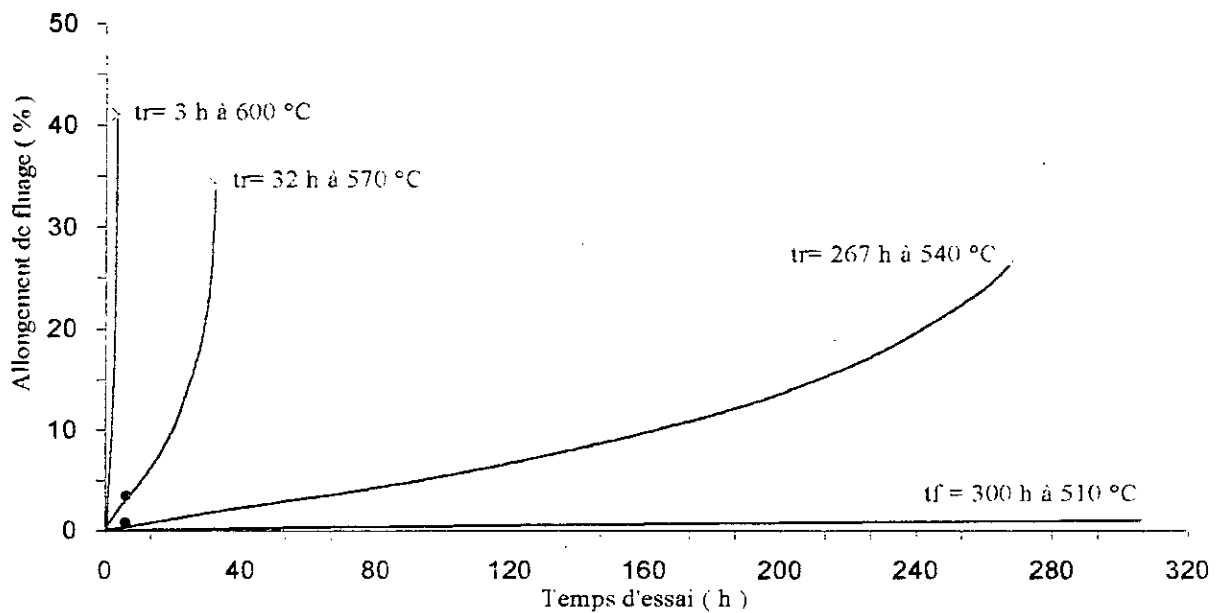
A cette température, la durée du fluage secondaire est réduite à 4 h sous 150 MPa. L'augmentation de la contrainte à 200 MPa réduit davantage son étendue et devient presque inexistant: ½ h de fluage secondaire. Le temps à rupture chute considérablement à cause de la température sous contrainte constante (267 h à 540°C à 32 h à 570 °C) et de la contrainte à température constante (32 h sous 150 MPa à 9 h sous 200 MPa).

d) Fluage à 600 °C:

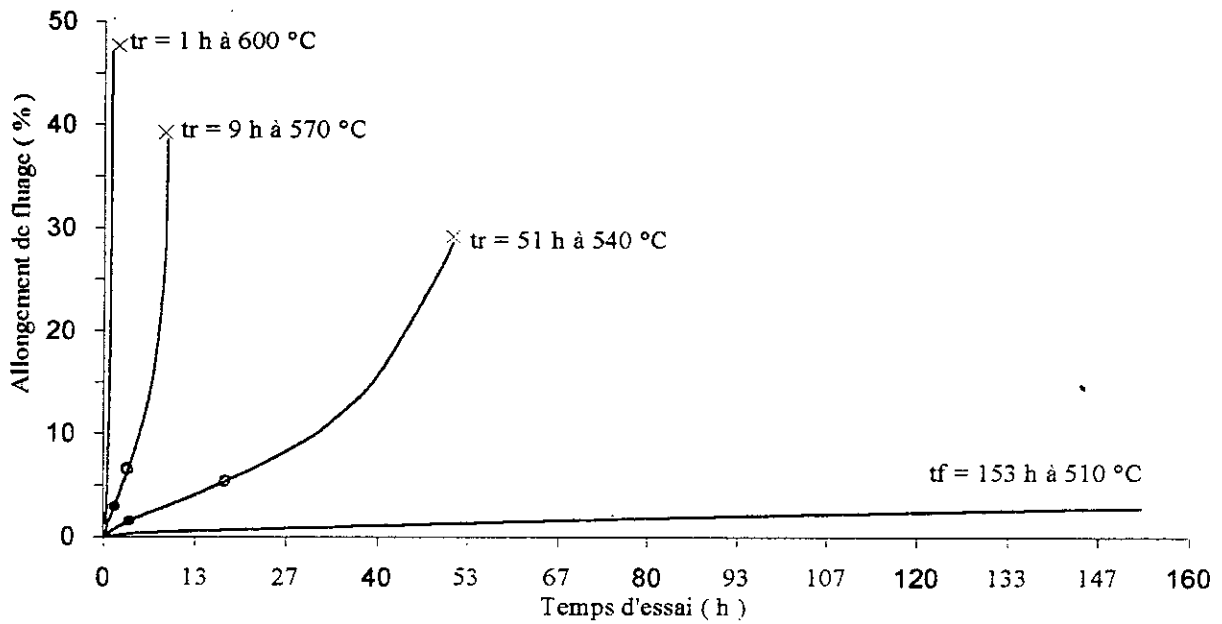
Dans ce cas, la vitesse de fluage est tellement grande que le fluage transitoire et secondaire disparaît pour les deux valeurs de la contrainte appliquée. Les courbes montrent uniquement le fluage tertiaire. Le temps à rupture passe de 3 h sous 150 MPa à 1 h sous 200 MPa et l'allongement total passe de 40 % sous 150 MPa à 47 % sous 200 MPa.

D'après ces analyses, nous constatons qu'à charge constante :

- Le fluage stationnaire se manifeste uniquement à 540 et 570 °C.
- Le fluage tertiaire est prédominant à 600 °C.
- Comparé au fluage transitoire et secondaire, la durée du fluage tertiaire est la plus étendue.



a) 150 MPa.



b) 200 MPa.

Fig. 4.2 Courbes de fluage de l'acier 35NCD16 sous la même contrainte à différentes températures. t_r est le temps à rupture (essai ininterrompu), t_f est le temps de fluage (essai interrompu).

● Fluage transitoire; ○ fluage stationnaire; × rupture.

IV.1.2.2 Allongement instantané pendant l'application de la charge.

À la mise en charge, nous avons constaté un allongement plastique instantané ϵ_0 nul à 510 et 540 °C sous 150 MPa puis à 510 °C sous 200 MPa. Toutefois, l'allongement élasto-plastique instantané a été enregistré aux températures 570 et 600 °C pour les deux contraintes. Le tableau 4.4 résume les résultats obtenus.

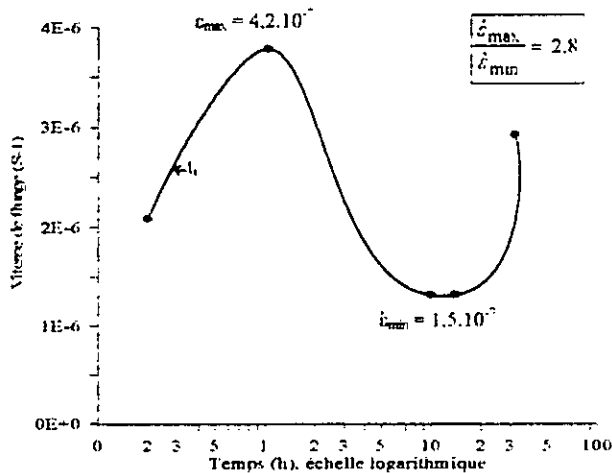
Tableau 4.4 Allongements instantanés ϵ_0 (%) à la mise en charge. Vitesse d'application de la charge: 12.5 MPa/min.

Temps de charge (min)	0	5	10	12	14	16	Nature de l'allongement
Conditions (σ :MPa, T: °C)							
150 MPa à 510 °C	0 %	0 %	0 %	0 %			élastique
150 MPa à 540 °C	0 %	0 %	0 %	0 %			élastique
150 MPa à 570 °C	0 %	0 %	0.10 %	0.15 %			élasto-plastique
150 MPa à 600 °C	0 %	0 %	0.15 %	0.30 %			élasto-plastique
200 MPa à 510 °C	0 %	0 %	0 %	0 %	0 %	0 %	élastique
200 MPa à 540 °C	0 %	0 %	0 %	0 %	0.07 %	0.12 %	élasto-plastique
200 MPa à 570 °C	0 %	0 %	0.15 %	0.20 %	0.27 %	0.30 %	élasto-plastique
200 MPa à 600 °C	0 %	0 %	0.25 %	0.40 %	0.85 %	1.30 %	élasto-plastique

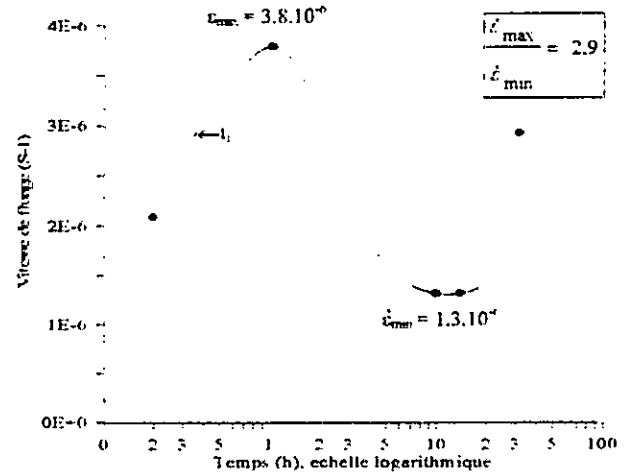
Ainsi, sous 150 MPa cet allongement passe de 0,15 % à 570 °C pour atteindre 0,30 % à 600 °C. En augmentant cette contrainte de 50 MPa, l'allongement instantané ϵ_0 (%) varie de 0,12 à 1,30 % dans l'intervalle de température de 540 à 600 °C. L'allongement (déformation) instantané plastique, qui dépend essentiellement de la contrainte appliquée, apparaît comme un pré-fluage qui accélère la vitesse de la déformation qui devient très marquée sous 200 MPa. Dans ces conditions, le stade tertiaire est accompagné d'une importante déformation plastique après rupture (60 % à 600 °C).

IV.1.2.3 Degré sigmoïde du fluage transitoire .

Nous avons constaté sur les courbes machine (allongement-temps) que le début du fluage est caractérisé par une courbe sigmoïde qui ne dure que quelques minutes (maximum 1 heure). Dans les conditions où le fluage secondaire se manifeste, la courbe allongement-temps présente un point d'inflexion. D'après la figure 4.3, on peut distinguer trois stades. Le premier stade, avant l'inflexion, est lié au temps d'incubation nécessaire à la production d'un nombre suffisant de dislocations mobiles [37]. Le second stade, après l'inflexion, représente un fluage ralenti par le durcissement dû à la densité élevée de dislocations produites. Le troisième stade, représente un fluage permanent atteint éventuellement si les conditions de température et de contrainte permettent un recuit suffisant pour équilibrer ce durcissement. Selon NAKASHIMA [38], le degré sigmoïde est défini par le rapport entre la vitesse maximale de fluage $\dot{\epsilon}_{\max}$ et la vitesse minimale de fluage $\dot{\epsilon}_{\min}$. Ce degré semble demeurer constant sous contrainte constante quand la température s'élève de 540 à 570 °C . Néanmoins, le degré sigmoïde diminue à température constante quand la contrainte augmente de 150 à 200 MPa. D'autre part, on constate sur la figure 4.3 que le temps d'incubation t_i diminue quand la température augmente pour une contrainte constante.

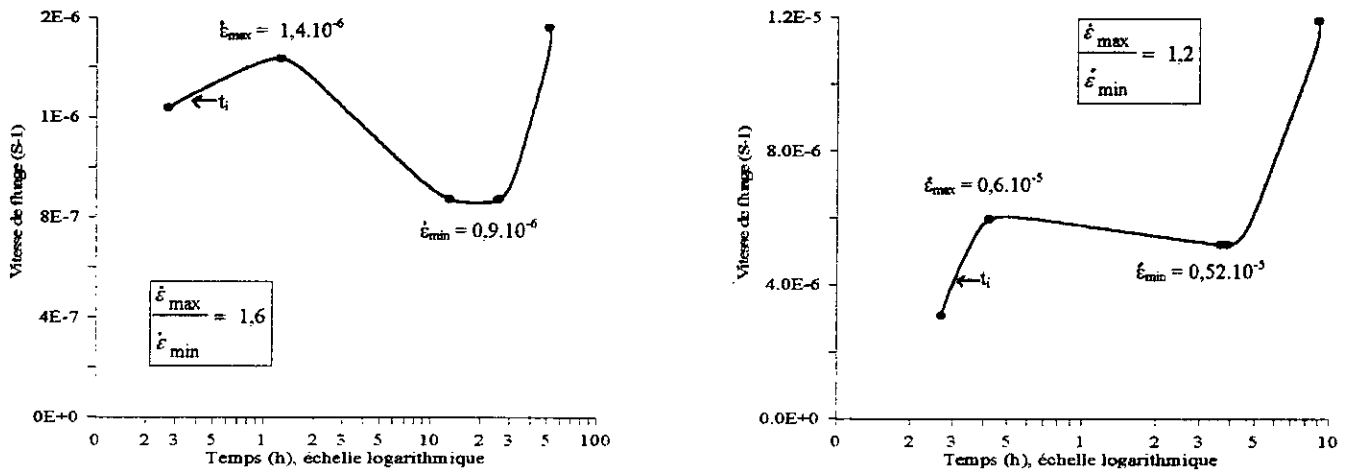


a) Vitesse de fluage sous 150 MPa à 540 °C. $t_i = 60$ mn.



b) Vitesse de fluage sous 150 MPa à 570 °C. $t_i = 15$ mn.

Fig. 4.3 Mise en évidence du temps d'incubation t_i et du degré sigmoïde au cours du fluage sous 150 et 200 MPa.



c) Vitesse de fluage sous 200 MPa à 540 °C. $t_i = 76$ mn. d) Vitesse de fluage sous 200 MPa à 570 °C. $t_i = 25$ mn.

Fig. 4.3 Mise en évidence du temps d'incubation t_i et du degré sigmoïde au cours du fluage sous 150 et 200 MPa .

IV.2 EVOLUTION MICROSTRUCTURALES AU COURS DU FLUAGE.

Introduction.

La structure de l'acier 35NCD16 est constituée d'une matrice ferritique dans laquelle sont dispersées les particules de cémentite. Ces deux phases sont thermodynamiquement stables dans les conditions de fluage. Les seules transformations sont d'ordres morphologiques. Dans ce paragraphe, nous nous sommes intéressés aux effets de la microstructure sur les caractéristiques du fluage de l'acier étudié. La microstructure est exprimée par divers paramètres: en l'occurrence la distance entre particules de cémentite et la fraction volumique de ces particules.

IV.2.1 Taille moyenne de particules de cémentite.

Les mesures ont été réalisées sur quatre micrographies obtenues au M.E.B tout en supposant que la forme de la cémentite est homogène et de forme sphérique.

