



**HAL**  
open science

# Caractérisation mécanique et étude des mécanismes de vieillissement thermique et thermomécanique de l'acier inoxydable martensitique 15-5PH, soudé par faisceau d'électrons.

Emilie Herny

## ► To cite this version:

Emilie Herny. Caractérisation mécanique et étude des mécanismes de vieillissement thermique et thermomécanique de l'acier inoxydable martensitique 15-5PH, soudé par faisceau d'électrons.. Matériaux. Institut National Polytechnique (Toulouse), 2006. Français. NNT : 2006INPT045G . tel-04577288

**HAL Id: tel-04577288**

**<https://ut3-toulouseinp.hal.science/tel-04577288>**

Submitted on 16 May 2024

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

N° d'ordre : 2422

## **THESE**

présentée

pour obtenir

**LE TITRE DE DOCTEUR DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE TOULOUSE**

(Science et Génie des matériaux)

Par

**Emilie HERNY**

---

**Caractérisation mécanique et étude des mécanismes de  
vieillessement thermique et thermomécanique de l'acier  
inoxydable martensitique 15-5PH, soudé par faisceau  
d'électrons**

---

Thèse soutenue le 8 décembre 2006 devant le jury composé de :

M. A. Pineau	Professeur ENSMP	Président
Mme E. Gautier	Directeur de Recherche ENSMN	Rapporteur
M. A. Deschamps	Professeur INP de Grenoble	Rapporteur
M. F. Danoix	Maître de conférence Université de Rouen	Examineur
M. J-M. Cloué	Senior Expert, Areva NP	Examineur
Mme D. Poquillon	Maître de conférence INP de Toulouse	Examineur
M. P. Lours	Maître Assistant ENSTIMAC	Directeur de thèse
M. E. Andrieu	Professeur INP de Toulouse	Directeur de thèse
M. P. Lagain	Senior Manager, Airbus France	Invité



Ce travail de thèse a été réalisé au sein du Centre Interuniversitaire de Recherche et d'Ingénierie des MATériaux (CIRIMAT), dans l'équipe MEcanique Microstructure Oxydation (MEMO), en collaboration étroite avec le Centre de Recherche Outillages, Matériaux et Procédés, CROMeP, de l'Ecole des Mines d'Albi Carmaux. Je tiens à exprimer mes sincères remerciements à Messieurs Francis Mauris et Gérard Bernhart, respectivement directeurs du CIRIMAT et du CROMeP, pour m'avoir accueillie et permis de travailler dans de très bonnes conditions.

Je tiens à exprimer ma profonde reconnaissance à Monsieur André Pineau, Professeur à l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, ENSMP, pour avoir accepté de présider le jury de cette thèse. J'adresse aussi mes plus sincères remerciements à Madame Elisabeth Gautier, Directeur de Recherche à l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Nancy, ENSMN, ainsi qu'à Monsieur Alexis Deschamps, Professeur à l'Institut National Polytechnique de Grenoble, INPG, en tant que rapporteurs pour avoir mobilisé leur temps et leurs compétences pour examiner et juger ce travail.

Je suis également très reconnaissante envers Monsieur Frédéric Danoix, Chargé de Recherche à l'Université de Rouen, pour avoir apporté sa contribution concernant les analyses en sonde atomique tomographique ; sa présence dans le jury fut pour moi un grand plaisir.

Je remercie également Philippe Lagain, Sénior Manager Airbus France, pour avoir accepté de faire partie de ce jury de thèse même s'il a longuement hésité. Son investissement dans ce projet, aussi bien personnel que financier, ainsi que la confiance qu'il m'a témoignée au cours de ces trois années m'ont permis de mener à bien un projet industriel au sein de deux laboratoires universitaires.

J'adresse mes plus vifs remerciements à Jean-Marc Cloué, Sénior Expert Areva NP, pour avoir encadré en grande partie cette thèse et avoir fait partie du jury. Merci pour toute l'aide qu'il m'a apportée, pour sa disponibilité et ses compétences scientifiques. Merci aussi pour ces repas au restaurant et ses discussions de coin de table qui ont fait que je n'ai jamais baissé les bras, aussi bien dans ma vie personnelle que professionnelle!

Toute ma gratitude revient à Eric Andrieu, Professeur de l'Ecole Nationale Supérieure des Ingénieurs en Arts Chimiques Et Technologiques (ENSIACET), ainsi qu'à Philippe Lours, Maître Auxiliaire à l'Ecole des Mines d'Albi Carmaux qui ont assuré la direction de cette thèse. Je les remercie pour leur soutien au cours de ces trois années. Ces quelques mots ne suffiront à leur exprimer toute ma reconnaissance. Je leur dois toutes mes connaissances scientifiques. Leurs grandes qualités humaines ont fait de ces trois années de recherche, trois années d'épanouissement personnel.

Je remercie plus particulièrement Eric qui a su mené aussi bien son rôle de directeur de thèse, de confident et de père par moment...

La partie expérimentale de ce travail revient en grande partie aux compétences techniques de nombreuses personnes à Toulouse et Albi. Je tiens ainsi à remercier Jean-Claude Salabura, Jean

Baptiste Deschamps, Gérard Gasc, Marie Christine Lafont, Serge Tovar et Yannick Thébault pour leur aide et leur disponibilité tout au long de la thèse.

Je remercie très sincèrement l'ensemble du personnel des deux laboratoires pour l'éventail des connaissances qu'ils savent partager et l'ambiance qu'ils ont su créer. Je pense plus particulièrement à Bernard, Jacques, Dominique, Daniel et Julitte au CIRIMAT et aussi à Christine au CROMeP. Merci à tous les thésards que j'ai côtoyé pendant ces trois années, Rocio, Séverin, JB, Julien, Greg, Loïc... Je tiens plus particulièrement à remercier Mayerling, pour tous les moments partagés au labo et en dehors, et les anciens qui m'ont donné toutes les ficelles du métier avant de partir : Simon, Véro, Nadia.

Je remercie bien sûr mes amis de Montpellier, de Toulouse et d'ailleurs pour leur soutien permanent : Steph, Loïc, Clem, Lolo, Nico, Ju, Jong, Cédric, Quicky, Guillaume, Blandine, Helena, Elsa... et plus particulièrement à Laure et Laeti pour leur amitié sans faille depuis toutes ces années !

Je ne saurais terminer mes remerciements sans avoir une pensée particulière pour ma seconde famille, Huguette et Brigitte. Merci pour vos encouragements et votre amour.

Enfin, j'en arrive au plus important, les personnes qui ont toujours cru en moi et qui ont toujours été là quand ça allait et quand ça n'allait pas : Papa, Maman, Tiphaine, Marie, Vincent et Marine. Merci pour tout...

# TABLE DES MATIERES

Liste des figures	ix
Liste des tableaux	xiii
<b>Introduction générale et Contexte de l'étude</b>	<b>1</b>
<i>Bibliographie</i>	5
<b>Chapitre I : Revue bibliographique</b>	<b>7</b>
1 L'acier inoxydable martensitique à durcissement structural : 15-5PH	9
1.1 Historique	9
1.2 Elaboration et composition chimique	10
1.3 Microstructure	11
1.3.1 Microstructure de l'alliage brut de trempe	11
1.3.2 Evolution de la microstructure pendant le revenu	11
1.4 Comportement mécanique	13
2 Soudage	14
2.1 Intérêt du soudage par faisceau d'électrons	14
2.2 Problématiques du soudage	14
2.3 Microstructure des zones soudées	15
2.4 Propriétés mécaniques	16
2.5 Choix du traitement de revenu post soudage du 15-5PH soudé	16
3 Vieillissement	17
3.1 Origine du vieillissement	18
3.2 Conséquences du vieillissement	20
3.2.1 Propriétés mécaniques	20
3.2.2 Microstructure de l'état vieilli	22
3.3 Paramètres influençant la décomposition spinodale	23
3.3.1 Effet de la température et du temps de maintien	23
3.3.2 Effet de la microstructure et de la composition chimique de l'alliage	24
3.3.3 Effet des contraintes	25
3.4 Méthode d'estimation de l'avancement de la décomposition spinodale	26
<i>Bibliographie</i>	29
<b>Chapitre II : Matériau et techniques expérimentales</b>	<b>33</b>
1 Présentation du matériau de base	35
1.1 Elaboration et composition de l'alliage	35
1.2 Les traitements thermiques	35
1.3 Métallurgie de l'alliage	36

1.3.1	Etat de réception	36
1.3.2	Etat revenu	38
1.4	Propriétés mécaniques	43
1.4.1	Propriétés en traction	43
1.4.2	Essais de dureté	44
2	Matériau soudé par faisceau d'électrons	46
2.1	Procédé de soudage	46
2.2	Paramètres de soudage	46
2.3	Métallurgie après soudage et traitement de revenu	47
2.3.1	Zone fondue	48
2.3.2	Zone affectée thermiquement	49
3	Techniques expérimentales	50
3.1	Techniques d'observation et d'analyse	50
3.1.1	Microscopie optique	51
3.1.2	Microscopie électronique à balayage	51
3.1.3	Microscopie électronique en transmission	52
3.1.4	Sonde atomique tomographique 3D	52
3.2	Analyse Thermique Différentielle	53
3.3	Caractérisations mécaniques	53
3.3.1	Usinage et dimension des éprouvettes de traction	53
3.3.2	Machines de traction MTS	54
3.3.3	Mouton Charpy	55
3.3.4	Essais de dureté	57
	<i>Bibliographie</i>	58
	<b>Chapitre III : Caractérisation mécanique du matériau soudé par faisceau d'électrons</b>	<b>59</b>
1	Essais de traction	61
1.1	Essais à température ambiante	61
1.1.1	Caractérisation locale	61
1.1.2	Caractérisation globale	62
1.2	Effet de la température d'essai	63
1.2.1	Matériau de base	63
1.2.2	Zone fondue	67
2	Essais de résilience	69
3	Mesures de dureté	71
	<i>Bibliographie</i>	74
	<b>Chapitre IV : Effet du vieillissement sur les propriétés mécaniques et la microstructure</b>	<b>75</b>
1	Conditions de vieillissement	78
1.1	Vieillissement thermique	78
1.2	Vieillissement thermo-mécanique	78
1.2.1	Vieillissement en flexion 4-points	78

	1.2.2	Vieillessement en traction	80
2		Evolution des propriétés mécaniques	81
	2.1	Vieillessement thermique – effet de la température	81
	2.1.1	Essais de résilience	81
		2.1.1.1 Vieillessement à 290°C	81
		2.1.1.2 Vieillessement à 350°C	82
		2.1.1.3 Vieillessement à 400°C	82
		2.1.1.4 Faciès de rupture	86
		2.1.1.5 Evolution de la température de transition ductile fragile (TTDF)	87
		2.1.1.5 Effet de la géométrie de l'éprouvette sur le vieillissement	89
	2.1.2	Essais de traction	90
	2.1.3	Durcissement	92
	2.2	Corrélations TTDF – Re <sub>0,2</sub> – Hv	95
	2.2.1	Corrélation $\Delta H_v - \Delta TTDF$	95
	2.2.2	Corrélation $\Delta H_v - \Delta Re_{0.2}$	96
	2.3	Vieillessement thermo-mécanique – effet de la contrainte	96
	2.3.1	Vieillessement en flexion 4-points	96
	2.3.2	Vieillessement en traction	101
3		Evolution de la microstructure	101
	3.1	Précipitations supplémentaires	101
	3.2	Décomposition spinodale	106
		<i>Bibliographie</i>	109
		<b>Chapitre V : Interprétation et discussion générale des résultats expérimentaux</b>	<b>111</b>
1		Aspects scientifiques	113
	1.1	Démixtion de la martensite	113
		1.1.1 Traitement thermique de régénération	114
		1.1.2 Evolution microstructurale associée au traitement de régénération	116
		1.1.3 Evolution de la décomposition spinodale au cours du temps	117
	1.2	Effet de la contrainte sur la démixtion	118
	1.2.1	Effet de la contrainte sur la décomposition spinodale et la précipitation de la phase $\alpha'$	118
	1.2.2	Rôle des dislocations	119
	1.2.3	Effet de la contrainte sur la microstructure	120
	1.2.4	Effet de la triaxialité	123
		1.2.4.1 Présentation des éprouvettes	124
		1.2.4.2 Résultats et discussion	126
	1.3	Le matériau soudé	129
2		Aspects industriels	131
	2.1	Vieillessement à 290°C	131

2.2	Vieillessement à 350°C	132
2.3	Evaluation des risques et méthode de réparation	132
3	Solutions envisageables et perspectives	134
3.1	Traitement thermique de revenu	134
3.2	Solutions matériau et/ou conception	134
3.3	Perspectives	135
	<i>Bibliographie</i>	137
	<b>Conclusion générale</b>	<b>139</b>
	<b>Annexes</b>	<b>143</b>
	Annexe I : Détermination de l'énergie d'activation de la précipitation du cuivre par la méthode de Kissinger	145
	Annexe II : Corrélations TTDF - Re0.2 - Hv après vieillissement	148

# LISTE DES FIGURES

## Introduction générale et contexte de l'étude

Figure 1 :	Evolution du Revenu-Passenger-Kilometers (kilométrage total effectué par les passagers) entre 1990 et 2020	1
Figure 2 :	Structure primaire du mât réacteur	5

## Chapitre I : Revue bibliographique

Figure 1 :	Courbe isochrone de dureté en fonction de la température de revenu ( $t=2h$ ), d'après H. R. Habibi Bajguirani	12
Figure 2 :	Lacune de miscibilité dans le diagramme d'équilibre binaire Fe-Cr	18
Figure 3 :	Schématisation de la lacune de miscibilité	19
Figure 4 :	Evolution des courbes de résilience du PH 13-8Mo après vieillissement à 400°C	21
Figure 5 :	Evolution de la dureté de la martensite, de la ferrite et du 16-4PH, en fonction du temps de vieillissement	21
Figure 6 :	Décomposition spinodale – Répartition hétérogène des atomes de chrome observée en sonde atomique	22
Figure 7 :	Précipitation de la phase $\alpha'$ – contraste sombre	22
Figure 8 :	Carbures de chrome entre les lattes de martensite (indiqués par les flèches) après un vieillissement à 350°C pendant 6 mois	23
Figure 9 :	Histogramme différentiel $P(n) - B(n)$	27

## Chapitre II : Matériau et techniques expérimentales

Figure 1 :	Traitements thermiques de mise en solution et de revenu de l'alliage 15-5PH	35
Figure 2 :	Lattes de martensite – MET	37
Figure 3 :	Carbures de niobium – MET	37
Figure 4 :	Micrographie au microscope optique de l'alliage revenu à 550°C/4h – attaque Catella	38
Figure 5 :	Précipités de cuivre – MET	39
Figure 6 :	Austénite de réversion – MET	39
Figure 7 :	Schématisation d'anciens grains austénitiques	40
Figure 8 :	Comparaison des courbes d'ATD du matériau de base (MB) dans son état de réception et dans son état revenu – $v=2.5^\circ\text{C}/\text{min}$	41
Figure 9 :	Comparaison des courbes d'ATD du matériau de base dans son état de réception pour différentes vitesses de chauffe	42
Figure 10 :	Comparaison des courbes de traction du matériau de base revenu et non traité	44
Figure 11 :	Représentation de la dispersion des valeurs de dureté suivant la loi normale	45
Figure 12 :	Schématisation des différentes étapes du procédé de soudage FE	46
Figure 13 :	Macrographie de l'alliage soudé – attaque acide fluorhydrique	47

Figure 14 :	Micrographies de la zone fondue	48
Figure 15 :	Ferrite delta - MET	49
Figure 16 :	Schématisation des microstructures de la ZAT pendant le processus de soudage	50
Figure 17 :	Méthode de découpe et dimension des éprouvettes de traction	53
Figure 18 :	Effet d'épaisseur sur les courbes de traction	54
Figure 19 :	Machine de traction MTS pour les essais à température ambiante et à froid	55
Figure 20 :	Dispositif adapté sur la MTS pour les essais à basse température	55
Figure 21 :	Mouton Charpy instrumenté de 300J	56
Figure 22 :	Géométrie des éprouvettes Charpy non standard	56

### **Chapitre III : Caractérisation mécanique du matériau soudé par faisceau d'électrons**

Figure 1 :	Courbes de traction à température ambiante	61
Figure 2 :	Faciès de rupture des éprouvettes de traction à température ambiante	62
Figure 3 :	Fractographie de l'éprouvette de traction usinée sens travers du cordon	63
Figure 4 :	Essais de traction à froid - MB	65
Figure 5 :	Essais de traction à chaud - MB	65
Figure 6 :	Faciès de rupture des éprouvettes de traction à différentes températures d'essai	66
Figure 7 :	Essais de traction à basse température - ZF	67
Figure 8 :	$\Delta\epsilon_{0.2}$ et $\Delta R_m$ en fonction de la température de l'essai	68
Figure 9 :	Courbes de résilience du MB - comparaison des géométries 6X10 et 10X10	69
Figure 10 :	Macrographies des faciès de rupture ductiles - comparaison éprouvettes 10X10 et 6X10	70
Figure 11 :	Courbes de résilience de référence - MB, ZAT, ZF (éprouvettes 6X10)	70
Figure 12 :	Faciès de rupture fragiles (micrographies de gauche) et ductiles (micrographies de droite) des trois matériaux non vieillis	72

### **Chapitre IV : Effet du vieillissement sur les propriétés mécaniques et la microstructure**

Figure 1 :	Montage de vieillissement sous contrainte des éprouvettes Charpy	79
Figure 2 :	Montage de vieillissement sous contrainte des éprouvettes de traction	80
Figure 3 :	Courbe de résilience après vieillissement à 290°C	83
Figure 4 :	Courbe de résilience après vieillissement à 350°C	84
Figure 5 :	Courbe de résilience après vieillissement à 400°C	85
Figure 6 :	Comparaison des faciès de rupture entre MB et ZF non vieillis et vieillis 5000h à 400°C	86
Figure 7 :	Comparaison des faciès de rupture du matériau de base non vieilli et vieilli 5000h à 400°C, sur le plateau ductile	87
Figure 8 :	Augmentation de la TTDF en fonction du temps de vieillissement à 350°C et 400°C	88
Figure 9 :	Courbes de résilience du MB vieilli 350°C 5000h - comparaison entre les géométries 6X10 et standards	89

Figure 10 :	Evolution de la limite d'élasticité en fonction du temps et de la température de vieillissement	90
Figure 11 :	Courbes de traction après vieillissement du MB à 290°C, 350°C et 400°C	91
Figure 12 :	Evolution de l'allongement à rupture après vieillissement à 350°C et 400°C	92
Figure 13 :	Evolution de la dureté de chaque matériau en fonction du vieillissement (t, T)	93
Figure 14 :	Evolution de la dureté – comparaison entre MB, ZAT et ZF	94
Figure 15 :	Effet de la contrainte au cours d'un vieillissement à 290°C – 5000h sur les courbes de résilience	97
Figure 16 :	Effet de la contrainte au cours d'un vieillissement à 350°C sur les courbes de résilience	98
Figure 17 :	Effet de la contrainte au cours d'un vieillissement à 400°C sur les courbes de résilience	99
Figure 18 :	Comparaison des faciès de rupture entre le matériau vieilli avec et sans contrainte – 400°C-1000h – micrographie en fond d'entaille	100
Figure 19 :	Effet de la contrainte appliquée sur la dureté	102
Figure 20 :	Micrographies et analyse des précipités interlattes riches en Chrome – MET	103
Figure 21 :	Identification des précipités riches en chrome sur le matériau vieilli 5000h à 350°C – MET	104
Figure 22 :	Micrographie des précipités de cuivre – MET	105
Figure 23 :	Micrographies du matériau non vieilli et vieilli 400°C 1000h – MEB-FEG	106
Figure 24 :	Répartition des atomes de Cr dans le matériau de base vieilli 1000h à 400°C	107
Figure 25 :	Cartographie de la phase G dans le matériau de base vieilli 1000h à 400°C	107

## **Chapitre V : Interprétation et discussion générale des résultats expérimentaux**

Figure 1 :	Rappel des courbes de résilience du matériau de base vieilli 350°C et 400°C	114
Figure 2 :	Comparaison des courbes de traction obtenues avant et après traitement thermique, pour un vieillissement de 5000h à 350°C	115
Figure 3 :	Comparaison de la répartition en Cr dans le matériau vieilli 1000h et 5000h à 400°C	107
Figure 4 :	Augmentation de la dureté entre le matériau vieilli à 400°C sans contrainte et le matériau vieilli à 400°C et 450°C sous contrainte	119
Figure 5 :	Comparaison des duretés après des vieillissements à 350°C et 400°C, entre des éprouvettes déformées et non déformées	120
Figure 6 :	Distribution de fréquence expérimentale et normale	121
Figure 7 :	Augmentation de la dureté du matériau vieilli à 400°C en fonction du paramètre V	122
Figure 8 :	Représentation du paramètre V en fonction du temps de vieillissement à 400°C	123
Figure 9 :	Eprouvettes utilisées pour les vieillissements thermomécaniques complémentaires	124
Figure 10 :	Variation du taux de triaxialité en fonction de la distance entre les deux entailles– comparaison des éprouvettes de type I et II	125

Figure 11 :	Représentation de la zone en cisaillement pur (le long de la ligne en pointillés) de l'éprouvette TV	125
Figure 12 :	Variation du taux de triaxialité le long de la ligne en pointillés	126
Figure 13 :	Evolution de la triaxialité et de la dureté en fonction de la distance entre les entailles - MB vieilli 400°C pendant 1 semaine sous 1900N - éprouvette entaillée de type II	127
Figure 14 :	Désignation des zones pour les essais de dureté	128
<b>Annexes</b>		
Figure 1 :	Détermination de l'énergie d'activation de la précipitation du cuivre par la méthode de Kissinger	146
Figure 2 :	Corrélations entre $\Delta H_v$ et $\Delta T_{TDF}$ à 350°C (courbes de gauche) et 400°C (courbes de droite)	148
Figure 3 :	Corrélation entre $\Delta H_v$ et $\Delta Re_{0.2}$ pour le MB vieilli à 350°C et 400°C	149

# LISTE DES TABLEAUX

## Chapitre I : Revue bibliographique

Tableau 1 :	Norme ASNA 6116 - Airbus	17
-------------	--------------------------	----

## Chapitre II : Matériau et techniques expérimentales

Tableau 1 :	Composition chimique de l'alliage 15-5PH (en % massique)	35
Tableau 2 :	Comparaison des caractéristiques mécaniques en traction de l'acier avant et après traitement de revenu	44
Tableau 3 :	Dureté moyenne du matériau non traité et du matériau revenu	45
Tableau 4 :	Paramètres de soudage pour une tôle de 14mm	46
Tableau 5 :	Désignation des attaques	51

## Chapitre III : Caractérisation mécanique du matériau soudé par faisceau d'électrons

Tableau 1 :	Propriétés mécaniques à 20°C des trois zones du matériau soudé	62
Tableau 2 :	Récapitulatif des propriétés mécaniques en fonction de la température - MB	63
Tableau 3 :	Propriétés mécaniques à basse température - ZF	67
Tableau 4 :	Valeurs des températures de transition ductile fragile	71
Tableau 5 :	Valeurs de dureté des trois zones	71

## Chapitre IV : Effet du vieillissement sur les propriétés mécaniques et la microstructure

Tableau 1 :	Récapitulatif des conditions de vieillissement des éprouvettes de traction et de résilience	78
Tableau 2 :	Valeur de la TTDF après vieillissement à 290°C, 350°C et 400°C	88
Tableau 3 :	Dureté (Hv30) après vieillissement à 290°C	94

## Chapitre V : Interprétation et discussion générale des résultats expérimentaux

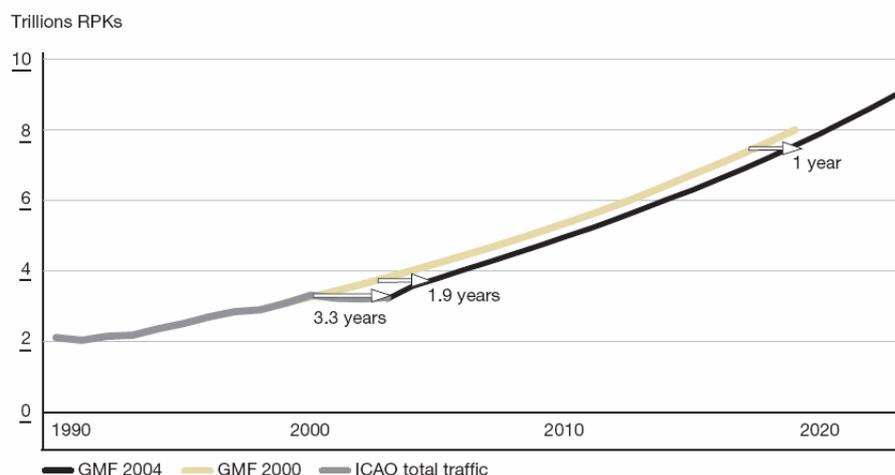
Tableau 1 :	Résultats des essais de traction, résilience et dureté à température ambiante - Rôle du traitement thermique	115
Tableau 2 :	Valeurs du paramètre V en fonction des différents états de vieillissement	122
Tableau 3 :	Essais de dureté dans les zones 1, 2 et 3 - vieillissement à 400°C, 500h sous 1900N	128
Tableau 4 :	Propriétés en traction du matériau de base vieilli à 290°C et valeurs minimales exigées par la norme ASNA 6116	131
Tableau 5 :	Propriétés en traction du matériau de base après vieilli à 350°C pendant 1000h et valeurs minimales exigées par la norme ASNA 6116	132



## INTRODUCTION GENERALE

### CONTEXTE DE L'ETUDE

L'industrie aéronautique est constamment à la recherche de nouvelles technologies qui doivent s'inscrire dans un cadre de plus en plus contraint par les objectifs souvent contradictoires de performance, de sécurité et de respect de l'environnement. Cette démarche d'innovation est nécessaire pour satisfaire les exigences croissantes dont est l'objet le transport aérien à l'heure actuelle. Par exemple, le mode de transport aérien a connu un essor important au cours de ces vingt dernières années en raison de la mobilité des personnes de plus en forte. La Figure 1 présente le nombre total de kilomètres effectués par les passagers depuis 1990 jusqu'en 2020. Les courbes notées « GMF » 2000 et 2004 correspondent aux estimations effectuées respectivement en 2000 et 2004, la courbe « ICAO » représentant le nombre total de kilomètres effectués avant 2004.



**Figure 1 : Evolution du Revenu-Passenger-Kilometers (kilométrage total effectué par les passagers) entre 1990 et 2020**

Dans le but de réduire les coûts de production et de transport, de nouvelles gammes d'avions voient le jour. Les modes de fabrication et les matériaux utilisés évoluent afin de diminuer la masse des avions et donc la consommation en carburant ce qui permet d'augmenter les rayons d'action des vol. Les deux géants de l'industrie aérospatiale, Airbus côté européen et Boeing côté américain, se livrent une bataille sans relâche dans cette course à la performance.

Lors de la conception et de la fabrication d'un avion, certaines pièces sont classées comme faisant partie de la structure primaire de l'appareil. Elles sont indispensables au bon fonctionnement et doivent être soumises à des contrôles plus sévères pour des raisons de sûreté. Les mâts réacteurs font partie de cette classe et doivent être régulièrement contrôlés afin d'écartier tout risque de rupture brutale et de perte de réacteurs pendant le vol. Le cahier des charges de ces pièces est donc très sévère afin de se rapprocher au maximum du risque zéro.

Le longeron inférieur ainsi que les attaches moteur représentent les parties maîtresses du mât réacteur. Ces pièces sont actuellement fabriquées en acier inoxydable martensitique à durcissement structural (15-5PH), ou en alliages de titane ainsi qu'en superalliages pour les parties les plus chaudes du mât, à partir d'ébauches matricées et forgées, qui après usinage sont assemblées par boulonnage. La figure 1 présente un mât réacteur, ainsi que les différentes pièces élémentaires qui le constituent.

Pour des raisons économiques, un nouveau mode de fabrication de ces pièces élémentaires serait envisagé. Il consisterait à les reconstituer par soudage par faisceau d'électrons de plats laminés épais. Une étude a déjà été réalisée au sein d'Airbus, concernant la soudabilité du matériau et le dimensionnement des pièces soudées [1].

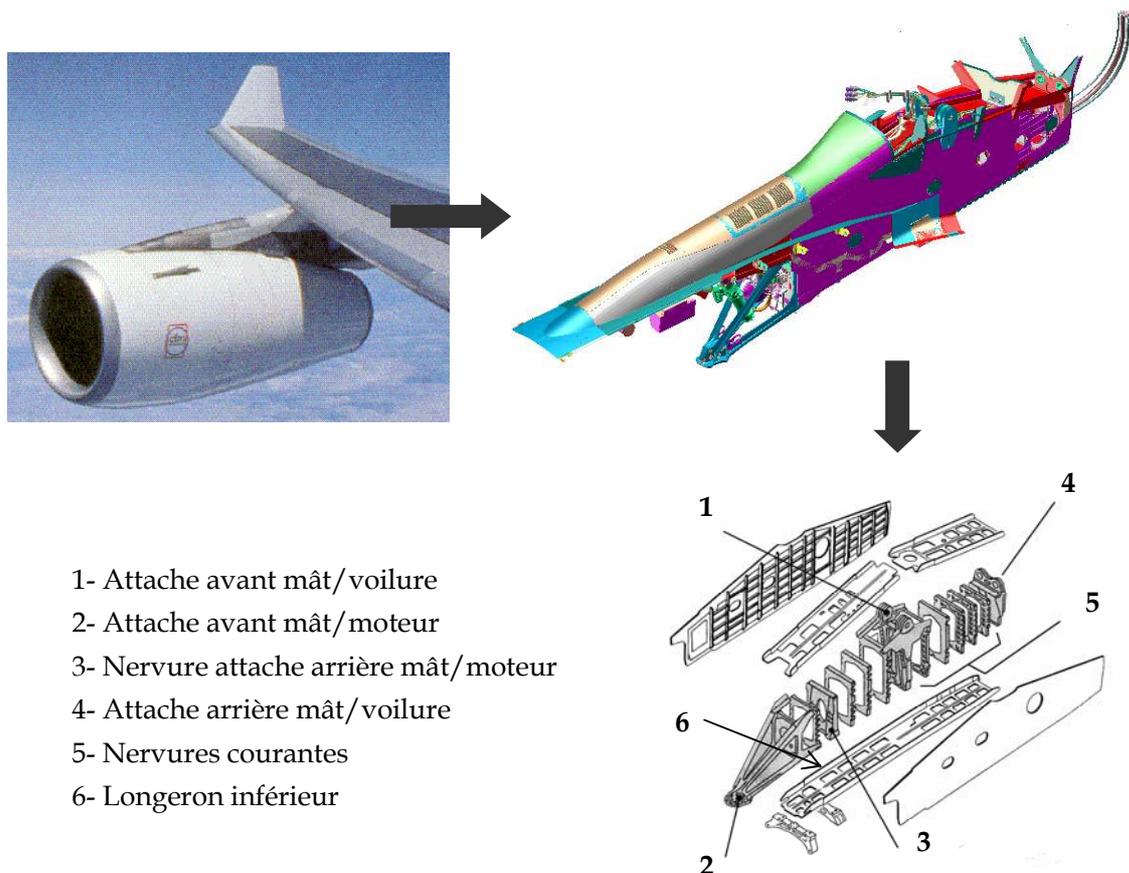


Figure 2 : Structure primaire du mât réacteur

La problématique de conception et de fabrication d'un mât réacteur réside en particulier dans sa large gamme de températures de fonctionnement. En effet, les pièces peuvent être soumises à de très basses températures quand l'avion est immobilisé dans des conditions météorologiques hivernales extrêmes ainsi qu'à des températures intermédiaires pendant le fonctionnement des réacteurs. Ces températures, de l'ordre de 290°C pendant les phases de décollage, peuvent atteindre 350°C, en condition accidentelle, pour la nouvelle génération de motorisation. Un maintien prolongé à ces températures peut conduire à une évolution de la microstructure de l'acier inoxydable entraînant par la même une modification de ses propriétés mécaniques. Ces évolutions n'étant pas prises en compte dans le dimensionnement de la structure, il convient d'une part d'établir dans quelles conditions exactes elles peuvent se produire et d'autre part d'évaluer les conséquences sur la tenue en service des pièces.