Entre les températures 510 et 600 °C, la taille moyenne de cémentite passe de 106 à 166 nm pour la contrainte 150 MPa et de 114 à 230 nm pour la contrainte de 200 MPa. L'évolution morphologique de la cémentite au cours de fluage nous a conduit à étudier le facteur moyen de forme \overline{PE} exprimé par la relation [39]:

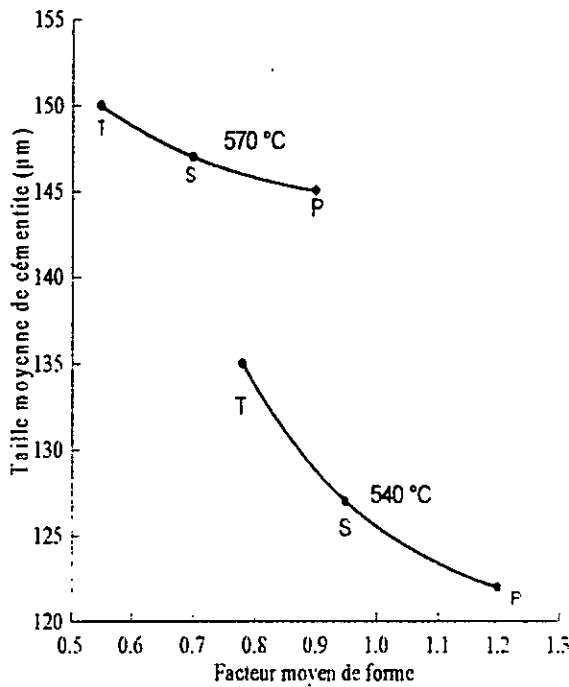
$$\overline{PE} = \frac{\text{Périmètre}^2}{4 \cdot \pi \cdot \overline{S}} \quad (4)$$

avec

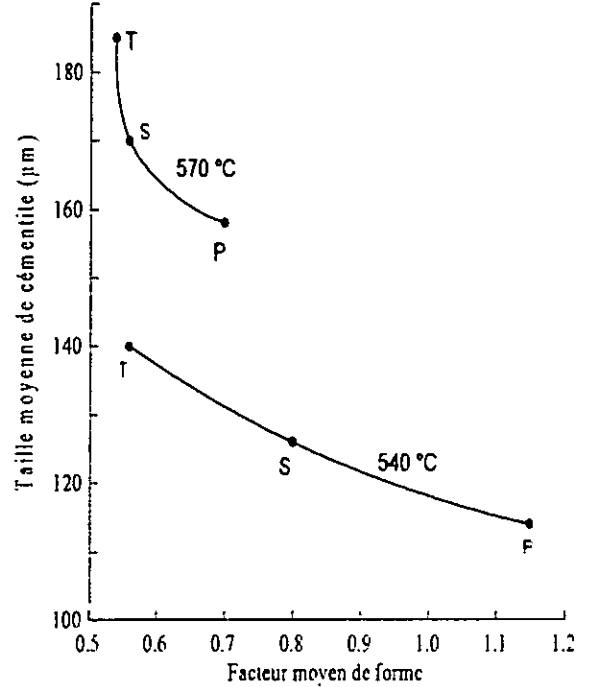
$\overline{PE} = 1$ dans le cas d'une sphère, 0 pour un disque et $\overline{PE} < 1$ pour une ellipsoïde. \overline{S} étant la surface moyenne de de particules de cémentite.

Nous avons aussi déterminé la distribution de ces particules pendant le fluage primaire, secondaire et tertiaire (après rupture) dans les conditions de fluage sous 150 et 200 MPa respectivement à 540 et 570 °C. La figure 4.4 présente la variation du facteur moyen de forme \overline{PE} avec la taille moyenne de cémentite \overline{d} . On constate que - Pendant le fluage, \overline{PE} décroît lorsque la taille \overline{d} augmente à une température et contrainte donnée. D'autre part, lorsque la température s'élève, \overline{PE} diminue et la taille moyenne \overline{d} de particules de cémentite augmente.

- Lorsque la contrainte appliquée augmente, \overline{PE} diminue progressivement et la taille \overline{d} croît très lentement.
- Dans le cas du fluage sous 150 et 200 MPa respectivement à 540 et 570 °C, \overline{PE} varie sensiblement avec le temps de fluage (le facteur de forme étant compris entre 0,8 et 0,12) mais la cémentite garde une forme quasi-sphérique après la rupture sous 150 MPa à la température 540 °C.



a) 150 MPa.



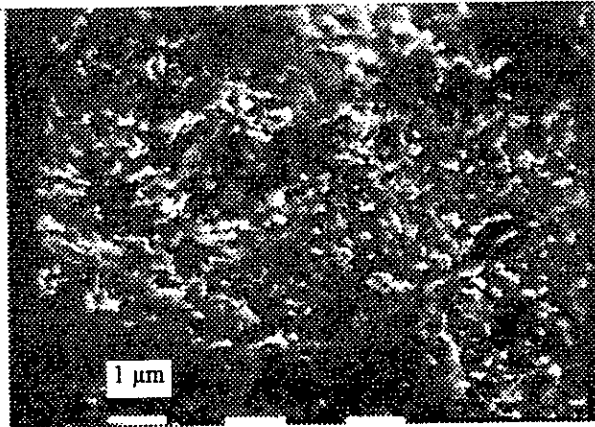
b) 200 MPa.

Fig. 4.4 Variation du facteur moyen de forme \overline{PE} au cours du fluage sous 150 (a) et 200 MPa (b) à différentes températures. La taille moyenne \overline{d} est mesurée par $(4 \cdot \overline{S} / \pi)^{0,5}$, où \overline{S} est la surface moyenne de la particule [40]. P : Fluage primaire. S : Fluage secondaire. T : Fluage tertiaire.

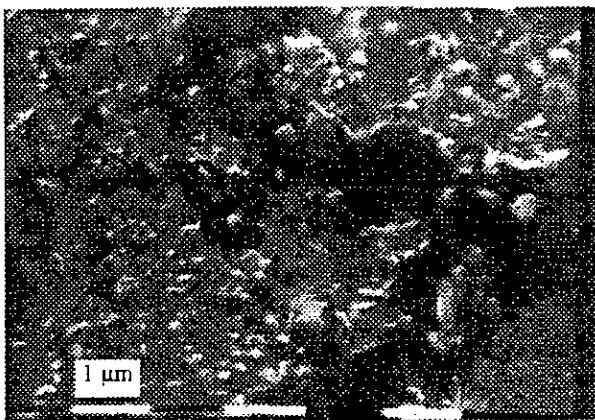
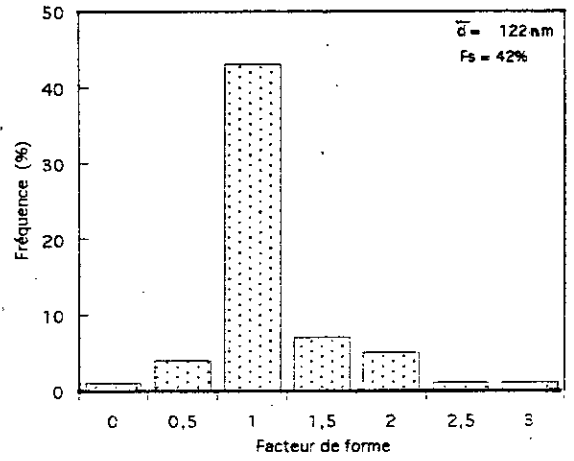
Le facteur de forme décroît avec le temps pour une contrainte et température constante. Les précipités de forme sphérique évoluent progressivement vers une forme plus orientée (ellipsoïde).

Une élévation de la température semble accélérer le phénomène (fig. 4.4a). Par contre, une augmentation de la contrainte appliquée semble ne pas avoir un effet aussi marqué que celui de la température (fig. 4.4b). Cependant, l'action de la contrainte sur le processus de la sphéroidisation de la cémentite est plus marquée que celle de la température car la proportion de particules ayant la forme sphérique diminue sous 150 MPa à toutes températures dépassant 540 °C (fig. 4.5c, d) et sous 200 MPa à toutes températures supérieures ou égales à 540 °C (fig. 4.6a à e).

En conclusion, nous attribuons la variation de la forme de cémentite constatée dans ces conditions de fluage à l'état d'énergie de l'interphase cémentite-ferrite, à l'anisotropie élastique des différents constituants présents dans l'acier et probablement à l'apparition de la déformation plastique instantanée lors de l'application de la charge avec une vitesse constante 12,5 MPa/min. En effet, cette déformation est nulle sous 150 MPa à la température 540 °C. Toutefois, elle se manifeste à la même température sous une contrainte 200 MPa avec une valeur de 0,12%.



a) Fluage primaire: 150 MPa à 540 °C.



b) Fluage tertiaire: 150 MPa à 540 °C.

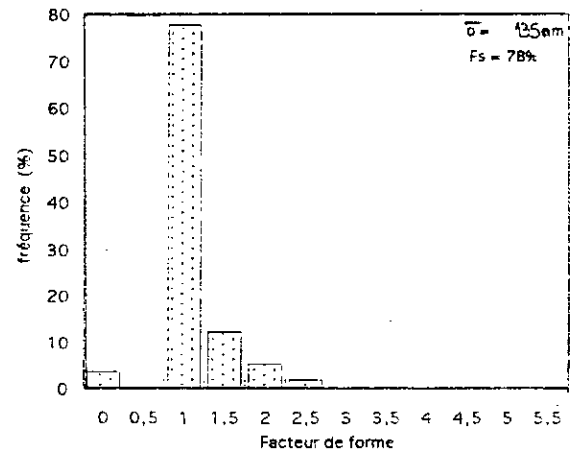
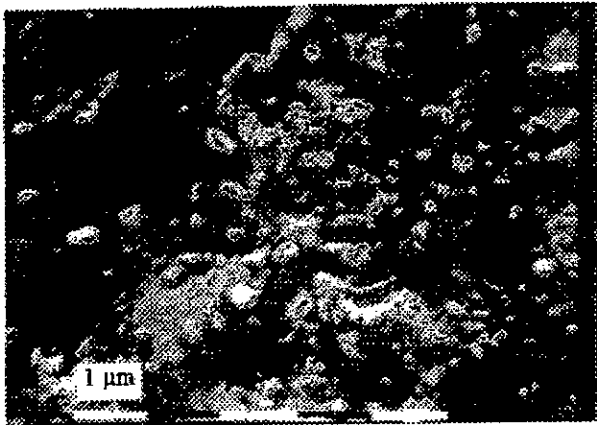
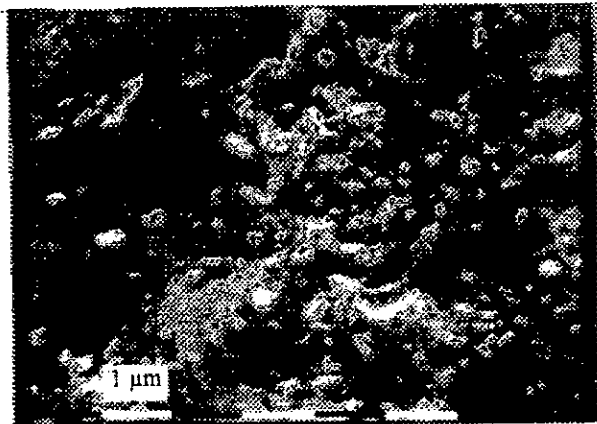
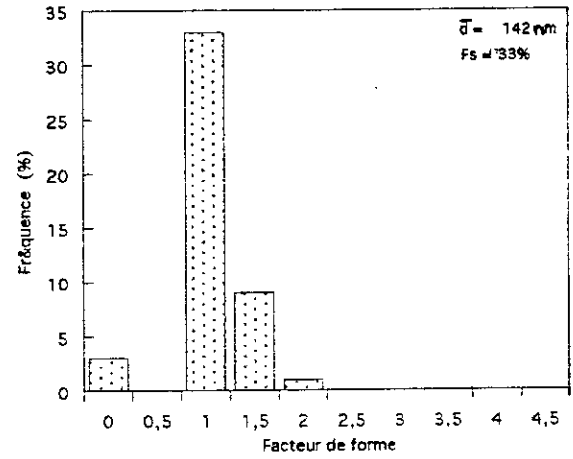


Fig. 4.5 Distribution de particules de cémentite au cours du fluage sous 150 MPa à différentes températures. Le taux de sphéroïdisation F_s augmente à 540 °C (a et b) et diminue à 570 °C (c et d).



c) Fluage primaire: 150 MPa à 570 °C.



d) Fluage tertiaire: 150 MPa à 570 °C.

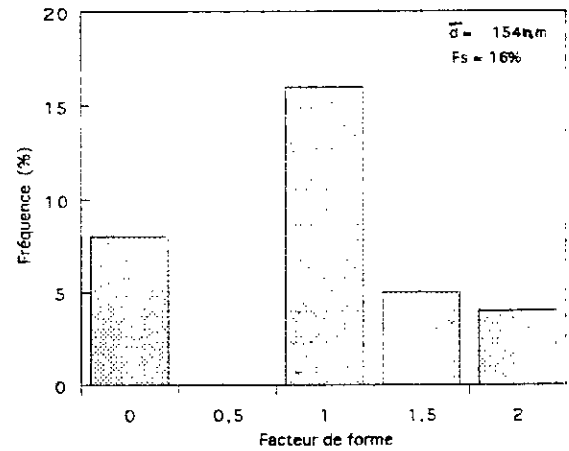
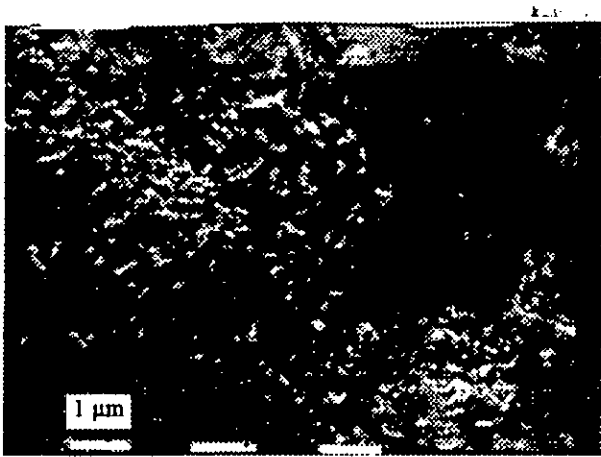
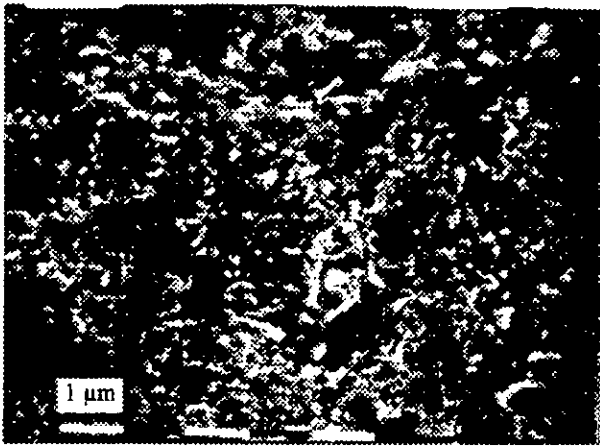
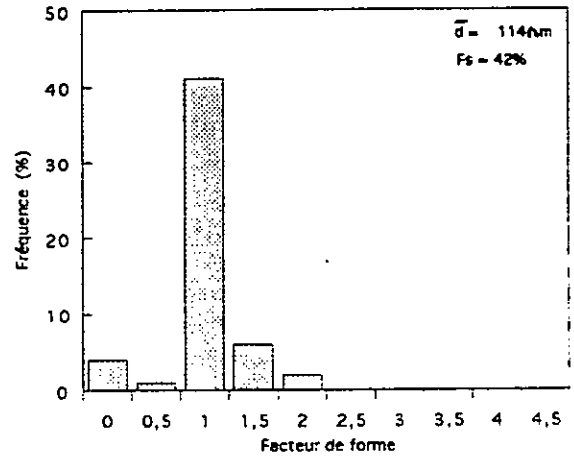


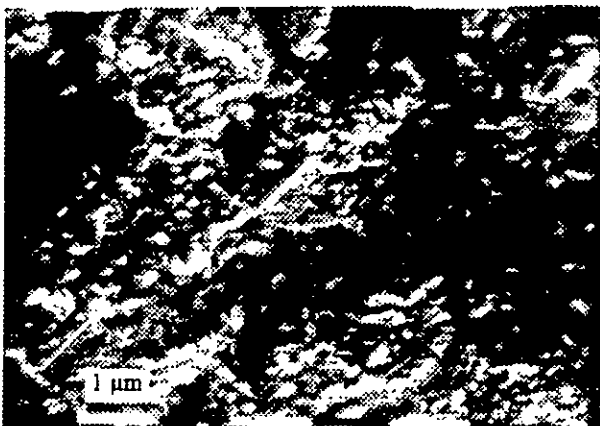
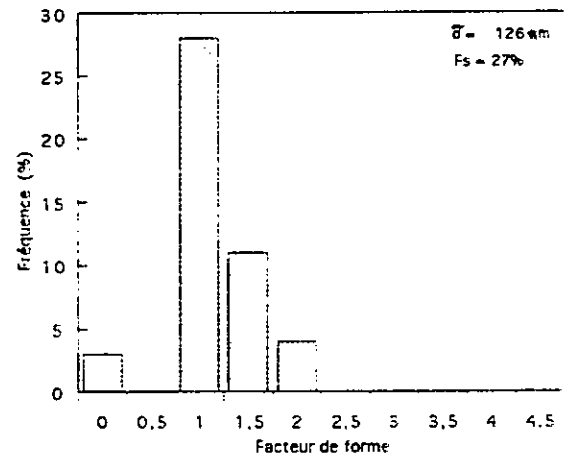
Fig. 4.5 Distribution de particules de cémentite au cours du fluage sous 150 MPa à différentes températures. Le taux de sphéroidisation F_s augmente à 540 °C (a et b) et diminue à 570 °C (c et d).



a) Fluage primaire: 200 MPa à 540 °C.



b) Fluage secondaire: 200 MPa à 540 °C.



c) Fluage tertiaire: 200 MPa à 540 °C.