La fragilisation liée au vieillissement des aciers inoxydables martensitiques a déjà fait l'objet de nombreuses études pour des applications aérospatiales ou nucléaire [2], [3], [4], [5]. Changer le mode de fabrication des pièces de structure pose en plus la question du comportement des zones soudées.

Notre étude est axée sur le suivi des propriétés mécaniques et des modifications microstructurales de l'acier 15-5PH soudé par faisceau d'électrons. Des travaux de recherche sur l'évolution des propriétés mécaniques (ténacité, résilience et traction) au cours de vieillissements à 290°C ont déjà été initiés au Centre Commun de Recherche (CCR) de EADS à Suresnes [6]. Cette étude sera complétée par une caractérisation des zones soudées après des vieillissements à cette température de 290°C ainsi qu'à 350°C et 400°C, pour des temps de maintien s'échelonnant entre 15h et 5 000h. Des vieillissements de très longue durée (10 000h) sont actuellement en cours de réalisation et seront exploités ultérieurement. Les changements microstructuraux associés au vieillissement à ces températures seront aussi présentés ainsi qu'une caractérisation mécanique détaillée de l'acier soudé et vieilli. Des essais de vieillissement sous contrainte ont aussi été entrepris dans le but de mettre en évidence un éventuel effet de ce paramètre et comprendre les phénomènes physiques alors mis en jeu.

Les résultats obtenus au cours de cette étude permettront de justifier en partie la possibilité d'utilisation du 15-5PH soudé par faisceau d'électrons comme matériau dans la fabrication du longeron inférieur et de l'attache avant moteur des mâts réacteurs.

Le matériau utilisé a été spécialement fabriqué pour cette étude sous forme de tôle épaisse de 4000x5000x15mm<sup>3</sup>, en respectant les mêmes spécifications que les pièces matricées et forgées (composition chimique, méthode d'élaboration des lingots, propriétés mécaniques).

Le présent document est organisé en cinq chapitres. Le premier dresse l'état de l'art des connaissances du 15-5PH dans ses conditions de mise en service ainsi qu'au cours de sa gamme de fabrication, allant de l'élaboration au soudage. Ce chapitre est indispensable pour la compréhension de l'évolution de la métallurgie et des propriétés mécaniques au cours du vieillissement. Nous présenterons les origines du phénomène de vieillissement ainsi que les paramètres qui contrôlent sa cinétique et les différents mécanismes possibles.

La composition chimique de l'alliage de base ainsi que la technique de soudage sont présentées dans le chapitre II. Les différentes techniques expérimentales utilisées au cours de cette étude y sont aussi exposées, ainsi qu'un bref rappel du fonctionnement de chacune.

Les deux chapitres suivants sont dédiés à la présentation des résultats expérimentaux. Le chapitre III présente la microstructure et les propriétés mécaniques en traction et résilience du matériau de base et du matériau soudé par faisceau d'électrons. Le chapitre IV présente, quant à lui, l'évolution des propriétés mécaniques et de la microstructure après vieillissement du matériau à 290°C, 350°C et 400°C.

Enfin, le chapitre V, consacré à la discussion, amène des éléments de réponse supplémentaires, grâce à des essais complémentaires originaux, permettant d'interpréter les résultats obtenus et de comprendre les phénomènes physiques.

Les principales conclusions de cette étude, quant à l'utilisation de l'acier soudé pour la fabrication de la structure primaire du mât réacteur, ainsi que les perspectives sont exposées dans la dernière partie.

## Bibliographie

- [1] J. Fouilhoux (2000). "Approche de Dimensionnement d'un Longeron A330 en 15-5PH Soudé par Faisceau d'Electrons". Rapport interne n°581.0289/00, Aérospatial Matra, Toulouse.
- [2] J. M. Cloué (1998). "Justification de la Tenue en Service en Milieu Primaire REP d'un Acier Martensitique à Durcissement Structural". Thèse de Doctorat en Sciences et Génie des Matériaux. Centre des Matériaux, Ecole des Mines de Paris.
- [3] Y. Meyzaud and R. Cozar, *Ferritic Alloys for Use in Nuclear Energy Technologies*, Snowbird, Utah, USA, 1983.
- [4] M. K. Miller, J. Bentley, S.S. Brenner and J.A. Spitznagel, *Journal of Physics* **C9-45**, 1984, pp 385-390.
- [5] M. Vrinat, R. Cozar and Y. Meyzaud, *Scripta Materialia*, **20**, 1986, pp 1101-1106.
- [6] J. Bonnin (2002). "DTP Mât Deuxième Génération Acier 15-5PH Soudé par Faisceau d'Electrons : Données Complémentaires sur la Résilience et la Ténacité après Vieillissement". Rapport interne n°2001-64980/05-DCR/MP, EADS - CCR, Suresnes.



# CHAPITRE I

## REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

### *Sommaire*

---

- 1 L'acier inoxydable martensitique à durcissement structural : 15-5PH
  - 1.1 Historique
  - 1.2 Elaboration et composition chimique
  - 1.3 Microstructure
  - 1.4 Comportement mécanique
  
- 2 Soudage
  - 2.1 Intérêt du soudage par faisceau d'électrons
  - 2.2 Problématiques du soudage
  - 2.3 Microstructure des zones soudées
  - 2.4 Propriétés mécaniques
  - 2.5 Choix du traitement de revenu post soudage du 15-5PH soudé
  
- 3 Vieillissement
  - 3.1 Origine du vieillissement
  - 3.2 Conséquences du vieillissement
  - 3.3 Paramètres influençant la décomposition spinodale
  - 3.4 Méthode d'estimation de l'avancement de la décomposition spinodale

### Bibliographie

---



# 1 L'acier inoxydable martensitique à durcissement structural : 15-5PH

## 1.1 Historique

Historiquement, l'acier X5CrNiCu15-5 (15-5PH) est issu d'une longue évolution et amélioration des nuances plus riches en carbone et en chrome telles que le X15CrNi17-03 visant à obtenir le meilleur compromis entre résistance mécanique, ductilité et résistance à la corrosion.

Les premiers aciers inoxydables martensitiques étaient à transformation martensitique directe. Initialement l'acier X15CrNi17-03 présentait une résistance mécanique élevée (de l'ordre de 1400MPa) obtenue grâce à la forte teneur en carbone, conférant un durcissement de solution solide important. La formation simultanée des carbures de chrome et de la ferrite  $\delta$  fragilisait le matériau et dégradait sa résistance à la corrosion en diminuant localement la teneur en chrome en solution solide et en créant des sites préférentiels de corrosion localisée. Afin de limiter la présence de ces deux phases, les teneurs en carbone et en nickel ont été respectivement diminuées et augmentées dans le but d'améliorer la ductilité et d'abaisser la résistance mécanique. Cette évolution donna naissance à la nuance X8CrNiMo16-4.

Afin de retrouver des valeurs acceptables de résistance mécanique, le durcissement est apporté maintenant non plus par le carbone en solution solide mais par la précipitation de particules durcissantes dans une martensite adoucie. Les aciers inoxydables à durcissement structural ont été développés dans les années 40 par la société Armco Steel Cooperation sous la dénomination PH pour « Precipitation Hardening ». L'acier X6CrNiCu17-04 (17-4PH) constitue la première génération des aciers inoxydables. Le durcissement par précipitation de particules riches en cuivre permet d'atteindre des résistances de l'ordre de 1400MPa mais la teneur en ferrite est encore importante et les résiliences faibles. En augmentant légèrement la teneur en nickel, de manière à éliminer la ferrite  $\delta$ , et en diminuant la teneur en cuivre, pour limiter la précipitation, la nuance X5CrNiCu15-5 (15-5PH) apporte un meilleur compromis entre résistance et ductilité.

Les différentes nuances d'acier énoncées précédemment sont élaborées sous air. Afin d'éliminer totalement les carbures et la ferrite, les techniques d'élaboration ont évolué pour donner naissance aux nuances d'aciers Maraging ou d'aciers à durcissement structural élaborés sous vide par les techniques VIM et VAR. Ces techniques d'élaboration ont permis de réduire la teneur en chrome jusqu'à 13% tout en conservant une tenue à la corrosion équivalente ou même supérieure à celle des nuances précédentes.

Les aciers inoxydables à durcissement structural ont initialement été mis au point pour des applications industrielles dans le domaine aéronautique et nucléaire exigeant une très bonne résistance à la corrosion ainsi qu'une bonne ténacité.

## 1.2 Elaboration et composition chimique

L'élaboration d'un acier inoxydable à durcissement structural conditionne en partie sa microstructure, ses propriétés mécaniques et son comportement en service. Il existe principalement deux techniques d'élaboration, sous vide par les techniques VIM et VAR et sous air par les techniques AOD et ESR, comme dans le cas du 15-5PH. Les techniques sous vide, plus coûteuses ont été mises au point afin de réduire la contamination inclusionnaire et dans le but d'inclure, dans la composition chimique, des éléments d'alliage ayant une forte affinité avec l'oxygène, tels que l'aluminium et le titane. Les techniques sous air sont utilisées pour des raisons économiques.

Les aciers inoxydables martensitiques pauvres en carbone forment une martensite douce et doivent donc être durcis par la précipitation de composés intermétalliques. Dans le cas du PH 13-8Mo, élaboré sous vide, la phase durcissante est le précipité NiAl. Le 15-5PH ainsi que le 17-4PH sont durcis par précipitation du cuivre. Dans le cas d'une élaboration à l'air, du niobium peut être ajouté afin de limiter la formation de carbures de chrome qui appauvrissent la matrice en chrome et diminuent donc sa résistance à la corrosion. Le carbone, présent en faible quantité, est piégé par le niobium qui est plus carburigène que le chrome. V. Kuzucu et al. [1] ont étudié l'effet du niobium sur la microstructure d'un acier inoxydable ferritique et ont remarqué que la fraction volumique de carbures de chrome diminue (ainsi que la dureté du matériau) lorsque le pourcentage en niobium augmente. Les carbures de niobium ne semblent pas avoir d'effet sur la dureté du matériau, contrairement aux carbures de chrome. Cette observation a aussi été faite par J. E. Ramirez et al. [2] pour un acier à haute résistance.

La présence de nickel dans ces aciers permet d'abaisser la température de transformation  $\gamma \rightarrow \alpha$  et d'augmenter la taille du domaine austénitique. Concernant les aciers martensitiques, il est nécessaire que l'austénite soit entièrement transformée en martensite à la température ambiante. Les températures de début et de fin de transformation martensitique ( $M_s$  et  $M_f$ ) dépendent de la nature et de la teneur en éléments d'alliage. La connaissance précise de ces températures est importante. Pour déterminer  $M_s$ , il existe de nombreuses relations empiriques. H. R. Habibi Bajguirani a répertorié ces relations [3]. Si l'on prend celle proposée par Steven et Haynes, nous pouvons remarquer que la majorité des éléments d'alliage, qu'ils soient alphagènes ou gammagènes, abaissent la température  $M_s$ . Le carbone exerce l'effet le plus marqué.

$$M_s (\text{°C}) = 561 - 474(\%C) - 17(\%Cr) - 17(\%Ni) - 33(\%Mn) - 21(\%Mo) + 10(\%Co) - 7,5(\%Si)$$

La température  $M_s$  dépend aussi de la vitesse de trempe, qui suit le traitement thermique de mise en solution, de la présence d'inclusions ou de défauts dans le cristal mais aussi de la taille des grains et des transformations microstructurales [4]. La température  $M_s$  reste constante tant que la vitesse de refroidissement est suffisamment grande pour éviter la précipitation des carbures. Comme le montrent les formules empiriques, le carbone a une grande influence sur la température  $M_s$ . Lors de la précipitation des carbures, la matrice est appauvrie en carbone et la température  $M_s$  diminue.

## 1.3 Microstructure

### 1.3.1 Microstructure de l'alliage brut de trempe

Après trempe, la martensite présente des carbures de niobium (NbC) globulaires de taille moyenne 40nm, mais pouvant atteindre 200nm. Ils ont une structure cubique à faces centrées et contiennent soit 87%at de Nb pour les carbures de type 1, soit 53%at de Nb pour les carbures de type 2. Les carbures de type 1 sont les plus couramment observés et ont été mis en évidence par H. R. Habibi Bajguirani [5], dans le 15-5PH. Ces carbures ne contribuent pas au durcissement du matériau.

De la ferrite  $\delta$  peut aussi être observée dans la structure après trempe. Hochanadel et al. [6] ainsi que Cieslak et al. [7] ont mis en évidence cette phase dans le cas de pièces brutes de solidification en PH13-8 Mo. Les analyses EDX ont montré que cette phase est enrichie en Cr et appauvrie en Ni, par rapport à la matrice martensitique. Les mêmes observations ont été faites plus récemment par Murayama et al. [8] sur le 17-4PH. Le 15-5PH ne présente pas cette phase du fait de sa teneur plus élevée en nickel.

Suivant la température de fin de transformation martensitique, de l'austénite résiduelle peut être présente dans la microstructure. Cette austénite provient d'une non transformation de l'austénite en martensite. Cette phase n'a pas été observée dans le 15-5PH. Elle peut par contre être présente dans les aciers ayant une température  $M_s$  basse, comme le PH 13-8Mo. Pour éviter cette phase, un passage cryogénique doit être effectué avant le traitement de revenu pour amener le matériau en dessous de la température  $M_s$ .

### 1.3.2 Evolution de la microstructure pendant le revenu

Après le traitement de mise en solution et la trempe, conduisant à une solution solide sursaturée, un traitement de revenu doit être effectué afin de précipiter la phase durcissante. La martensite en lattes formée après trempe est douce du fait de la faible teneur en carbone, d'où la nécessité de durcir le matériau par une précipitation secondaire. Le traitement de revenu a plusieurs objectifs, différemment sensibles à la vitesse de montée en température, la température de revenu ainsi qu'au temps de maintien à cette température. Le choix du traitement est très important et problématique.

Le rôle essentiel du revenu est de conduire à la précipitation de la phase durcissante mais aussi d'adoucir le matériau en éliminant en partie les dislocations générées par la trempe. Cette étape dépend de la vitesse de montée en température lors du traitement thermique. La difficulté pour les aciers inoxydables martensitiques est de chauffer le matériau suffisamment lentement pour réduire le niveau des contraintes résiduelles avant la précipitation de la phase durcissante, qui ferait obstacle au déplacement des dislocations et ralentirait considérablement le détensionnement.

Dans le cas du 15-5PH et du 17-4PH, la phase durcissante est constituée de fins précipités de cuivre. Ces précipités, observés au microscope électronique en transmission par H. R. Habibi Bajguirani [5], [9] apparaissent à 450°C, d'abord sous forme d'amas cohérents, de structure cubique centrée, de tailles comprises entre 2 et 30nm. Ils sont sphériques et composés à 95%at de

cuivre. Lorsque la température dépasse 500°C, ces précipités deviennent incohérents avec la matrice et contiennent alors 84%at de cuivre et 12%at de silicium. Les essais de dureté réalisés pour différentes températures de revenu (Figure 1) montrent que ce sont les premiers précipités qui sont responsables du durcissement de la matrice.

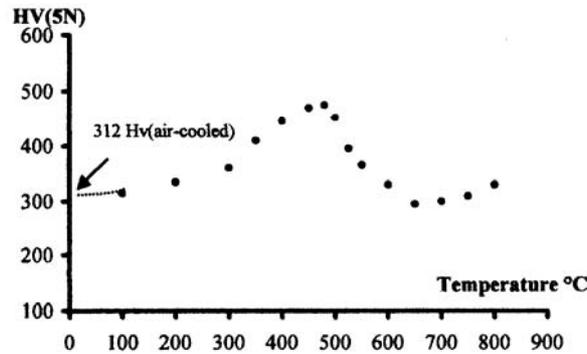


Figure 1 : Courbe isochrone de dureté en fonction de la température de revenu ( $t = 2h$ ), d'après H. R. Habibi Bajguirani [5]

L'adoucissement observé après le pic de précipitation a aussi été mis en évidence par J.Wang et al. [10] dans le cas du 17-4PH. Les auteurs expliquent cette diminution de la dureté par la perte de cohérence des précipités et leur grossissement lorsque la température de revenu augmente. Les essais de dureté réalisés par C. N. Hsiao [11] sur le 17-4PH présentent le même pic de durcissement pour une température de revenu de 480°C. Cependant, l'auteur n'a pas observé d'adoucissement de la martensite car les précipités formés à cette température sont cohérents avec la matrice.

La légère augmentation de dureté observée à la Figure 1, à partir de 650°C, est interprétée par H. R. Habibi Bajguirani comme la conséquence d'une deuxième séquence de précipitation du cuivre. Cette précipitation supplémentaire n'a pas été mise en évidence dans les autres études et reste donc à confirmer.

Théoriquement, si le traitement de revenu se fait à une température supérieure à la température de formation de l'austénite au cours du chauffage,  $A_{c1}$ , la matrice martensitique se transforme partiellement en austénite. Cette transformation progressive est contrôlée par la diffusion, elle dépend donc de la température et de la composition de l'alliage. L'austénite ainsi formée est appelée austénite de réversion par opposition à l'austénite résiduelle qui provient d'une transformation seulement partielle de l'austénite en martensite lors du refroidissement.

L'austénite de réversion est une phase stable à température ambiante et est enrichie en éléments d'addition tels que le nickel, le cuivre et le molybdène [12]. Cette abondance en éléments d'addition la distingue de l'austénite résiduelle.

Hsiao et al. [11] ont montré que l'austénite de réversion peut se former à des températures inférieures à  $A_{c1}$ , autour des précipités de cuivre qui sont des sites favorables à la germination hétérogène. En effet, dans ces régions enrichies en cuivre, la température  $A_{c1}$ , qui dépend de la composition, est localement plus basse. La transformation inverse s'effectue donc à plus basse température. Viswanathan et al. [12] ont observé les mêmes résultats pour les aciers Maraging.

Les lattes de martensite sont appauvries en cuivre suite à la formation des précipités et les joints de lattes, enrichis en cuivre, servent de site de germination à l'austénite de réversion, dès 546°C.

Les températures de début et de fin de transformation de l'austénite au cours du chauffage,  $A_{c1}$  et  $A_{c3}$ , dépendent de la composition de l'acier mais aussi de la vitesse de chauffe. Plus la température de revenu est supérieure à  $A_{c1}$ , plus la quantité d'austénite de réversion sera grande mais ceci au détriment de sa stabilité. La stabilité de l'austénite de réversion peut être évaluée en considérant sa teneur en éléments d'alliage. Dans le cas des traitements à hautes températures, la teneur en Ni est moins importante que dans le cas des plus faibles températures. L'austénite de réversion peut se retransformer en martensite [13].

Une fois que la réaction de réversion a progressé de façon suffisamment importante, la structure de l'austénite formée a une apparence lamellaire. Elle apparaît sous la forme de rubans allongés le long des joints de lattes de martensite [14] ou au niveau des anciens joints de grains austénitiques. Sa fraction volumique augmente avec la température de revenu. D'après les résultats obtenus sur le 14-5PH, ayant une teneur en nickel proche du 15-5PH, la fraction en austénite de réversion est de 3.7% pour un revenu à 570°C / 4h [15].

Malgré la présence de niobium dans la composition de ces alliages, des carbures de chrome  $Cr_7C_3$  et  $Cr_{23}C_6$  peuvent aussi se former. Ils sont riches en chrome et dépourvus de fer et de nickel. H. R. Habibi Bajguirani [5] a observé des carbures de chrome du type  $Cr_{23}C_6$  dans le 15-5PH après un revenu à 500°C pendant 128h. Hochanadel et al. [6], [14], ont aussi observé ces carbures dans le PH13-8 Mo revenu à 620°C.

## 1.4 Comportement mécanique

D'après les travaux de P. W. Hochanadel et al. [6], les carbures de niobium et de chrome présents dans la martensite avant le revenu, ne sont pas responsables de l'augmentation de dureté et n'affectent pas les propriétés mécaniques du matériau. Ces carbures présents en petite quantité et incohérents avec la matrice sont trop dispersés pour constituer des obstacles efficaces au mouvement des dislocations. De plus, ils adoucissent indirectement la martensite fraîche en réduisant la quantité de carbone libre dans la matrice. Cependant, les études réalisées par L. Schäfer [16] contredisent ces conclusions. En effet, les résultats obtenus montrent que les carbures de chrome sont directement responsables de la diminution des propriétés mécaniques telles que la ductilité et l'énergie de rupture par choc.

En comparant le comportement mécanique de l'acier trempé et de l'acier revenu, H. R. Habibi Bajguirani [5] a mis en évidence le rôle des précipités de cuivre et de l'austénite de réversion dans le 15-5PH. Il a observé un maximum dans les valeurs de la limite d'élasticité et de résistance à la traction pour un revenu de 2h à 500°C. Ce maximum correspond au premier pic de dureté observé à la Figure 1 lié à la formation des précipités cohérents de cuivre. Au delà de cette température, la résistance du matériau diminue et la ductilité augmente à cause des changements de morphologie des précipités de cuivre. Pour des revenus à 600°C, la chute de la résistance est plus brutale en relation avec la formation d'austénite de réversion.

P. H. S. Cardoso [17] a quant à lui montré l'influence de la ferrite  $\delta$  sur les propriétés mécaniques pour différentes teneurs en ferrite  $\delta$ . Cette phase ductile a un effet néfaste sur les propriétés

mécaniques lorsqu'elle est présente en trop grande quantité. Le 15-5PH ne contenant pas de ferrite delta, il a de meilleures propriétés que le 17-4PH [18].

Les propriétés mécaniques en traction des aciers inoxydables martensitiques et ferritiques, de par leur structure cubique centrée, dépendent fortement de la température et des vitesses de déformation. La limite d'élasticité diminue lorsque la température d'essai augmente et, inversement, elle augmente lorsque la vitesse de déformation augmente.

*Synthèse :*

Au cours du revenu, la phase durcissante constituée de particules de cuivre dans le cas du 15-5PH, précipite vers 450°C et entraîne une augmentation des propriétés mécaniques en traction. Lorsque la température de revenu augmente, l'austénite de réversion se forme et adoucit le matériau qui gagne en ductilité et en résilience. En résumé, la microstructure du 15-5PH revenu est composée de lattes de martensite, de précipités de cuivre, d'austénite de réversion (située entre les lattes de martensite ou aux anciens joints de grains austénitiques) ainsi que de carbures de niobium et de chrome.

La problématique du traitement de revenu est de choisir une température et un temps de maintien appropriés afin d'obtenir le meilleur compromis entre résistance et résilience, respectivement contrôlées par les précipités de cuivre et l'austénite de réversion.

## 2 Soudage

### 2.1 Intérêt du soudage par faisceau d'électrons

Il existe différentes techniques de soudage des aciers inoxydables. Certaines techniques nécessitent un métal d'apport, d'autres ont recours à la fusion de l'alliage pour assembler les interfaces au moment de la solidification, comme les soudages par faisceaux laser ou faisceau d'électrons. Les avantages du soudage par faisceau d'électrons sont sa forte densité énergétique qui permet d'assembler des pièces épaisses ainsi que sa rapidité. Les vitesses de passage du faisceau étant élevées, la largeur de la zone affectée thermiquement est plus étroite que dans le cas des soudures laser. Un autre avantage provient du fait que cette technique est mise en œuvre sous vide. Les risques de contamination aux interfaces sont ainsi réduits et la préparation du matériau est moins laborieuse que dans le cas des autres techniques de soudage.

### 2.2 Problématiques du soudage

Les aciers inoxydables qui solidifient dans le domaine austénitique après soudage sont sensibles à la fissuration à chaud. Ce phénomène est lié à la forte ségrégation d'éléments fragilisants (P, S,

Si, Nb...) aux joints de grains. Il se forme alors des phases à bas points de fusion qui peuvent être néfastes pour les propriétés mécaniques à chaud du matériau.

Pour éviter cette fissuration, la solidification doit se faire dans le domaine ferritique. En effet, les éléments fragilisants étant très solubles dans la ferrite ils ne ségrègent pas et la fissuration est évitée. Pour cette raison, la présence de ferrite delta dans le cordon est nécessaire afin d'éviter la fissuration à chaud [19].

Dans le cas du soudage des aciers inoxydables martensitiques, la formation de martensite après soudage, crée des contraintes internes pouvant provoquer la fissuration du cordon de soudure au cours du refroidissement. Afin d'éviter ce phénomène, la teneur en carbone doit être la plus faible possible pour éviter une trop grande distorsion du réseau lors de la transformation martensitique. Dans le cas de l'utilisation d'un métal d'apport, il faut que celui-ci soit ductile (donc austénitique ou austéno-ferritique) pour représenter une réserve élastique et relaxer une partie des contraintes internes par déformation plastique. Une autre solution consiste à réduire la vitesse de montée en température lors du traitement de revenu après soudage, pour relaxer ces contraintes internes [20].

### 2.3 Microstructure des zones soudées

Suite au soudage, deux zones peuvent être distinguées : une première zone entièrement fondue pendant le soudage (ZF), et une zone dite affectée thermiquement (ZAT), de part et d'autre du cordon. Le soudage par faisceau d'électrons étant extrêmement rapide et localisé, la ZAT s'étend sur une petite distance [21]. Elle subit de fortes variations de température et des changements microstructuraux à l'état solide. Son étendue dépend de l'épaisseur de la pièce à souder, donc de l'intensité du faisceau. Le métal, évacuant la chaleur de la zone de fusion en un temps très court, la structure de la zone fondue est dendritique de type colonnaire et présente en son sein de la ferrite delta. Cette phase a été observée par de nombreux auteurs suite au soudage FE ou laser d'aciers inoxydables martensitiques [22], [19], [23].

J. M. Wright et al. [24] ont observé, après attaque chimique sur le matériau soudé, la présence de bandes noires, de part et d'autre de la zone fondue qui correspondraient à la délimitation des zones affectées thermiquement. Cette différence de contraste est expliquée par une formation plus importante d'austénite de réversion dans cette zone. Cette zone affectée est très difficile à analyser du fait qu'elle est exposée à un fort gradient de températures comprises entre la température de fusion et la température de début de transformation de la martensite en austénite (Ac1). Les changements microstructuraux étant différents selon la température, un gradient de microstructure est observé aussi dans cette zone, entre la zone fondue et le matériau non affecté. Dans la région proche du cordon de soudure, les températures dépassent la température de fin de transformation austénitique (Ac3) et les grains austénitiques grossissent. Lorsque l'on s'éloigne du cordon, les températures atteintes pendant le soudage sont comprises entre Ac1 et Ac3 et l'austénitisation partielle peut conduire à un affinement du grain. Cette zone est le début de la zone affectée thermiquement. Ce gradient de microstructure, dû à l'histoire thermique et aux vitesses de refroidissement différentes pendant le soudage, a été étudié par J. M. Wright et al. [24].

## 2.4 Propriétés mécaniques

D'après les travaux effectués par J. A. Brooks et al. [23] sur trois aciers inoxydables (le Custom 450, le PH 13-8Mo et le 15-5PH), la limite d'élasticité du matériau soudé est supérieure à celle du matériau non soudé. En ce qui concerne le comportement en résilience, les énergies de rupture du matériau soudé sont plus faibles que celles du matériau de base.

Concernant les essais de dureté, la zone fondue est plus dure que le reste du matériau, dans l'état brut de soudage ou après traitement thermique de revenu [19], [22]. La différence de taille de grains, expliquerait cet écart de dureté. Les essais de dureté effectués par J. M. Wright et al. [24] dans la zone affectée thermiquement montrent une forte variation dépendant de la distance au cordon. Ces résultats confirment bien l'important gradient de microstructure dans cette zone. Après traitement de revenu, les variations de dureté de la ZAT s'atténuent. Les résultats obtenus par K. Ozbaysal et al. [19] montrent que le mécanisme de durcissement pendant le traitement de revenu est le même dans le matériau soudé et le matériau de base.

### Synthèse :

Après soudage, le matériau peut être divisé en trois zones distinctes du fait de leur histoire thermique, de leur microstructure et de leurs propriétés mécaniques. La zone fondue a une structure dendritique orientée dans le sens de l'évacuation de la chaleur et présente de la ferrite delta. La zone affectée thermiquement est soumise à une large gamme de température pendant le procédé ce qui conduit à un gradient de microstructure entre ses deux extrémités. La ZAT est donc très complexe à étudier.

Pour pouvoir comprendre les changements microstructuraux dans cette zone et ainsi expliquer son comportement mécanique, il est nécessaire de connaître l'histoire thermique précise du matériau au cours du soudage. L'instrumentation d'une tôle soudée avec des thermocouples au cours du soudage étant difficile à mettre en œuvre et les résultats étant difficiles à interpréter, cette opération n'est pas décrite dans la bibliographie.

## 2.5 Choix du traitement de revenu post soudage du 15-5PH soudé

Le choix du traitement de revenu tient compte des spécifications industrielles. Afin d'obtenir le meilleur compromis entre résistance et ténacité, il est judicieux de ne pas atteindre des niveaux de résistance trop élevés afin de bénéficier d'une température de transition ductile fragile initiale suffisamment basse et d'assurer de rester dans la spécification si celle-ci augmente au cours du vieillissement en service. Les propriétés mécaniques en traction, compression, fatigue, résilience et ténacité du matériau soudé doivent respecter certaines exigences correspondant, dans notre cas, à la norme ASNA 6116, établie par Airbus et résumée dans le Tableau 1.

Essais mécaniques	Propriétés	Exigences
Traction - compression	Rm (MPa) R0.2 (MPa) R0.2 <sub>Compression</sub> (MPa) A% (Zone Fondue ZF) A% (Matériau de Base MB)	$\geq 1070$ et $\leq 1200$ $\geq 1000$ $\geq 1045$ $\geq 7$ $\geq 11$
Energie de rupture	Kv (J) à -30°C pour MB Kv (J) à 20°C pour MB Kv (J) à -30°C pour ZF Kv (J) à 20°C pour ZF	> 35 > 80 > 25 > 56
Fatigue (Kt 2.3)	Contrainte (MPa) à $10^5$ cycles = IQF Limite d'endurance (MPa) = $\sigma_f$ Essais	> 550 > 380
Ténacité	Kq (MPa. $\sqrt{m}$ ) à 20°C	$\geq 120$

Tableau 1 : Norme ASNA 6116 - Airbus

Comme le soudage du matériau entraîne des modifications de la microstructure et des propriétés mécaniques, il est important de choisir le bon traitement post-soudage afin d'obtenir des propriétés acceptables. L'évolution de la limite d'élasticité du 15-5PH soudé en fonction du traitement thermique a aussi été étudiée par Brooks et al. [23]. Ils ont observé un maximum des propriétés mécaniques de traction après un traitement thermique d'une heure à 450°C. Une chute de la résilience est observée à cette même température. Plus la température de revenu augmente, plus l'austénite de réversion précipite en grande quantité et adoucit le matériau. La température de transition se décale donc vers les basses températures. Les propriétés de traction et de résilience ont été testées au sein d'airbus, pour différents traitements thermiques, 540°C, 545°C, 550°C, 560°C, 580°C et 600°C [25]. Le traitement thermique retenu, permettant d'obtenir le meilleur compromis entre résistance et résilience tout en respectant les valeurs limites imposées par la norme, consiste en un chauffage à 550°C pendant 4 heures.

### 3 Vieillessement

Le vieillissement des aciers inoxydables ferritiques et martensitiques se traduit généralement par une fragilisation de l'alliage. Il existe trois formes de fragilisation suivant la température de vieillissement et la composition chimique. Pour des maintiens prolongés entre 565°C et 750°C la fragilisation est provoquée par la précipitation de la phase intermétallique  $\sigma$ . Pour les vieillissements à plus basse température, les dégradations mécaniques, tout d'abord connues sous le nom de « fragilisation à 475°C », sont induites par la précipitation de la phase  $\alpha'$  riche en chrome ou par la décomposition spinodale de la matrice ferritique [26]. C'est dans les années 80 que le vieillissement à plus basses températures (350°C et 400°C) a été considéré. C'est alors qu'est apparu le troisième mode de fragilisation induit par la précipitation d'un composé intermétallique appelé « phase G » de stoechiométrie  $X_6Ni_{16}Si_7$  [27]. Cette phase de structure cfc a une composition différente suivant les alliages [28], [29]. Elle précipite essentiellement dans la ferrite [30] mais aussi dans la martensite pour des temps de maintien prolongés (supérieurs à 5000h [8] ou 11 000h [31]). Elle contribue à la fragilisation des aciers mais son rôle est secondaire comparé à celui de la démixtion de la matrice.

Le vieillissement concerne les aciers ferritiques, austéno-ferritiques et martensitiques. Dans les aciers austéno-ferritiques, seule la ferrite est affectée par les phénomènes de vieillissement. Dans les aciers martensitiques, toute la matrice subit des modifications microstructurales. Notons ici que seuls les mécanismes de vieillissement par décomposition spinodale et précipitation de la phase  $\alpha'$  seront abordés au cours de ce chapitre.

### 3.1 Origine du vieillissement

Le diagramme d'équilibre binaire Fe-Cr présente une lacune de miscibilité du chrome dans le fer aux températures inférieures à 500°C, comme le montre la Figure 2.

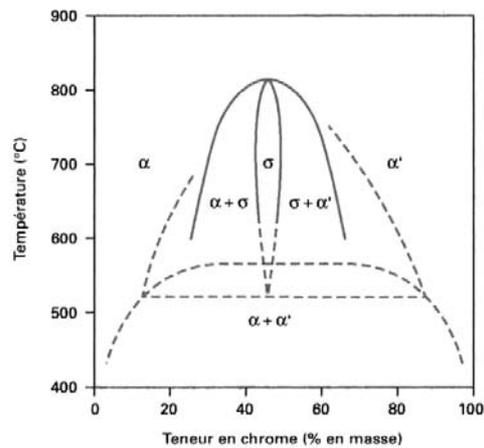


Figure 2 : Lacune de miscibilité dans le diagramme d'équilibre binaire Fe-Cr [32]

Dans cette lacune, la solution solide de chrome dans le fer se divise en deux phases, une riche en fer, appelée  $\alpha$ , et l'autre riche en chrome, appelée  $\alpha'$ . Cette phase  $\alpha'$  peut atteindre des teneurs en chrome de l'ordre de 90% massique.

Il existe deux domaines dans la lacune de miscibilité faisant intervenir deux mécanismes différents pour atteindre l'état d'équilibre du système. Le bord de la lacune de miscibilité est marqué par la limite de solubilité et la deuxième limite plus au cœur de la lacune est appelée la ligne de décomposition spinodale. Cette ligne de séparation est explicable en représentant la dérivée seconde de l'énergie libre de Gibbs en fonction de la composition, comme le montre la Figure 3.

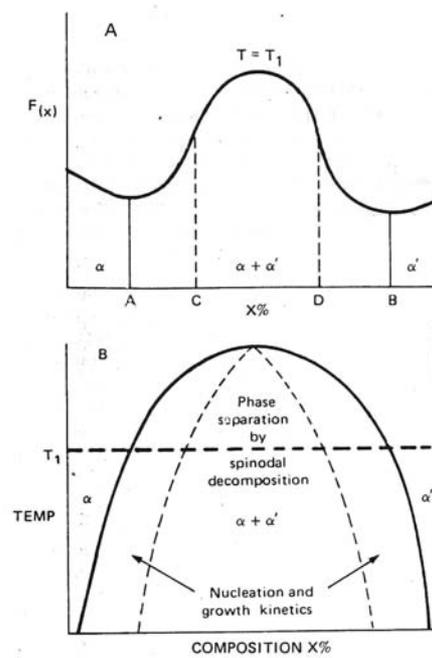


Figure 3 : Schématisation de la lacune de miscibilité [32]

Deux mécanismes de démixtion sont donc possibles suivant la teneur en chrome de l'alliage :

- Dans le cas où la variation de l'énergie libre est concave, la moindre fluctuation diminue l'énergie du système. Le processus se développe jusqu'à ce que l'équilibre soit atteint, c'est-à-dire que le niveau d'énergie soit minimal. La matrice ferritique se décompose sans énergie d'activation de germination [32], [33]. Les fluctuations de concentration s'accroissent pour former, au cours du vieillissement, un réseau périodique de composition chimique variant d'une teneur riche en chrome à une teneur riche en fer. Dans ce cas, les variations locales de concentration sont équivalentes à des interfaces diffuses et nous ne pouvons pas parler de précipitation. L'évolution de la composition chimique des deux domaines se poursuit jusqu'à atteindre la composition d'équilibre des deux phases ( $C_{\alpha}$  et  $C_{\alpha'}$ ). C'est le processus de décomposition spinodale.

- Dans le cas où la variation de l'énergie libre est convexe, le système ne peut évoluer que si la variation d'énergie libre est suffisante pour atteindre l'état d'équilibre par franchissement d'une barrière énergétique. Cette fluctuation demande un certain temps, dit d'incubation, avant de se produire. Dans le cas de la germination - croissance, la composition d'équilibre ( $C_{\alpha}$  et  $C_{\alpha'}$ ) est atteinte dès le début du processus, au moment de la germination.

La détermination de la position de la lacune de miscibilité ainsi que du processus de vieillissement est maintenant possible grâce à l'évolution des techniques de détection et d'analyse. Compte tenu de l'échelle nanométrique de la décomposition, la technique qui semblerait la mieux adaptée est la microscopie électronique en transmission. Malheureusement les phases  $\alpha$  et  $\alpha'$  sont quasiment indiscernables par les techniques classiques, telles que la diffraction et la diffusion des électrons ou des rayons X, du fait de la similitude des facteurs de

diffusion électroniques du fer et du chrome. D'autres techniques sont donc utilisées afin d'étudier l'évolution de la microstructure au cours du vieillissement comme par exemple la diffusion de neutrons aux petits angles (DNPA) ou la microscopie Mössbauer. Ces techniques ne permettant malheureusement pas d'obtenir une image spatiale de la décomposition, la microscopie à effet de champ munie d'une sonde atomique est donc la technique la mieux adaptée. Les résultats obtenus grâce à cette méthode d'analyse ont permis de positionner la lacune de miscibilité dans le diagramme d'équilibre binaire Fe-Cr [30], [28], [34], [35] et de comprendre ainsi les mécanismes du vieillissement [27], [34].

## 3.2 Conséquences du vieillissement

Au cours de maintiens prolongés à des températures intermédiaires (300°C-500°C), l'acier inoxydable modifie sa microstructure soit par précipitation de la phase  $\alpha'$  soit par décomposition spinodale de la matrice ferritique. Dans les deux cas, il en résulte une forte fragilisation de l'acier.

### 3.2.1 Propriétés mécaniques

La fragilisation des aciers inoxydables après vieillissement est connue depuis des décennies et fait encore l'objet de nombreuses études. Les travaux réalisés par R. Cozar et Y. Meyzaud [36], [37] sur le PH 13-8Mo vieilli à 400°C et sur le 15-4 PH vieilli à 450°C démontrent une forte augmentation de la dureté après le vieillissement. L'augmentation de dureté, plus ou moins importante selon le temps de maintien, est expliquée par la présence d'un double mécanisme de vieillissement suivant le temps. Le premier mécanisme, présent dans les premières heures de maintien, correspondrait à un complément de précipitation de la phase durcissante tandis que le deuxième mécanisme, actif après 1000h de maintien, serait la précipitation de la phase  $\alpha'$ . La précipitation supplémentaire du cuivre a aussi été mentionnée par K.C. Antony [38] dans la nuance 17-4PH, durant les premières heures de vieillissement. Cette précipitation peut s'expliquer par la diminution de la solubilité de l'élément durcissant à la température considérée. Les mêmes travaux de R. Cozar et Y. Meyzaud [37] ont montré une augmentation de 200°C de la température de transition après un vieillissement de 1000h à 450°C, s'accompagnant d'une forte augmentation des caractéristiques mécaniques en traction. Les résultats obtenus par J. M. Cloué [14] sont comparables aux précédents. Une augmentation de 200°C de la température de transition est aussi observée pour le PH 13-8Mo après vieillissement de 5000h à 400°C (Figure 4).

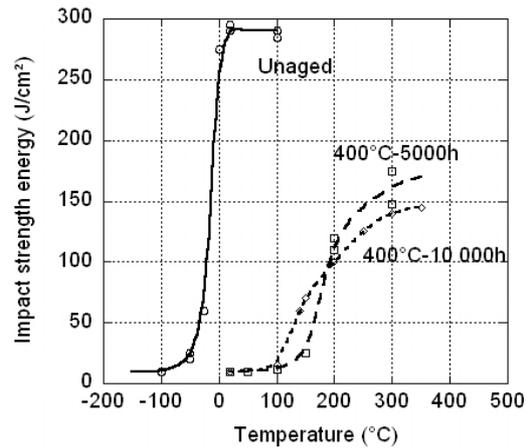


Figure 4 : Evolution des courbes de résilience du PH 13-8Mo après vieillissement à 400°C [14]

L'observation des faciès de rupture d'éprouvettes Charpy en 17-4PH, testées après un vieillissement à 350°C pendant 3 mois (2200h) et 15 mois (11 000h), confirme bien la fragilisation de l'acier et le fait que celle-ci s'accroît au cours du temps [39].

Le vieillissement s'accompagne d'une augmentation de la dureté et des propriétés en traction accompagnée d'une diminution de la ductilité et de la résilience. Ces conclusions sont communes à de nombreux auteurs qui ont étudié les aciers inoxydables martensitiques et duplex vieillis entre 300°C et 400°C [8], [40] [41], [42], .

Le vieillissement de la ferrite et de la martensite est différent au cours du temps. Les travaux de B. Yrieix, et M. Guttman [40] ont montré que la ferrite durcit continuellement au cours du vieillissement même pour des temps pouvant atteindre 30 000h, alors que la dureté (Hv30) de la martensite tend vers un palier atteint dès 3000h de maintien (Figure 5).

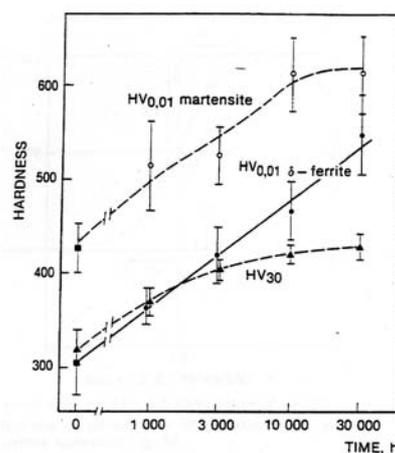


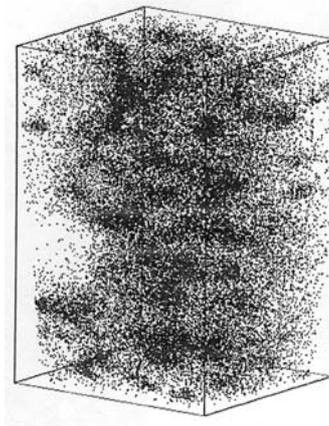
Figure 5 : Evolution de la dureté de la martensite, de la ferrite et du 16-4PH, en fonction du temps de vieillissement [40]

Du fait de la présence de la ferrite delta dans sa microstructure, le 17-4PH fragilise plus que les autres aciers PH.

### 3.2.2 Microstructure de l'état vieilli

Les mécanismes de vieillissement peuvent être différents suivant la température. Pour les basses températures, le vieillissement provoque une décomposition spinodale de la matrice tandis qu'à plus haute température, le vieillissement se traduit par la précipitation de la phase  $\alpha'$ , riche en chrome.

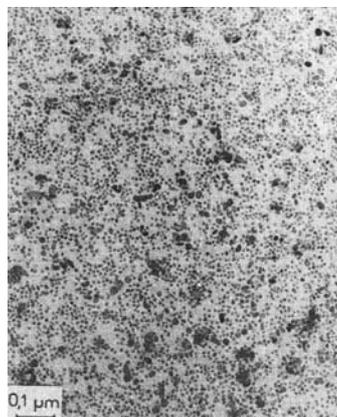
Les observations au microscope électronique en transmission effectuées sur le 17-4PH vieilli à 400°C ainsi que les analyses par sonde atomique [8], ont permis de mettre en évidence la décomposition spinodale de la martensite. La Figure 6 présente un élément de volume de  $15 \times 15 \times 18 \text{ nm}^3$  dans lequel figure exclusivement la répartition des atomes de chrome.



**Figure 6 : Décomposition spinodale - Répartition hétérogène des atomes de chrome observée en sonde atomique [8]**

Il se forme un réseau au sein de la matrice dont la composition chimique fluctue périodiquement d'une teneur riche en chrome à une teneur riche en fer (correspondant à des domaines appauvris en chrome).

Des observations au microscope électronique à transmission sur le même type d'acier (aciers PH à teneur en chrome équivalente) vieilli à une température de 450°C pendant 10 000h ont mis en évidence la précipitation de la phase  $\alpha'$  [37], [43], [29] (Figure 7).



**Figure 7 : Précipitation de la phase  $\alpha'$  - contraste sombre [37]**

Cette phase précipite sous la forme de particules sphériques de taille inférieure à 10nm, de structure cubique centrée dont le paramètre de maille est proche de celui de la phase  $\alpha$ .

D'autres études réalisées sur des aciers duplex ont mis en évidence la décomposition spinodale de la ferrite après des vieillissements à 475°C [41]. La teneur en chrome étant plus élevée dans la ferrite d'un acier duplex que dans un acier martensitique, la démixtion se produit par décomposition spinodale même à 475°C car la composition se situe plus à cœur de la lacune de miscibilité.

Après vieillissement du 17-4PH à 350°C pendant 10 000h, les observations au microscope électronique en transmission réalisées par J.Wang et al. [31] n'ont pas permis de mettre en évidence la démixtion de la matrice martensitique. Les seuls changements observés sont la formation supplémentaire d'austénite de réversion et une précipitation très fine de carbures de chrome  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  de 30nm entre les lattes de martensite (Figure 8).

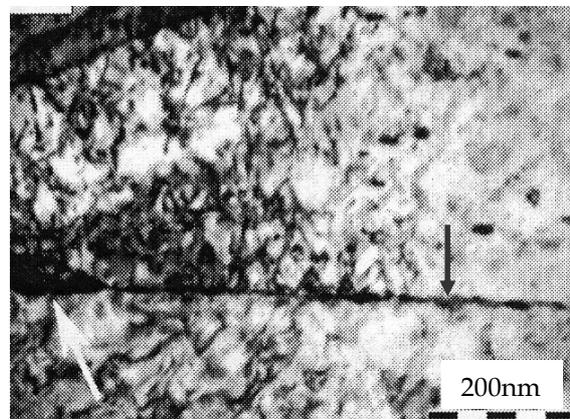


Figure 8 : Carbures de chrome entre les lattes de martensite (indiqués par les flèches) après un vieillissement à 350°C pendant 6 mois [31]

### 3.3 Paramètres influençant la décomposition spinodale

#### 3.3.1 Effet de la température et du temps de maintien

Comme nous avons pu le remarquer précédemment, la température et la durée de vieillissement jouent un rôle important sur la décomposition spinodale. Le domaine riche en chrome, qui se forme au cours du vieillissement, s'enrichit de plus en plus lorsque le temps de maintien augmente, jusqu'à atteindre la composition d'équilibre. Le domaine riche en chrome formé après vieillissement du 17-4PH à 400°C, passe de 25%wt à 40%wt de chrome entre 100h et 5000h de maintien [8]. La composition d'équilibre a été déterminée par P. Auger et al. à 70% massique en chrome après 30 000h de vieillissement à 400°C [44].

Le temps de maintien a aussi un impact direct sur la périodicité du réseau. La longueur d'onde caractéristique augmente avec le temps, comme a pu le constater K. L. Weng et al. [41], pour un acier duplex vieilli à 475°C. L'augmentation de la teneur en chrome avec le temps et la température a aussi été mise en évidence par P. Auger et al., grâce à des analyses par sonde atomique sur un acier inoxydable duplex [44]. La teneur en chrome varie de manière sinusoïdale dans le premier stade de vieillissement et à basse température (inférieure à 350°C). Après un

vieillessement inférieur à 2500h à 350°C, la longueur d'onde est comprise entre 2 et 6nm. La variation sinusoïdale de la teneur en chrome, basée sur la théorie linéaire de Cahn [45], n'est pas valable pour les vieillissements à 400°C. F. Danoix a montré que le profil de concentration en chrome n'est pas sinusoïdal à 400°C [46].

La température joue quant à elle sur la cinétique du vieillissement. La décomposition spinodale est un phénomène thermiquement activé qui peut être décrit par une loi d'Arrhenius. Les énergies d'activation calculées par différents auteurs sont cohérentes entre elles (210kJ/mol [44], 230kJ/mol [28], 250kJ/mol [47] et 260±50kJ/mol [30]) et proches de l'énergie d'activation de la diffusion du chrome dans le fer alpha.

### 3.3.2 Effet de la microstructure et de la composition chimique de l'alliage

Certains éléments d'alliage ont un effet sur la cinétique de la décomposition spinodale. Le durcissement sera d'autant plus important que les teneurs en chrome et en molybdène sont élevées. J. P. Massoud et al. [48] ont remarqué que les aciers duplex contenant du molybdène sont plus sensibles à la fragilisation. La dégradation des propriétés mécaniques et l'abatement des énergies de rupture dépendent plus de la teneur en chrome équivalent, intégrant l'effet du molybdène, que de la teneur en ferrite [47]. R. Cozar et Y. Meyzaud [37], [43] ont mis au point un modèle permettant d'évaluer le durcissement maximum d'un acier vieilli à 450°C en fonction de sa teneur en chrome, en molybdène et en austénite de réversion ainsi que du type de carbures de chrome présents dans l'acier.

$$\Delta H_{V_{\max}} = [22,1 - 0,313 (\% \gamma)] \cdot (Cr^* - B)$$

La constante B est la limite de solubilité de la phase  $\alpha'$  dans la ferrite, à la température de vieillissement considérée. Cette constante est égale à 10,2 à 450°C.

$$\text{Avec } Cr^* = \%Cr + \%Mo - A(\%C)$$

A est une constante dépendant du type de carbures précipités dans la structure. Dans le cas de carbures  $M_{23}C_6$  le paramètre A sera égal à 16 et dans le cas des carbures  $M_{23}C_6$  et  $M_2(C, N)$  il sera égal à 12.

L'effet de l'austénite de réversion a aussi été montré par B. Yrieix, et M. Guttman [40]. Plus la fraction volumique de cette phase augmente, plus la cinétique de durcissement pendant le vieillissement diminue. Ce résultat est en accord avec celui obtenu par J. R. Brown [49] sur l'effet du nickel sur la cinétique de la décomposition spinodale. D'après ses travaux, le nickel accélère la vitesse de la décomposition spinodale. Comme l'austénite de réversion est riche en nickel, la formation de cette phase appauvrit la matrice en cet élément et ralentit de ce fait la démixtion.

### 3.3.3 Effet des contraintes

Différents types de contraintes peuvent être observés lors de la déformation d'un matériau. Deux échelles de contraintes peuvent être distinguées. La première, macroscopique, correspond aux contraintes appliquées, appelées les contraintes d'ordre I. La deuxième représente les contraintes internes au matériau. Dans les contraintes internes nous pouvons distinguer les contraintes induites par les incompatibilités de déformation des grains dans un polycristal (contraintes de type II) et les contraintes liées à l'hétérogénéité de déformation au sein même d'un grain du fait des dislocations, bandes de glissement... Les contraintes sont dites de type III.

Le champ de contraintes est très variable localement dans un matériau. Pour être encore plus précis dans la détermination des contraintes au sein d'un polycristal, nous devons considérer les hétérogénéités de déformation liées à la chimie du système lors d'un changement de phase. Une autre catégorie de contraintes internes doit donc être prise en compte, celle-ci étant liée au flux des atomes et donc à la distorsion élastique du réseau par le soluté.

Dans le cas du vieillissement des aciers inoxydables ferritiques et martensitiques, une nouvelle « spinodale » peut donc être calculée, prenant en compte la distorsion du réseau et donc les contraintes internes liées au changement de phase. Cette nouvelle spinodale dite « cohérente », est plus basse en température que la spinodale chimique du système non contraint.

Considérons maintenant le cas d'une contrainte appliquée, d'ordre I. D'après les travaux de F. C. Larché [50], la composante hydrostatique de la contrainte appliquée modifie la solubilité des éléments, du fait des changements de volume générés.

Dans le cas d'un solide isotrope, l'expression du potentiel chimique est donnée par l'équation suivante :

$$M_{12}(\sigma_{ij}, c) = \frac{\partial G}{\partial c} - V'_0 \eta \sigma_{kk} + \left( \frac{V'_0}{2} \right) \left[ \frac{d(v/E)}{dc} \sigma_{kk}^2 - \frac{d[(1+\nu)/E]}{dc} \sigma_{ij} \sigma_{ij} \right]$$

Avec 1 et 2 sont les constituants de la composition solide

$\sigma_{ij}$  sont les composantes du tenseur des contraintes

$c$  est la fraction molaire

$G$  est l'énergie libre de Gibbs molaire, sous pression négligeable

$V'_0$  est le volume molaire dans l'état choisi comme référence pour les déformations

$\eta$  est le coefficient de dilatation chimique

$\eta_{ij}$  sont les composantes du tenseur de dilatation chimique

$\nu$  est la coefficient de Poisson

$E$  est le module d'Young

Le premier terme de cette équation est purement chimique. Il est le seul à contribuer aux variations du potentiel chimique en l'absence d'effet des contraintes. Le deuxième terme correspond au couplage entre les déformations produites par un changement de phase et la contrainte en ce point. Dans les solides isotropes, le couplage ne fait intervenir que la trace du tenseur des contraintes. Si la trace est positive, dans les régions en tension, la concentration des

atomes les plus gros va augmenter. Le dernier terme de cette équation correspond quant à lui un couplage provoqué par les variations des coefficients d'élasticité avec la composition. Ce terme est négligeable par rapport aux termes linéaires. Ainsi, les contraintes internes générées par le changement de phase au cours de la démixtion sont bien supérieures à la composante hydrostatique de la contrainte appliquée. Ceci semble indiquer que la contrainte hydrostatique a un effet sur l'initiation du changement de phase et non sur l'avancement de celle-ci.

Dans le cas où la contrainte est supérieure à la limite d'élasticité, la multiplication des dislocations accroît les chemins préférentiels de diffusion et peut ainsi modifier la cinétique de transformation de phase. Ces dislocations sont aussi des sites de germination pouvant conduire à un changement du mécanisme de vieillissement qui procède alors par germination et croissance de la phase  $\alpha'$ .

L'effet d'une contrainte appliquée sur la cinétique de vieillissement a été étudié sur le PH 13-8Mo par J. M. Cloué [14]. L'auteur a mis en évidence l'existence d'une relation entre le niveau de contrainte appliquée et le durcissement. Les courbes d'évolution de la dureté sont décalées vers les temps courts lorsque l'on applique une contrainte pendant le vieillissement. Trois domaines d'influence sont définis suivant la valeur de la contrainte. L'étude microstructurale menée en parallèle a permis de mettre en évidence un allongement des rubans d'austénite, indépendant du niveau de la contrainte appliquée.

### 3.4 Méthode d'estimation de l'avancement de la décomposition spinodale

La décomposition spinodale conduit à l'apparition d'une structure périodique constituée de deux domaines au sein desquels la composition chimique en chrome varie continûment à très fine échelle. L'amplitude des variations de composition peut être calculée à partir du profil de concentration obtenu par la méthode d'analyse par sonde atomique. F. Danoix [46] a montré que l'analyse des distributions de fréquence est une méthode sensible permettant, malgré les fluctuations statistiques du signal, de mettre en évidence la présence d'une démixtion au sein de la solution solide.

L'écart existant entre la distribution de fréquences de concentration en chrome obtenue expérimentalement et la distribution aléatoire des concentrations théoriques centrées sur la composition moyenne en chrome de l'alliage, permet de définir un paramètre, noté  $V$ , représentatif de l'écart de la distribution des amplitudes. Il est calculé en soustrayant l'aire de la distribution de fréquences expérimentale, notée  $P(n)$ , et l'aire de la distribution binominale notée  $B(n)$ .

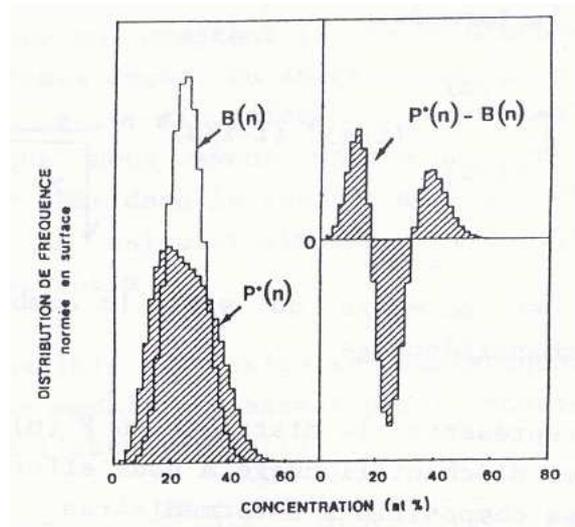


Figure 9 : Histogramme différentiel  $P(n) - B(n)$  [46]

L'aire sous tendue par l'histogramme différentiel présenté à la Figure 9 permet de calculer le paramètre  $V$ .

$$V = \frac{|P(n) - B(n)|}{B(n)}$$

Lorsque le matériau est dans son état de référence, non vieilli, les distributions expérimentale et théorique étant identiques, le paramètre  $V$  est nul. Dans le cas d'un matériau vieilli, lorsque les concentrations ont atteint leur composition d'équilibre, le paramètre  $V$  est égal à deux.

Les travaux de F. Danoix et P. Auger [46], [28] ont montré que l'augmentation de dureté de la ferrite au cours du vieillissement évolue linéairement en fonction de  $V$ , dans le cas du modèle sinusoïdal (c'est-à-dire pour les vieillissements à 350°C et pour les premières heures de maintien pour les vieillissements à 400°C). La valeur du paramètre  $V$  est donc représentative de l'avancement de la décomposition spinodale au cours du vieillissement.

Synthèse :

La fragilisation induite par un vieillissement thermique se traduit par une augmentation de la dureté et des caractéristiques mécaniques et une diminution de la ductilité et de la résilience. A 450°C, la fragilisation est provoquée par la précipitation de la phase fragilisante riche en chrome  $\alpha'$ , tandis qu'à 400°C, la fragilisation est due à la décomposition spinodale de la matrice. Une fine précipitation de carbures de chrome  $Cr_{23}C_6$  est aussi observée interlamelle après vieillissement.

La décomposition spinodale de la matrice conduit à la formation d'un réseau interconnecté de teneur en chrome variant de zones riches en zones appauvries en chrome. Plus le temps de maintien augmente, plus les domaines riches en chrome s'enrichissent et plus la période du réseau augmente. La cinétique de décomposition s'accélère quand la température augmente.

Le vieillissement d'acier soudé n'a pas fait l'objet de travaux à notre connaissance. Comme le soudage entraîne des modifications de microstructure et des propriétés mécaniques, il est important d'étudier l'effet du vieillissement sur les zones issues du procédé de soudage. L'effet de la contrainte sur le vieillissement est aussi un paramètre important à prendre en compte afin de comprendre au mieux le comportement en service des aciers.

## Bibliographie

- [1] V. Kuzucu, M. Aksoy, M. H. Korkut and M. M. Yildirim, *Materials Science and Engineering*, **A230**, 1997, pp 75-80.
- [2] KJ. E. Ramirez, S. Liu and D. L. Olson, *Materials Science and Engineering*, **A216**, 1996, pp 91-103.
- [3] H. R. Habibi Bajguirani (1993). "Contribution à l'Etude des Transformations Structurales se Développant dans l'Alliage 15-5PH par Microscopie Electronique à Transmission et Diffusion des Rayons X aux Petits Angles. Relations avec les Caractéristiques Mécaniques". Thèse de Doctorat, Université de Paris IX, Orsay.
- [4] M. C. Tsai, C. S. Chiou, J. S. Du and J. R. Yang, *Materials Science and Engineering*, **A332**, 2002, pp1-10.
- [5] H. R. Habibi Bajguirani, *Materials Science and Engineering*, **A338**, 2002, pp 142-459.
- [6] P. W. Hochanadel, C. V. Robino, G. R. Edwards and M. J. Cieslak, *Metallurgical and Materials Transactions*, **25A**, 1994, pp 789-798.
- [7] M. J. Cieslak, C. R. Hills, P. F. Hlava and S. A. David, *Metallurgical Transactions A*, **21A**, 1990, pp 2465-2475.
- [8] M. Murayama, Y. Katayama and K. Hono, *Metallurgical and Materials Transactions*, **30A**, 1999, pp345-353.
- [9] H. R. Habibi Bajguirani, C. Servant and G. Cizeron, *Acta Metallurgical Material*, **41**, 1993, pp 1613-1623.
- [10] J. Wang, H. Zou, C. Li, R. Zuo, S. Qiu and B. L. Shen, *Journal of University of Science and Technology Beijing*, **13**, 2006, pp 235-239.
- [11] C. N. Hsiao, C. S. Chiou and J. R. Yang, *Materials Chemistry and Physics*, **74**, 2002, pp 134-142.
- [12] U. K. Viswanathan, P. K. K. Nayar and R. Krishnan, *Materials Science and Technology*, **5**, 1989, pp 346-349.
- [13] D. S. Leem, Y. D. Lee, J. H. Jun and C.S. Choi, *Scripta Materialia*, **45**, 2001, pp676-772.