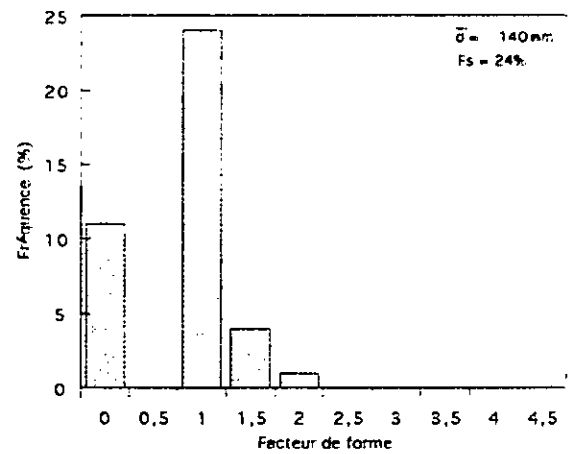
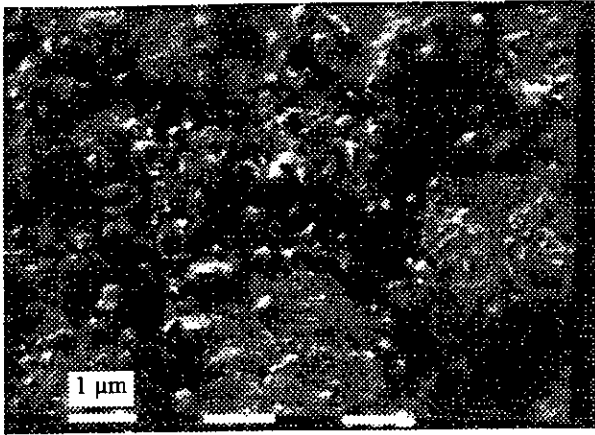
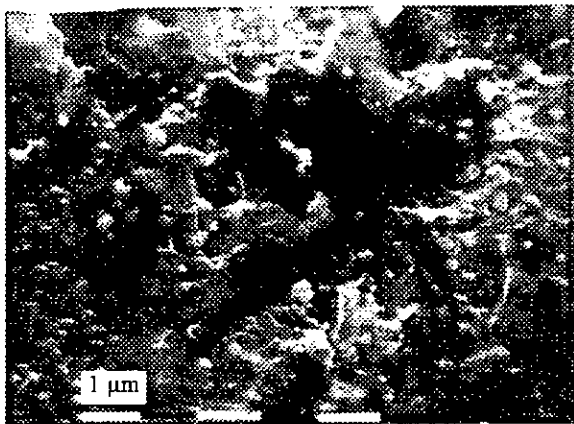
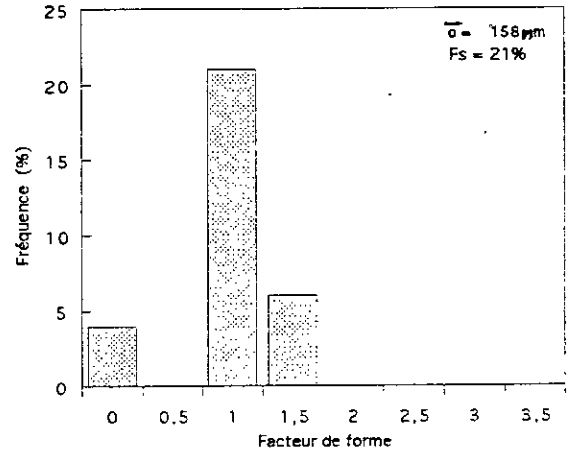


Fig. 4.6 Distribution de particules de cémentite au cours du fluage sous 200 MPa à différentes températures. Le taux de sphéroidisation F_s diminue à 540 °C (a-c) et à 570 °C (d et e).



d) Fluage primaire: 200 MPa à 570 °C.



e) Fluage tertiaire: 200 MPa à 570 °C.

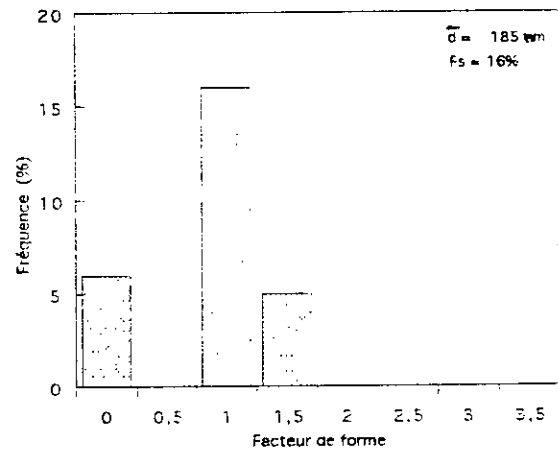


Fig. 4.6 Distribution de particules de cémentite au cours du fluage sous 200 MPa à différentes températures. Le taux de sphéroïdisation F_s diminue à 540 °C (a-c) et à 570 °C (d et e).

IV.2.2 Variation de la distance entre particules.

Pour le cas du fluage sous 200 MPa à 540 °C, nous avons calculé la distance moyenne \bar{T} entre particules, en supposant que celles-ci ont toutes un même diamètre \bar{d} et une répartition aléatoire. On a dans ce cas [41]:

$$\bar{T} = \sqrt[3]{\frac{\pi}{3f\sqrt{2}} \cdot \bar{d}} \quad (5)$$

La fraction volumique est liée au nombre de particules par unité de volume N_v et au diamètre moyen \bar{d} par la relation suivante:

$$f = \frac{\bar{d}^3 \cdot \pi \cdot N_v}{6} \quad (6)$$

Le nombre de particules par unité de surface ou la densité de particules N_a (plan de la coupe micrographique 126 mm²) est défini par:

$$N_a = N_v \cdot \bar{d} \quad (7)$$

La figure 4.7 présente la variation de la distance moyenne \bar{T} entre particules de cémentite pendant 51 heures de fluage sous 200 MPa à 540 °C. Nous constatons que la distance \bar{T} croît progressivement de 0,30 μm en primaire à 0,35 μm en tertiaire. La relation linéaire entre la distance \bar{T} et le temps de fluage est attribuée à la densité de particules N_a qui passe de 5,79 μm⁻² en primaire à 4,67 μm⁻² en tertiaire ce qui a pour conséquence une diminution de la grandeur N_v car la taille de cémentite augmente au cours du fluage. la variation de N_v avec le temps de fluage est reportée sur la figure 4.8. De même, on a mis en évidence la variation de la surface moyenne \bar{S} avec la fraction volumique f (fig. 4.9). La fraction volumique varie de 3,9 à 4,8%. Cet intervalle est proche du pourcentage de la cémentite calculée sur le diagramme métastable Fe-C qui vaut 5%. De plus, nous notons que les deux variables f et \bar{S} ne sont pas indépendantes, car la fraction volumique de cémentite augmente lorsque la taille moyenne, exprimée par la surface moyenne \bar{S} , augmente (fig. 4.9). Il en est de même à 570 °C sous la même contrainte où la valeur de \bar{S} passe de 0,29 à 0,36 μm² et de 4,8 à 5,2 % pour la valeur de f .

En conclusion, l'élévation de la température de fluage sous contrainte constante augmente la distance moyenne entre particules, diminue la densité et augmente la fraction volumique de ces particules. Toutefois, l'évolution de ces paramètres au cours du temps de fluage est lente et particulièrement pour la fraction volumique f .

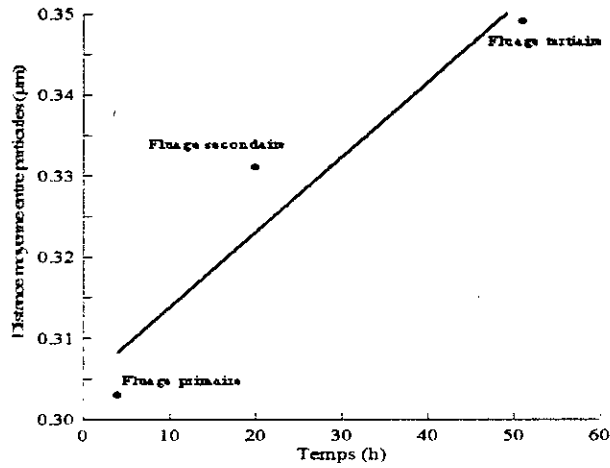


Fig. 4.7 Variation de la distance entre particules de cémentite en fonction du temps de fluage à 540 °C sous 200 MPa.

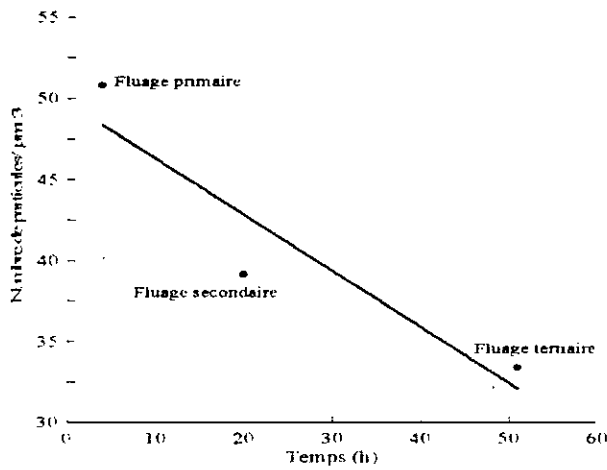


Fig. 4.8 Variation du nombre de particules de cémentite par unité de volume en fonction du temps de fluage à 540 °C sous 200 MPa.

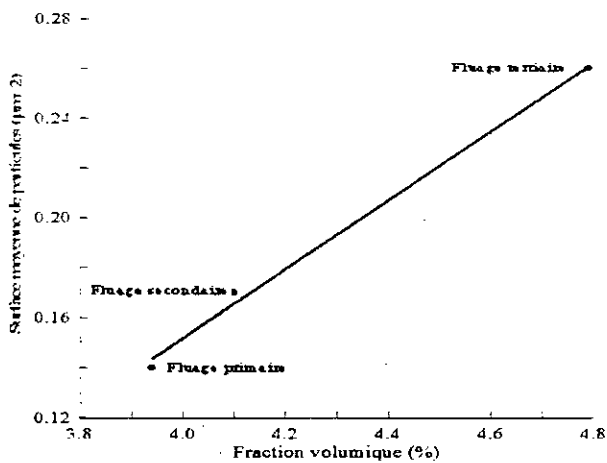


Fig. 4.9 Corrélation entre la surface moyenne de cémentite et la fraction volumique au cours du fluage à 540 °C sous 200 MPa.



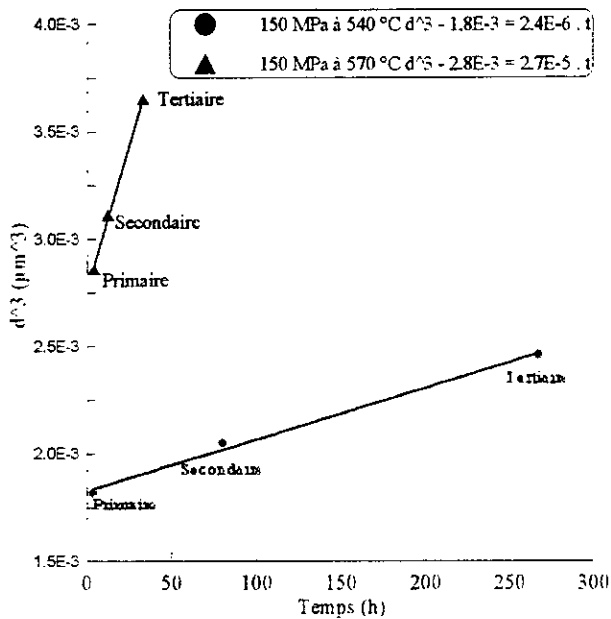
IV.2.3 Vitesse de coalescence de la cémentite au cours du fluage.

La stabilité dimensionnelle de particules de cémentite au cours de fluage est établie par la constante K_d qui gouverne la variation de la taille des particules au cours du temps [10]. Ainsi, on a la relation de Lifshitz-Wagner:

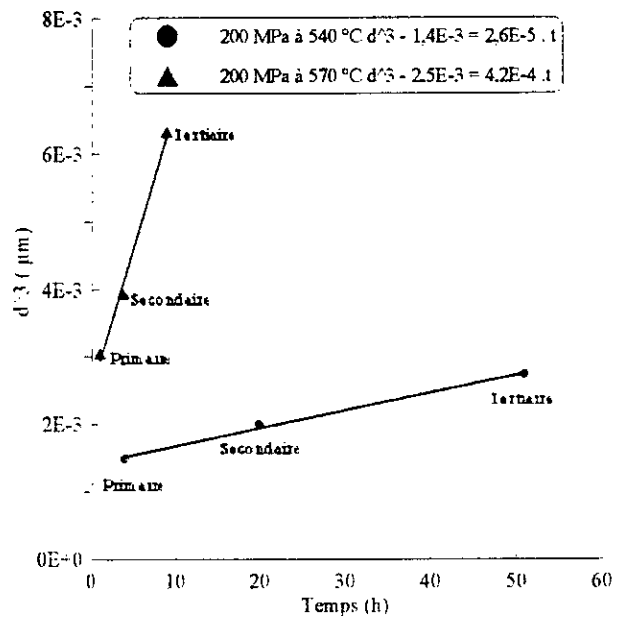
$$\bar{d}^3 - \bar{d}_0^3 = K_d \cdot t \quad (8)$$

\bar{d} est le diamètre moyen de la cémentite à l'instant t du fluage, \bar{d}_0 est le diamètre moyen de la cémentite au début de coalescence. Il correspond à l'ordonnée à l'origine par extrapolation de la droite linéaire $\bar{d}^3 = f(t)$ jusqu'à l'axe \bar{d}^3 . Enfin, K_d est la constante de la vitesse de coalescence qui dépend de la contrainte et la température.

La figure 4.10 représente la variation de \bar{d}^3 avec le temps de fluage. On constate que sous contrainte constante, les cinétiques à 540 et 570 °C obéissent au modèle de coalescence contrôlée par la diffusion Lifshitz-Wagner [42]. Nous constatons que les pentes qui représentent la constante K_d augmentent quand la température s'élève, ce qui augmente la vitesse du fluage secondaire.



a) 150 MPa.



b) 200 MPa.

Fig. 4.10 Cinétique de croissance de la cémentite au cours du fluage sous 200 MPa à différentes températures.

IV.3 LA RUPTURE PAR FLUAGE.

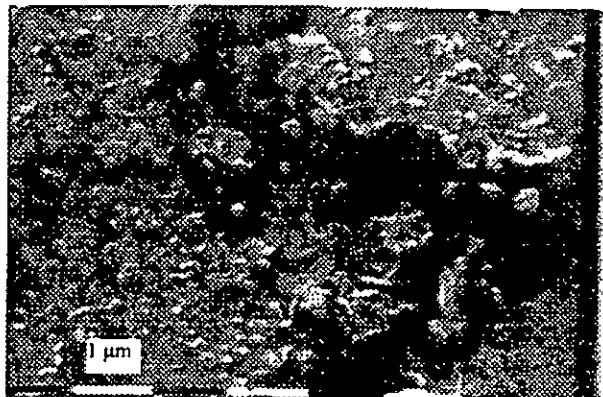
Pour étudier le stade tertiaire et l'origine de la rupture des éprouvettes, nous avons, en dehors des renseignements fournis par l'observation des courbes de fluage (fig. 4.2), concentré notre attention sur les résultats après rupture par fluage des essais conduits à 540, 570 et 600 °C respectivement sous 150 et 200 MPa. Nous étudierons successivement la relation entre la taille de particules de cémentite et l'origine de la rupture de l'acier étudié. Toutes les ruptures ont été localisées à l'intérieur de la longueur entre repère de l'éprouvette.

IV.3.1 Effets de la contrainte et de la température sur la microstructure après la rupture.