- [14] J. M. Cloué (1998). "Justification de la Tenue en Service en Milieu Primaire REP d'un Acier Martensitique à Durcissement Structural". Thèse de Doctorat en Sciences et Génie des Matériaux. Centre des Matériaux, Ecole des Mines de Paris.
- [15] M. P. Solignac (1990). "Caractérisations des Nuances 14-5PH et Custom 455 sur Produits Epais et Feuillard". Rapport Interne n°1157, Centre de Recherche et d'Expertise, Imphy S. A.
- [16] L. Schäfer, *Journal of Nuclear Materials*, 1998, pp 1336-1339.
- [17] P. H. S. Cardoso, C. Kwietniewski, J. P. Porto, A. Reguly and T. R. Strohaecker, *Materials Science and Engineering*, **A 351**, 2003, pp 1-8.
- [18] E. A. Lauchner, *Journal of Materials*, **5**, 1970, pp 129-139.
- [19] K. Ozbaysal and O. T. Inal, *Journal of Materials Science*, **29**, 1994, pp 1471-1480.
- [20] A. Fujita, T. Kawano, H. Sueoka and F. Sakai, *ISIJ International*, **38**, 1998, pp 866-874.
- [21] B. S. Yilbas, M. Sami, J. Nickel, A. Coban and S. A. M. Said, *Materials Processing Technology*, **82**, 1998, pp 13-20.
- [22] K. Ozbaysal and O. T. Inal, *Materials Science and Engineering*, **A130**, 1990, pp 205-517.
- [23] J. A. Brooks and J. W. M. Garrison, *Welding Research Supplement*, 1999, pp 280-291.
- [24] J. M. Wright and M. J. Jordan, *Metals Technology*, 1980, pp 473-482.
- [25] J. Bonnin (2002). "DTP Mât Deuxième Génération Acier 15-5PH Soudé par Faisceau d'Electrons : Influence de la Température du Traitement de Durcissement après Soudage sur les Caractéristiques Mécaniques du Cordon de Soudure". Rapport interne n°2001-64980/3-DCR/MP, EADS - CCR, Suresnes.
- [26] A. J. Lena and M. F. Hawkes, *Transaction AIME, Journal of Metals*, 1954, pp 607-614.
- [27] J. E. Brown, A. Cerezo, T. J. Godfrey, M.G. Hetherington and G. D. W. Smith, *Materials Science and Technology*, **6**, 1990, pp 293-300.
- [28] F. Danoix and P. Auger, *Materials Characterization*, **44**, 2000, pp 177-201.
- [29] M. Vrinat, R. Cozar and Y. Meyzaud, *Scripta Materialia*, **20**, 1986, pp 1101-1106.
- [30] T. R. Leax, S. S. Brenner and J. A. Spitznagel, *Metallurgical Transactions* **23A**, 1992, pp 2725-2736.

- [31] J. Wang, H. Zou, C. Li, Y. Peng, S. Qiu and B. L. Shen, *Nuclear Engineering and Design - In press* -2006.
- [32] W. C. Leslie, *The Physical Metallurgy of Steels*. New York 1981.
- [33] M. Hillert, *Phase Equilibria Phase Diagrams and Phase Transformations, Their Thermodynamic Basis*. 1998.
- [34] F. Danoix, P. Auger, A. Bostel and D. Blavette, *Surface Science*, **246**, 1991, pp 260-265.
- [35] J. E. Brown, A. Cerezo, T. J. Godfrey, M.G. Hetherington and G. D. W. Smith, *Materials Science and Technology*, **6**, 1990, pp 293-300.
- [36] R. Cozar, L. Trepied, D. Wagner and Y. Meyzaud, "Acier Inoxydable Martensitique Résistant au Vieillissement pour Boulonnerie nucléaire". Rapport interne, Imphy S. A (Centre de Recherches) et Framatome (Département Matériaux).
- [37] Y. Meyzaud and R. Cozar Influence de la Composition Chimique sur l'Evolution Structurale à 450°C d'Aciers Inoxydables Martensitiques. Communication dans le Bulletin du cercle d'étude des métaux. Vol **10**.
- [38] K. C. Antony, *Journal of Metals*, **12**, 1963, pp 922-927.
- [39] J. Wang, H. Zou, X. Y. Wu, C. Li, S. Y. Qiu and B. L. Shen, *Materials Transactions*, **46**, 2005, pp 846-851.
- [40] B. Yrieix and M. Guttman, *Materials Science and Technology*, **9**, 1993, pp 125-134.
- [41] K. L. Weng, H. R. Chen and J. R. Yang, *Materials Science and Engineering*, **379 A**, 2004, pp 119-132.
- [42] M. D. Mathew, L. M. Lietzan, K. L. Murty and V. N. Shah, *Materials Science and Engineering*, **A 269**, 1999, pp 186-196.
- [43] Y. Meyzaud and R. Cozar, *Ferritic Alloys for Use in Nuclear Energy Technologies*, Snowbird, Utah, USA, 1983.
- [44] P. Auger, F. Danoix, M. Guttman and D. Blavette, *Duplex Stainless Steel '91*, Beaune, Bourgogne, France, 1991.
- [45] J. W. Cahn and J. E. Hilliard (1970). Spinodal Decomposition: a Reprise.

- [46] F. Danoix (1991). "Phénomène de Décomposition de la Ferrite des Aciers Austéno-ferritiques. Une Etude par Microscopie Ionique et Microanalyse à la Sonde Atomique". Thèse de Doctorat en Physique, Université de Rouen.
- [47] M. Guttman, *Duplex Stainless Steel '91*, Beaune, Bourgogne, France, 1991.
- [48] J. P. Massoud, M. Bethmont and J. Champredone, *Duplex Stainless Steel '91*, Beaune, Bourgogne, France, 1991.
- [49] J. E. Brown (1990). "An Atom Probe Study of the Spinodal Decomposition in Fe-Cr-Ni". Communication interne, Departement of Materials. University of Oxford, UK.
- [50] F. C. Larché, *Journal de Physique IV, Colloque C1*, **6**, 1996, pp 3-9.

## CHAPITRE II

# MATERIAU ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES

### *Sommaire*

---

- 1 Présentation du matériau de base
  - 1.1 Élaboration et composition de l'alliage
  - 1.2 Les traitements thermiques
  - 1.3 Métallurgie de l'alliage
  - 1.4 Propriétés mécaniques
  
- 2 Matériau soudé par faisceau d'électrons
  - 2.1 Procédé de soudage
  - 2.2 Paramètres de soudage
  - 2.3 Métallurgie après soudage et traitement de revenu
  
- 3 Techniques expérimentales
  - 3.1 Techniques d'observation et d'analyse
  - 3.2 Analyse Thermique Différentielle
  - 3.3 Caractérisations mécaniques

### Bibliographie

---



Le matériau étudié est un acier inoxydable martensitique à durcissement structural. Cet alliage est utilisé dans l'industrie aéronautique pour la fabrication de pièces de la structure primaire des moteurs réacteur, susceptibles d'être assemblées par soudage. Pour cette raison, la description du matériau est séparée en deux parties, la première traitant du matériau dans son état d'origine et la deuxième s'intéressant à l'état soudé, en séparant distinctement la zone fondue de la zone affectée thermiquement. La troisième partie de ce chapitre décrit les techniques expérimentales utilisées pour mener à bien cette étude.

Nous nous proposons de présenter succinctement le procédé d'élaboration du matériau ainsi que les conditions de soudage par faisceau d'électrons. Les caractéristiques métallurgiques et les propriétés mécaniques du matériau à l'état de réception et à l'état soudé sont présentées, avant et après traitement thermique.

## 1 Présentation du matériau de base

### 1.1 Elaboration et composition de l'alliage

L'acier inoxydable 15-5PH de l'étude est élaboré par la société Aubert et Duval. Il correspond à la norme AFNOR X5CrNiCu15-5.

Ce matériau est élaboré par dégazage AOD (Argon Oxygen Degassing) suivi d'une refusion par électrode consommable par la méthode de refusion sous laitier, ESR (Electro-Slag Remelting). Une fois élaboré, l'acier est coulé en lingot puis mis en forme par laminage croisé jusqu'à l'obtention d'une tôle de 15mm d'épaisseur.

La composition chimique de l'alliage en pourcentage massique est donnée par le Tableau 1.

	C	Si	Mn	S	P	Ni	Cr	Mo	Cu	Nb	Ta	Fe
%	0.022	0.38	0.8	<0.002	0.015	4.91	14.83	0.25	3.02	0.19	<0.05	balance

**Tableau 1 : Composition chimique de l'alliage 15-5PH (en % massique)**

### 1.2 Les traitements thermiques

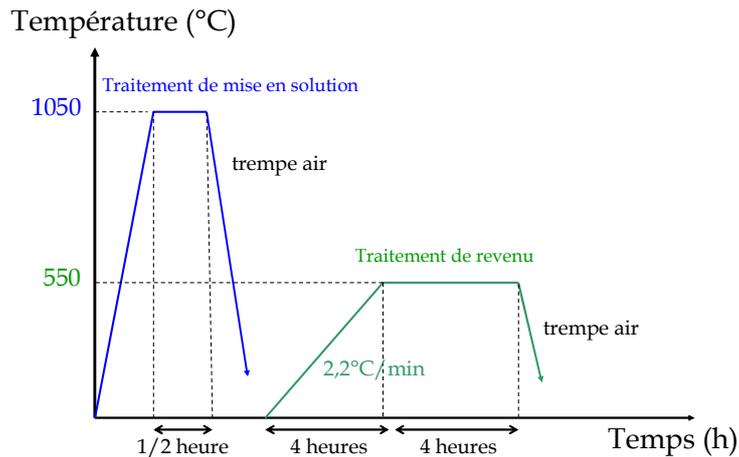
Après sa mise en forme, la tôle est soumise à un traitement d'austénitisation entre 1025°C et 1050°C pendant une demi heure suivi d'un refroidissement à température ambiante par trempe à l'air. Au cours du refroidissement, l'acier, porté en dessous de  $M_s$ , se transforme en martensite. Plusieurs relations empiriques, tenant compte de la teneur en éléments d'alliage, peuvent être utilisées pour déterminer cette température de transformation martensitique. Nous retiendrons la relation établie par Steven et Haynes [1] pour un acier de composition comparable à notre alliage:

$$M_s = 561 - 474(\%C) - 17(\%Cr) - 17(\%Ni) - 33(\%Mn) - 21(\%Mo) + 10(\%Co) - 7,5(\%Si)$$

$$\Rightarrow M_s \approx 180^\circ C$$

La teneur en carbone de l'alliage étant très faible, la martensite formée est douce et ne permet pas de répondre aux spécifications. Un traitement thermique de durcissement structural est ainsi nécessaire pour obtenir des caractéristiques mécaniques appropriées.

Dans le cas du 15-5PH le durcissement provient de la précipitation du cuivre, présent en sursaturation en solution solide au sein de la matrice martensitique au cours d'un traitement de revenu. Dans les conditions d'utilisation industrielle, l'alliage est revenu à  $550^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$  pendant 4 heures suivi d'une trempe à l'air. La Figure 1 présente le traitement thermique complet appliqué au matériau.



**Figure 1 : Traitements thermiques de mise en solution et de revenu de l'alliage 15-5PH**

L'état de réception de l'acier est brut de trempe. Le traitement de revenu est réalisé au laboratoire en respectant les conditions industrielles de vitesse de montée en température de  $2,2^{\circ}\text{C}.\text{min}^{-1}$ .

## 1.3 Métallurgie de l'alliage

### 1.3.1 Etat de réception

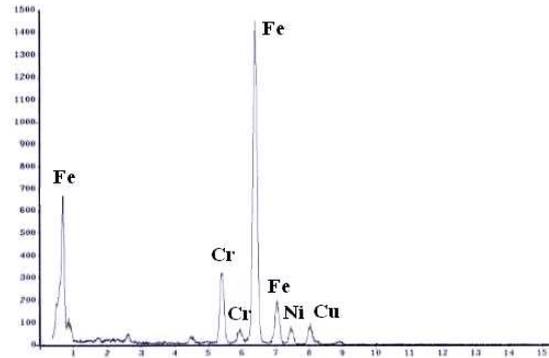
Après le traitement de mise en solution la microstructure de l'acier est composée de lattes de martensite (Figure 2) et de carbures de niobium de taille moyenne 200 nm (Figure 3).

Aucune présence d'austénite résiduelle n'a été mise en évidence après examen de la microstructure de l'alliage en microscopie électronique à balayage et en transmission. Afin d'appuyer ce résultat, des essais de traction après traitement cryogénique ont été réalisés. Les courbes de traction obtenues avant et après refroidissement à l'azote liquide sont similaires ce qui permet de confirmer les observations.



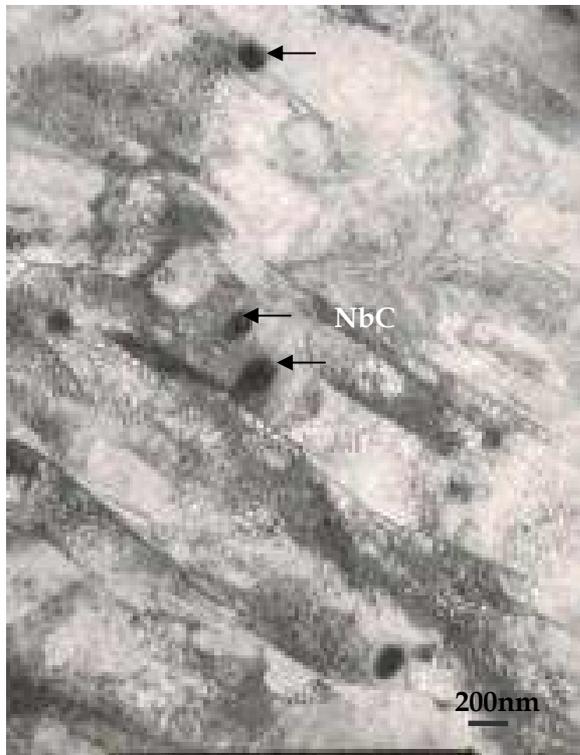
a) Lattes de martensite

Élément	% massique
Fe	74.47
Cr	15.43
Ni	5.34
Cu	4.76



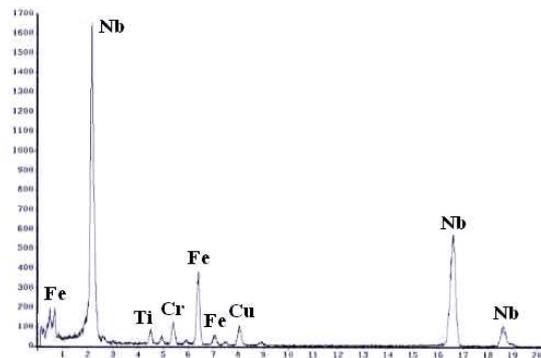
b) Analyse EDX de la matrice

Figure 2 : Lattes de martensite - MET



a) Carbures de niobium

Élément	% massique
Nb	84.67
Cr	3.19
Ti	2.52
Fe	9.62

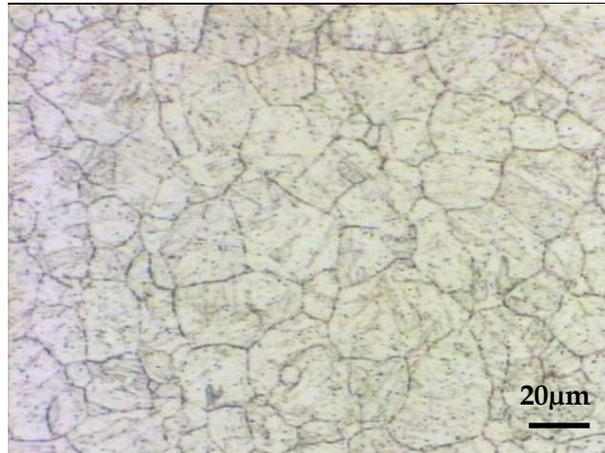


b) Analyse EDX des carbures de niobium

Figure 3 : Carbures de niobium - MET

### 1.3.2 Etat revenu

Les observations métallographiques du 15-5PH revenu montrent, après une attaque chimique, que les grains ont une structure équiaxe et un diamètre de 20 $\mu$ m en moyenne (Figure 4). La composition des attaques chimiques ainsi que leurs dénominations sont répertoriées dans le Tableau 5.

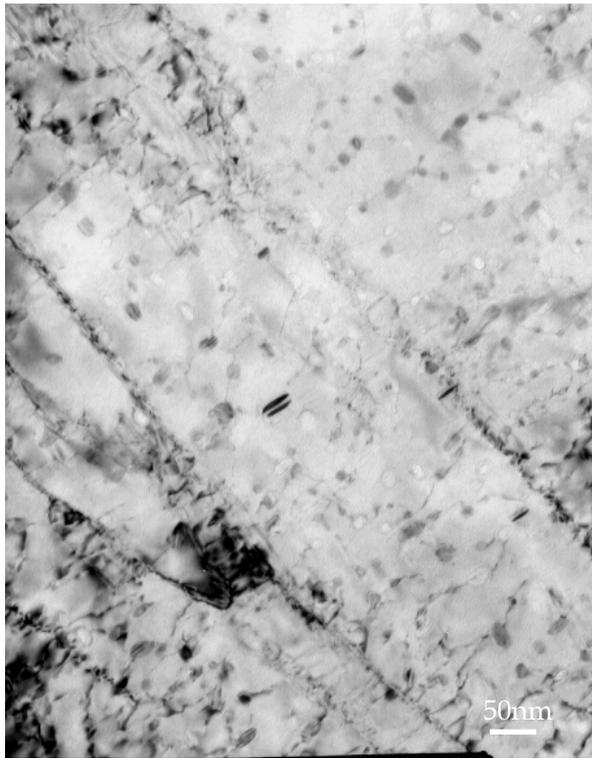


**Figure 4 : Micrographie au microscope optique de l'alliage revenu à 550°C/4h - attaque Catella**

Dans les aciers à durcissement structural, le traitement thermique de revenu a pour but de provoquer la précipitation de la phase durcissante. Dans le cas du 15-5PH la précipitation provient du cuivre en sursaturation dans la matrice. Ces précipités de taille nanométrique sont mis en évidence par observation au microscope électronique en transmission (Figure 5). Ils ont une taille comprise entre 10 et 40 nm.

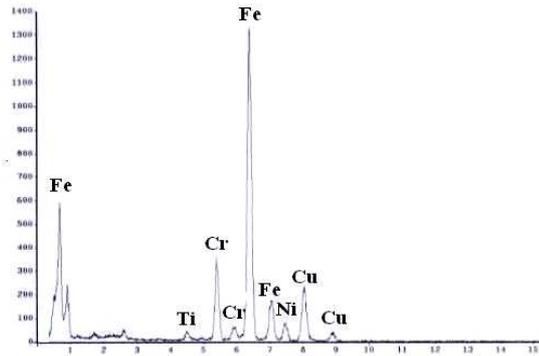
Simultanément à la précipitation du cuivre, de l'austénite de réversion se forme pendant le traitement de revenu (Figure 6). L'austénite de réversion est riche en éléments gammagènes. Sa température de transformation martensitique passe en dessous de la température ambiante et lui permet de rester stable au refroidissement.

L'austénite de réversion précipite entre les lattes de martensite ou au niveau des anciens joints de grains d'austénite primaire. Elle a une morphologie allongée, en forme d'aiguille, lorsqu'elle est localisée aux interlattes. Le dosage de l'austénite a été évalué par diffraction des rayons X comme étant environ de 3%. Cette technique étant très sensible à la texture de la phase à analyser, elle n'est pas suffisante pour quantifier précisément l'austénite de réversion. Afin de s'affranchir de ces effets de texture, il est nécessaire d'utiliser un porte échantillon (dosophatex) qui balaye tous les angles de diffraction, ou de doser l'austénite par une technique plus adaptée, comme par la méthode d'induction à saturation.



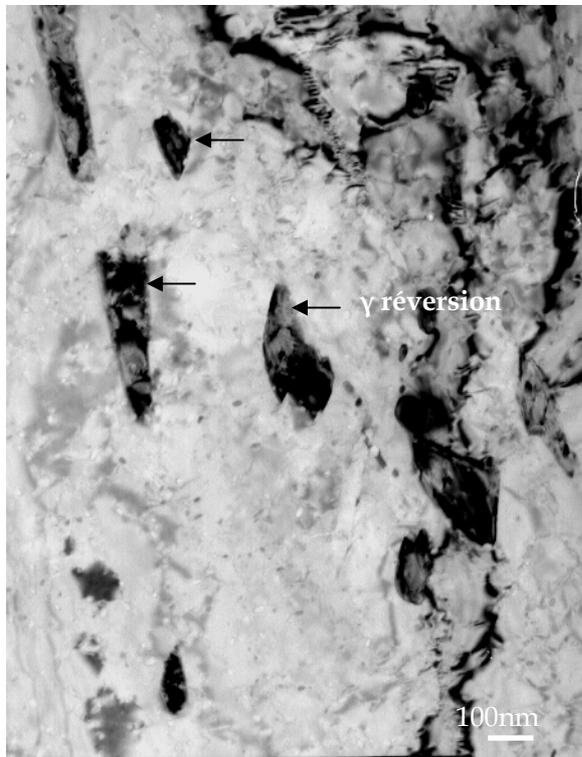
a) Précipités de cuivre

Élément	% massique
Cu	15.45
Cr	14.31
Ni	3.82
Fe	66.42



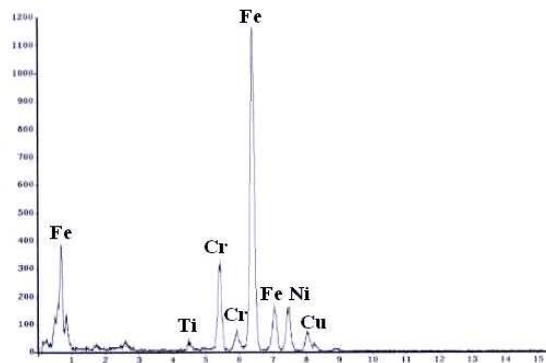
b) Analyse EDX des précipités de Cu

Figure 5 : Précipités de cuivre - MET



a) Austénite de réversion

Élément	% massique
Ni	10.43
Cr	16.32
Cu	4.66
Fe	68.59



b) Analyse EDX de l'austénite de réversion

Figure 6 : Austénite de réversion - MET

La Figure 7 schématise la microstructure caractéristique de l'alliage revenu au sein d'anciens grains austénitiques.

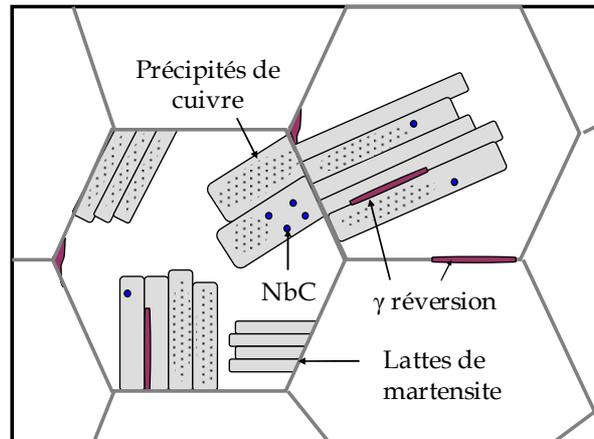


Figure 7 : Schématisation d'anciens grains austénitiques

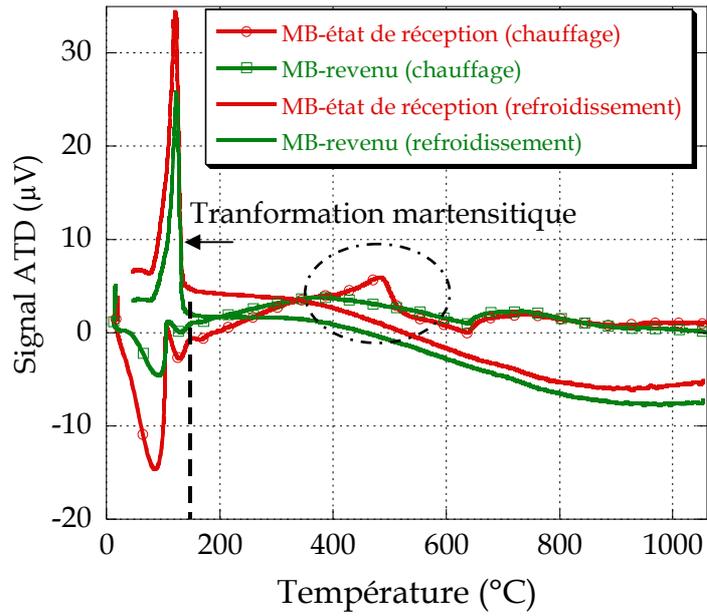
Des analyses thermiques différentielles ont permis de mettre en évidence les transformations de phases qui s'opèrent dans l'alliage au cours du traitement thermique de revenu. Les essais ont été réalisés jusqu'à 1050°C, afin d'explorer les transformations de phase dans une gamme de température la plus large possible, à une vitesse de 2,5°C/min de manière à reproduire les conditions opératoires industrielles.

Les signaux obtenus pour le matériau revenu et non revenu diffèrent d'un pic, correspondant à la précipitation du cuivre. En effet, dans le cas du matériau revenu, le cuivre est déjà précipité tandis que dans l'autre cas la précipitation du cuivre a lieu pendant la montée en température. Le signal du matériau à l'état brut de trempe montre un pic exothermique à partir de 410°C.

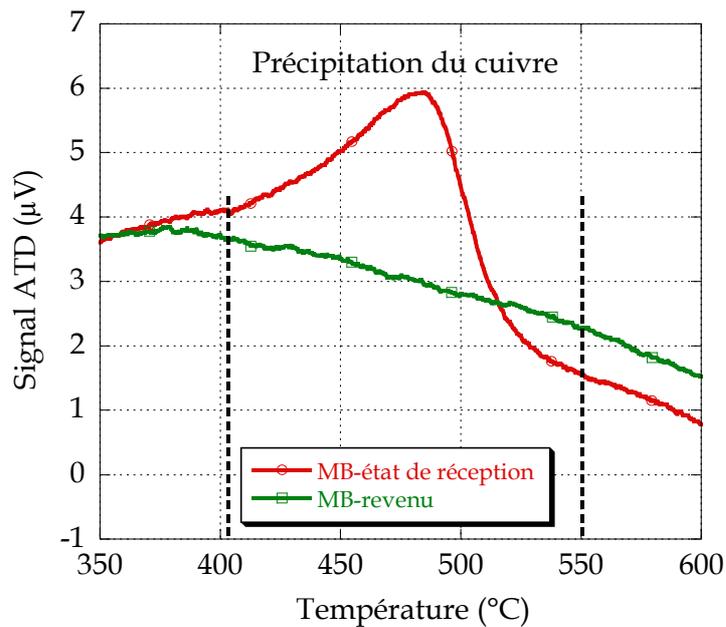
Les deux signaux diffèrent sur un intervalle de températures compris entre cette température de début de précipitation et la température du traitement de revenu. Au-delà de 550°C, les deux matériaux ont vécu la même histoire thermique et les mêmes changements microstructuraux : les deux courbes sont alors identiques.

Les signaux obtenus grâce à ces analyses dépendent fortement de la vitesse de chauffe et de refroidissement. La Figure 9 représente les courbes obtenues après des essais sur le matériau de base non revenu pour cinq vitesses différentes. Plus la vitesse de montée en température augmente, plus le pic exothermique se décale vers les hautes températures (Figure 9b) ce qui indique un phénomène thermiquement activé.

L'énergie d'activation qui correspond à la précipitation du cuivre a été déterminée à partir des courbes ATD en utilisant la méthode de Kissinger déjà utilisée sur des aciers maraging [2] et un acier inoxydable martensitique à durcissement structural [3]. La méthode de Kissinger met à profit le fait que les pics de transformation au chauffage se déplacent en fonction de la vitesse de montée en température.

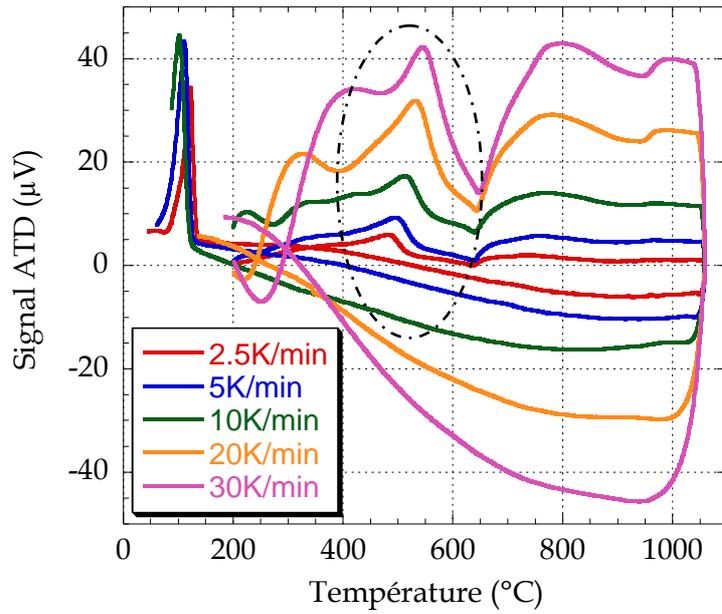


a) Courbes générales au chauffage et refroidissement

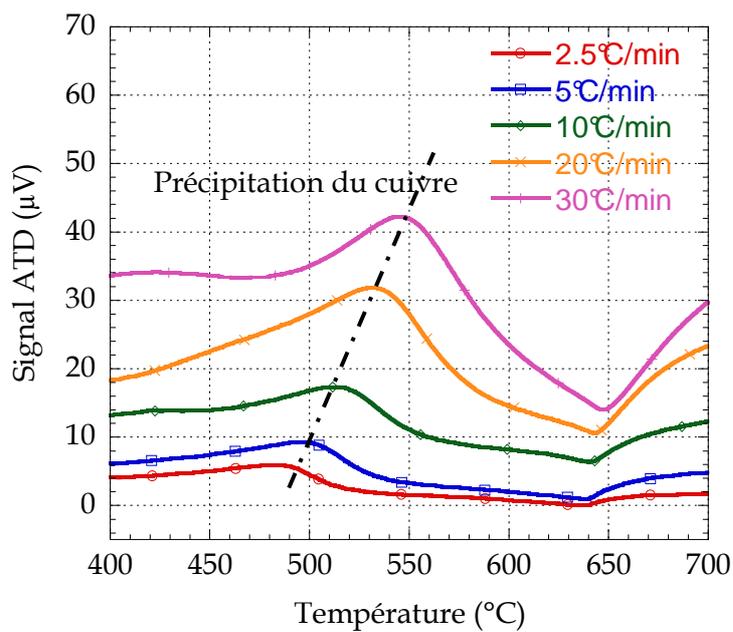


b) Zoom du pic de précipitation

Figure 8 : Comparaison des courbes d'ATD du matériau de base (MB) dans son état de réception et dans son état revenu -  $v=2.5^{\circ}\text{C}/\text{min}$



a) Effet de la vitesse sur les signaux ATD



b) Zoom du pic exothermique de précipitation

Figure 9 : Comparaison des courbes d'ATD du matériau de base dans son état de réception pour différentes vitesses de chauffe

L'énergie d'activation déterminée par cette méthode est égale à 197kJ/mole (Annexe I). Cette valeur est assez éloignée de celle calculée par Viswanathan [4] sur l'acier 17-4PH, par la relation de Johnson Mehl ( $Q=112\text{kJ/mole}$ ). Dans les travaux de Viswanathan [4], l'alliage est trempé à l'eau glacée tandis que le 15-5PH est refroidi à l'air après le traitement de mise en solution. La trempe à l'eau engendre plus de dislocations servant de site de germination pour le cuivre et modifie ainsi la cinétique de précipitation. L'énergie d'activation est donc plus faible dans le cas de l'acier trempé à l'eau glacée. Il faut aussi noter que les énergies d'activation sont plus faibles que celles correspondant à la diffusion du cuivre pur dans le fer  $\alpha$  (280kJ/mole entre 1045K et 1170K) [5]. Cette différence est aussi attribuable à la plus grande quantité de dislocations présente dans les alliages industriels.

Des analyses thermiques différentielles ont été réalisées sur le matériau non revenu déformé par laminage, afin d'étudier l'influence de la densité de dislocations sur la valeur de l'énergie d'activation de la précipitation du cuivre. Le taux de déformation engendré par le laminage n'a pas été évalué, le but étant de mettre en évidence un éventuel effet de la déformation sur la valeur de l'énergie d'activation. Les courbes obtenues pour les mêmes vitesses de chauffe nous ont permis de déterminer une énergie égale à 180kJ/mole. Cette valeur est effectivement inférieure à celle obtenue pour des essais réalisés sur le même acier non déformé. Cependant la différence de 17kJ/mole n'est pas suffisante pour penser que seule la différence de densité de dislocations est responsable de l'écart des valeurs d'énergie observé précédemment. Un écart de composition chimique entre les deux alliages étudiés pourrait aussi expliquer cette différence.

Les résultats obtenus en analyse thermique différentielle nous renseignent aussi sur la transformation martensitique au cours du refroidissement. Le pic exothermique en fin de refroidissement qui apparaît vers 150°C, correspond à la transformation de l'austénite en martensite (Figure 8a). Cette température  $M_s$  est plus basse que la température calculée par formule empirique de Steven et Haynes [1] car cette relation ne tient pas compte de la contribution de l'élément cuivre. En effet celui-ci diminue fortement la température de transformation martensitique. Les formules étant empiriques, la contribution du cuivre est différente suivant les auteurs.

## 1.4 Propriétés mécaniques

Le traitement de revenu modifie la microstructure du matériau. La précipitation du cuivre et la formation de l'austénite de réversion entraînent de fortes modifications des propriétés mécaniques. Les précipités du cuivre ont un rôle durcissant tandis que l'austénite de réversion adoucit la matrice martensitique.

### 1.4.1 Propriétés en traction

La Figure 10 compare les deux courbes de traction obtenues sur des éprouvettes de 1mm d'épaisseur, avant et après traitement thermique, à température ambiante pour une vitesse de déformation de  $10^{-3}\text{s}^{-1}$ . Après revenu, la contrainte d'écoulement de l'acier augmente ainsi que

son allongement à rupture. Ces deux évolutions antagonistes montrent bien que le traitement thermique de revenu est bien approprié pour obtenir le meilleur compromis entre ductilité et résistance.

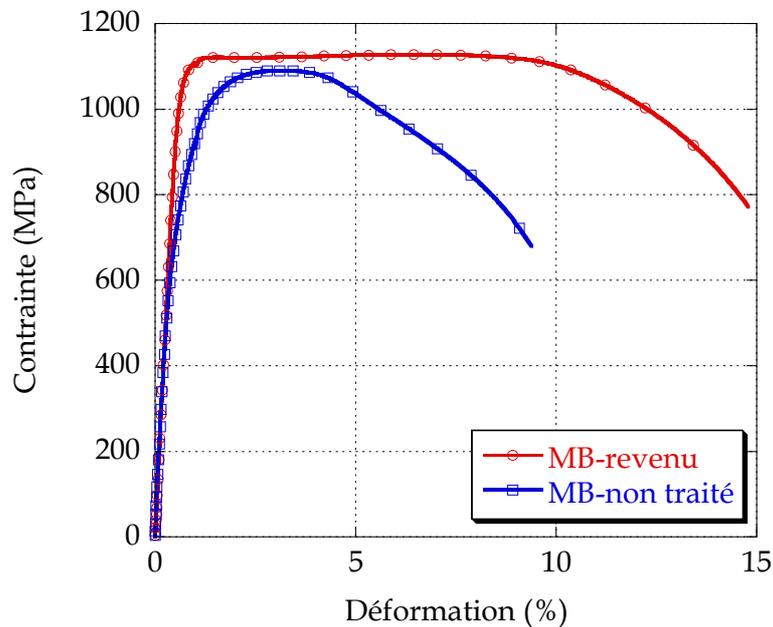


Figure 10 : Comparaison des courbes de traction du matériau de base revenu et non traité

Dans le cas du matériau revenu, les valeurs de la limite conventionnelle d'élasticité à 0.2% et de la contrainte maximale sont très proches (Tableau 2). Le matériau ne s'écrouit pas ou très peu.

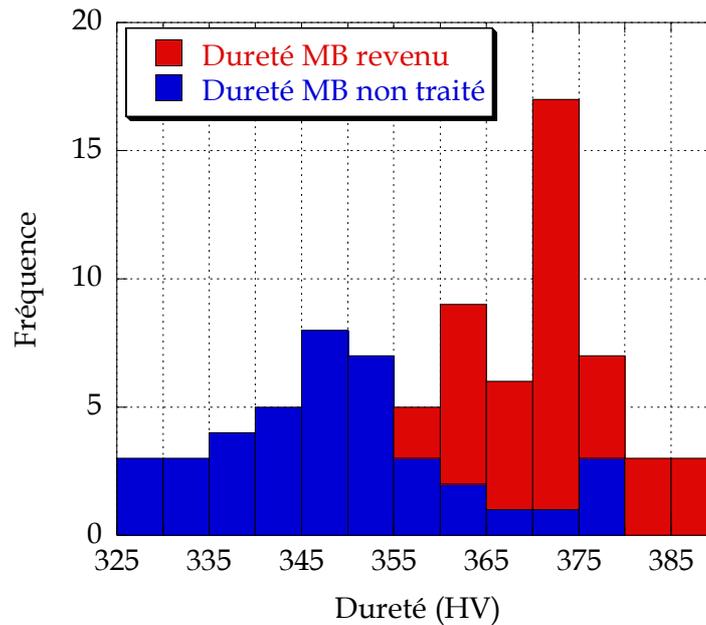
	Module de Young E (GPa)	Limite d'élasticité à 0.2% Re0.2 (MPa)	Contrainte maximale Rm (MPa)	Allongement à rupture A (%)
MB NT	190	780	1090	9
MB Revenu	190	1080	1127	14

Tableau 2 : Comparaison des caractéristiques mécaniques en traction de l'acier avant et après traitement de revenu

### 1.4.2 Essais de dureté

Lors du traitement de revenu, le cuivre précipite dans la matrice et durcit le matériau. La différence de dureté avant et après traitement a été mise en évidence par des essais de microdureté et de macrodureté (voir paragraphe 3.3.4).

La Figure 11 représente les valeurs de microdureté pour les deux matériaux ainsi que leurs distributions statistiques.



**Figure 11 : Représentation de la dispersion des valeurs de dureté suivant la loi normale**

La fréquence des valeurs obtenues peut être représentée par une loi normale, centrée sur 348HV pour le matériau non traité et sur 370HV pour le matériau revenu. Les valeurs de dureté obtenues en macrodureté n'ont montré aucune dispersion sur 10 essais réalisés. Le Tableau 3 donne les valeurs moyennes de dureté obtenues en microdureté et les valeurs obtenues en macrodureté.

	Microdureté (300g)	Macroducté (30Kg) HV30
MB non traité	348	347
MB revenu	370	365

**Tableau 3 : Dureté moyenne du matériau non traité et du matériau revenu**

Suite au traitement de revenu, la dureté de l'acier augmente environ de 20HV.

En comparant les valeurs obtenues avec les types d'essais nous pouvons constater que la valeur moyenne obtenue en microdureté est très proche de la valeur obtenue en macrodureté.

Remarque :

Une partie des essais mécaniques a été effectuée dans les deux sens de laminage du matériau. Les résultats obtenus ne montrant aucune différence, Le rôle du mode d'élaboration a été volontairement négligé dans le reste de l'étude.

## 2 Matériau soudé par faisceau d'électrons

### 2.1 Procédé de soudage

L'alliage est soudé par faisceau d'électrons. Cette technique de soudage consiste à bombarder l'interface entre les deux parties à assembler (Figure 12 a) avec un faisceau d'électrons de forte intensité, de l'ordre de 200mA, pour provoquer la fusion du métal. Les électrons émis par la cathode sont attirés par l'anode positive. Cette différence de potentiel entre les deux électrodes, de 60kV, permet aux électrons d'acquérir une énergie cinétique suffisante pour fondre le métal au moment de l'impact (Figure 12 b). De par leur faible masse, les électrons sont incapables de transférer directement leur énergie aux atomes du réseau lors d'un processus de collision. Les électrons du faisceau entrent en collision avec les électrons de la couche atomique la plus externe. La diffusion élastique et inélastique des électrons dans la matière est responsable d'une ionisation des atomes métalliques et du transfert de chaleur sur les parois et au fond de la cavité. Sous l'impact des électrons, le métal entre en fusion. La température avoisine les 2800K. Il se forme alors une cavité constituée d'un mélange de particules de matière, arrachées au front de soudage et de molécules gazeuses provenant d'une vaporisation partielle de la matière. Les gaz formés dans la cavité font pression sur le bain fondu et le comprime sur les parois (Figure 12 c) et d)). De ce fait, les électrons sont toujours projetés sur la matière d'origine et le processus est répété [6].

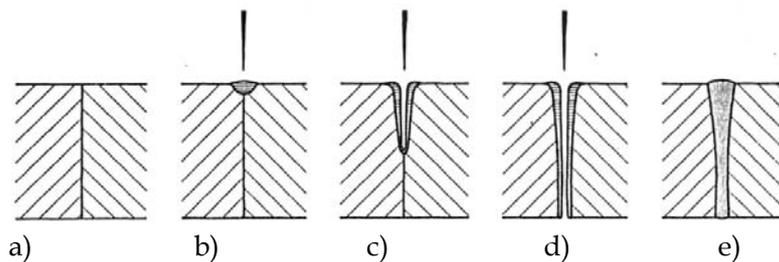


Figure 12 : Schématisation des différentes étapes du procédé de soudage FE [6]

### 2.2 Paramètres de soudage

L'optimisation des paramètres de soudage permet de contrôler la qualité et la morphologie du cordon de soudure.

Ces principaux paramètres sont les suivants :

- La tension d'accélération et le courant de sonde qui jouent sur la profondeur de la soudure ainsi que l'épaisseur du cordon.
- La vitesse de soudage qui influence la vitesse de fusion et de solidification du cordon de soudure.
- L'intensité de focalisation et la position du point de focalisation qui gouvernent la taille du faisceau et donc la finesse du cordon.
- Le mode de vibration du faisceau qui contrôle la formation de défauts dans le cordon ou la profondeur de soudage.

Le soudage FE de l'alliage est effectué par Techmeta S.A. à Annecy (74). Les paramètres utilisés pour le soudage des tôles en 15-5PH d'épaisseur 14mm sont résumés dans le tableau suivant.

Distance de tir	197mm
Vitesse	0.75m/mn
Tension	60kV
Intensité de faisceau	200mA
Intensité de focalisation	2.28A
Sens de vibration	perpendiculaire
Amplitude de vibration	2mm
Fréquence de vibration	200Hz

**Tableau 4 : Paramètres de soudage pour une tôle de 14mm**

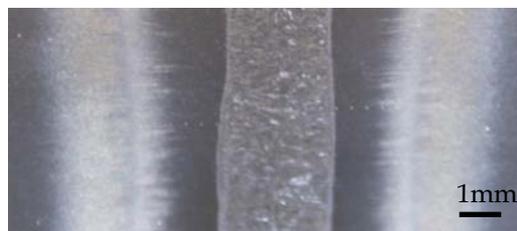
Un examen radiographique post-soudage est réalisé sur chaque tôle afin de vérifier la qualité des cordons. En particulier la présence de défauts du type retassures ou fissures est recherchée. Le soudage par faisceau d'électrons s'effectue sans apport de matière ce qui implique une préparation soignée et un bon accostage des bords des pièces à assembler. Le soudage par FE étant extrêmement rapide et localisé, le matériau adjacent au cordon de soudure est affecté thermiquement sur une petite distance. Le métal évacue la chaleur de la zone de fusion en un temps très court. Les vitesses de refroidissement peuvent atteindre  $10^3$  à  $10^5$  K.s<sup>-1</sup>.

Remarque :

Dans le cas de notre étude, il ne s'agit pas d'un assemblage par soudage mais d'une ligne de fusion qui a été effectuée sur un plat en 15-5PH de 15mm d'épaisseur. Ce choix permet de s'affranchir des problèmes liés à l'accostage, à l'état de surface et à la contamination cours du soudage.

### 2.3 Métallurgie après soudage et traitement de revenu

La Figure 13 présente une macrographie de l'alliage soudé et attaqué à l'acide fluorhydrique.



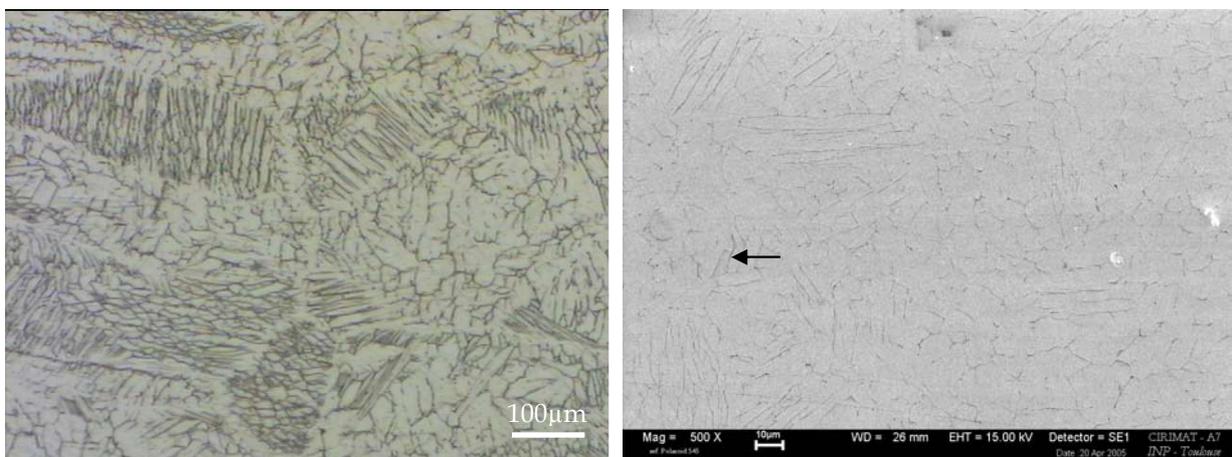
**Figure 13 : Macrographie de l'alliage soudé - attaque acide fluorhydrique**

Nous pouvons distinguer le cordon de soudure de 2 - 3mm de large au centre de la macrographie. De part et d'autre de la zone fondue, la zone affectée thermiquement s'étend sur 3mm. Cette zone présente un contraste différent suivant que l'on considère la partie proche de la

zone fondue ou du matériau de base. La zone trouble, apparue après l'attaque, marque la limite de la zone affectée thermiquement. Ce contraste n'a pas pu être attribué à une différence de microstructure ou de composition chimique.

### 2.3.1 Zone fondue

Portée au-delà du point de fusion du métal, la zone fondue a une microstructure différente de celle du matériau de base. En effet, la vitesse de refroidissement étant élevée, la zone fondue a une structure dendritique, orientée suivant le gradient thermique traduisant l'évacuation de la chaleur (Figure 14 a)). La vue en coupe de la zone fondue nous renseigne sur la finesse de la structure (Figure 14 b)), composée de dendrites mesurant 10µm en moyenne.



a) Micrographie au microscope optique – attaque HF

b) Micrographie au MEB – en coupe – attaque à la soude- (en noire apparaît la ferrite delta)

#### Figure 14 : Micrographies de la zone fondue

La zone fondue contient de la ferrite delta, normalement présente à haute température, vers 1400°C. Cette phase apparaît en noire sur la micrographie de la Figure 14(b) et est indiquée par une flèche. La ferrite delta apparaît dans l'espace interdendritique ce qui traduit un gradient de concentration entre le cœur et les bords des dendrites. Ce gradient est dû à l'avancée rapide du faisceau d'électrons pendant le soudage. L'attaque chimique à la soude permet de révéler cette phase. Les observations au microscope électronique en transmission et les analyses EDX confirment la présence de ferrite delta, riche en éléments alphas comme le chrome (Figure 15).

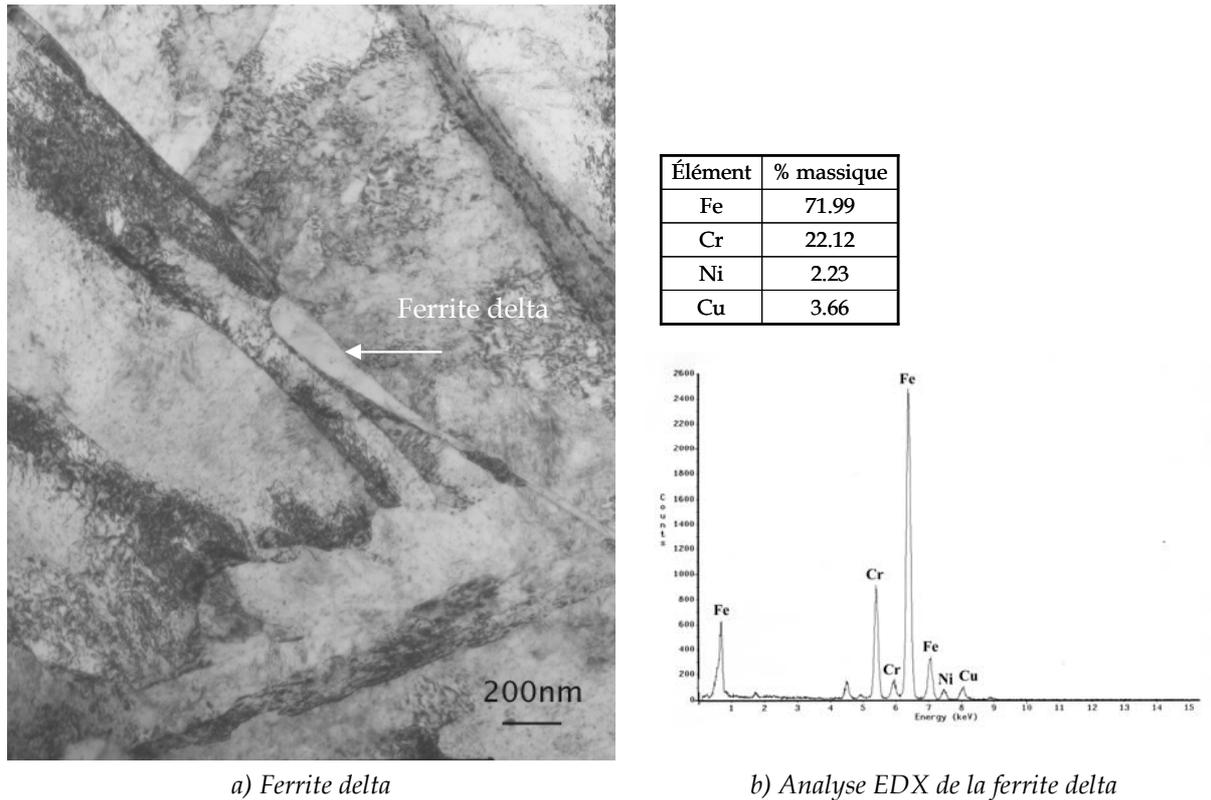


Figure 15 : Ferrite delta – MET

La structure biphasée de la zone fondue (ferrite + martensite) a aussi été mise en évidence par Ozbaysal et al. [7] [8] après soudage laser du 15-5PH. Les mêmes observations ont été faites par Fujita et al. [9] après un soudage TIG. De plus, le diagramme de Schaeffler [10] prédit la présence de cette phase dans la structure des joints soudés à l'état brut de soudage, en prenant en compte le pourcentage de chrome et de nickel équivalent.

### 2.3.2 Zone affectée thermiquement

La zone affectée thermiquement, ZAT, reste à l'état solide au moment du soudage mais subit de fortes variations de température. Les changements microstructuraux s'effectuent à l'état solide dans tout l'intervalle de températures compris entre la température de fusion et la température la plus basse à laquelle commence la première transformation de phase.

Les résultats en analyse thermique différentielle présentés précédemment montrent que la première transformation de phase est la précipitation du cuivre vers 410°C, pour de faibles vitesses de montée en température.

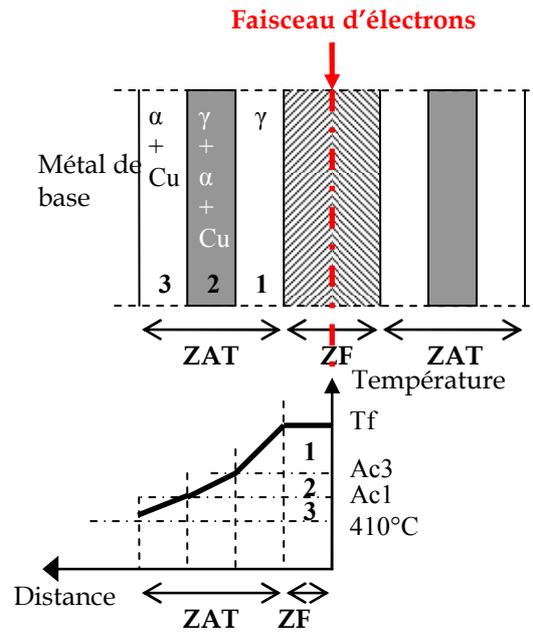


Figure 16 : Schématisation des microstructures de la ZAT pendant le processus de soudage

La gamme de températures auxquelles est exposée la ZAT étant très étendue, nous pouvons la diviser en trois sous-domaines, comme le montre le schéma de la Figure 16. Ces sous-domaines ont été délimités en fonction des températures de transformation de phases.

Le premier sous-domaine est défini entre la température de fusion et la température Ac3 (température à laquelle la martensite achève de se transformer en austénite au cours du chauffage). Dans cette gamme de température, au cours du soudage, l'acier est entièrement austénitique. Après passage du faisceau d'électrons, le sous-domaine 1, retrouve sa structure martensitique, une fois refroidi.

Le deuxième sous-domaine est défini entre la température Ac3 et la température Ac1 (température à laquelle la martensite commence de se transformer en austénite au cours du chauffage). Dans ce sous-domaine 2, au cours du soudage, l'acier se retransforme en partie en austénite mais retrouve sa structure martensitique après refroidissement.

Le troisième sous-domaine est délimité par la température Ac1 et la température de début de précipitation du cuivre. Au cours du soudage, dans le sous-domaine 3, le cuivre précipite. Après refroidissement des précipités de cuivre sont présents dans la martensite.

### 3 Techniques expérimentales

#### 3.1 Techniques d'observation et d'analyse

Le choix de la technique de caractérisation microstructurale dépend de l'échelle de ce que l'on souhaite observer.

### 3.1.1 Microscopie optique

Pour observer la microstructure de l'acier au microscope optique, les échantillons doivent être polis « miroir » à l'aide de drap de polissage et de pâte diamantée. La structure de l'alliage est révélée par une attaque chimique ou électrolytique. La surface de l'échantillon subit une légère dissolution différentielle. Le Tableau 5 résume les différentes attaques chimiques réalisées au cours de cette étude et la microstructure révélée.

Nom	Réactifs (dans l'ordre)	Microstructure révélée	Electrolytique
<b>Acide fluorhydrique</b>	1- 85mL H <sub>2</sub> O distillée 2- 15mL HF	Anciens joints de grains Lattes de martensite	OUI 15V / 10s
<b>Vilella</b>	1- 100mL éthanol 2- 5mL HCl 3- 1g acide picrique	Carbures Austénite de réversion Lattes de martensite Anciens joints de grains	NON
<b>Soude</b>	1- 100mL H <sub>2</sub> O 2- 20g NaOH	Ferrite $\delta$ Carbures	OUI 25V / 30s
<b>Catella</b>	1- 100mL éthanol 2- 10mL HCl 3- 6mL acide acétique 4- 2g acide picrique	Lattes de martensite Austénite de réversion Anciens joints de grains	NON

Tableau 5 : Désignation des attaques

### 3.1.2 Microscopie électronique à balayage

L'alliage a été observé par microscopie électronique à balayage. Deux types de MEB ont été utilisés. Le premier est un LEO 435VP, installé au CIRIMAT à Toulouse (31). Un microanalyseur à dispersion d'énergie (EDS) est couplé au MEB pour permettre une microanalyse semi-quantitative d'une région donnée. Le deuxième MEB, présentant des caractéristiques semblables, localisé au CROMeP à Albi (81), a été utilisé pour les observations de faciès de rupture d'éprouvettes Charpy.

Le deuxième type de microscope utilisé est un MEB à canon à effet de champs (MEB-FEG). Ce type de microscope permet de travailler à faible tension d'accélération ce qui permet d'augmenter la résolution de l'appareil. Deux microscopes ont été utilisés au cours de cette étude, le premier est un Philips XL30, localisé au CROMeP, et le deuxième est un JEOL 6700F, localisé au service TEMSCAN de l'Université Paul Sabatier. Les observations ont été effectuées avec l'aide de Christine Rolland et Yannick Thebault.

### 3.1.3 Microscopie électronique en transmission

La microscopie électronique en transmission est utilisée pour observer le matériau à très petite échelle, de l'ordre du nanomètre. Les échantillons observés doivent être très minces pour être transparents aux électrons. L'observation se fait sur des lames minces obtenues par polissage mécanique puis amincissement électrolytique jusqu'à obtenir une épaisseur suffisamment petite pour que le métal soit transparent aux électrons. L'électrolyte est un mélange d'acide acétique avec 5% en volume d'acide perchlorique. L'amincissement s'effectue à l'aide du TENUPOLE sous une tension de 70 volts à 15°C.

Le MET utilisé est un JEOL JM 2010 équipé d'un analyseur EDS permettant d'obtenir une analyse semi-quantitative des différentes phases. Les observations et les analyses ont été faites au service TEMSCAN de l'Université Paul Sabatier, par Marie Christine Lafont.

### 3.1.4 Sonde atomique tomographique 3D

La sonde atomique tomographique est une technique d'analyse qui entre dans la catégorie plus vaste des microscopes à effet de champ et qui consiste à ioniser des atomes d'un échantillon cristallin afin de les arracher et de détecter leurs points d'impact. La forme du champ électrique permet de remonter à la position de l'atome dans le cristal et donc à la structure de celui-ci.

L'échantillon doit être un matériau conducteur (métal), et usiné en forme de pointe la plus fine possible pour que le champ électrique soit le plus puissant possible. En effet, lorsque l'on établit une différence de potentiel entre un objet et une paroi, le champ électrique à la surface de l'objet sera d'autant plus puissant que le rayon de courbure est faible. Les atomes du cristal sont arrachés et la structure du matériau peut être reconstituée. La pointe est introduite dans l'enceinte à vide du microscope ionique et de la sonde atomique, et est refroidie à 40K à l'aide d'un cryogénérateur. Il est possible d'identifier les atomes évaporés de la pointe par spectrométrie à temps de vol. On parle alors de sonde atomique tomographique. Cette technique permet de connaître la nature de l'atome et sa position dans le cristal, ce qui permet de voir les différences de composition et les ségrégations d'atomes étrangers, sur une image en trois dimensions.

La préparation des échantillons est délicate et demande la même rigueur que la préparation des lames minces en microscopie électronique en transmission. Le matériau est d'abord usiné sous forme d'allumette de 300X300 $\mu\text{m}^2$  de section. Cette allumette est fixée sur un porte échantillon qui fait un mouvement de va-et-vient dans une couche mince d'électrolyte. L'échantillon qui sert d'anode est attaqué et aminci sous forme d'un col jusqu'à rupture.

La sonde atomique tomographique a été utilisée afin de mettre en évidence des changements microstructuraux à très fine échelle grâce à sa résolution. L'appareil se situe à l'Université de Rouen au sein du Groupe Physique des Matériaux. Les essais ont été réalisés par Frédéric Danoix.

## 3.2 Analyse Thermique Différentielle

L'analyse thermique différentielle est une technique qui permet d'étudier les transformations de phases dans les matériaux. Le principe de cette méthode consiste à suivre l'évolution de la différence de température entre l'échantillon étudié et un corps témoin inerte ne subissant pas de transformation de phases dans le domaine de température étudié. Lorsque l'échantillon subit une transformation de phases, la différence de température peut être négative ou positive. Ceci se traduit par des pics endothermiques ou exothermiques au niveau du signal.

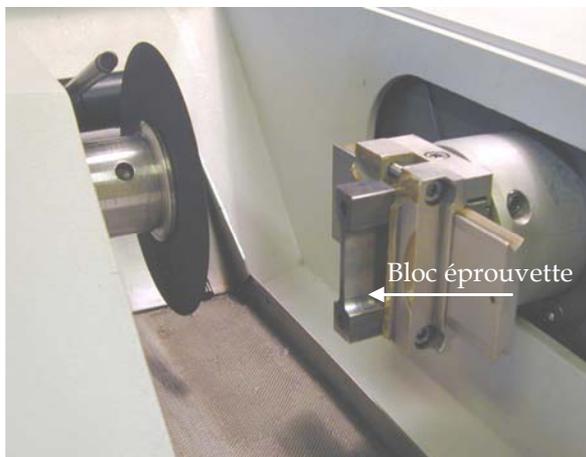
La difficulté de cette méthode réside dans l'interprétation et la localisation des pics de transformation suivant une ligne de base qui représenterait le même signal sans transformation.

L'appareil utilisé est de marque SETARAM Setsys, localisé au CIRIMAT à Toulouse (31). Les essais ont été réalisés par J. Lacaze.

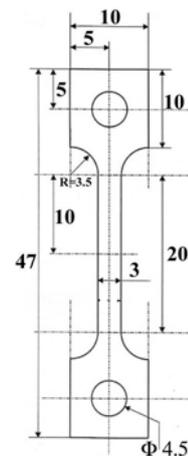
## 3.3 Caractérisations mécaniques

### 3.3.1 Usinage et dimension des éprouvettes de traction

Les éprouvettes de traction sont découpées dans un bloc préalablement usiné au profil de l'éprouvette. La découpe s'effectue avec une scie mécanique de marque Struers à l'aide de disque en carbure de silicium de 300 $\mu$ m d'épaisseur (Figure 17).



a) Scie mécanique Struers



b) Dimension des éprouvettes de traction (mm)

**Figure 17 : Méthode de découpe et dimension des éprouvettes de traction**

Cette technique d'usinage permet de découper des éprouvettes de faible épaisseur et de contrôler la zone dans laquelle est prélevée l'éprouvette. Ce protocole a été mis au point pour l'usinage des éprouvettes dans la zone fondue et dans la zone affectée thermiquement, afin d'étudier le comportement local du matériau après soudage.