Dans cette étude, le paramètre essentiel est la taille des particules de cémentite. Pour chaque état de fluage, ce paramètre est mesuré par analyse d'images. (fig. 4.11).

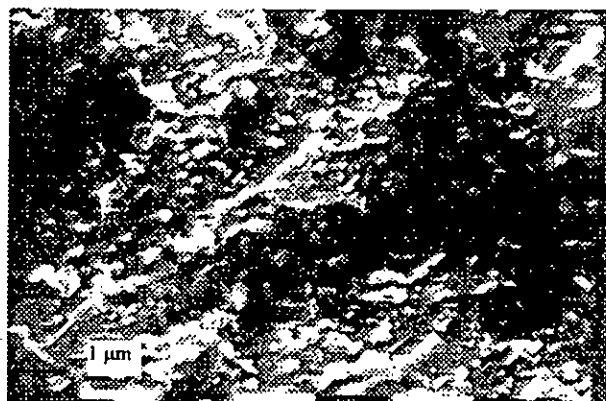
La microstructure après rupture par fluage sous 150 MPa (fig. 4.11a) montre que la croissance de la taille de cémentite est activée par l'apport thermique. En effet, l'élévation de la température de 540 à 570 °C s'accompagne par une augmentation de la taille de cémentite qui passe de 135 à 166 nm. Toutefois, la densité de ces particules diminue. Elle est de $7,7 \mu\text{m}^{-2}$ à 540 °C, $4,2 \mu\text{m}^{-2}$ à 570 °C et enfin $3,9 \mu\text{m}^{-2}$ à 600 °C. Nous constatons de plus que la forme de particules de cémentite est généralement sphérique puis elle adopte une forme ellipsoïdale lorsque la température dépasse 540 °C et particulièrement à 600 °C.

La microstructure obtenue après rupture par fluage sous 200 MPa présente un aspect plus marquée par l'effet conjoint de la contrainte appliquée et de l'élévation de la température (fig. 4.11b). La taille de cémentite passe de 140 à 229 nm quand la température s'élève de 540 à 600 °C. Nous avons observée une cémentite sphéroïdale anticipée à 540 °C puis elle adopte une forme ellipsoïdale faiblement allongée notamment à 600 °C.



150 MPa à 540 °C : $t_r = 267$ h.

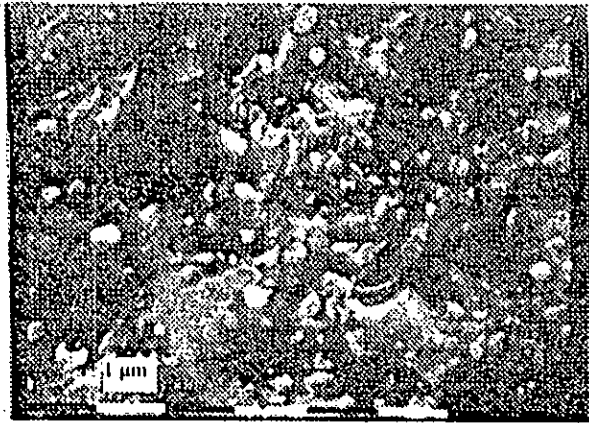
a)



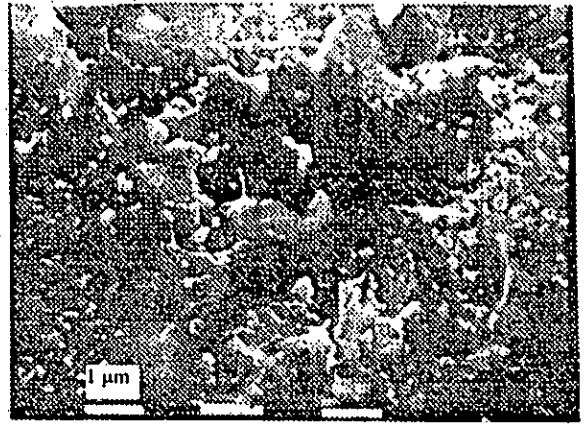
200 MPa à 540 °C : $t_r = 51$ h.

b)

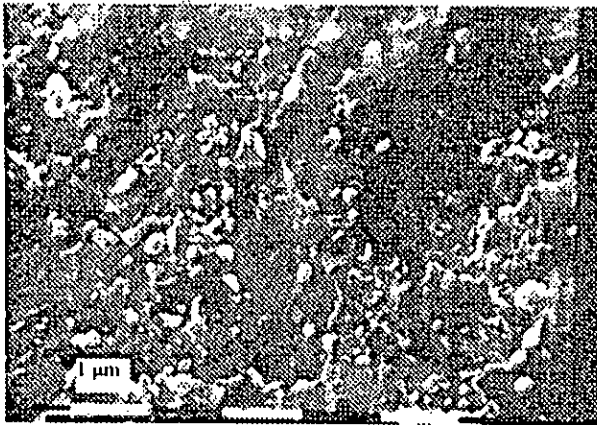
Fig. 4.11 Micrographies électronique de la structure de l'acier 35NCD16 après rupture par fluage sous 150 MPa (a) et 200 MPa (b) respectivement à 540, 570 et 600 °C. Attaque au Nital à 4%.



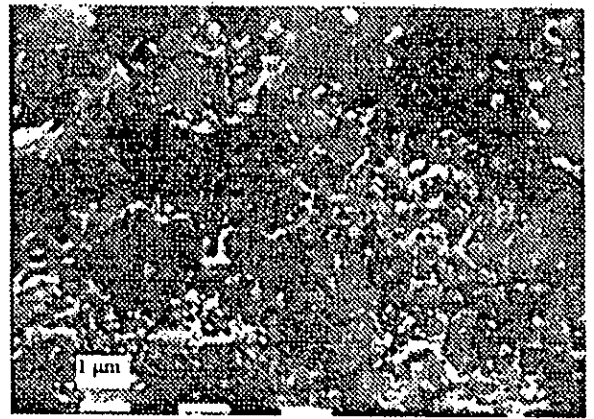
150 MPa à 570 °C; $t_r = 32$ h.



200 MPa à 570 °C; $t_r = 9$ h.



150 MPa à 600 °C; $t_r = 3$ h.



150 MPa à 600 °C; $t_r = 1$ h.

a)

b)

Fig. 4.11 Micrographies électronique de la structure de l'acier 35NCD16 après rupture par fluage sous 150 MPa (a) et 200 MPa (b) respectivement à 540, 570 et 600 °C. Attaque au Nital à 4%.

IV.3.2 Examens des surfaces de rupture par fluage.

Pour déterminer l'origine de la rupture, les éprouvettes ont été tronçonnées en long au niveau de la zone de rupture et observées en microscope optique (fig. 4.12). Les observations sont résumées sur le tableau 4.5 et 4.6. Nous avons calculé la striction à partir de l'équation suivante:

$$Z(\%) = \frac{S_0 - S_r}{S_0} \cdot 100 \% \quad (9)$$

où S_0 et S_r sont respectivement la section avant et après rupture de l'éprouvette.

Tableau 4.5 Observation des faciès de rupture par fluage sous 150 MPa.

T (°C)	Striction Z (%)	Forme des grains à la rupture
540	70	Allongés
570	78	Allongés
600	86	Allongés

Tableau 4.6 Observation des faciès de rupture par fluage sous 200 MPa.

T (°C)	Striction Z (%)	Forme des grains à la rupture
540	75	Allongés
570	85	Allongés
600	90	Allongés

Nous avons constaté, par une observation métallographique, que les éprouvettes fluées sous la contrainte 150 MPa présentent au niveau de la striction des grains de ferrite plus ou moins allongés dans la direction de l'application de la charge (fig. 4.12a). Ce phénomène est plus accentué sous 200 MPa. La rupture est précédée par une striction qui varie de 70% à 90%. Ce comportement spectaculaire est dû au fait que les conditions de fluage sont sévères et les durées de vie sont courtes.

La figure 4.12 (b) montre la présence des inclusions au voisinage de la zone de rupture. On constate que la forme de ces inclusions est plus ou moins sphérique. Il s'agit probablement des inclusions d'oxydes.

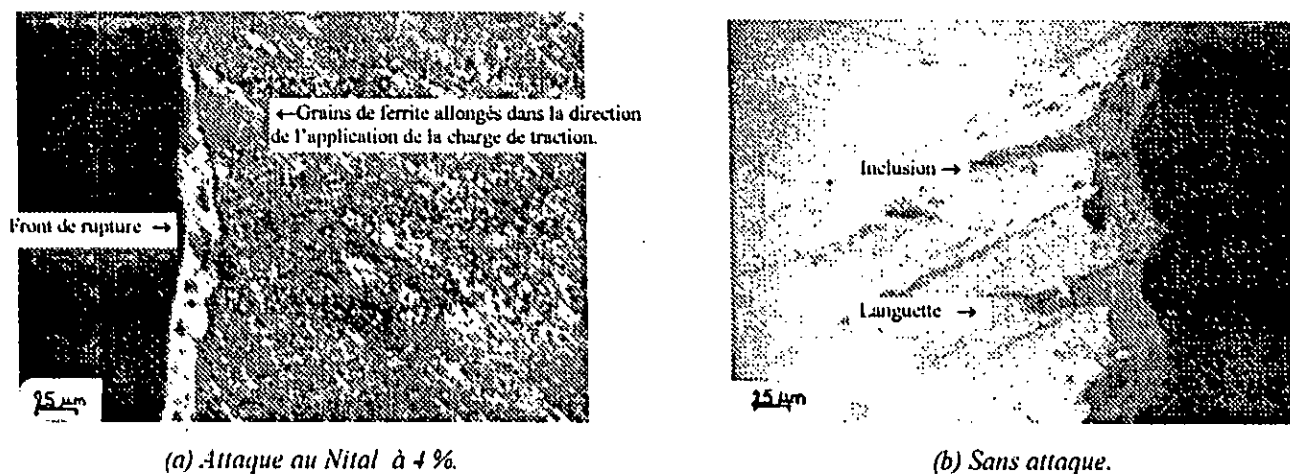


Fig. 4.12 Micrographie optique d'une coupe longitudinale d'une éprouvette près de la zone de rupture. Fluage à 570 °C sous 200 MPa

L'existence de quelques inclusions observées dans la zone de rupture nous a conduit à introduire l'usage de la carte de répartition des éléments en surface par formation et traitement de l'image électronique. En premier lieu, nous avons focalisé puis analysé une inclusion plus proche de la surface de rupture. Le résultat est obtenu sous forme de spectre d'énergie de rayons X comme le montre la figure 4.13. Il s'agit probablement d'inclusion de type silicate de manganèse.

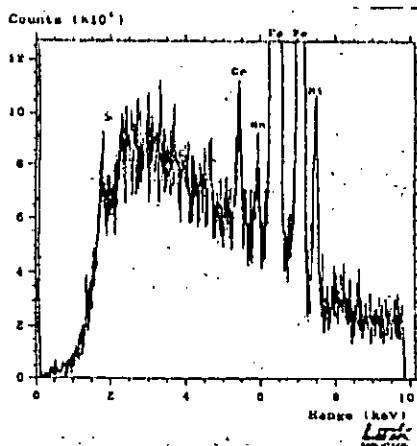
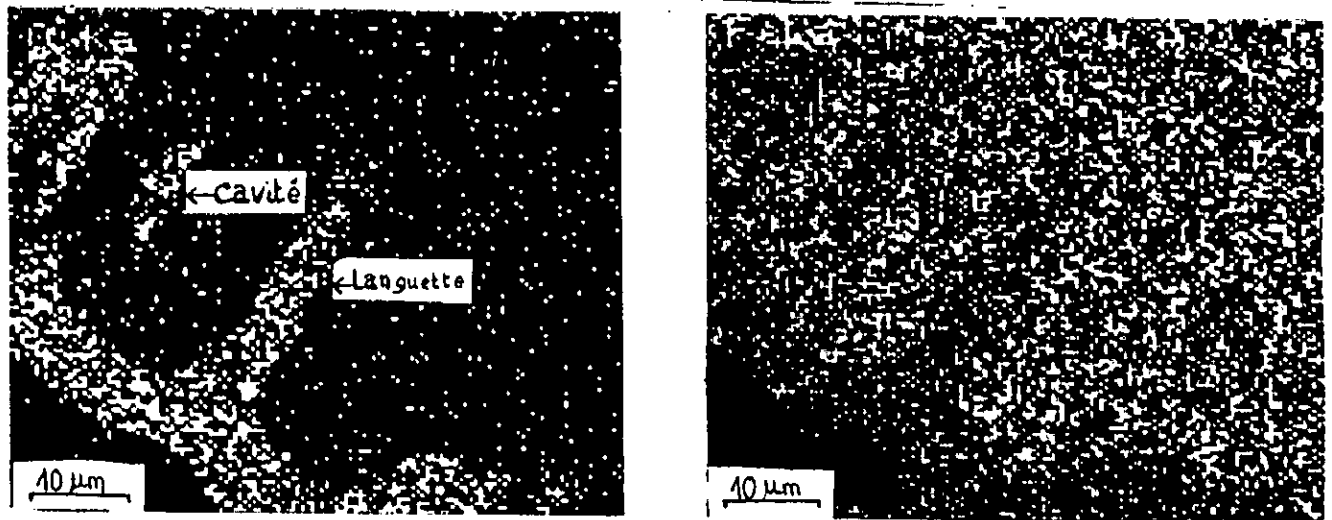


Fig. 4.13 Spectre d'analyse obtenu sur une inclusion située plus près de la zone de rupture (EDAX). Fluage à 570 °C sous 150 MPa.

Cette hypothèse est donc approuvée par la figure 4.14 (a) qui montre la présence de l'oxygène réparti le long de la surface de rupture et à l'intérieur des cavités proches de la striction. La figure 4.14(b) révèle la présence du fer en faible concentration dans le profil de la surface de rupture et forme avec l'oxygène des oxydes probablement des oxyde de fer et de manganèse.



a) Détection de l'oxygène plus concentré dans les languettes que dans la matrice du plan de rupture.

b) Détection du fer plus concentré dans la matrice que dans les languettes.

Fig. 4.14 Répartition des éléments O_2 et Fe dans les languettes et cavités au niveau de la zone de rupture. Fluage à $570\text{ }^\circ\text{C}$ sous 150 MPa .

L'observation au microscope optique de la normale à la surface de rupture par fluage à $570\text{ }^\circ\text{C}$ sous 150 MPa , montre la présence d'une cavité de forme irrégulière plus ou moins allongée dans la direction de l'application de la charge (fig. 4.15). De plus, nous avons observé à l'extérieur de la striction des cavités plus ou moins profonde (fig. 4.16). Leur formation est due à l'atmosphère oxydante auquel est soumise l'éprouvette de fluage. Toutefois, nous n'avons pas observé de cavité dans la zone de rupture de l'essai conduit à $570\text{ }^\circ\text{C}$ sous 200 MPa (fig. 4.17). Toutefois, dans ces conditions de fluage, les cavités à l'extérieur de l'éprouvette et au voisinage de la striction existent.



Fig. 4.15 Micrographie optique d'une coupe normale au plan de rupture, montrant la présence d'une cavité. Fluage à 570 °C sous 150 MPa

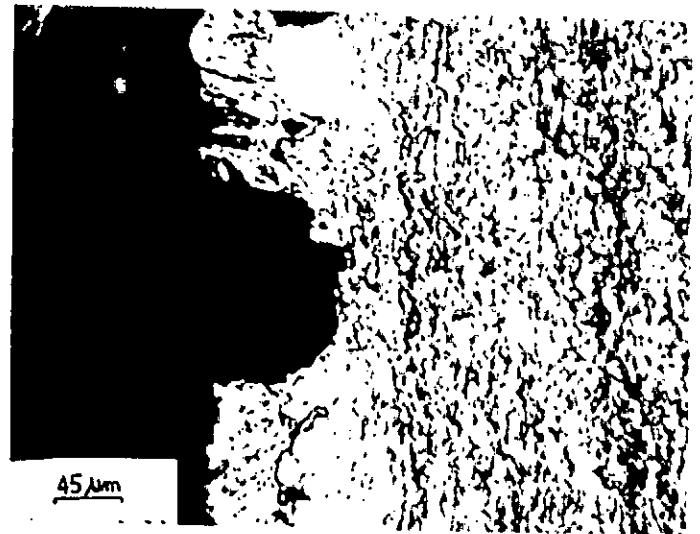


Fig. 4.16 Micrographie optique montrant la formation des cavités à l'extérieur de la zone de striction. Fluage à 570 °C sous 150 MPa.