Les éprouvettes prélevées dans la ZF et dans la ZAT sont limitées en épaisseur et doivent mesurer 500 $\mu$ m. La zone d'usinage dans le matériau de base n'étant pas restreinte, des essais ont été réalisés sur des éprouvettes de 500 $\mu$ m et de 1mm. Les résultats obtenus, dans les deux cas,

sont comparables car l'épaisseur est nettement supérieure à la taille d'un grain. Des essais de traction effectués sur des éprouvettes de différentes épaisseurs, nous ont permis de valider les essais effectués sur des éprouvettes de 500 $\mu\text{m}$  d'épaisseur. (Figure 18).

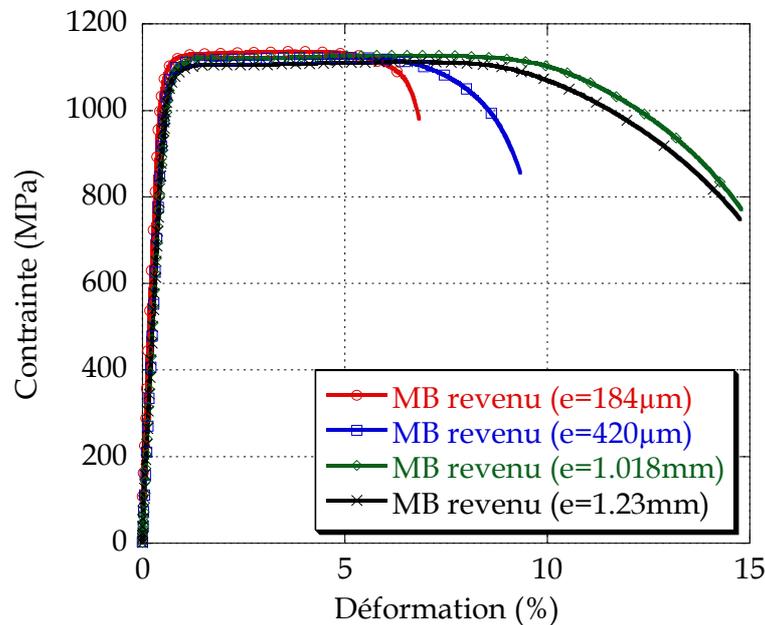


Figure 18 : Effet d'épaisseur sur les courbes de traction

Le module de Young, la contrainte maximale ainsi que la limite d'élasticité sont équivalentes. Seul un abattement de l'allongement à rupture est observé lorsque l'épaisseur des éprouvettes diminue.

Les éprouvettes obtenues après usinage ont un état de surface qui ne nécessite pas de polissage. En effet, les courbes de traction obtenues sur des éprouvettes dans leur état brut d'usinage et sur des éprouvettes polies sont identiques. Une fois découpées les éprouvettes ne présentent pas de défaut de surface susceptibles de modifier les propriétés mécaniques en traction du matériau.

### 3.3.2 Machines de traction MTS

Les essais mécaniques ont été réalisés au CIRIMAT à Toulouse sur deux machines de traction électro-mécaniques MTS. Une des deux machines est équipée d'un four à lampes pour réaliser des essais à haute température sous atmosphère contrôlée. L'allongement est mesuré à l'aide d'un micromètre laser qui détermine l'allongement relatif entre deux drapeaux soudés sur la tête de l'éprouvette avec une précision de 3 $\mu\text{m}$ . La température est mesurée par deux thermocouples de type K soudés sur les drapeaux. Le gradient thermique sur la zone utile de l'éprouvette est inférieur à 5 $^{\circ}\text{C}$  pour les températures étudiées.

La deuxième machine de traction est utilisée pour des essais à température ambiante (Figure 19). Dans ce cas, l'allongement est mesuré par un extensomètre à couteau.

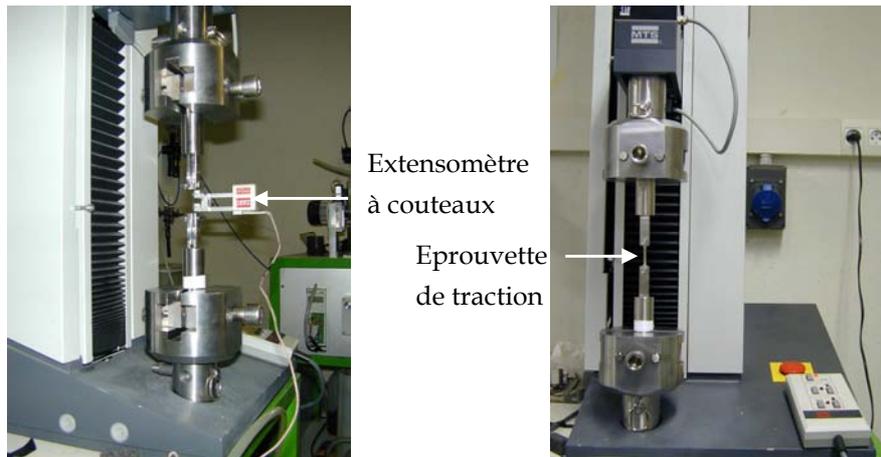


Figure 19 : Machine de traction MTS pour les essais à température ambiante et à froid

Un dispositif a été adapté sur cette machine pour permettre de faire des essais à froid, jusqu'à  $-80^{\circ}\text{C}$  comme le montre la Figure 20.

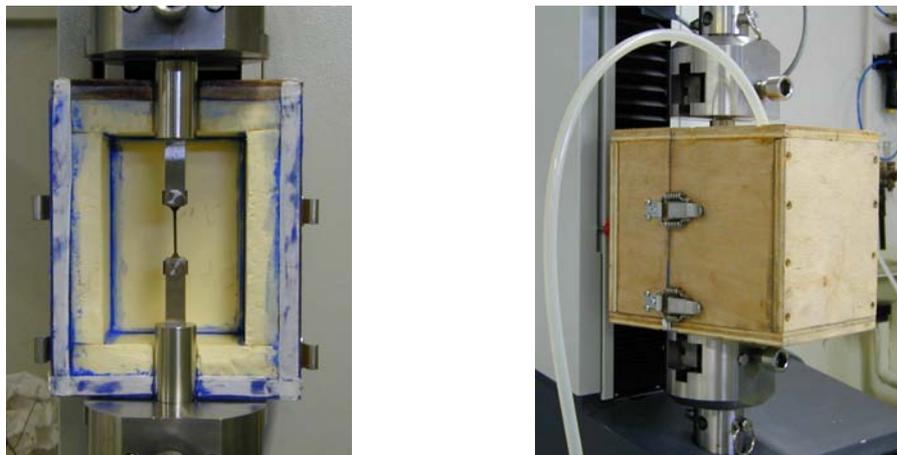


Figure 20 : Dispositif adapté sur la MTS pour les essais à basse température

Les mors de la machine de traction sont enfermés dans une boîte en bois fermée hermétiquement. Cette boîte étanche est ensuite remplie d'un mélange (alcool + azote) préparé à la température souhaitée. Une couche d'isolation en polystyrène dense est placée à l'intérieur de la boîte afin de maintenir constante la température du mélange pendant la durée de l'essai de traction. Une pompe à eau permet de vidanger le contenu de la boîte une fois l'essai terminé.

### 3.3.3 Mouton Charpy

Les essais Charpy permettent de déterminer l'énergie requise pour rompre une éprouvette normalisée en fonction de la température. Au cours de cet essai l'éprouvette Charpy est rompue à l'aide d'un pendule de masse  $m$  qui tombe d'une hauteur  $h_0$ . Après avoir cassé l'éprouvette, le pendule remonte à une hauteur  $h$ . La résilience du matériau est déterminée par l'énergie absorbée rapportée à la surface rompue. La vitesse du pendule est de  $5,23\text{m/s}$ .

Le mouton Charpy utilisé pour les essais est un pendule instrumenté de 300J de marque Amsler (Figure 21). Il est situé au CROMeP à Albi (81). Le logiciel WinImpact permet de calculer les énergies de rupture par unité de surface.

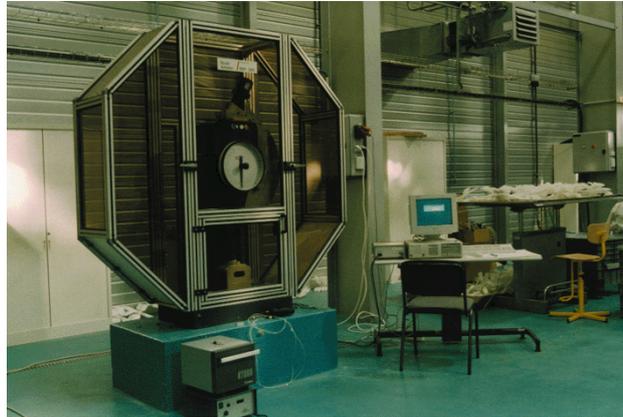


Figure 21 : Mouton Charpy instrumenté de 300J

L'appareil est équipé d'un four afin de tester les éprouvettes à chaud. Les essais à froid sont réalisés en trempant l'éprouvette dans un mélange d'alcool et d'azote pendant 15 minutes. Pour les essais à chaud les éprouvettes sont chauffées 20 minutes, le temps que la température soit homogène dans toute l'éprouvette.

L'éprouvette Charpy standard est un barreau de 55mm de long et de section carrée 10x10mm<sup>2</sup>. Au milieu d'une des faces du barreau est usinée une entaille mécanique en forme de V (avec un angle de 45°) de profondeur 2mm, avec un rayon en fond d'entaille de 0,25mm. Les résultats expérimentaux permettent de tracer une courbe de résilience et de déterminer une température de transition ductile-fragile (TTDF). Cette température de transition correspond à l'énergie moyenne absorbée, c'est-à-dire à la somme de l'énergie de rupture au plateau fragile et de l'énergie de rupture au plateau ductile, divisée par deux.

L'entaille des éprouvettes Charpy a été usinée au niveau de la zone à analyser (ZF, ZAT ou MB). Dans le cadre de cette étude, les éprouvettes ne sont pas de taille standard. L'épaisseur des éprouvettes est de 6mm et des entailles latérales de 0,5mm de profondeur ont été usinées, avec le même rayon d'entaille que précédemment (Figure 22). Ces entailles latérales ont été conçues dans le but de confiner la rupture au niveau de la zone à analyser afin que l'énergie de rupture soit caractéristique de cette zone.

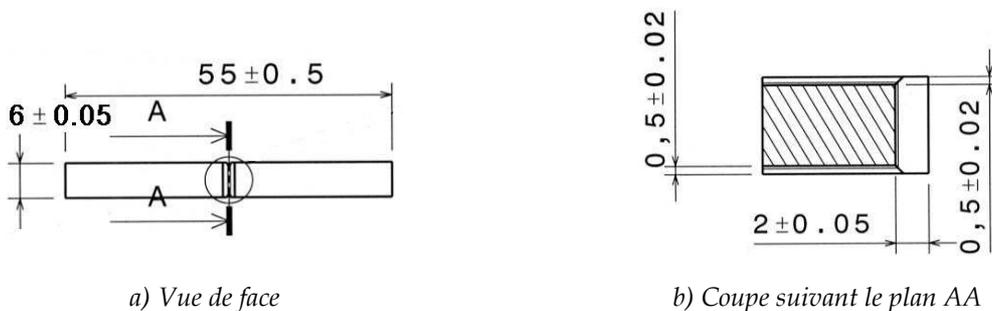


Figure 22 : Géométrie des éprouvettes Charpy non standard

Dans le cas du matériau de base, les essais de résilience ont été réalisés sur des éprouvettes de géométrie standard et non standard. Ces deux courbes de référence obtenues nous ont permis de déterminer une règle de passage entre les résultats expérimentaux obtenus avec les éprouvettes normalisées et les éprouvettes de section réduite. L'influence de l'épaisseur des éprouvettes Charpy sur la température de transition ductile fragile a déjà fait l'objet de plusieurs travaux de recherche dans les années 80 [11] [12]. D'après les résultats obtenus la diminution de section entraîne un décalage de la température de transition ductile fragile vers les basses températures. En ce qui concerne la valeur de l'énergie de rupture, Mc Nicol [13] a observé que l'énergie diminue lorsque la section de l'éprouvette diminue. Dans notre cas, l'effet simultané des entailles latérales sera à prendre en compte dans l'analyse des courbes de résilience.

### 3.3.4 Essais de dureté

La dureté est la mesure de résistance d'un matériau à la pénétration d'un indenteur, de géométrie variable suivant le type d'essai. Deux types de dureté ont été réalisés, la microdureté et la macrodureté. Ces techniques se distinguent de par la taille du pénétrateur donc de la taille de la zone analysée. La microdureté est utilisée pour une étude locale tandis que la macrodureté permet une mesure globale du matériau. La technique de dureté utilisée est la dureté Vickers. L'indenteur est un diamant en forme de pyramide. La mesure des diagonales de l'empreinte permet de déterminer la dureté du matériau.

Le microduremètre est utilisé avec une charge de 300g. Sous cette charge, les diagonales de l'empreinte laissée à la surface du matériau, mesurent environ 30 $\mu$ m. Cette taille d'empreinte est proche de la taille des grains du matériau qui est de 20 $\mu$ m et permet donc une analyse locale de la dureté. La microstructure à l'échelle d'un grain n'étant pas homogène, les valeurs, obtenues en microdureté, présentent une dispersion et leur représentation suit une loi normale.

Les essais de macrodureté s'effectuent sous une charge de 30kg (HV30). Les diagonales de l'empreinte mesurent en moyenne 400 $\mu$ m ce qui permet d'obtenir la dureté globale du matériau et de limiter la dispersion des résultats. Les deux appareils sont situés au CIRIMAT à Toulouse (31).

Le protocole adopté pour les essais de dureté consiste à effectuer 10 mesures de microdureté systématiques et à comparer la valeur moyenne à celle obtenue en macrodureté. Les résultats en macrodureté étant peu, voire pas dispersés, les présentations des essais de dureté, donneront la valeur en macrodureté avec la dispersion obtenue en microdureté.

## Bibliographie

- [1] C. Y. Kung and J. J. Raymen, *Metallurgical Transactions*, **A 13**, 1982, pp 328.
- [2] U. K. Viswanathan, T. R. G. Kutty and C. Ganguly, *Metallurgical Transactions A*, **24**, 1993, pp 2653-2656.
- [3] J. M. Cloue (1998). "Justification de la Tenue en Service en Milieu Primaire REP d'un Acier Martensitique à Durcissement Structural". Thèse de Doctorat en Sciences et Génie des Matériaux. Centre des Matériaux, Ecole des Mines de Paris.
- [4] U. K. Viswanathan, P. K. K. Nayar and R. Krishnan, *Materials Science and Technology*, **5**, 1989, pp 346-349.
- [5] E. A. Brandes and G. B. Brooks, *Smithells Metals Reference Book*.
- [6] H. Schultz, *Electron Beam Welding*. Cambridge, Abington Publishing, 1989.
- [7] K. Ozbaysal and O. T. Inal, *Materials Science and Engineering*, **A130**, 1990, pp 205-517.
- [8] K. Ozbaysal and O. T. Inal, *Journal of Materials Science*, **29**, 1994, pp 1471-1480.
- [9] A. Fujita, T. Kawano, H. Sueoka and F. Sakai, *ISIJ International*, **38**, 1998, pp 866-874.
- [10] P. J. Cunat, *Techniques de l'Ingénieur*, **M 4 540**, 2000.
- [11] O. L. Towers, *Metal Construction*, **18**, 1986, pp171-176.
- [12] B. S. Loudon, A. S. Kumar, F. A. Garner, M. L. Hamilton and W. L. Hu, *Journal of Nuclear Materials*, 1988, pp 662-667.
- [13] R. C. Mc Nicol, *Welding Research Supplement*, 1965, pp 385-393.

## CHAPITRE III

# CARACTERISATION MECANIQUE DU MATERIAU SOUDE PAR FAISCEAU D'ELECTRONS

### *Sommaire*

---

- 1 Essais de traction
  - 1.1 Essais à température ambiante
  - 1.2 Effet de la température d'essai
  
- 2 Essais de résilience
  
- 3 Mesures de dureté

### Bibliographie

---



L'objectif de ce chapitre est de présenter de manière synthétique le comportement mécanique de l'acier de base et de l'acier soudé par faisceau d'électrons.

Afin de compléter une étude déjà entreprise au sein d'Airbus [1], [2], des essais mécaniques de traction et de résilience ont été conduits. De plus, ces deux essais aisément adaptables à des zones soudées permettent de caractériser le comportement local du matériau et par là même les différentes microstructures présentes dans l'assemblage par faisceau d'électrons.

Afin de se rapprocher des conditions de mise en service de ces matériaux, les essais mécaniques ont été réalisés à température ambiante, à froid (jusqu'à  $-60^{\circ}\text{C}$ ) et à chaud (jusqu'à  $400^{\circ}\text{C}$ ) sur les différentes zones issues du procédé de soudage. Par ailleurs, des essais de dureté nous ont permis de compléter les résultats obtenus en traction et résilience.

## 1 Essais de traction

### 1.1 Essais à température ambiante

#### 1.1.1 Caractérisation locale

Afin de pouvoir comparer les caractéristiques mécaniques en traction relatives aux trois zones, les éprouvettes mesurent chacune  $500\mu\text{m}$  d'épaisseur. La Figure 1 rassemble les résultats des essais de traction réalisés sur des éprouvettes prélevées dans les trois zones caractéristiques (MB, ZF et ZAT).

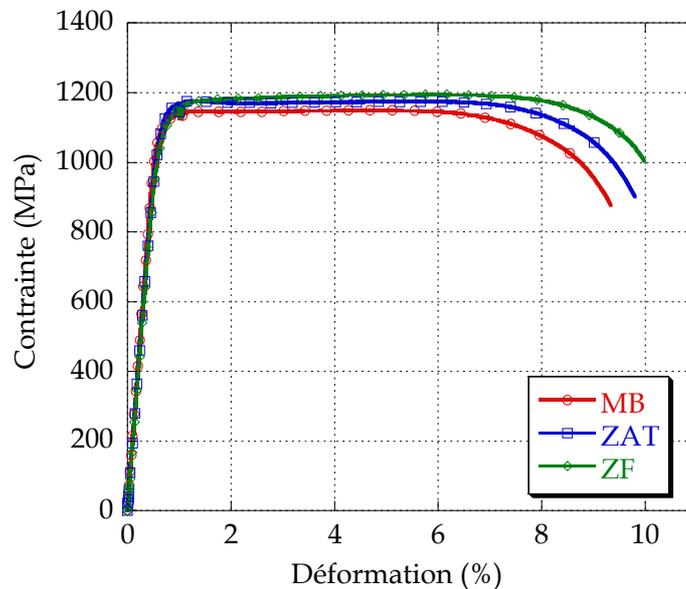


Figure 1 : Courbes de traction à température ambiante

Tous les essais de traction ont été effectués avec la même vitesse de déformation,  $\dot{\epsilon}=10^{-3}\text{s}^{-1}$ . Les faciès de rupture des trois zones présentent de nombreuses cupules caractéristiques d'une rupture ductile (Figure 2).

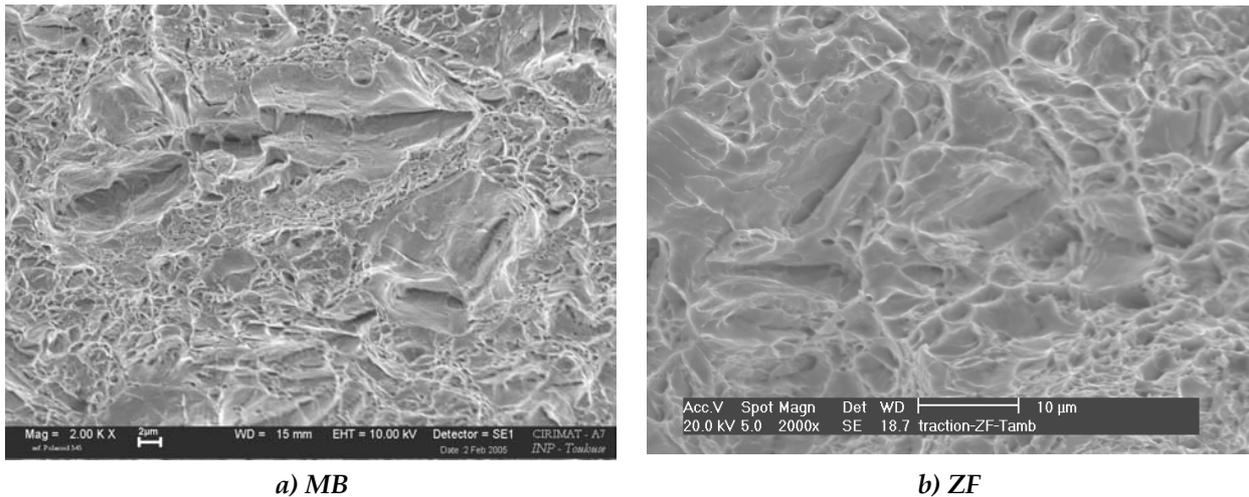


Figure 2 : Faciès de rupture des éprouvettes de traction à température ambiante

Le Tableau 1 récapitule les principales propriétés mécaniques obtenus pour le matériau de base, la zone affectée thermiquement et la zone fondue.

<b>T amb</b>	Module de Young E (GPa)	Limite d'élasticité à 0.2% Re0.2 (MPa)	Contrainte maximale Rm (MPa)	Allongement à rupture A (%)
MB	200	1080	1150	8.7
ZAT	200	1147	1174	9.3
ZF	193	1116	1194	9.2

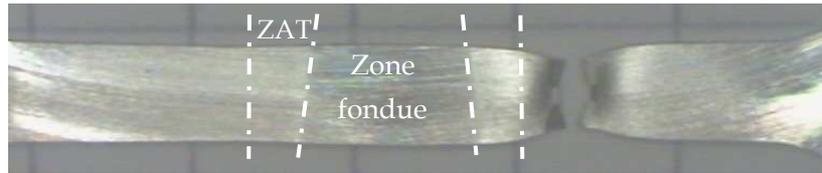
Tableau 1 : Propriétés mécaniques à 20°C des trois zones du matériau soudé

On notera que les caractéristiques mécaniques de la zone fondue sont légèrement supérieures à celles correspondant aux deux autres matériaux, malgré la présence de ferrite delta. Ceci peut être expliqué par la finesse de la structure dendritique de cette zone qui compense largement l'abattement pouvant être provoqué par la présence de la ferrite delta.

### 1.1.2 Caractérisation globale

Des éprouvettes de traction de 1mm d'épaisseur ont été usinées dans le sens travers du cordon de soudure afin d'évaluer le comportement mécanique de l'assemblage dans sa globalité. La zone utile de l'éprouvette a donc une structure composite comprenant le matériau de base, les zones affectées thermiquement et la zone fondue, disposés en série.

Après l'essai de traction, l'observation de l'éprouvette reconstituée indique une rupture dans le matériau de base (Figure 3).



**Figure 3 : Fractographie de l'éprouvette de traction usinée sens travers du cordon**

Cette observation est en accord avec les propriétés des matériaux constitutifs de l'assemblage (Tableau 1). En effet les propriétés de la ZF et de la ZAT étant supérieures à celle du MB, ce dernier constitue la partie faible de cette structure composite. On notera également que cette assertion ne prend pas en compte l'éventuelle anisotropie des propriétés mécaniques de la zone fondue. Visiblement, cette anisotropie des propriétés, très probable dans la zone fondue, n'affecte pas la résistance mécanique de cette zone. Dans cet essai, la traction uniaxiale se fait parallèlement aux grains colonnaires de la zone fondue alors que dans le tableau précédent figurent les propriétés mécaniques de cette zone évaluées selon un mode de sollicitation perpendiculaire à l'axe des grains.

## 1.2 Effet de la température d'essai

### 1.2.1 Matériau de base

La Figure 4 présente les essais de traction réalisés à basse température. Les essais à froid ont été réalisés sur des éprouvettes de 1mm d'épaisseur, tandis que les essais à chaud, réalisés dans le cadre des travaux de S. Perusin (Figure 5), ont été réalisés sur des éprouvettes de 500 $\mu$ m.

Le Tableau 2 récapitule les principales propriétés mécaniques obtenues suivant la température de l'essai de traction.

<b>MB</b>	Epaisseur (mm)	Module de Young E (GPa)	Limite d'élasticité à 0.2% Re0.2 (MPa)	Contrainte maximale Rm (MPa)	Allongement à rupture A (%)
400°C	0,5	155	880	944	3.7
350°C	0,5	157	881	973	3.9
290°C	0,5	146	882	982	4.8
T amb	0,5	200	1080	1150	8,7
T amb	1	190	1080	1127	14
0°C	1	200	1134	1180	13.5
-35°C	1	200	1156	1215	13.7
-50°C	1	218	1174	1233	14.2
-60°C	1	230	1197	1255	13.2

**Tableau 2 : Récapitulatif des propriétés mécaniques en fonction de la température - MB**

Nous pouvons remarquer que les valeurs d'allongement à rupture sont plutôt faibles pour les essais réalisés à chaud. Ceci est probablement dû à la différence d'épaisseur des éprouvettes utilisées ( $e=500\mu\text{m}$  pour les essais à chaud contre  $e=1\text{mm}$  pour les essais à froid et à température ambiante) mais également au comportement mécanique du matériau qui reste très peu écrouissable.

La limite d'élasticité augmente logiquement lorsque la température de l'essai diminue. Ce comportement est tout à fait conforme à celui qu'on attend pour les aciers ferritiques et martensitiques.

Les courbes de traction de la Figure 5 correspondant aux essais réalisés à haute température, présentent une instabilité mécanique après 1,5 à 2% de déformation. Ce phénomène est connu sous le nom d'effet « Portevin -le Châtelier » (PLC). Il est dû aux interactions entre les dislocations mobiles et les atomes en solution. Il traduit le vieillissement dynamique de l'alliage et la sensibilité du matériau à la vitesse de déformation. Le durcissement périodique est le résultat de l'interaction des dislocations avec les atomes de solutés susceptibles de diffuser et de ségréger au cœur des dislocations. Le durcissement observé est de l'ordre de 20MPa.

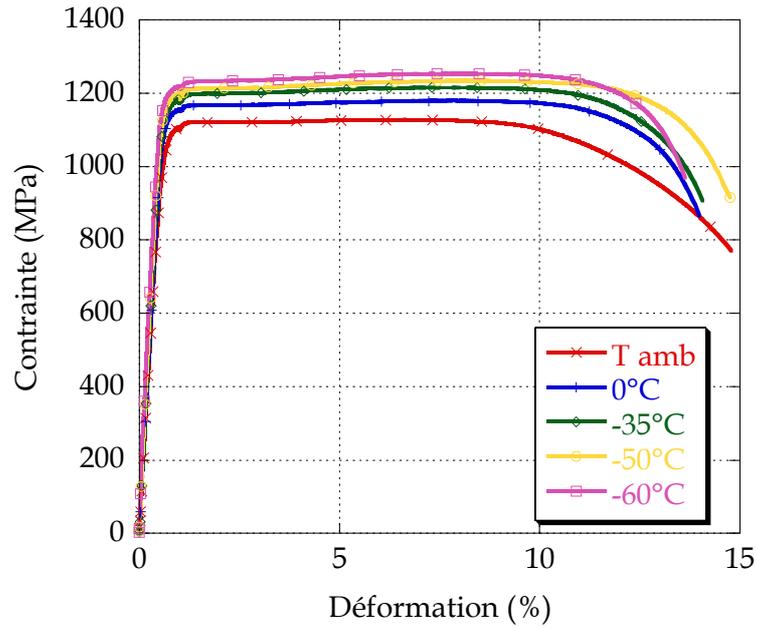


Figure 4 : Essais de traction à froid - MB

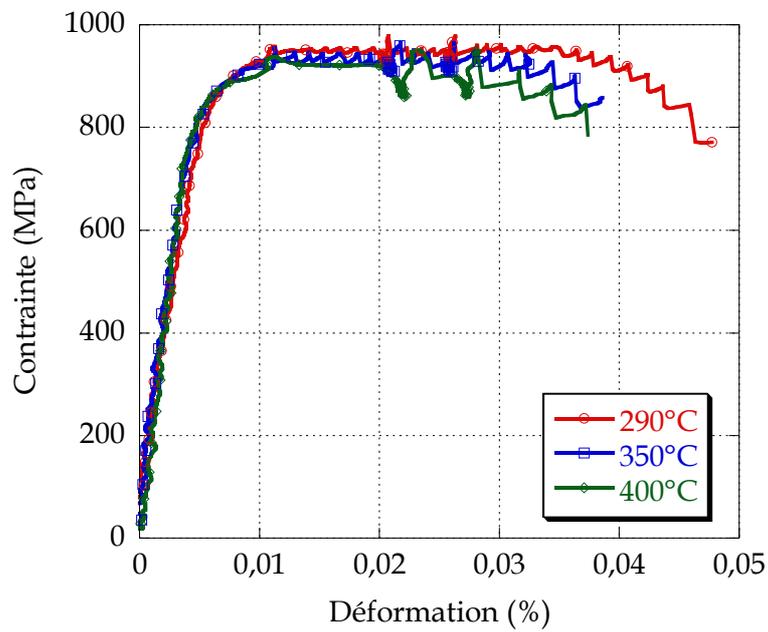
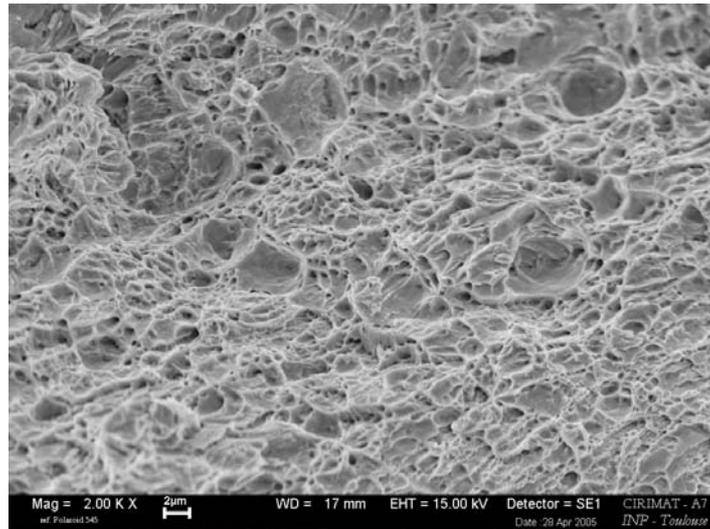
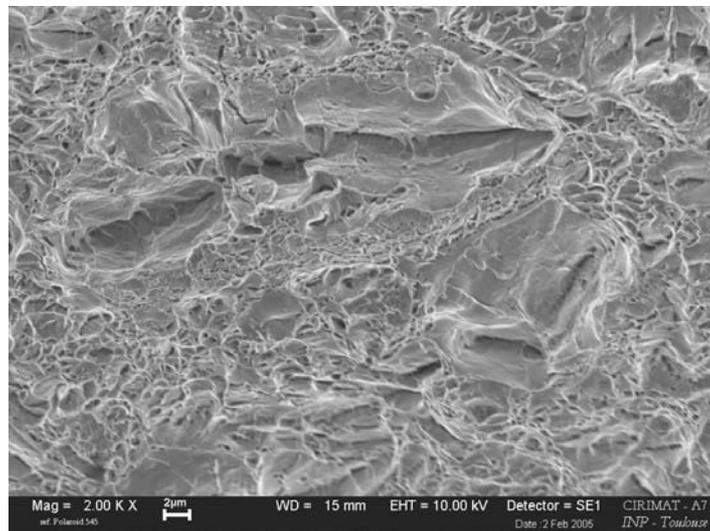


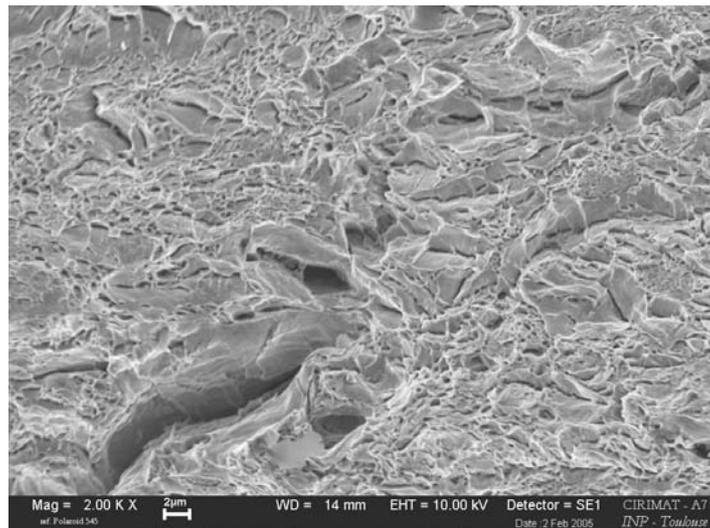
Figure 5 : Essais de traction à chaud - MB



MB - 350°C



MB - T ambiante



MB - (-70°C)

Figure 6 : Faciès de rupture des éprouvettes de traction à différentes températures d'essai

Nous pouvons remarquer que le caractère fragile augmente quand la température de l'essai diminue. Les faciès de rupture, obtenus après les essais de traction à chaud (Figure 6), présentent de nombreuses cupules. Leurs tailles sont supérieures à celles observées après les essais à température ambiante et à basses températures. Les faciès du matériau de base observés après un essai de traction à 290°C, 350°C et 400°C ne présentent aucune différence.

De même, les faciès obtenus après les essais à température ambiante et à basses températures présentent des cupules de petites tailles et des microfissures.

### 1.2.2 Zone fondue

Des essais de traction à basses températures ont également été réalisés sur des éprouvettes de 500µm d'épaisseur usinées dans la zone fondue. La Figure 7 présente les différents résultats obtenus. Les évolutions des propriétés mécaniques sont rassemblées dans le Tableau 3.

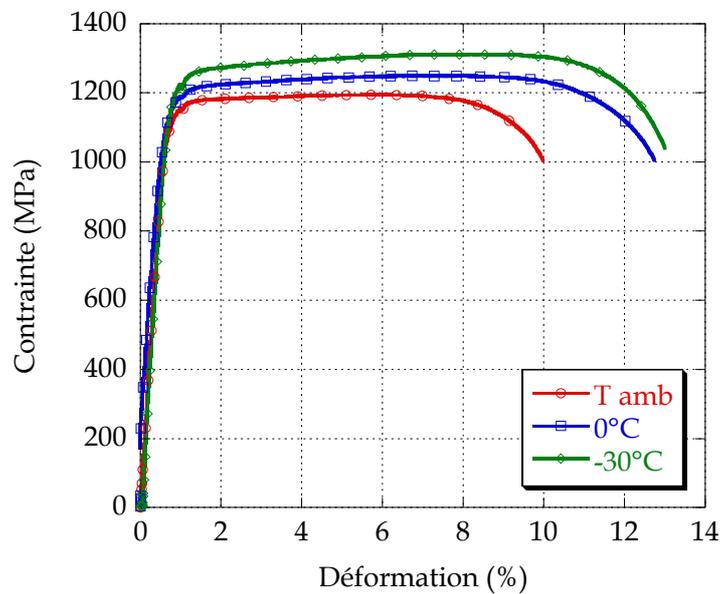


Figure 7 : Essais de traction à basse température - ZF

ZF	Module de Young E (GPa)	Limite d'élastique à 0.2% Re0.2 (MPa)	Contrainte maximale Rm (MPa)	Allongement à rupture A (%)
T amb	193	1116	1194	9.2
0°C	190	1174	1250	12.1
-30°C	185	1188	1312	12.4

Tableau 3 : Propriétés mécaniques à basse température - ZF

On notera quelques différences par rapport aux caractéristiques du matériau de base : tout d'abord, l'allongement à rupture augmente de manière significative lorsque la température

diminue et la consolidation est plus marquée. Cette consolidation pourrait provenir de la présence d'austénite résiduelle dans cette zone. Les vitesses de refroidissement rapides générées par le processus de soudage pourraient expliquer la présence de cette phase au cœur des dendrites. Au cours de la caractérisation microstructurale de la zone fondue nous n'avons pas mis en évidence d'austénite résiduelle ; mais la difficulté d'observation de cette phase, du fait de son faible contraste avec la martensite, ne nous permet pas d'être catégorique à ce sujet.

L'austénite résiduelle probablement présente au cœur des dendrites de la zone fondue, se transformerait en martensite sous l'effet de la plasticité, à cette température. Cette transformation expliquerait la consolidation de la zone fondue. Ce comportement n'est pas vrai pour le matériau de base à la même température car celui-ci ne contient pas d'austénite résiduelle.

L'effet de la température de l'essai des deux matériaux MB et ZF, sur l'évolution de la limite d'élasticité et du Rm est illustré à la Figure 8.

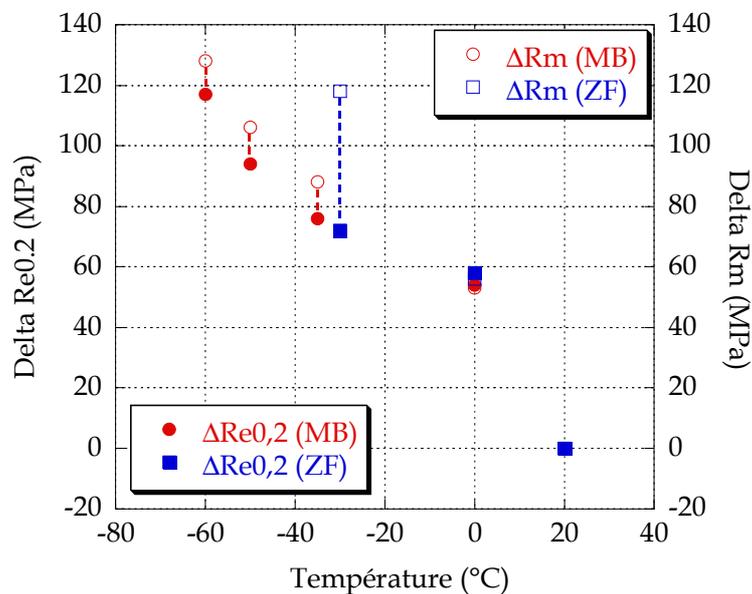


Figure 8 :  $\Delta Re_{0,2}$  et  $\Delta R_m$  en fonction de la température de l'essai

D'après la Figure 8, l'évolution de la limite d'élasticité du matériau de base et de la zone fondue en fonction de la température, est identique.

Remarque :

La caractérisation des propriétés en traction de la zone affectée thermiquement n'a pas été réalisée du fait de la complexité de l'état métallurgique de cette zone. En effet, pendant le soudage, cette zone voit un gradient de température qui induit inévitablement un gradient de microstructure et de propriétés. L'étude des perturbations métallurgiques et thermomécaniques complique considérablement l'interprétation des essais réalisés avec des éprouvettes d'épaisseur 500 $\mu$ m. Bien sûr, des éprouvettes plus fines pourraient être prélevées, mais il serait très difficile de disposer d'échantillons présentant sur leur longueur utile une microstructure homogène.

## 2 Essais de résilience

Les éprouvettes Charpy, usinées dans le cadre de cette étude, ont été présentées au Chapitre II. Des entailles latérales ont été systématiquement usinées afin de confiner le plan de rupture dans la zone à analyser (MB, ZAT et ZF) et donc d'accéder dans le meilleur des cas, à l'énergie de rupture correspondant à la zone choisie. Les courbes de résilience obtenues avec les éprouvettes de géométrie non standard, ont été comparées avec les courbes de résilience obtenues avec des éprouvettes de géométrie standard ( $10 \times 10 \times 55 \text{ mm}^3$ ). Cette comparaison n'a été établie que pour le matériau de base. La Figure 9 présente les courbes de résilience obtenues pour les deux géométries.

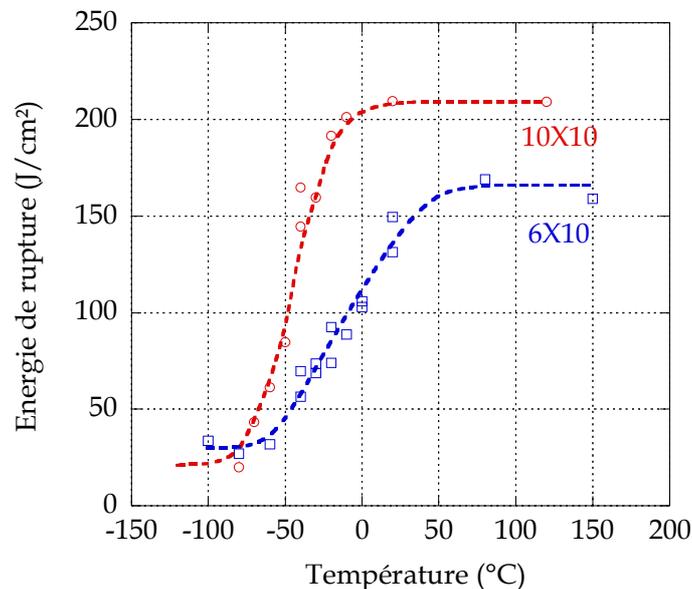


Figure 9 : Courbes de résilience du MB - comparaison des géométries 6X10 et 10X10

L'énergie de rupture par unité de surface sur le plateau ductile est plus élevée pour l'éprouvette de section carrée. Cette différence de comportement peut être directement liée à l'élévation de température locale induite par la déformation adiabatique telle qu'elle a été mesurée par Tanguy et al. [3] au moment de l'impact du marteau. Cette chaleur générée s'évacue plus vite dans le cas d'une géométrie plus étroite. L'élévation locale de température augmente d'autant plus la température effective de la zone déformée de l'essai (donc la valeur de l'énergie de rupture associée) que l'évacuation de la chaleur est difficile, c'est-à-dire que la quantité de matière est importante. Pour cette raison, à température d'essai constante, l'énergie de rupture sera plus élevée dans le cas des éprouvettes standards.

Les macrographies présentées à la Figure 10, mettent en évidence l'effet des entailles latérales. Elles limitent le développement des lobes plastiques, associés à l'état de contrainte plane qui caractérise les surfaces libres (joues de l'éprouvette). Les lobes plastiques (entourés sur la Figure 10a) sont présents sur l'éprouvette 10X10 cassée à température ambiante. L'éprouvette 6X10 n'en présente pas. Cette différence contribue très probablement à la diminution significative de l'énergie de rupture sur le plateau ductile caractéristique des éprouvettes 6X10.



a) Epreuve 10X10 - Tamb



b) Epreuve 6X10 - Tamb

Figure 10 : Macrographies des faciès de rupture ductiles - comparaison éprouvettes 10X10 et 6X10

Les essais de résilience conduits dans la zone fondue et la zone affectée thermiquement, n'ont été réalisés que sur des éprouvettes de géométrie non standard, avec les entailles latérales (Figure 11). Nous pouvons remarquer la très faible dispersion des résultats et la similitude des trois courbes de transition. Les valeurs de température de transition ductile fragile estimées à partir de la Figure 11 sont reportées dans le Tableau 4.

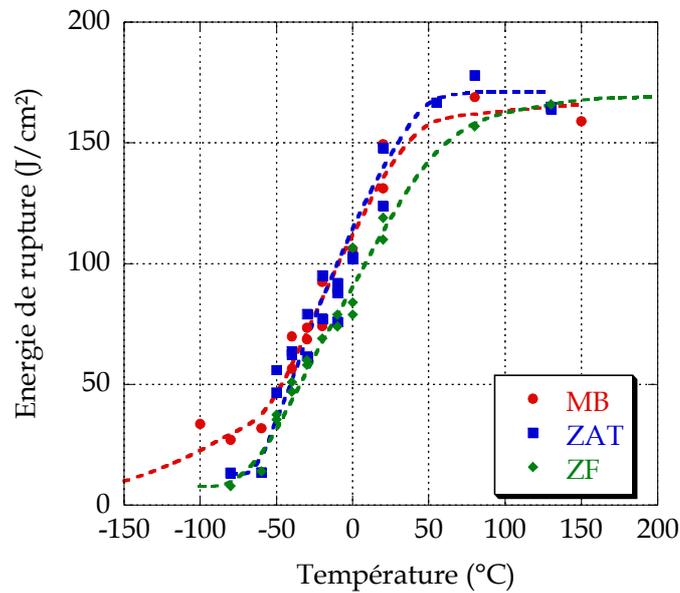


Figure 11 : Courbes de résilience de référence - MB, ZAT, ZF (éprouvettes 6X10)

	MB	ZAT	ZF
TTDF (°C)	-17	-15	0

**Tableau 4 : Valeurs des températures de transition ductile fragile**

Les températures de transition du matériau de base et de la zone affectée thermiquement sont identiques. Seule la zone fondue se distingue des deux autres. La ferrite delta connue pour avoir des effets néfastes sur la résilience [4] ,[5] pourrait être responsable de cette différence. La finesse des lattes de martensite expliquerait aussi la température de transition plus élevée.

Les faciès de rupture correspondants aux plateaux fragiles et ductiles sont présentés à la Figure 12. Les micrographies de gauche présentent les faciès de rupture fragiles correspondant à du clivage. A droite les faciès de rupture ductiles présentent des cupules.

Nous pouvons remarquer sur la micrographie d) que des inclusions ont donné naissance à des microcavités. La croissance et la coalescence de ces microcavités vont permettre l'avancée de la fissure et former ainsi des cupules. Les petites inclusions (carbures de niobium) ont un rôle dans la propagation ductile de la fissure à l'échelle de la dizaine de microns.

Les fissures de clivage semblent être amorcées aux anciens joints de grains austénitiques. Le faciès de rupture fragile du matériau de base présente quelques cupules contrairement à celui de la zone affectée thermiquement. Des fissures secondaires au niveau des dendrites sont observées sur le faciès fragile de la zone fondue et au niveau des anciens joints de grains austénitiques sur le matériau de base.

Les faciès de rupture ductile de la zone fondue et du matériau de base présentent un écoulement de matière, ce qui n'est pas le cas pour la zone affectée thermiquement.

### 3 Mesures de dureté

Les mesures de dureté apportent un bon complément aux essais de traction et de résilience. Cette méthode non destructive renseigne sur l'état métallurgique du matériau. Comme expliqué dans le Chapitre II, les deux types d'essais réalisés, la macrodureté Vickers et la microdureté, permettent une caractérisation locale et globale du matériau. Il est évident que les mesures locales, dépendantes de l'homogénéité de la microstructure, présentent plus de dispersions que les mesures de dureté globales. Les valeurs moyennes de dureté obtenues par les deux méthodes sont reportées dans le Tableau 5.

	Microdureté (300g)	Macroducté (30Kg) HV30
MB	370 (361-376)	365
ZAT	370 (363-371)	365
ZF	380 (372-390)	382

**Tableau 5 : Valeurs de dureté des trois zones**

Les valeurs entre parenthèses représentent les valeurs minimales et maximales obtenues en microdureté.

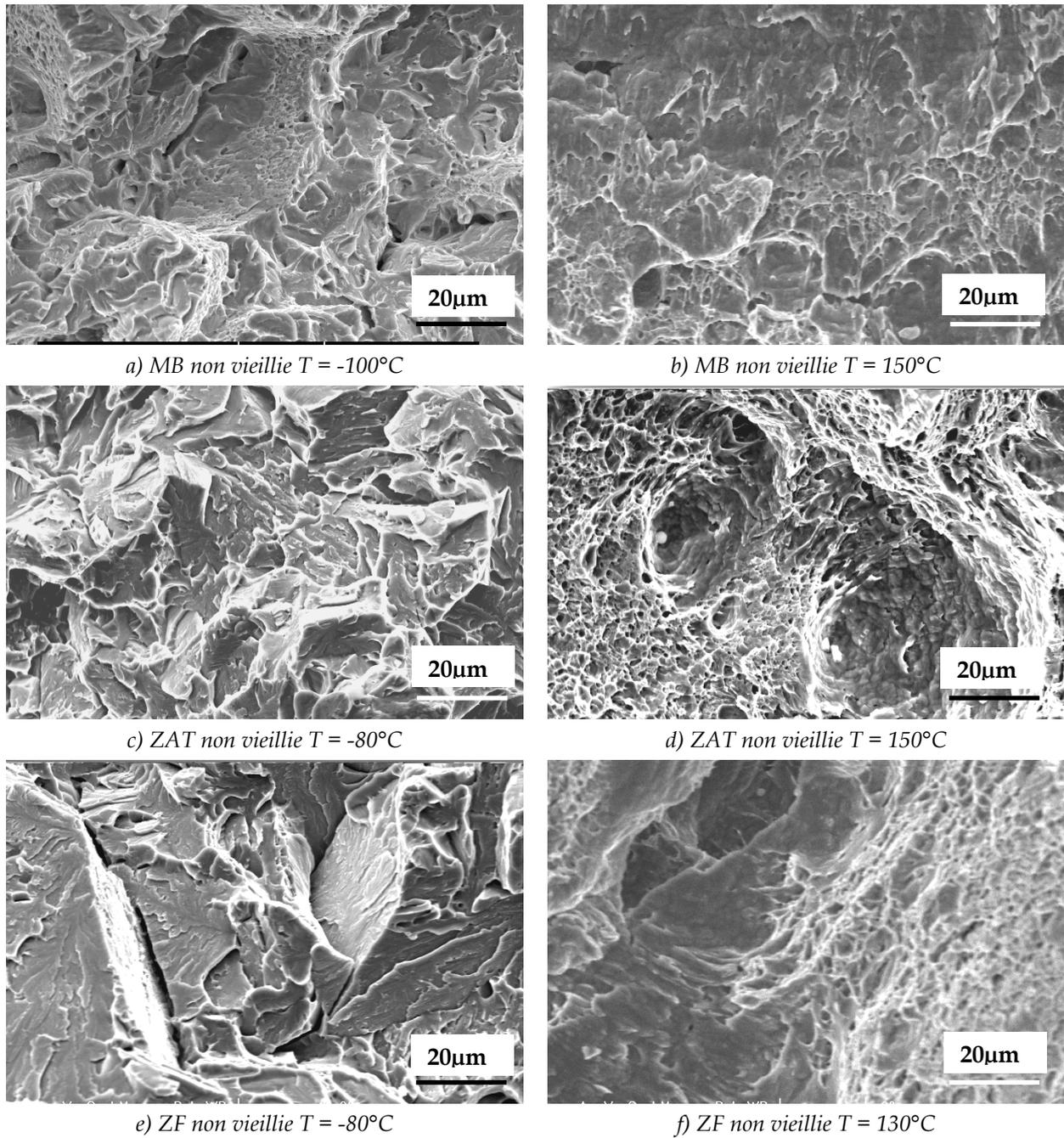


Figure 12 : Faciès de rupture fragiles (micrographies de gauche) et ductiles (micrographies de droite) des trois matériaux non vieillis

Comme observés précédemment, le matériau de base et la zone affectée thermiquement présentent des duretés semblables. Ceci n'est pas vrai lorsque le matériau soudé n'a pas encore subi de traitement de revenu. A. Fujita et al. [6] ont observé que dans son état brut de soudage, la zone affectée thermiquement proche du matériau de base présente les valeurs de dureté les plus élevées. Une première précipitation de cuivre, survenue pendant le soudage, peut alors expliquer ces résultats. Inversement, la zone affectée thermiquement proche de la zone fondue passe au dessus de Ac1 pendant le soudage et la dureté devient donc inférieure à celle du matériau de base, si on admet que la taille des grains austénitiques a un effet sur la dureté du matériau trempé. Ces résultats mettent en évidence la complexité de cette zone en terme de gradient de microstructure et de propriétés.

La zone fondue a une dureté supérieure aux deux autres zones. Cette différence, aussi observée par K. Ozbaysal et al. [7], [8], est expliquée par la finesse de la microstructure dendritique (cf micrographies du Chapitre II).

Synthèse :

Les propriétés mécaniques de la zone fondue sont différentes de celles caractéristiques du matériau de base et de la zone affectée thermiquement. La présence de ferrite delta dans la zone fondue est probablement responsable de la diminution de résilience. Les propriétés en traction ainsi que la dureté sont quant à elles améliorées compte tenue de la finesse de la structure de solidification.

## Bibliographie

- [1] Pierre Yves Oillic (2003) "Courbes de Transition de l'Acier Inoxydable Martensitique à Durcissement Structural 15-5PH". Rapport interne, Marché DPAC 99/22 227 Poste 4, Airbus, Toulouse.
- [2] N. Gouret and C. Brousset (2000) "Résilience du 15-5 PH Soudé par Faisceau d'Electrons et du 15-5PH Coulé - Premier point d'Avancement". Rapport interne n° PE201.364/00, Aérospatial Matra, Toulouse.
- [3] B. Tanguy, R. Piques and A. Pineau (2001). Experimental Analysis of Charpy V-notch Specimens. Charpy Centenary Conference Poitiers, France.
- [4] J. Onoro, *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, **83**, 2006, pp 540-545.
- [5] P. H. S. Cardoso, C. Kwietniewski, J. P. Porto, A. Reguly and T. R. Strohaecker, *Materials Science and Engineering*, **A 351**, 2003, pp 1-8.
- [6] A. Fujita, T. Kawano, H. Sueoka and F. Sakai, *ISIJ International*, **38**, 1998, pp 866-874.
- [7] K. Ozbaysal and O. T. Inal, *Materials Science and Engineering*, **A130**, 1990, pp 205-517.
- [8] K. Ozbaysal and O. T. Inal, *Journal of Materials Science*, **29**, 1994, pp 1471-1480.

# CHAPITRE IV

## EFFET DU VIEILLISSEMENT SUR LES PROPRIETES MECANIQUES ET LA MICROSTRUCTURE

*Sommaire*

---

- 1 Conditions de vieillissement
  - 1.1 Vieillissement thermique
  - 1.2 Vieillissement thermo-mécanique
  
- 2 Evolution des propriétés mécaniques
  - 2.1 Vieillissement thermique - effet de la température
  - 2.2 Corrélations TTDF -  $Re_{0,2}$  - Hv
  - 2.3 Vieillissement thermo-mécanique - effet de la contrainte
  
- 3 Evolution de la microstructure
  - 3.1 Précipitations supplémentaires
  - 3.2 Décomposition spinodale

Bibliographie

---



Comme nous l'avons vu plus en détail dans la revue bibliographique, les aciers inoxydables martensitiques sont sensibles au vieillissement microstructural lorsqu'ils sont maintenus pendant de longues périodes à des températures intermédiaires, comprises entre 300°C et 500°C.

Le vieillissement entraîne des évolutions métallurgiques et modifie en conséquence les propriétés mécaniques du matériau. Le résultat principal de ce vieillissement, qui peut affecter le matériau de base mais également le cordon de soudure, est la fragilisation de l'acier. Il est donc nécessaire de caractériser les différentes régions du matériau soudé par faisceau d'électrons, après vieillissement, afin d'évaluer la fragilisation résultante et les risques potentiels d'utilisation d'une telle méthode d'assemblage dans la fabrication des mâts réacteur.

Ce chapitre présente l'évolution des propriétés mécaniques en traction et en résilience après vieillissement. Une analyse métallurgique permettra de relier les changements microstructuraux survenant pendant le maintien en température, au comportement mécanique du matériau.

La température et le temps de maintien sont des paramètres qui influencent la cinétique des transformations microstructurales. Pour cette raison, trois températures de vieillissement ont été retenues, deux présentant un intérêt industriel et la troisième un intérêt scientifique :

- **290°C** : Température maximale pour les mâts réacteur actuels, en service normal.
- **350°C** : Température extrême que peut atteindre le mât condition incidentelle. En considérant la nouvelle génération de moteur, cette température peut aussi être atteinte sur le mât, en condition normal d'utilisation.
- **400°C** : Température permettant d'accélérer la cinétique des transformations et donc de visualiser les effets du vieillissement pour des temps de maintien courts, typiquement dès les premières heures.

Les vieillissements ont été réalisés pendant différents temps. A 290°C, la cinétique étant lente, les vieillissements ont été effectués sur de longues durées (jusqu'à 8500h). Pour les deux autres températures une gamme plus large de temps de maintien a été étudiée allant de 15h à 5000h.

L'application d'une contrainte mécanique (réputée pour accélérer la cinétique de vieillissement) pendant le maintien en température, a également été étudiée. Des montages en traction et en flexion 4-points ont été conçus à cet effet.

En résumé, les trois matériaux (matériau de base, zone fondue et zone affectée thermiquement) ont été vieillis entre 15h et 8500h à trois températures différentes, avec et sans contrainte appliquée.

## 1 Conditions de vieillissement

### 1.1 Vieillissement thermique

Des éprouvettes de résilience Charpy et des éprouvettes de traction ont été vieilles à 290°C, 350°C et 400°C. Le Tableau 1 présente les différentes conditions de vieillissement suivant le type d'essais.

Les essais de résilience, notés R, ont été réalisés pour les trois matériaux (MB, ZF et ZAT) tandis que les essais de traction, notés T, ont été réalisés uniquement sur le matériau de base.

	15h	100h	500h	1000h	2500h	5000h	8500h	10 000h
290°C	-	-	-	T	T	R - T	R	R à venir
350°C	-	R - T	R - T	R - T	T	R - T	-	R à venir
400°C	R - T	R - T	R - T	R - T	T	R - T	-	-

**Tableau 1 : Récapitulatif des conditions de vieillissement des éprouvettes de traction et de résilience**

Pour les vieillissements de 10 000h à 290°C et 5000h à 350°C, chaque couple temps-température est associée à une courbe de résilience tracée à l'aide de quinze valeurs d'essais. Dans les autres cas, dans un souci d'économie de matière, les évolutions des énergies de rupture en fonction de la température sont représentées à l'aide de cinq points expérimentaux.

#### Remarque :

Les essais de 10 000h à 350°C et 290°C sont actuellement en fin de cycle et seront analysés ultérieurement.

### 1.2 Vieillissement thermo-mécanique

Des vieillissements sous contrainte de 1000h à 350°C et 400°C et de 5000h à 290°C, 350°C et 400°C ont été effectués sur les trois matériaux. De même que pour le matériau vieilli sans contrainte, les courbes de résilience ont été tracées à l'aide de quinze valeurs d'essais dans le cas des matériaux vieillis 5000h à 350°C.

Des montages originaux ont été conçus afin de solliciter les éprouvettes Charpy en flexion 4-points et les éprouvettes de traction selon un chargement uniaxial.

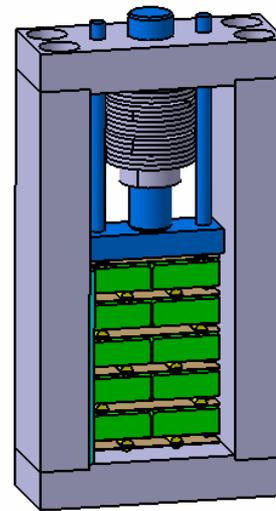
#### 1.2.1 Vieillissement en flexion 4-points

Les vieillissements en flexion 4-points ont pour but d'étudier l'effet d'une contrainte appliquée sur les propriétés de résilience des matériaux. Typiquement, l'influence de la contrainte appliquée sera évaluée en comparant les résultats obtenus pour les éprouvettes vieilles sous contrainte avec ceux obtenus pour les éprouvettes vieilles sans contrainte aux mêmes temps et

températures. La Figure 1a) présente la photographie du montage et une représentation schématique réalisée avec le logiciel Catia®.



a) Photographie du montage



b) Représentation CAO réalisée avec Catia®<sup>1</sup>[1]

**Figure 1 : Montage de vieillissement sous contrainte des éprouvettes Charpy**

Cinq éprouvettes sont disposées en série, les entailles en regard comme cela est présenté sur la Figure 1. La charge appliquée transmise aux cinq éprouvettes ouvre les entailles. La zone en fond d'entaille est sollicitée en traction et celle opposée à l'entaille, en compression. Un calcul par éléments finis a permis d'estimer la force à appliquer sur une éprouvette pour que le fond de l'entaille soit sollicité à plus de 80% de la limite d'élasticité du matériau sur quelques centaines de microns en profondeur [2].

Après vieillissement, les éprouvettes sont rompues à l'aide du mouton pendule, afin de tracer la variation d'énergie de rupture en fonction de la température d'essais.

#### Remarque :

Les éprouvettes chargées, fléchissent et maintiennent leur flèche pendant le temps de maintien en température. Après vieillissement, une fois déchargées, les éprouvettes reprennent leurs formes initiales. Ce contrôle dimensionnel nous indique qu'il n'y a pas de fluage dans ce cas.

La répartition de l'effort sur les éprouvettes montées en série a été modélisée grâce à un calcul en éléments finis sous Abaqus. La charge a été déterminée de telle sorte qu'une contrainte supérieure à 80% de la limite d'élasticité du matériau soit appliquée sur 200 $\mu$ m au fond de l'entaille Charpy. Pour obtenir la charge limite de l'ensemble du montage, portant les cinq éprouvettes, une mise en compression a été effectuée à l'aide d'une machine d'essai de forte raideur, afin de relier la force appliquée au déplacement de la traverse. La réponse macroscopique des cinq éprouvettes a permis de déduire la charge à appliquer sur le montage lors du vieillissement. Une modélisation par éléments finis a permis de calculer la contrainte

---

<sup>1</sup> Conception Jean Claude Salabura et Jean Baptiste Deschamps, CIRIMAT

maximale en fond d'entaille et de vérifier la répartition de la charge sur les cinq éprouvettes montées en série. Les calculs ont montré qu'avec une charge de 9000N par montage, le fond d'entaille est sollicité à plus de 80% de la limite d'élasticité sur 200 $\mu$ m.

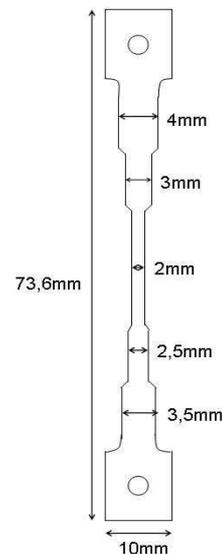
## 1.2.2 Vieillissement en traction

Dans la même démarche que les essais en flexion 4-points, les vieillissements en traction uniaxiale ont pour but d'étudier l'effet d'une contrainte appliquée sur la cinétique de durcissement du matériau.