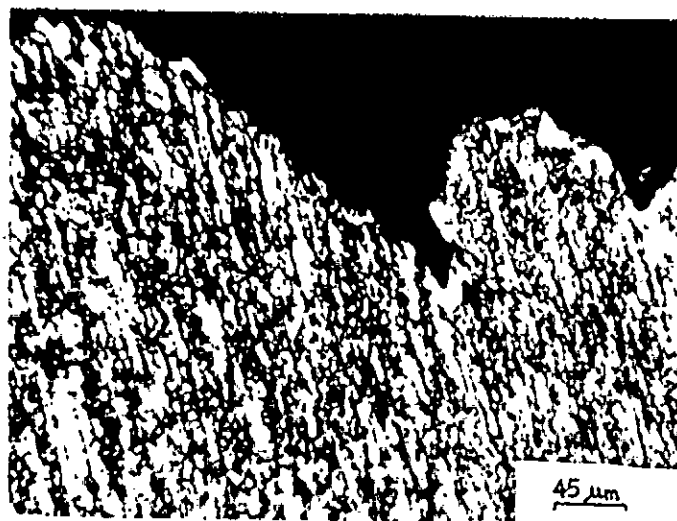


Fig. 4.17 Micrographie optique montrant une coupe normale au plan de rupture dénué de cavités. Fluage à 570 °C sous 200 MPa.

A partir de ces analyses, nous avons montré que l'origine de la rupture par fluage est due à deux phénomènes indépendants l'un de l'autre :

- La formation et coalescence de cavités particulièrement dans la zone de striction.
- La diffusion de l'oxygène dans la couche superficielle de l'éprouvette pendant le fluage, ce qui conduit à la formation des inclusions oxydes dans des sites préexistants et facilite ainsi l'amorce de fissures sous l'action de la charge appliquée.

IV.4 ANALYSE DES CONTRAINTES RESIDUELLES AVANT ET APRES RUPTURE PAR FLUAGE SOUS 200 MPa.

Introduction.

Les sollicitations thermiques et mécaniques du matériau étudié provoquent une série de phénomènes tel que :

- La redistribution des défauts ponctuels.
- La variation de la densité de dislocations juste après la mise sous tension.
- Le réarrangement des dislocations en parois de cellules de polygonisation au cours du fluage transitoire.
- La coalescence et le changement de morphologie des précipités de cémentite.
- incompatibilités de déformations élastique de la matrice de ferrite et de la cémentite. Ces phénomènes sont en grande partie responsables dans l'établissement d'un champs de contrainte dans le matériau. Les caractéristiques de ces contraintes (intensité, nature,...etc) et leur évolution dépendent du matériau et des sollicitations thermomécaniques appliquées.

Le but de l'analyse des contraintes résiduelles engendrées au cours du fluage et de les mettre en évidence quantitativement d'une part et d'étudier leurs effets vis à vis du processus de la coalescence de particules de cémentites. La moyenne des contraintes résiduelles obtenue par la diffraction de la famille des plans {211} d'un ensemble de grains ferritique, donne la valeur moyenne des contraintes résiduelles à l'échelle macroscopique.

IV.4.1 Conduite des essais d'analyse des contraintes résiduelles.

La détermination des contraintes résiduelles a été réalisée par un appareil SET-X équipé d'un détecteur à localisation linéaire ELPHYSE avec montage ψ (loi des $\sin^2 \psi$: voir annexe). Cet appareil permet de visualiser sur l'écran les itérations du pic de diffraction pour chaque durée d'acquisition et d'imprimer les résultats numériques, en l'occurrence les contraintes résiduelles et de cisaillements, les constantes élastiques S_1 et S_2 , rapport d'intensité des pics K_1 et la largeur moyenne des pics. Les analyses sont réalisées avec un angle ψ égale à 35° avec un pas de -5° . Pour chaque pas le goniomètre, de rayon 230 mm, balaye 20 valeurs de ψ pour un temps d'acquisition de 60 secondes. Ce dispositif ainsi conçu, permet l'économie de déplacement du goniomètre. Le domaine angulaire de l'angle (2θ) varie entre 140 et 170° alors que l'incidence angulaire ψ varié entre 0 et 45° [35].

Les paramètres des analyses des contraintes résiduelles son les suivants:

- Rayonnement K_α du chrome.
- Diamètre du faisceau incident : 3 mm.
- Tension / Intensité : 20 KV / 4 mA.
- Filtre : en vanadium.
- Famille de plans : $\{211\}$ de la ferrite.
- Surface analysée : 4 mm de diamètre.
- Angle 2θ : 156.33° .
- Angle ψ : 35° avec un pas -5° .
- Temps d'acquisition : 60 secondes.

Pour étudier la distribution des contraintes résiduelles dans une section donnée de l'éprouvette, nous avons procédé de la manière suivante:

Pour l'analyse des contraintes résiduelles dans le fluage primaire et le fluage secondaire, le prélèvement des échantillons cylindriques a été effectué en un endroit quelconque dans la longueur entre repère de l'éprouvette car pour chaque état du fluage primaire et secondaire le diamètre de l'éprouvette est constant. En ce qui concerne le fluage tertiaire, nous avons retenu la zone de striction (zone de rupture) comme une surface de référence pour entamer les analyses des contraintes résiduelles. Nous avons enlevé la matière par polissage électrolytique. Pour un enlèvement de $50 \mu\text{m}$ de matière, les paramètres expérimentaux du polissage électrolytique sont:

- Courant : 0,20 A.
- Temps du polissage : 40 secondes.
- Solution du polissage : acide perchlorique et méthanol.
- Température : 20°C .

Avant toute analyse et pour ne pas perturber le champs de contraintes résiduelles, nous avons enlevé sur les échantillons $200 \mu\text{m}$ de matière qui représente la couche écrouie engendrée par les opération de tronçonnage et polissage mécanique, puis nous avons procédé à des enlèvements de matière à chaque profondeur de $100 \mu\text{m}$ (tab. 4.7).

Tableau 4.7 Contraintes résiduelles pendant et après fluage sous 200 MPa de l'acier 35NCD16.

Primaire sous 200 MPa à 540 °C	Profondeur (μm)	190	320	420	540		
	σ_R (MPa)	-92 ± 14	-30 ± 13	-51 ± 17	-45 ± 23		
	K_I	1,25	1,25	1,26	1,25		
Secondaire sous 200 MPa à 540 °C	Profondeur (μm)	190	320	420	540		
	σ_R (MPa)	-69 ± 16	-22 ± 13	-86 ± 16	-80 ± 30		
	K_I	1,36	1,36	1,35	1,42		
Tertiaire sous 200 MPa à 540 °C	Profondeur (μm)	200	320	520			
	σ_R (MPa)	-575 ± 25	-507 ± 26	-250 ± 31			
	K_I	2,34	2,18	1,86			
Tertiaire sous 200 MPa à 570 °C	Profondeur (μm)	200	330	510	660	810	960
	σ_R (MPa)	-328 ± 39	-304 ± 19	-239 ± 34	-200 ± 23	-115 ± 27	-97 ± 26
	K_I	1,97	2,03	1,96	1,99	2,08	1,98
Tertiaire sous 200 MPa à 600 °C	Profondeur (μm)	210	380	530	680	830	970
	σ_R (MPa)	-341 ± 36	-285 ± 12	-133 ± 14	-90 ± 16	-74 ± 14	-55 ± 21
	K_I	1,34	1,42	1,45	1,39	1,52	1,52

K_I : rapport d'intensité; σ_R : contrainte résiduelle. $S_1 = -1,277 \text{ MPa}^{-1}$; $S_2 = 5,832 \text{ MPa}^{-1}$.

IV.4.2 Evolution des contraintes résiduelles au cours du fluage sous 200 MPa.

Nous avons étudié l'évolution des contraintes résiduelles au cours du fluage conduit à 540 °C sous 200 MPa. La figure 4.18 montre une telle évolution. Nous constatons que les contraintes résiduelles dans les trois stades de fluage sont de nature de compression. Afin de ne pas surcharger les graphes des stades primaire et secondaire, les barres d'erreurs n'ont pas été reportées.

a) Fluage primaire:

L'allure du profil des contraintes résiduelles dans le cas du maintien pendant 4 h dans le fluage primaire présente deux extrêmes :

- L'un situé près de la surface, 300-380 μm , correspond à un maximum qui est de nature de compression.
- L'autre plus loin, 500-550 μm , correspond au minimum de contraintes de compression d'ordre - 51 MPa.

Nous constatons de plus que le rapport d'intensité des pics est constant (environ 1,3) ce qui montre que l'intensité des pics des plans diffractants sont de même ordre de grandeur.

b) Fluage secondaire:

Pendant le maintien de 20 h dans le fluage secondaire, l'évolution du minimum de contrainte en fonction du temps est similaire (au fluage primaire et la relaxation des contraintes est identique quelque soit la profondeur. Toutefois, le fluage secondaire est soumis aux efforts de compression dont le minimum correspond à -80 MPa.

On constate que l'intensité des contraintes résiduelles du fluage secondaire est supérieure à celle des contraintes résiduelles du fluage primaire. Nous constatons de plus que le rapport d'intensité des pics dans le cas du fluage secondaire reste pratiquement invariable (environ 1,4).

c) Fluage tertiaire après rupture:

Après 51 h de fluage sous 200 MPa, le niveau des contraintes résiduelles dans le cas du fluage tertiaire est relativement élevé (-575 MPa à 200 μm de la zone de rupture). Par ailleurs, l'allure du profil des contraintes résiduelles est différente de celle des stades primaire et secondaire. Le minimum de contrainte n'existe pas et plus on s'éloigne de la zone de rupture plus les contraintes résiduelles de compression sont relaxées et évoluent vers un état proche de celui des stades primaire et secondaire. D'autre part, le rapport d'intensité K_1 est égale à 2. Cette nouvelle valeur de K_1 affirme bien l'existence de la texture cristalline dans la zone de striction.

Il nous a semblé intéressant de comparer ces résultats aux analyses des contraintes résiduelles obtenus dans le cas du fluage tertiaire conduit sous 200 MPa à 570 et 600 °C respectivement. D'après la figure 4.20, nous constatons que l'allure des profils des contraintes résiduelles après rupture est la même quelque soit les conditions de fluage et que l'augmentation de la température permet la relaxation contraintes résiduelles dans l'acier 35NCD16. La vitesse de relaxation des contraintes résiduelles est d'autant plus grande que la température est élevée. Nous constatons de plus qu'à 570 et 600 °C plus loin de la zone de rupture, l'état des contraintes résiduelles est similaire à celui de fluage primaire et du fluage secondaire. En outre, le rapport d'intensité des pics est 2 pour la température 570 °C et environ 1,4 pour la température 600 °C.

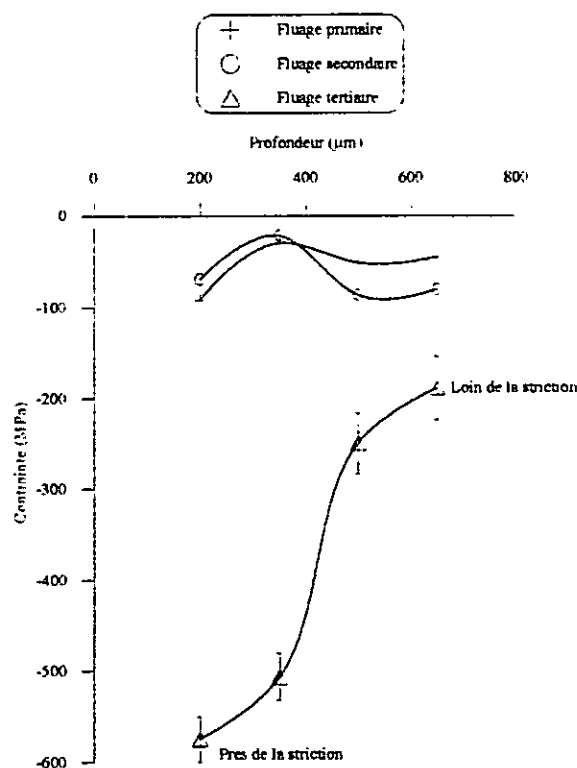


Fig. 4.19 Evolution des contraintes résiduelles au cours du fluage à 540 °C sous 200 MPa.

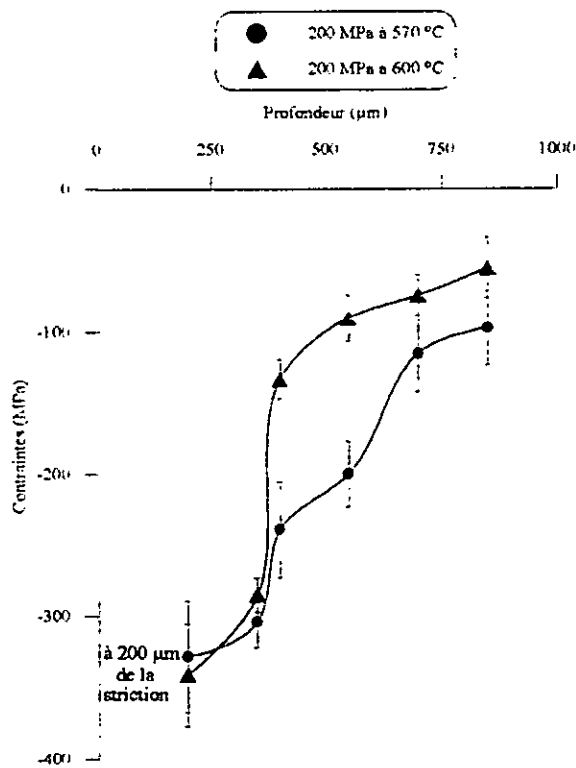


Fig. 4.20 Profil de contrainte résiduelles en profondeur par rapport à la striction. Fluage à 570 et 600 °C sous 200 MPa.

IV.5 EXTRAPOLATION DES RESULTATS DE RUPTURE PAR FLUAGE.

La prévision du comportement des pièces en fluage pour des durées de service très longues, est un des problèmes technologiques les plus onéreux. Malheureusement, La détermination de la durée de vie des installations à long terme exige des essais de durées importantes (100 000 h). Pour résoudre ce problème, on a recours à des essais de fluage rapide (température et contrainte élevées) dont les résultats par extrapolation peuvent fournir des renseignements à long terme.

Implicitement, toute extrapolation repose sur le choix d'une équation qui exprime le principe d'équivalence temps-température [43]. Pour faciliter cette extrapolation et éventuellement limiter le nombre des essais nécessaires, certains auteurs [32] ont proposé des formules paramétriques établies en partant d'une forme simple (loi d'Arrhénius) pour traduire, à contrainte constante, la relation existant entre la durée caractéristique et la température, puis en supposant que les paramètres de cette loi étaient constants ou fonction de la contrainte appliquée σ .

Ainsi Larson et Miller de même que Dorn, ont admis une loi qui contrairement au cas des essais de déformation par fluage, il n'est pas nécessaire de tenir compte de l'allongement plastique instantané apparaissant lors de la mise sous charge [44].

On pourra extrapoler, à contrainte constante, les droites $\log_{10} t_r = f(1/T)$ Tel que:

$$\log_{10} t_r = f(1/T) = \Delta H / (2.3 RT) - C \quad (10)$$

ΔH : énergie d'activation de rupture par fluage;

C : constante dépendant du matériau, elle varie de 15 à 30 [15];

R : constante des gaz parfait : $8,314 \text{ cal.}^\circ\text{K}^{-1} \cdot \text{mole}^{-1}$;

T et t_r respectivement température d'essai ($^\circ\text{K}$) et temps à rupture (h).

On a obtenu C en extrapolant les droites jusqu'à l'axe $\log_{10}(t_r)$ et en utilisant leur point d'intersection moyen. La valeur moyenne de la constante C la plus employée est 20. Toutefois, les prévisions de la durée de vie sont beaucoup plus précises quand on utilise la valeur correcte de C pour chaque matériau [45]. La valeur de la constante C déterminée expérimentalement à partir de nos résultats est d'environ 23 (fig. 4.20).

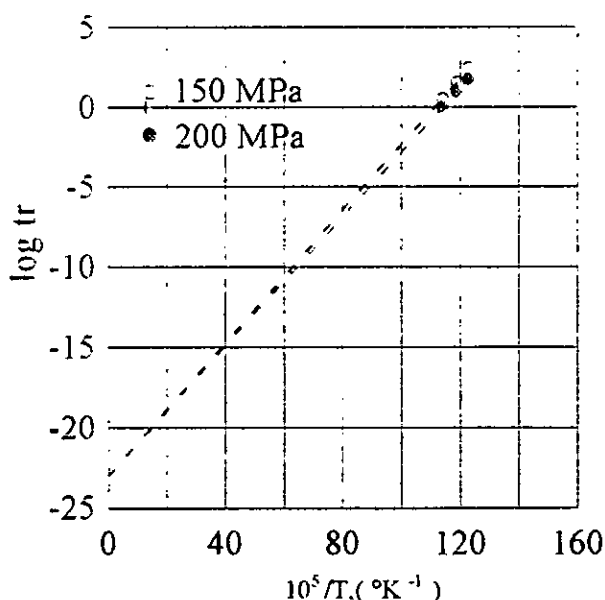


Fig. 4.20 Courbes expérimentales à contraintes constantes à différentes températures.

Ainsi, les expressions approximatives de ces droites sont les suivantes:

$$-\sigma = 150 \text{ MPa: } \log_{10} t_r = 20600/T - 22,92 \quad \text{avec} \quad Q_r = 94 \text{ Kcal / mole}^{-1} \quad (11).$$

$$-\sigma = 200 \text{ MPa: } \log_{10} t_r = 20100/T - 22,92 \quad \text{avec} \quad Q_r = 92 \text{ Kcal / mole}^{-1} \quad (12).$$

Conformément aux équations (2) et (3), on pourra déterminer, à contrainte constante, la température de service de l'acier 35NCD16 pour une longévité en service donnée. Ainsi, sous la contrainte de 150 MPa la rupture se produit au bout de 2400 h à la température de service 510 °C, 1 ans à 490 °C et 3 ans à 480 °C. Toutefois, la longévité en service est relativement courte sous la contrainte 200 MPa.

Les températures d'essais de fluage et de service sont suffisamment loin du domaine de transformation de phases, on connaît bien toutes les réserves qu'on peut émettre sur la précision des résultats extrapolés jusqu'aux durées visées, en l'occurrence les effets de l'action thermique et les modifications de structure de l'acier [26].

Par contre, les résultats obtenus fournissent, cependant, de précieuses indications. La longévité ainsi que la température dans les conditions réelles d'exploitation peuvent être améliorées sous contraintes $\sigma \leq 100$ MPa et aux températures $T \leq 570$ °C.

En conséquence, nous admettons que la température limite de service de l'acier 35NCD16 est 540 °C pour toute contrainte n'excédant pas 100 MPa. Cette valeur représente la contrainte limite de sollicitation en service qui a été prévue à partir des résultats de rupture par fluage.

V INTERPRETATIONS ET DISCUSSIONS.

V.1 EVOLUTION MICROSTRUCTURALE AU COURS DU FLUAGE.

Au cours de la mise en charge qui suit la mise en température l'allongement plastique instantané ne se manifeste qu'à une température supérieure à 540 °C sous 150 MPa car l'apport thermique étant insuffisant. Par ailleurs, de 570 à 600 °C l'allongement plastique instantané augmente ce qui engendre un pré-fluage qui accélère la vitesse de déformation. Ce phénomène dû à l'accroissement du nombre de dislocations mobiles par glissement et montée est activé par la température. D'autre part, l'instabilité morphologique de la cémentite par coalescence et par changement de forme engendre une diminution des obstacles au mouvement des dislocations.

Sous une contrainte plus élevée 200 MPa, l'allongement instantané plastique se manifeste à 540 °C. Le temps d'incubation est de 76 min puis diminue à 25 min quand la température s'élève à 570 °C. Il est évident que les durées d'incubation des essais sous 200 MPa dépasse celles des essais conduisant sous 150 MPa (60 min à 540 °C et 13 min à 570 °C) puisque, selon la loi de Norton, la contrainte appliquée est proportionnelle à la vitesse de fluage. La taille moyenne de cémentite est très affectée à 570 °C étant donné que le facteur moyen de forme s'éloigne de 1 contrairement à celui du fluage primaire à 540 °C. Par contre, dans le cas du fluage à 510 °C, l'allongement plastique instantané est nul à cause de l'activité thermique jugée insuffisante pour pouvoir créer les défauts linéaires. Ce cas est aussi valable pour le fluage conduit sous 150 MPa où la dispersion de particules est pratiquement similaire à l'acier de départ.

Au cours du fluage, l'acier 35NCD16 évolue sur le plan microstructurale. En l'occurrence les dislocations, mouvement des joints et les variations morphologiques de la cémentite. Il se manifeste par un comportement conséquent exprimé et décrit par les courbes de fluage et les paramètres tels que le temps de rupture, l'allongement après rupture...etc. L'étude des courbes de fluage révèle un changement dans le comportement de l'acier qui se produit en trois étapes (primaire, secondaire et tertiaire) pour les températures 540 et 570 °C et en deux étapes (primaire et tertiaire) pour les température à 510 et 600 °C

V.1.1 Stade primaire:

Les courbes présentent un domaine de fluage primaire relativement court. L'étendu du fluage primaire décroît avec la température et la contrainte. La vitesse du fluage primaire augmente avec la température et avec la contrainte. En effet, la taille moyenne de particules de cémentite augmente de 122 à 142 nm et le taux de sphéroidisation passe de 47 à 55 % quand la température est augmentée de 540 à 570 °C. Ces variations sont attribuées principalement à l'état d'énergie d'interphase ferrite-cémentite.

V.1.2 Fluage secondaire:

Le fluage secondaire qui se manifeste après le fluage primaire est représenté par une droite linéaire de pente égale à ϵ_{vs} (fig. 4.2). L'étendu du stade secondaire est modifié sous les effets combinés de la contrainte appliquée et de la température à tel point qu'il disparaît à 600 °C. La vitesse de fluage croît avec la température et la contrainte. Le niveau important de la charge provoque une consolidation dont les effets l'emportent sur ceux de la restauration.

Lorsque la température s'élève de 510 à 600 °C avec un incrément de 30 °C, le vitesse du fluage secondaire est relativement faible à 540 °C. On peut penser que cela est dû en premier lieu à l'absence de l'allongement instantané. La vitesse de restauration est d'autant plus rapide que la valeur de ϵ_0 est importante, on peut donc raisonnablement penser que la vitesse de restauration à 570 °C est plus grande que celle à 540 °C. En second lieu, le fluage à 540 °C présente une meilleur répartition de la cémentite dans l'acier 35NCD16 car sous la contrainte appliquée de 150 MPa, la taille moyenne de cémentite passe de 122 nm en primaire à 127 nm en secondaire. D'autre part, la taille moyenne de cémentite influe de façon très sensible sur la vitesse minimale du fluage comme l'indique la figure 5.1.

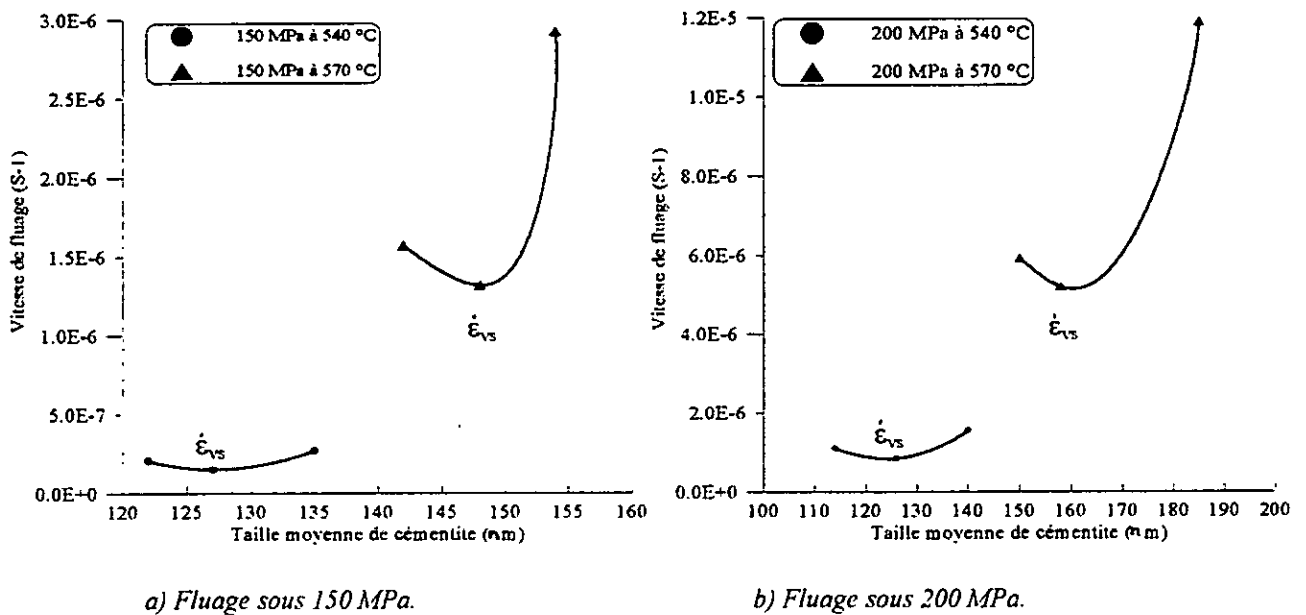


Fig. 5.1 Influence de la taille moyenne de cémentite sur la vitesse minimale du fluage à différentes températures.

Pour chaque valeur de la température la vitesse de fluage passe par un minimum qui représente la vitesse minimale du fluage et qui correspond à la taille moyenne critique de cémentite au-delà de laquelle la vitesse de fluage croît de nouveau. En outre, la vitesse minimale du fluage est une fonction croissante de particules de cémentite. Nous avons constaté que la proportion de cémentite de forme sphérique passe de 27 % à 540 °C à 21 % à 570 °C. Par conséquent, une proportion élevée de particules sphériques et un facteur de forme voisin de 1 diminuent la vitesse minimale du fluage.

Une augmentation de la contrainte amplifie ces phénomènes: vitesse de fluage, allongement instantané plus élevé, cinétique et variation morphologique plus intense de la cémentite (fig. 5.1b). En effet, la taille moyenne de cémentite augmente de 122 à 142 nm, et le taux de sphéroïdisation passe de 40 à 33 % quand la température s'élève de 540 à 570 °C. Ces variations sont attribuées principalement à l'état d'énergie d'interphase ferrite-cémentite. L'absence de l'allongement plastique instantané à 540 °C permet une diffusion isotrope et homogène à l'interphase ferrite-cémentite et assure la stabilité de particules de cémentite vis à vis de la température. Toutefois, à 570 °C les dislocations induites par l'allongement plastique instantané empêchent la diffusion des éléments d'alliage vers la cémentite qui finit, alors, par coalescer dans la direction à grande énergie d'interphase ferrite-cémentite. Par ailleurs, à 510 °C et en dépit d'un maintien assez long (306 h) les particules de cémentite restent stables. La densité de ces particules soit après revenu (fig. 3.3a) ou au cours du fluage à 510 °C (fig. 5.2) est pratiquement identique, ce qui permet de figer la configuration des dislocations et rendre difficilement la restauration à 510 °C. Ceci conduit à une amélioration conjointe de la durée de vie et de la ductilité du matériau étudié.

Les vitesses minimales du fluage à 540 et 570 °C sont plus grande que dans le cas de 150 MPa, cela est dû à la grandeur de la contrainte appliquée d'une part et de l'allongement plastique instantané d'autre part qui est lui même fonction de la contrainte. En effet, à 540 et 570 °C la diffusion du chrome et molybdène peut se produire, et l'on assiste alors à l'échange du carbone entre les éléments chrome et molybdène de la ferrite d'une part et le fer de la cémentite d'autre part. La taille moyenne critique de la cémentite qui correspond au minimum de la vitesse de fluage quand la température s'élève est 126 nm où le taux de sphéroïdisation est 42 %.

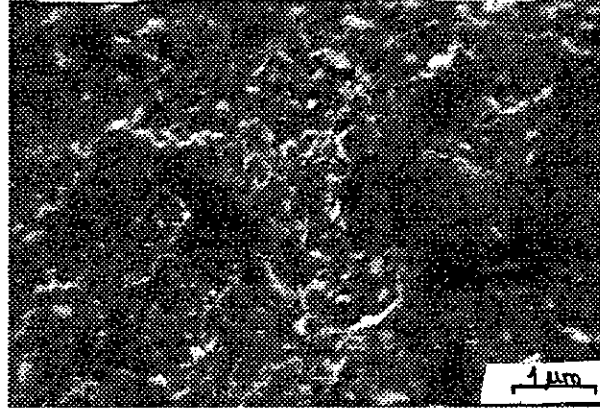


Fig. 5.2 Micrographie à balayage de la structure après fluage à 510 °C sous 150 MPa.

V.1.3 Fluage tertiaire et rupture.

Le fluage tertiaire se manifeste après le fluage secondaire. L'allongement plastique de l'acier 35NCD16 croît rapidement sous l'effet conjugué de la contrainte et de la température d'une part et du niveau de la déformation plastique atteinte à la fin du fluage secondaire d'autre part.

Lorsque la température augmente, la durée du fluage tertiaire augmente au détriment des stades primaire et secondaire et particulièrement à 600 °C. La contrainte appliquée a pour effet d'accentuer les processus mis en jeu. La vitesse du fluage secondaire devient de plus en plus importante, ce qui a pour conséquence la modification de l'allure des courbes (fig.4.2a-b) expérimentales et la rupture se produit d'autant plus rapidement que les niveaux de la contrainte et de la température sont élevés. Ces constatations sont approuvées par la cinétique de coalescence de la cémentite en fluage sous 200 MPa. En effet, le processus de coalescence de ces particules, très affecté par la température, est indépendant du temps de fluage et la constante de vitesse de coalescence passe de $3 \cdot 10^{-5}$ à $4 \cdot 10^{-4} \mu\text{m}^3/\text{h}$.

Les particules de cémentite après rupture par fluage à 540 et 570 °C ont un facteur de forme respectivement égale à 0,78 et 0,55. La proportion de particules sphériques diminue quand la température augmente. Le stade tertiaire, caractérisé par une durée relativement plus, semble s'amorcer à un niveau d'allongement qui est le même dans les essais à 540 et 570 °C et qui se situe vers 5 à 7 % d'allongement (fig. 4.2a). Comme les essais sont conduits à charge constante, une augmentation de l'allongement provoque une réduction de la section de l'éprouvette et un accroissement local de la contrainte rationnelle. Etant donné la forte valeur du coefficient de sensibilité à la contrainte, n , dans la relation (10), on peut avoir une instabilité de la microstructure très marquée dans la zone de striction, et la répartition de particules de cémentite n'agit plus sur la contraintes localement élevées. Les valeurs élevées des duretés mesurées au niveau de la striction (fig. 5.3), révèlent bien l'existence des contraintes résiduelles étant donné que la taille moyenne de cémentite est plus importante à 200 MPa qu'à 150 MPa.

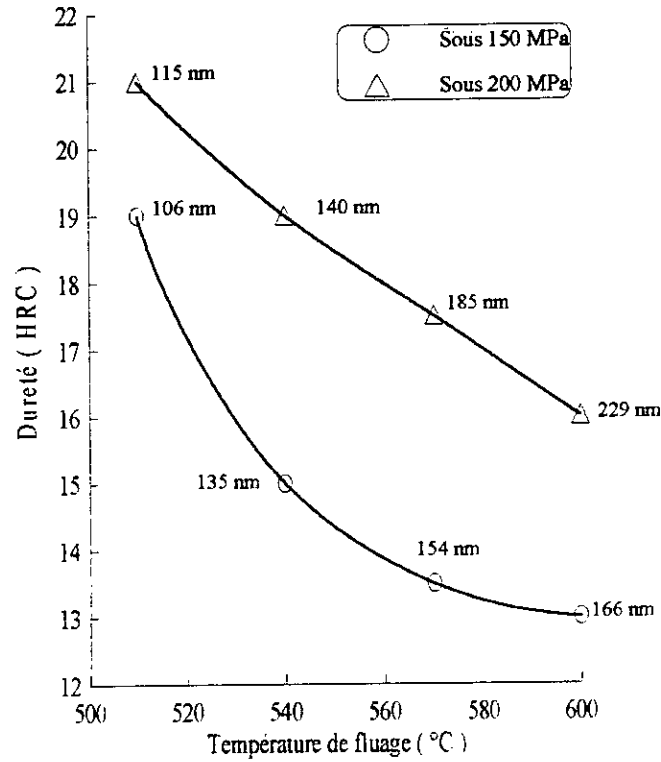


Fig. 5.3 Evolution de la dureté en fonction de la température après rupture par fluage.

La présence des contraintes résiduelles de compression au niveau de la striction (environ 80 % de la limite d'élasticité) explique l'écroutissage locale de la structure gouvernée, probablement, par le phénomène de polygonisation et de l'orientation des cristallites conduisant ainsi à la rupture.

La rupture se produit donc comme un essai de traction à chaud, avec un fort allongement (26, 34 et 40 %) et une forte striction (70, 78, et 86 %) lorsque la rupture se produit respectivement à 540, 570 et 600 °C.

V.2 ENDOMMAGEMENT EN FLUAGE.

La nucléation des cavités dépend de la déformation et du niveau de contrainte alors que la croissance de ces cavités dépend du temps. Cane et Greenwood [46] ont montrés que les quelques cavités qui se forment sur les inclusions durant le fluage tertiaire du fer pur coalescent dans les trois directions et deviennent proportionnelles à $\sigma^{1.5}t^{0.5}$. Leckie et Hayhurt [47] ont introduit l'expression de la tolérance à l'endommagement en fluage λ définie par:

$$\lambda = \frac{\epsilon_r}{\dot{\epsilon}_{vs} \cdot t_r} \quad (1)$$

avec ϵ_r et t_r sont respectivement l'allongement et le temps de rupture et $\dot{\epsilon}_{vs}$ la vitesse minimale du fluage. Ashby et Dyson [48] ont portés les données expérimentales du fer pur, aciers et un certain nombre de superalliages dans un diagramme illustrant la variation de ϵ_r en fonction du terme $\dot{\epsilon}_{vs} \cdot t_r$, ils ont ensuite exploités ce diagramme pour identifier le mécanisme dominant de la rupture par fluage. Ainsi, la rupture dominée par la cavitation intergranulaire et la réduction de la section de l'éprouvette se produit dans l'intervalle:

$$1 < \lambda < 2,5 \quad (2)$$

Cette condition est en accord avec nos résultats expérimentaux. En l'occurrence, à 540 °C, λ a été trouvée égale à 1,8 pour la contrainte 150 MPa et 2,2 pour 200 MPa. Par ailleurs, à 570 °C, λ est égale à 1,8 pour la contrainte 150 MPa et 2,3 pour 200 MPa. Nous constatons que la condition (2) est respectée pour les essais conduits sous 150 et 200 MPa. La tolérance à l'endommagement en fluage dans ces conditions opératoires est très probable.

Dans le cas où les valeurs de λ sont supérieures à 10 et ϵ_r n'excédant pas 0,40, la rupture est dominée par la dégradation de la microstructure [48].

Par conséquent, nous admettons que le mécanisme de la rupture dans ces conditions de fluage est contrôlé par la cavitation intergranulaire dont la germination et croissance sont d'autant plus importantes que le temps de maintien est long.

Le milieu environnant joue un rôle important sur la résistance au fluage de l'acier étudié. En effet, à haute température, l'oxygène diffuse à travers la couche périphérique de l'éprouvette et particulièrement dans la zone de striction à forte concentration en lacunes et soumise aux contraintes de compression résiduelles. En outre, le temps de maintien est aussi un facteur important qui favorise le processus de diffusion de l'oxygène d'une part et les éléments intrinsèques du matériau tels que le silicium et le fer d'autre part. Par leurs affinités, ces éléments se combinent avec l'oxygène pour former des inclusions oxydes pendant la formation des cavités et de la striction. La germination de ces oxydes est d'autant plus rapide que la section de l'éprouvette diminue jusqu'à rupture. Les cavités peuvent croître ou s'allonger selon la grandeur de la contrainte appliquée.

CONCLUSION GENERALE.

L'étude est réalisée dans le cadre de la mise en évidence de la variation microstructurale au cours du fluage d'un acier allié au nickel, chrome et molybdène type 35NCD16. Les résultats obtenus ont aboutis aux conclusions suivantes:

1- L'allongement plastique instantané est nul pour les températures inférieures à 540 °C qui correspondent à une meilleure répartition de la cémentite avec un taux de sphéroïdisation le plus élevé.

2- La vitesse minimale de fluage atteint sa plus basse valeur quand la taille moyenne de particules de cémentite est 126 nm. Cette valeur représente la taille moyenne critique de particules de cémentite.

3- Le temps à rupture est maximum pour une taille de cémentite inférieure à la taille moyenne critique, étant donné que la constante de vitesse de coalescence est faible.

4- La fraction volumique de cémentite au cours du fluage varie entre 4 et 7 %. La fraction volumique de cémentite calculée au moyen du diagramme fer-carbone est environ 5 %. Ce qui montre la faible variation de la surface spécifique dans ces conditions de fluage.

5- La rupture a lieu sans présence de fissures. Le mécanisme de la rupture est contrôlé par le phénomène de cavitation initié aux joints de grains et/ou sur les inclusions oxydes plus proches de la striction. L'origine de ces inclusions est due à la diffusion de l'oxygène du milieu environnant l'éprouvette. Ce processus est d'autant plus activé que le temps de maintien en fluage est long.

6- Au cours du fluage sous 150 et 200 MPa, les contraintes résiduelles moyennes sont de nature de compression et de faibles intensités. Néanmoins, au niveau de la zone de striction, les contraintes résiduelles moyennes estimées à 80 % de la limite d'élasticité sont dues à la texture cristalline qui précède la rupture.

7- Les extrapolations des résultats de rupture par fluage, compte tenu de la variation microstructurale, montrent l'intérêt de limiter la température de service à 540 °C et la sollicitation mécanique à 75 % de la charge de rupture.

Nous suggérons que les résultats et les informations obtenus soient suivis par:

- Une étude plus détaillée du mécanisme de la déformation par fluage en moyennant des modèles physiques.
- Une étude de la texture au niveau de la striction pour mieux comprendre les mécanismes conduisant à la rupture.

LISTE BIBLIOGRAPHIE

- [1] E.C. BAIN and H.W. PAXTON, Les éléments d'additions dans l'acier, édit. Dunod (1968).
- [2] J. BARRALLIS, Précis de métallurgie, édit. AFNOR NATHON (1990).
- [3] W. HUME-ROTHRY, The structure alloys of iron, Pergamon-Press (1966).
- [4] A. CONSTANT, G.HENRY, Les principes de base du traitement thermique des aciers, édit. Masson et cie(1985).
- [5] I. LAKHTINE, Traitements thermiques des métaux, édit. Mir (1986), P. 239.
- [6] HONEYCOMBE, materials Science, édit. Mc. Graw Hill (1982).
- [7] G. BERANGER, GUY HENRY, Le livre de l'acier, édit. Technique et documentation-Lavoisier (1994), P. 93.
- [8] SCHRADER, De Ferri Métallographie, Tome 2 (1966).
- [9] R. A. STEVENS and P. E. J. FLEWAT, The effect of phosphorus on microstructure and creep properties of 2.25 % Cr 1 % Mo steel, Acta. Metall. vol. 34, n°5 (1986), P. 849-866.
- [10] V. FOLDYNA and J. PURMENSKY, Role of dispersed phase in the creep of ferritic steels, J. Phys.. B39 (1989), P. 1133-1137.
- [11] M. F. ASHBY and R. H. JONES. Matériaux: Propriétés et applications, Tome 1, édit. Nathan (1980), P. 149.
- [12] J. P. BADEAU, P. A. COULON. Rev. Metall.. C.I.T (1989), P. 809-821.
- [13] G. MURRY, Le fluage des aciers. IRSID (1972), P. 6
- [14] G. W. GREENWOOD, The prediction of creep life. G.B.1 (1986), P. 1-6.
- [15] M. K. BOOKER. Analysis of creep and creep rupture data, metals handbook. vol. 8 (1989), P. 687.
- [16] R. W. EVANS and B. WILSHIRE. Proc-conf. On creep and fracture of engineering materials and structures (1984).
- [17] J. CADEK, Materials science monographs. n° 48 (1988).
- [18] G. W. GREENWOOD. Mechanistic interpretations of some emperical correlations in creep test and creep rupture. vol. 30, n°10 (1990), P. 785-801.
- [19] GAROFALO, Déformation et rupture par fluage. édit. Dunod (1970).
- [20] A. AISSAOUI, Comportement cyclique de l'acier inoxydable 316. thèse de Magister (E.M.P ex ENITA) (1985), P. 34.
- [21] A. ATI, Contribution à l'étude du fluage et de la compression dynamique d'un superalliage à base nickel. Thèse de docteur-ingénieur, ENP de Grenoble (1984), P. 25.
- [22] D. FRANCOIS, A. ZAOUÏ, Comportement mécanique des matériaux, edit. Hermès (1993).
- [23] M. F. ASHBY, H. F. FROST, Deformation - Mechanism maps, Pergamon-Press (1975).
- [24] R. S. SHEWELT and L.M. BROWN, Phil-Mag, n° 30 (1974), P. 1135.
- [25] J. LEMAITRE, Mécanique des matériaux, édit. Hermès (1978), P. 15.
- [26] G. E. DIETER, Mechanical metallurgy, édit. Mc GrawHill (1986).

- [27] G. ROBERTS and I. E. HARRIS, *Metall. Forum*, n°4 (1981), P. 29.
- [28] H. E. EVANS, *Mechanism of creep rupture*, Applied science publishers (1984).
- [29] G. W. GREENWOOD, *Bull. Materials Science*, vol. 12, n°3 and 4 (1989), P. 173-184.
- [30] D. LONEDALE and P. E. FLEWIT, Relationship between minimum creep rate and time to fracture for 2.5 Cr-1 % Mo steel, *Mat. Sci* (1978), P. 264-265.
- [31] S.S. MANSON and A. M. HAFERD, A linear time-temperature related in extrapolation of creep and stress-rupture data (1952).
- [32] M.F. FELSEN, M. MOTTOT, P. PETREQUIN, *Fatigue et fluage à températures variables et la prévision dans le temps*, *Matériaux et techniques* (Nov-Déc. 1986), P. 473-478.
- [33] G. MURRY, R. NAMDAR, Etude du revenu de deux aciers des types 35 NCD 16 et 35 NC 15, *Rev. de Métallurgie* (1970), P. 654-670.
- [34] B. D. CULLITY, *Elements of X-rays diffraction*, Addison-Wesley publishing company (1978).
- [35] L. CASTEX, J. L. LEBRUN, G. MAEDER, J. M. SPRAUEL, Détermination des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X, *Publications scientifiques et techniques* (1981).
- [36] Standard practice for conducting creep, creep-rupture and stress-rupture tests of metallic materials. E 139-83, vol. 03.01, P. 305-314.
- [37] J. PHILIBERT, *Le fluage*, édit. Masson et cie (1979). P. 1561.
- [38] H. NAKASHIMA and H. YOSHINAGA, Transition of déformation behavior of Fe-2.1 mol % Mo alloy in the power-law creep regime, *Trans-ISIJ*, vol. 25 (1987). P. 395-401.
- [39] R. T. DEHOFF, F.N. RHINES, *Microscopie quantitative*, édit. masson et Cie (1972). P. 138.
- [40] A. BALDAN, Effects of grain size and carbides on the creep resistance and rupture properties of a conventionally cast nickel-base superalloy. 83 (1992) 5, P. 750-757.
- [41] C. LAFON, R. NAMDAR, Contribution à l'étude de la caractérisation des aciers globulisés pour formage à froid. *Traitement thermique*, n°117 (1977), P. 43-54.
- [42] F. MOLIERE, *Bulletin du cercle d'étude des métaux*. Tome 2, n°19 (1982).
- [43] F. R. LARSON and J. MILLER, *Trans. ASME* (1954), P. 46.
- [44] B. THOMAS, J. BOURGEOT, Amélioration de la tenue au fluage d'acier inoxydables austénitiques stabilisés. *Mémoire Scientifique*, *Rev. de Métallurgie* (1977), P. 491-512.
- [45] C.W. RICHARDS, *La science des matériaux de l'ingénieur*, édit. Dunod, (1965). P. 305.
- [46] B. G. CANE and G. W. GREENWOOD, The nucleation and growth of cavities in iron during deformation at elevated temperature. *Metall. Sci.*, vol. 9 (1975), P. 55-60.
- [47] V. TUERGAARD, Creep failure by degradation of the microstructure and grain boundary: Cavitation in a tensile test, *Acta Metall.*, n°4 (1987), P. 923-933.
- [48] W. C. JHONSON, Precipitate shape evolution under applied stress- Thermodynamics and Kinitics, *Metall. Trans.A*, vol. 18 A (1987), P. 233-247.

ABREVIATIONS ET SIGLES**Chapitre I:**

- α : Phase ferrite.
 γ : Phase austénite.
 δ : Phase delta (ferrite).
 σ : Phase sigma.
 AC_1 : Température qui correspond à la formation de la ferrite libre (TTT ou TRC).
 AC_3 : Température de transformation isotherme ou anisotherme de l'austénite (TTT ou TRC).
 AC_4 : Température qui correspond à la formation de la phase δ au cours du chauffage.
 AE: Température du palier eutectoïde.
 C_E : Composition du point eutectoïde.
 TTT: Temps, température, transformation.
 TRC: Transformation en refroidissement continu.
 HRC: Dureté Rockwell.
 HV: Dureté Vickers.
 M_s : Température du début de la transformation de l'austénite en martensite.
 M_f : Température de la fin de la formation de martensite.
 ϵ : Carbures $Fe_{2,4}C_3$.
 d : Diamètre moyen de particules.
 K_d : Constante de vitesse de coalescence.

Chapitre II :

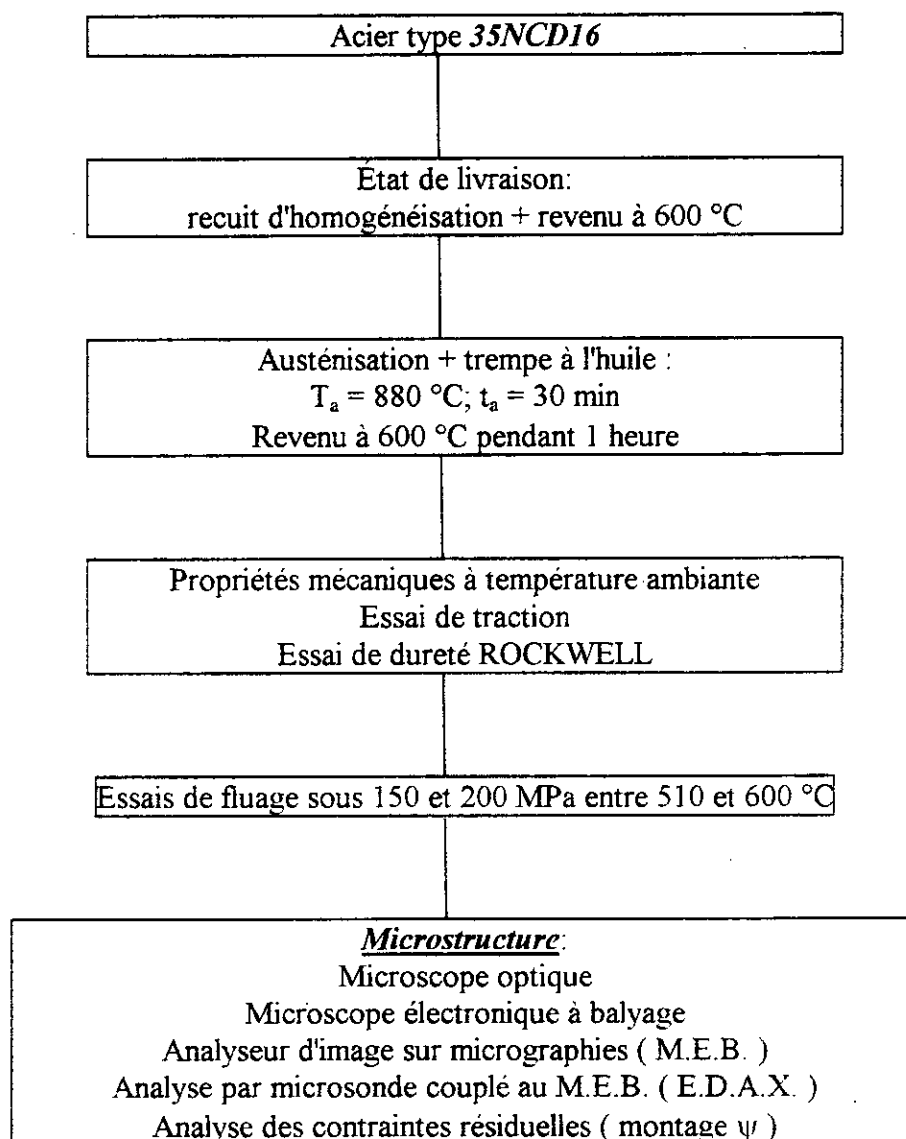
- ϵ_0 : Allongement plastique instantané.
 ϵ : Vitesse de fluage.
 ϵ_{vs} : Vitesse du fluage stationnaire.
 σ : Contrainte appliquée.
 σ_e : Contrainte effective.
 σ_i : Contrainte interne.
 θ : Température.
 T_f : Température de fusion.
 D_0 : Coefficient d'autodiffusion à zéro °K.
 D_g : Coefficient de diffusion intergranulaire.
 D_v : Coefficient de diffusion volumique ou intragranulaire.
 D_{eff} : Coefficient de diffusion effectif.
 Q_a : Energie apparente d'activation.
 Q_e : Energie effective d'activation.
 Q_r : Energie d'activation de rupture par fluage.
 G : Module de cisaillement.
 b : Vecteur de Burgers.
 τ : Contrainte de scission.
 $\dot{\gamma}$: Vitesse de cisaillement par fluage.
 d : Taille du grain.
 P : Paramètre d'équivalence temps-température.
 s : Structure cristalline.
 t_r : Temps à rupture.

Chapitre III :

E: Module d'Young.
 $R_{0,2\%}$: Limite d'élasticité.
 R_m : Charge maximale avant rupture.
A (%): Allongement conventionnel.
DLL: Détecteur à localisation linéaire.
MO: Microscope optique.
MEB: Microscope électronique à balayage.
EDAX: Analyse à rayons X par dispersion d'énergie.

Chapitre IV :

t_i : Temps d'incubation.
PE: Facteur de forme.
 \bar{S} : Surface moyenne de particules.
 F_s : Taux de sphéroïdisation.
 \bar{d} : Taille moyenne de particules.
 \bar{l} : Distance moyenne entre particules.
f: Fraction volumique de particules.
Z (%): Striction.
 S_n : Section normalisée de l'éprouvette.
 S_r : Section après rupture de l'éprouvette.
 θ : Angle de Bragg.
 K_α : Rayonnement du chrome.
 K_I : Rapport d'intensité des pics de diffraction.
 σ_R : Contraintes résiduelles.

A.1 VUE D'ENSEMBLE DES EXPERIENCES EFFECTUEES.

A. 2 VALEURS EXPERIMENTALES DE L'ALLONGEMENT ET DE LA VITESSE DE FLUAGE.

$\sigma = 150 \text{ MPa}$ (11,78 KN); $T = 510 \text{ }^\circ\text{C}$.

temps(h)	allongement ϵ (%)	vitesse de fluage $\dot{\epsilon}$ (% \cdot h $^{-1}$)	Fluage transitoire.
0,20	0,00	0,0000	
3,00	0,20	0,0067	
52,00	0,30	0,0058	
170,00	0,70	0,0041	
205,00	0,80	0,0039	
282,00	1,00	0,0035	
306,00	1,04	0,0034	

$\sigma = 150 \text{ MPa}$ (11,78 KN); $T = 540 \text{ }^\circ\text{C}$.

temps(h)	allongement ϵ (%)	vitesse de fluage $\dot{\epsilon}$ (% \cdot h $^{-1}$)	Fluage transitoire.
0,20	0,00	0,000	
1,00	0,15	0,150	
2,00	0,20	0,100	
4,00	0,30	0,075	
30,00	1,78	0,059	
65,00	3,49	0,054	
92,50	4,97	0,054	
95,00	5,21	0,055	
120,00	6,73	0,056	
162,00	9,89	0,061	
195,00	13,02	0,067	
231,00	17,98	0,078	
250,00	21,75	0,087	
264,00	25,15	0,095	
267,00	26,24	0,098	

$\sigma = 150 \text{ MPa}$ (11,78 KN); $T = 570 \text{ }^\circ\text{C}$.

temps(h)	allongement ϵ (%)	vitesse de fluage $\dot{\epsilon}$ (% \cdot h $^{-1}$)	Fluage transitoire.
0,20	0,15	0,750	
0,30	0,30	1,360	
1,05	0,80	0,760	
2,05	1,28	0,620	
3,05	1,78	0,580	
4,05	2,26	0,560	
6,05	3,05	0,500	
8,05	3,87	0,480	
10,05	4,74	0,470	
14,05	6,63	0,470	
16,05	7,70	0,480	
18,05	8,94	0,500	
20,05	10,26	0,510	
24,05	14,06	0,580	
26,05	16,13	0,620	
28,05	18,65	0,660	
30,05	22,31	0,740	
31,05	25,85	0,830	
32,05	33,65	1,051	

$\sigma = 150 \text{ MPa}$ (11,78 KN); $T = 600 \text{ }^\circ\text{C}$.

temps(h)	allongement ϵ (%)	vitesse de fluage $\dot{\epsilon}$ (% \cdot h $^{-1}$)	Fluage tertiaire.
0,20	0,30	1,50	
0,50	1,78	3,96	
0,92	4,07	4,42	
1,42	7,19	5,06	
1,75	9,44	5,39	
2,00	11,78	5,89	
2,35	15,70	6,68	
2,65	19,89	7,51	
2,87	23,90	8,33	
2,95	25,85	8,76	
3,25	40,55	12,48	

$\sigma = 200 \text{ MPa}$ (15,70 KN); $T = 510 \text{ }^\circ\text{C}$.

temps (h)	allongement ϵ (%)	vitesse de fluage $\dot{\epsilon}$ (% \cdot h $^{-1}$)	Fluage transitoire.
0,27	0,00	0,000	
2,00	0,24	0,120	
3,50	0,35	0,100	
6,00	0,45	0,075	
11,50	0,60	0,052	
17,50	0,70	0,040	
20,00	0,74	0,037	
46,50	1,24	0,027	
60,00	1,49	0,025	
70,00	1,69	0,024	
87,50	1,98	0,023	
153,00	2,86	0,019	

$\sigma = 200 \text{ MPa}$ (15,70 KN); $T = 540 \text{ }^\circ\text{C}$.

temps (h)	allongement ϵ (%)	vitesse de fluage $\dot{\epsilon}$ (% \cdot h $^{-1}$)	Fluage transitoire.	
0,27	0,12	0,44		
0,99	0,50	0,51		
1,26	0,65	0,52		
1,86	0,85	0,46		
3,00	1,34	0,45		
5,49	2,08	0,38		
8,76	2,91	0,33		
12,00	3,78	0,32		
25,50	7,97	0,31		
			Fluage stationnaire.	
26,01	8,25	0,32		
32,01	10,53	0,33		
				Fluage tertiaire.
33,99	11,64	0,34		
36,00	12,80	0,36		
37,50	13,71	0,37		
39,68	15,43	0,39		
51,00	28,52	0,56		

$\sigma = 200 \text{ MPa}$ (15,70 KN); $T = 570 \text{ }^\circ\text{C}$.

temps (h)	allongement ϵ (%)	vitesse de fluage $\dot{\epsilon}$ (% \cdot h $^{-1}$)	Fluage transitoire.
0,27	0,30	1,11	
0,42	0,90	2,14	
0,75	1,19	2,05	
1,08	2,13	1,97	
1,42	2,71	1,91	
			Fluage stationnaire.
2,00	3,81	1,90	
3,67	6,88	1,87	
3,92	7,33	1,87	
5,00	9,85	1,97	
6,00	12,09	2,01	
			Fluage tertiaire.
7,00	15,4	2,20	
7,50	17,86	2,38	
7,70	18,86	2,45	
8,62	25,70	2,98	
8,80	28,52	3,24	
9,00	38,53	4,28	

$\sigma = 200 \text{ MPa}$ (15,70 KN); $T = 600 \text{ }^\circ\text{C}$.

temps (h)	allongement ϵ (%)	vitesse de fluage $\dot{\epsilon}$ (% \cdot h $^{-1}$)	Fluage tertiaire.
0,27	1,29	4,78	
0,30	1,78	5,95	
0,33	2,37	7,19	
0,42	4,16	9,91	
0,52	6,30	12,11	
0,58	8,02	13,83	
0,65	10,30	15,85	
0,67	10,98	16,38	
0,75	14,67	19,56	
0,85	23,90	28,12	
1,00	47,00	47,00	

A. 3 THEORIE DE LA MESURE DES CONTRAINTES PAR DIFFRACTION DES RAYONS-X.

1) Relation contrainte-angle de diffraction :

Si l'on considère un solide homogène et isotrope et que l'on isole un volume sphérique auquel on fait subir une déformation élastique homogène, on constate qu'il se déforme en ellipsoïde.

En choisissant les axes de l'ellipsoïde parallèle aux déformations (ou aux contraintes principales), on peut écrire que la déformation dans une direction quelconque définie par les angles φ et ψ est égale à :

$$\varepsilon_{\varphi\psi} = a_1^2 \varepsilon_1 + a_2^2 \varepsilon_2 + a_3^2 \varepsilon_3 \quad (1)$$

a_1 , a_2 et a_3 sont les cosinus directeurs du vecteur déformation $\varepsilon_{\varphi\psi}$:

$a_1 = \sin(\psi) \cos(\varphi)$, $a_2 = (\sin\psi) (\sin\varphi)$, $a_3 = \cos(\psi)$ (fig. A.1).

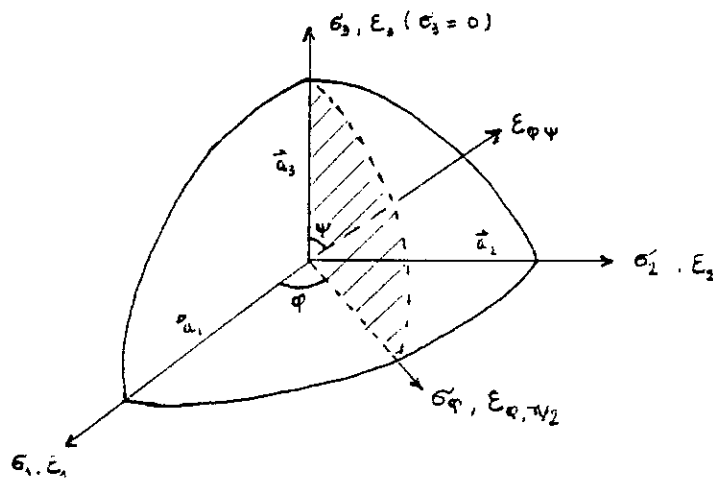


Fig. A.1 Schéma montrant la déformation dans une direction quelconque d'un solide homogène et isotrope.

De même pour un ellipsoïde de contraintes :

$$\sigma_{\varphi\psi} = a_1^2 \sigma_1 + a_2^2 \sigma_2 + a_3^2 \sigma_3 \quad (2)$$

Les relations contrainte-déformation principales sont définies par :

$$\varepsilon_1 = 1/E [\sigma_1 - \nu (\sigma_2 + \sigma_3)]$$

$$\varepsilon_2 = 1/E [\sigma_2 - \nu (\sigma_3 + \sigma_1)]$$

$$\varepsilon_3 = 1/E [\sigma_3 - \nu (\sigma_1 + \sigma_2)]$$

Il vient que :

$$\varepsilon_{\varphi\psi} = \frac{1+\nu}{E} [(a_1^2 \sigma_1 + a_2^2 \sigma_2 + a_3^2 \sigma_3) - \frac{\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3)] \quad (3)$$

* Cas de l'analyse par rayon - X : Loi des $\sin^2 \psi$.

A la surface d'un matériau, il existe un système de contrainte planes σ_1 et σ_2 (σ_3 est nulle car la pénétration des R-X dans la matière est faible; $\varepsilon_3 \neq 0$). En écrivant l'expression suivante:

$$\sigma_{\varphi} = \sigma_1 \cos^2(\varphi) + \sigma_2 \sin^2(\varphi) \quad (4)$$

La relation (3) devient:

$$\varepsilon_{\varphi\psi} = [(1+\nu)/E] \cdot \sigma_{\varphi} \cdot \sin^2(\varphi) - \nu/E(\sigma_1 + \sigma_2) \quad (5)$$

C'est l'équation fondamentale reliant la déformation et la contrainte dans la méthode de mesure de contrainte.

2) Relation contrainte-distance interréticulaire :

Soient d_{\perp} la distance interréticulaire des plans dont la normale est confondue avec la normale de la surface de mesure, d_0 la distance interréticulaire des plans d'un échantillon non contraint (cas pratiquement impossible à obtenir) et enfin d_{ψ} la distance interréticulaire des plans diffractants (fig. A.2).

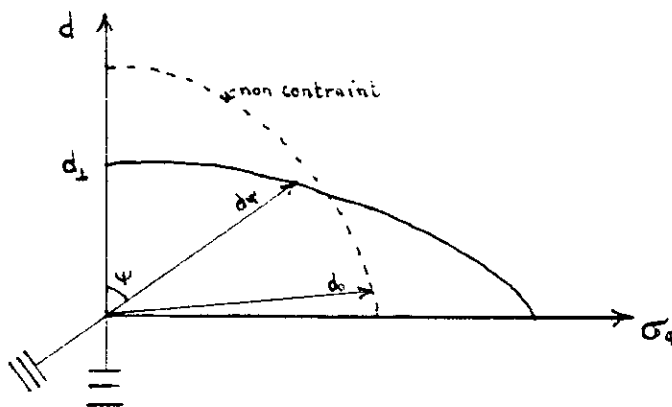


Fig. A.2 Schéma montrant la variation de l'angle ψ traduit par le déplacement du goniomètre.

Quand $\psi = 0$, la déformation normale à l'échantillon est égale à :

$$\varepsilon_{\perp} = \frac{d_{\perp} - d_0}{d_0} \quad (7)$$

et on a aussi (Eq. 5) : $\varepsilon_{\perp} = -\nu/E (\sigma_1 + \sigma_2)$

donc : $\varepsilon_{\varphi\psi} = [(1+\nu)/E]. \sigma_{\varphi} . \sin^2(\varphi) + \varepsilon_{\perp}$ (8)

Comme $\varepsilon_{\varphi\psi} = \frac{d_{\psi} - d_0}{d_0}$ (9)

On peut approximativer d_0 par d_{\perp} , il vient que :

$$\frac{d_{\psi} - d_0}{d_0} = [(1+\nu)/E]. \sin^2(\psi) - \sigma_{\varphi} \quad (10)$$

$$\sigma_{\varphi} = \frac{d_{\psi} - d_{\perp}}{d_{\perp}} - \left(\frac{E}{1+\nu}\right) . \sin^2(\psi) = K \frac{d_{\psi} - d_{\perp}}{d_{\perp}} \quad (11)$$

3) Relation contrainte-angle de diffraction θ .

Soit $\Delta d d = -\text{Cotg}\theta (\Delta 2\theta / 2)$ (12)

Comme $\Delta d d = \frac{d_{\psi} - d_{\perp}}{d_{\perp}}$ donc

$$\frac{d_{\psi} - d_{\perp}}{d_{\perp}} = -\text{Cotg}\theta \left(\frac{2\theta_{\psi} - 2\theta_{\perp}}{2} \right) \quad (13)$$

En général, on considère $\text{Cotg}(\theta)$ comme constante et on choisit la valeur $\text{Cotg}(\theta_{\perp})$ (cas où $\psi = 0$). En exprimant (θ) en degrés, l'équation (11) devient alors :

$$\sigma_{\varphi} = \frac{\text{Cotg}(\theta_{\perp})}{2} (2\theta_{\perp} - 2\theta_{\psi}) \left(\frac{E}{1+\nu} \right) [1 - \sin^2(\psi)] \pi / 180 \quad (14)$$

D'où

$$\sigma_{\varphi} = K' (2\theta_{\perp} - 2\theta_{\psi}) \quad (15)$$

Au point de vue de mesure, c'est l'angle $2(\theta)$ qui est déterminé si bien que l'on utilise la relation (12). A l'aide de l'équation (8), on trace $\varepsilon_{\varphi\psi} - \varepsilon_{\perp} = f(\sin^2(\psi))$, on obtient une droite de pente $[(1+\nu)/E]. \sigma_{\varphi}$ qui passe par l'origine. Cette méthode qui permet de ne pas déterminer d_0 (état sans contrainte) est la méthode couramment employée.