Dans le cas présent, des éprouvettes de traction à plusieurs sections sont soumises à un effort uniaxial durant le vieillissement. La géométrie spécifique de ces éprouvettes a pour but de générer, pour une charge nominale donnée, des niveaux de contrainte différents selon les zones de l'éprouvette. Ceci permet de corréliser aisément la dureté mesurée après vieillissement et les valeurs de la contrainte appliquée qui sont comprises entre 37% et 80% de la limite d'élasticité du matériau (Figure 2 b)). L'effet de la contrainte peut être ensuite évalué en comparant la dureté de chaque section de l'éprouvette vieillie sous contrainte à celle du matériau vieilli sans contrainte, dans les mêmes conditions.



a) Photographie du montage



b) Géométrie des éprouvettes multisections

**Figure 2 : Montage de vieillissement sous contrainte des éprouvettes de traction**

Les essais ont été réalisés à 290°C et 350°C pendant 1000h et à 400°C pendant 500h.

Synthèse :

En résumé, l'influence de la température, du temps et de la contrainte appliquée sur la cinétique de vieillissement sont mis en évidence par des essais de résilience et de traction. En tout, trente neuf conditions de vieillissement ont été testées et analysées en résilience. Concernant les essais de traction, la caractérisation après vieillissement n'a été effectuée que sur le matériau de base, non soudé.

## 2 Evolution des propriétés mécaniques

Ce paragraphe présente les résultats obtenus grâce aux essais de résilience et de traction mis en œuvre après chaque condition de vieillissement, pour le matériau de base et le matériau soudé. Les vieillissements thermiques et thermo-mécaniques sont présentés séparément. Une valeur de dureté est associée à chaque couple (temps-température) ou triplet (temps-température-contrainte).

### 2.1 Vieillissement thermique – effet de la température

#### 2.1.1 Essais de résilience

Les essais de résilience ont été effectués sur des éprouvettes vieilles selon les conditions présentées dans le Tableau 1. Les énergies de rupture, en fonction de la température, sont données pour chaque condition de vieillissement et pour chaque matériau.

##### 2.1.1.1 Vieillissement à 290°C

La Figure 3 présente les courbes de résilience obtenues après un vieillissement de 5000h et de 8500h à 290°C. Les cinétiques de vieillissement à 290°C étant lentes, les vieillissements ont été réalisés sur de longues durées.

De manière générale, nous pouvons constater après vieillissement, un décalage de la température de transition ductile-fragile vers les hautes températures. Ce décalage est d'autant plus élevé que le temps de maintien est important.

Un décalage plus significatif des courbes de transition est observé pour la zone fondue et le matériau de base. La température de transition est peu affectée dans la ZAT mais nous pouvons constater une légère diminution de l'énergie de rupture sur le plateau ductile. Les comportements du matériau de base et de la zone fondue sont quant à eux comparables.

### 2.1.1.2 Vieillessement à 350°C

La Figure 4 représente les courbes de transition obtenues après un vieillissement (de 100h à 5000h) à 350°C. De même qu'à 290°C, plus le temps de maintien augmente plus les courbes se décalent vers les hautes températures. Un abattement significatif de l'énergie de rupture est également observé, d'autant plus visible que le temps de maintien est important. Cette tendance n'a pas été mise en évidence de manière aussi nette lors des vieillissements à plus basse température.

Remarquons que les courbes obtenues après 5000h de maintien comportent une double transition. Cette deuxième remontée de l'énergie de rupture est observée pour les trois matériaux lors d'essais réalisés à 400°C. Les valeurs des énergies de rupture obtenues au-delà de cette température sont les mêmes que celles du matériau non vieilli.

### 2.1.1.3 Vieillessement à 400°C

La Figure 5 représente les courbes de transition obtenues après un vieillissement à 400°C entre 15h et 5000h. Les mêmes remarques que celles exposées dans le cas du vieillissement à 350°C peuvent être faites. Le décalage de la température de transition ainsi que l'abattement de l'énergie de rupture augmentent avec le temps de vieillissement.

On retrouve, pour les vieillissements à 400°C pendant 5000h, la même allure de courbe à double transition observée pour les matériaux vieillis à 350°C pendant le même temps de maintien. De même, l'énergie de rupture remonte quand les matériaux sont testés à des températures supérieures à 400°C jusqu'à atteindre la valeur de l'énergie de rupture du matériau non vieilli. Le deuxième palier est atteint pour une température d'essai supérieure à 500°C.

#### Remarque :

Nous pouvons supposer que les tendances des courbes, obtenues pour des temps de maintien plus courts (500h et 1000h) auraient été identiques si des essais à plus hautes températures avaient été réalisés. La forme des courbes de résilience obtenues après un vieillissement de 5000h laisse supposer que les changements microstructuraux engendrés par le vieillissement sont réversibles dans certaines conditions. Nous reviendrons sur l'interprétation de ces courbes et sur cette hypothèse dans le chapitre V.

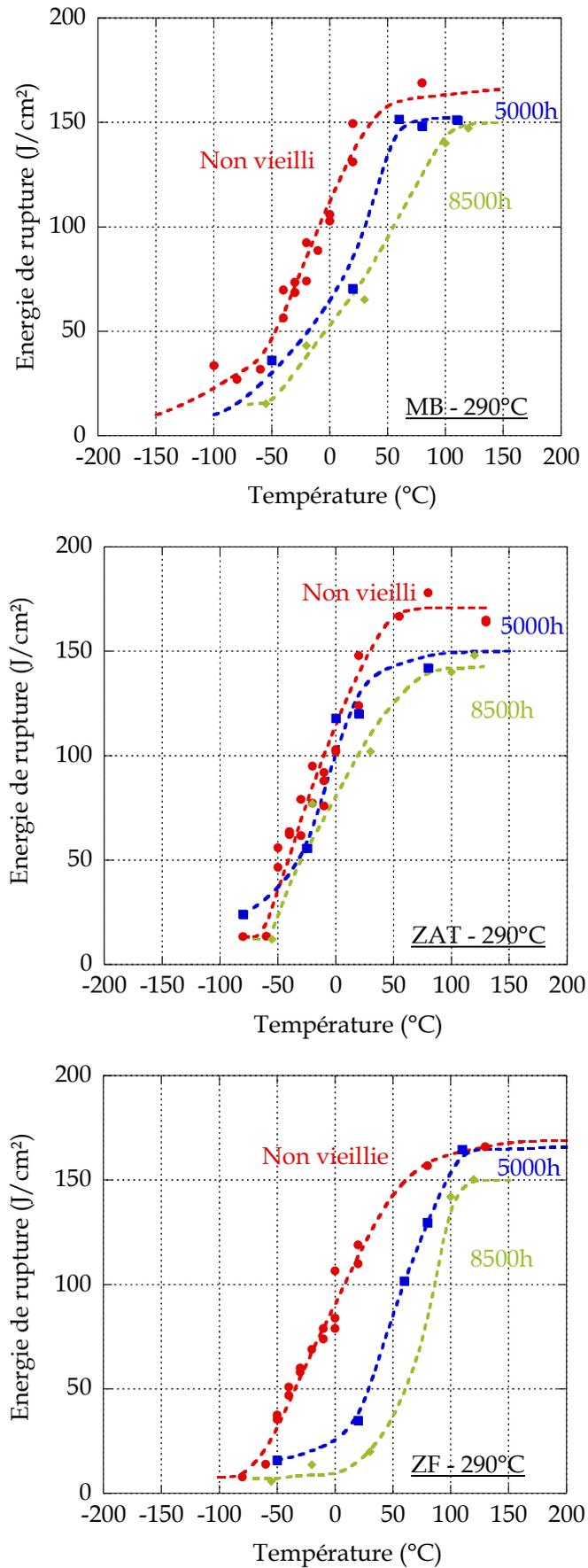


Figure 3 : Courbe de résilience après vieillissement à 290°C

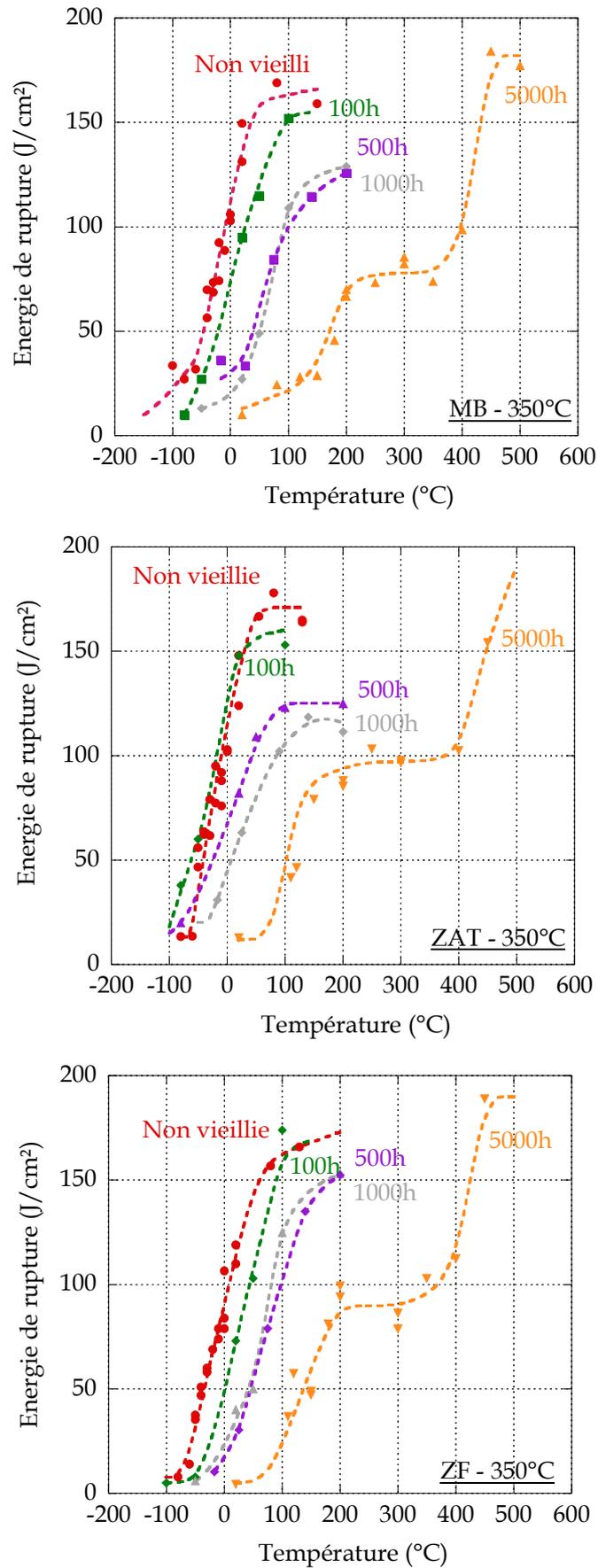


Figure 4 : Courbe de résilience après vieillissement à 350°C

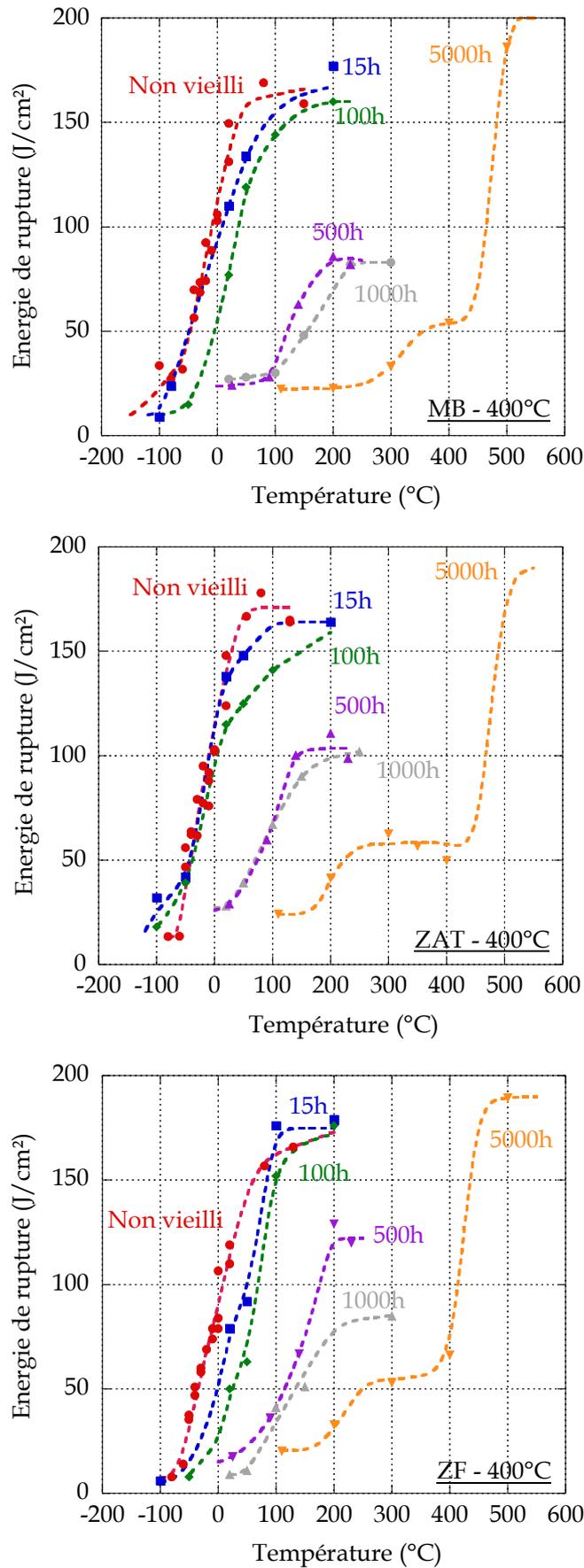
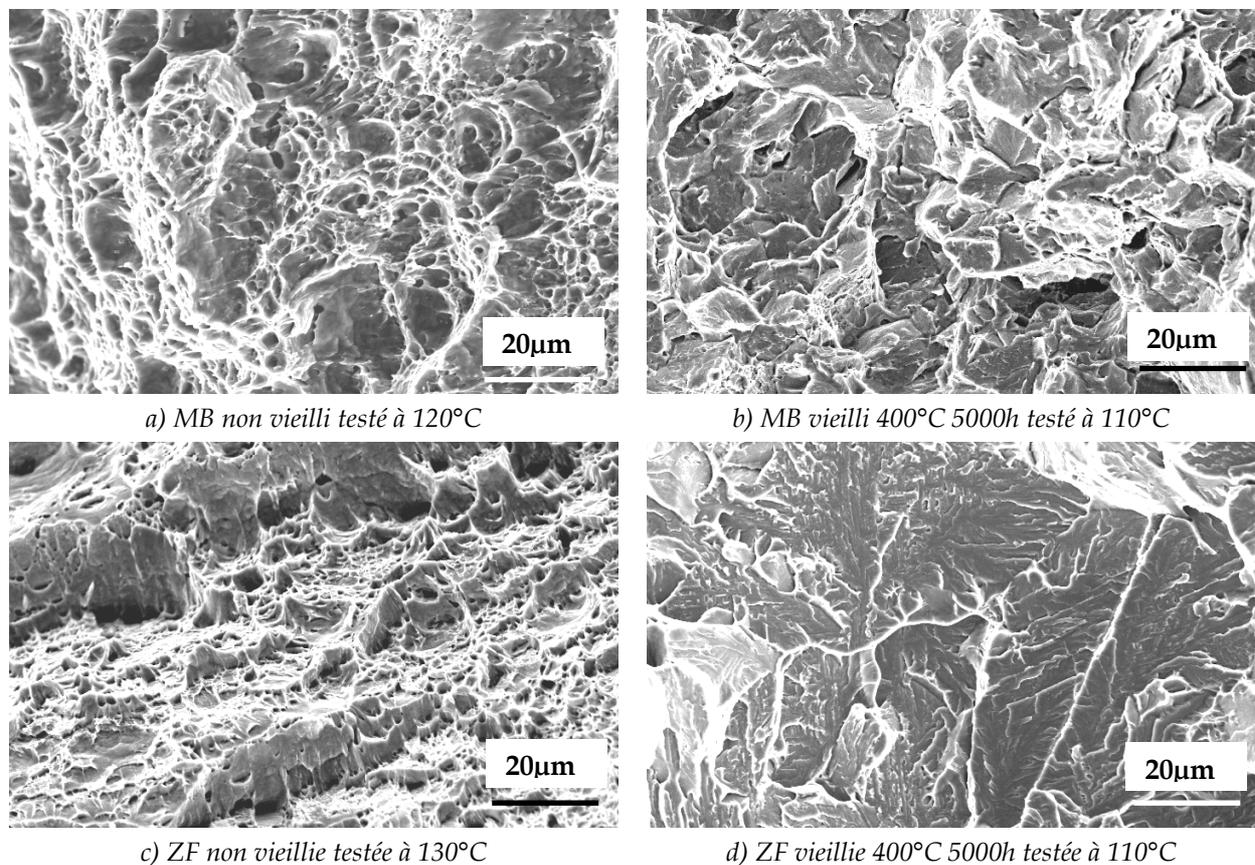


Figure 5 : Courbes de résilience après vieillissement à 400°C

#### 2.1.1.4 Faciès de rupture

L'étude des faciès de rupture des éprouvettes Charpy, renseigne sur l'évolution du mode de rupture en fonction du temps et de la température de vieillissement. De manière générale, nous pouvons constater un caractère fragile marqué des faciès après vieillissement. Cette évolution est d'autant plus importante que la température est élevée et que le temps de maintien augmente. La différence entre les faciès de rupture du matériau non vieilli et vieilli à 290°C est très faible. Par contre, le vieillissement à 350°C et 400°C conduit à des faciès de rupture très différents de ceux du matériau non vieilli. La Figure 6 compare les faciès du matériau de base et de la zone fondue, non vieillis et vieillis 5000h à 400°C, obtenus aux mêmes températures d'essais de résilience. Ceux de la zone affectée thermiquement ne sont pas présentés ici du fait de leurs similarités avec ceux du matériau de base.

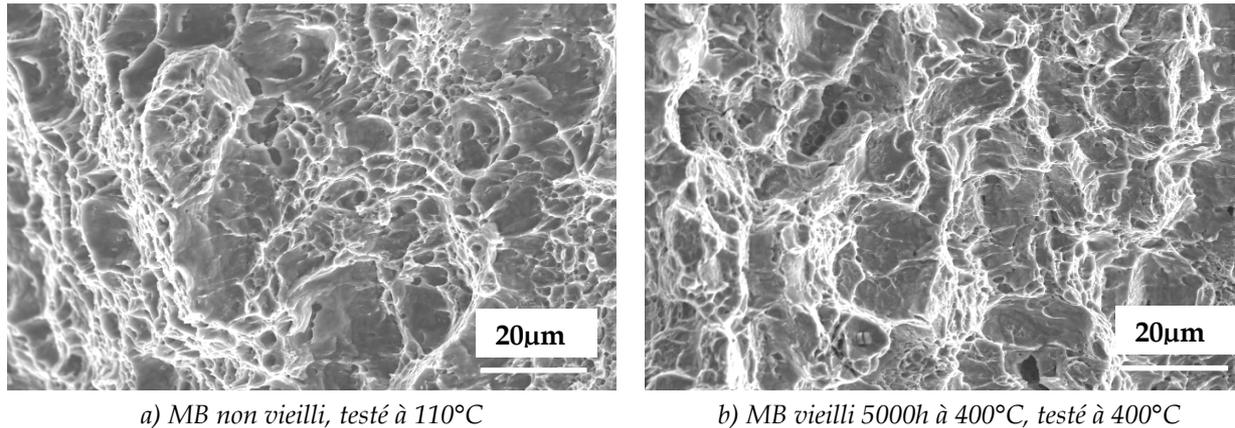


**Figure 6 : Comparaison des faciès de rupture entre MB et ZF non vieillis et vieillis 5000h à 400°C**

Après un vieillissement de 5000h à 400°C, la courbe de transition ductile/fragile est fortement décalée vers les hautes températures. Dans la gamme de température 110°C-130°C, les matériaux non vieillis sont typiquement ductiles alors que les matériaux vieillis pendant 5000h sont fragiles. Comme le montre la Figure 5, la différence d'énergie de rupture est de l'ordre de 150 J/cm<sup>2</sup> entre les deux états. En conséquence, les faciès de rupture des matériaux vieillis présentent un fort clivage contrairement à ceux des matériaux non vieillis qui présentent de nombreuses cupules.

Egalement, après un vieillissement de 5000h à 400°C, l'énergie de rupture sur le plateau ductile des trois matériaux est fortement diminuée.

La Figure 7 compare les faciès de rupture du matériau de base non vieilli et vieilli 5000h à 400°C, respectivement testés à 110°C et à 400°C dans leur domaine ductile. On remarque que le faciès de rupture du métal de base vieilli, bien que présentant un certain caractère ductile, est plus fortement clivé que celui du métal de base non vieilli. Ceci est à mettre directement en relation avec l'abattement significatif d'énergie de rupture consécutif au vieillissement, notamment au niveau des plateaux ductiles décrits ici.



**Figure 7 : Comparaison des faciès de rupture du matériau de base non vieilli et vieilli 5000h à 400°C, sur le plateau ductile**

Comme nous l'avons vu précédemment, les courbes de résilience, obtenues dans cet état de vieillissement, montrent une double transition et une remontée de l'énergie de rupture pour des températures d'essai supérieures à 400°C. Les faciès de rupture observés au niveau du deuxième palier sont identiques à ceux du matériau non vieilli. Les zones de clivage disparaissent totalement et les cupules sont de la même taille que celles observées sur le faciès du matériau non vieilli.

#### 2.1.1.5 Evolution de la température de transition ductile fragile (TTDF)

L'examen des courbes de résilience obtenues après vieillissement permet de mettre en évidence le décalage de la température de transition vers les hautes températures. Ce décalage dépend de la température et du temps de vieillissement. Les valeurs des températures de transition ainsi que les variations par rapport à la température caractéristique de l'état de référence non vieilli sont résumées dans le Tableau 2 pour chaque condition de vieillissement et chaque matériau. La température de transition est déterminée graphiquement sur la courbe de transition, à partir de la valeur d'énergie médiane entre le plateau fragile et le plateau ductile. La Figure 8 présente la variation de cette température en fonction du temps pour des vieillissements à 350°C et 400°C.

	MB		ZAT		ZF	
	TTDF (°C)	$\Delta$ TTDF	TTDF (°C)	$\Delta$ TTDF	TTDF (°C)	$\Delta$ TTDF
Non vieilli	-17	0	-15	0	0	0
290°C - 5000h	20°C	37	-10°C	5	45°C	45
290°C - 8500h	35	52	5	20	76	76
350°C - 100h	8	25	-10	5	30	30
350°C - 500h	64	81	29	44	73	73
350°C - 1000h	69	86	40	55	68	68
350°C - 5000h	164	181	105	120	130	130
400°C - 15h	0	17	-15	0	33	33
400°C - 100h	23	40	-5	10	62	62
400°C - 500h	127	144	94	109	146	146
400°C - 1000h	160	177	95	110	127	127
400°C - 5000h	310	327	204	219	216	216

Tableau 2 : Valeur de la TTDF après vieillissement à 290°C, 350°C et 400°C

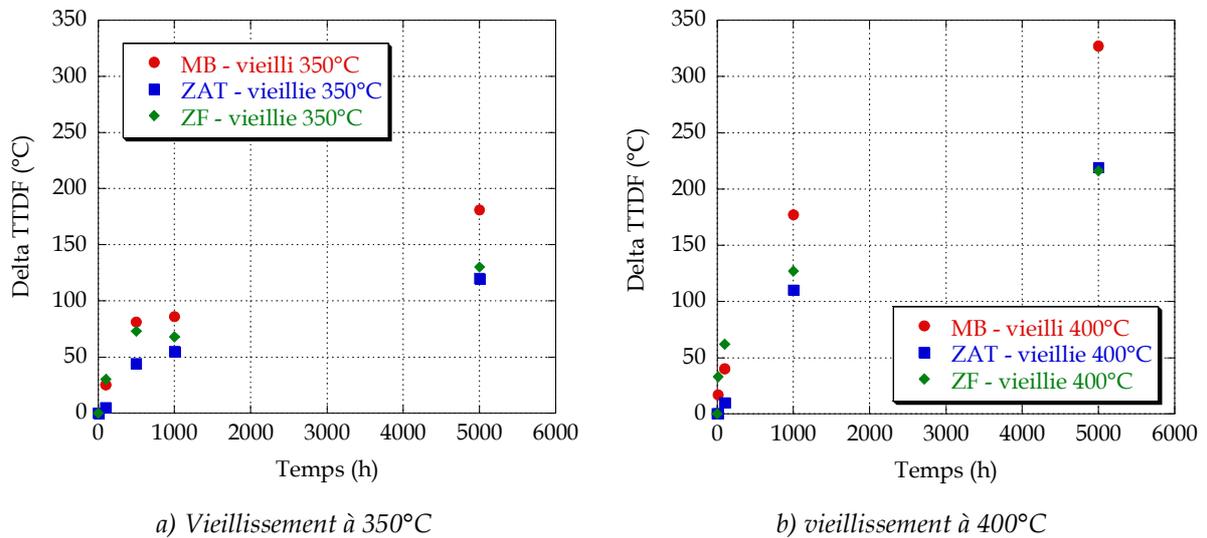


Figure 8 : Augmentation de la TTDF en fonction du temps de vieillissement à 350°C et 400°C

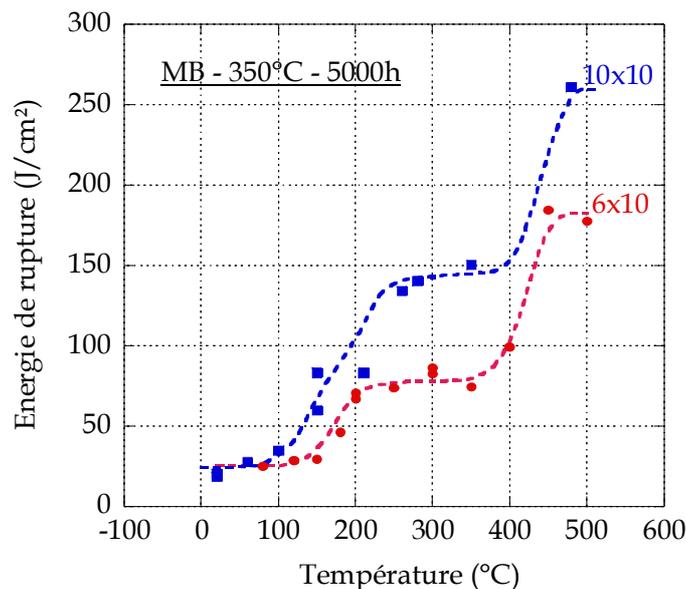
Un premier examen des courbes de la Figure 8 montre que l'effet du vieillissement est plus important dans le cas du matériau de base ( $\Delta T_{TDF} \text{ max} = 330^\circ\text{C}$  après 5000h de vieillissement à  $400^\circ\text{C}$ ). Le décalage de la TDF pour la zone fondue et la zone affectée thermiquement est équivalent pour les vieillissements à  $350^\circ\text{C}$  et  $400^\circ\text{C}$  ( $\Delta T_{TDF} \text{ max} = 220^\circ\text{C}$  après 5000h). La forme des courbes laisse penser que, pour des vieillissements plus longs, la TDF devrait atteindre une valeur maximale.

B. Yriex et M. Guttman [3] ont observé une augmentation maximale de la TDF de  $352^\circ\text{C}$  pour le 17-4PH vieilli 10 000h à  $400^\circ\text{C}$ . La valeur de  $327^\circ\text{C}$  que nous obtenons pour le 15-5PH après 5000h de vieillissement, est très proche, ce qui suggère que le palier de la courbe est d'ores et déjà atteint pour ce temps de vieillissement.

### 2.1.1.6 Effet de la géométrie de l'éprouvette sur le vieillissement

Nous avons vu au chapitre III que la géométrie des éprouvettes Charpy a une incidence sur les courbes de résilience. Le fait de réduire la section et d'usiner des entailles latérales décale la température de transition de  $30^\circ\text{C}$  et diminue le palier fragile de  $40\text{J}/\text{cm}^2$ . Le même constat est fait pour le matériau de base vieilli 5000h à  $350^\circ\text{C}$ .

La Figure 9 compare les courbes de résilience obtenues dans les deux cas.



**Figure 9 : Courbes de résilience du MB vieilli  $350^\circ\text{C}$  5000h - comparaison entre la géométrie 6X10 et standard**

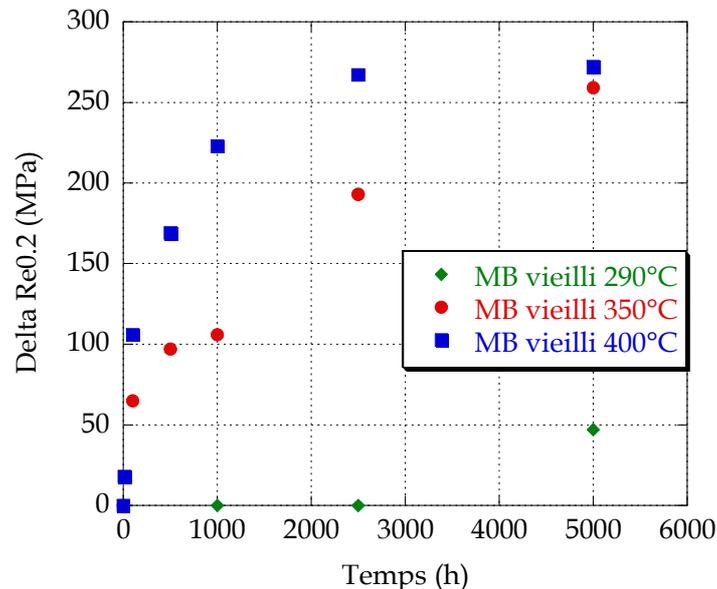
Notons que l'allure des deux courbes de résilience est la même. Sur la première partie des courbes de résilience, correspondant à la première transition, la température de transition est équivalente pour les deux géométries ( $T_{TDF} = 170^\circ\text{C}$ ) tandis qu'une différence de  $60\text{J}/\text{cm}^2$  est observée pour les énergies de rupture sur le plateau ductile. Dans la deuxième partie de la courbe, correspondant à la deuxième transition, les deux géométries d'éprouvette présentent un comportement similaire qui se traduit par une augmentation de l'énergie de rupture avec la

température. Les valeurs maximales atteintes au niveau du deuxième plateau correspondent assez précisément aux valeurs des énergies de rupture mesurées initialement avant le vieillissement.

## 2.1.2 Essais de traction

Comme cela est précisé en début de chapitre, les essais de traction ne concernent que le matériau de base. Ils sont effectués sur des éprouvettes préalablement vieilles à 290°C, 350°C et 400°C (Tableau 1). La Figure 11 présente les courbes de traction caractéristiques du matériau vieilli selon les différentes conditions de durée et de température.

La limite d'élasticité n'évolue pas après un vieillissement à 290°C. A 350°C et 400°C, plus le temps et la température de maintien augmentent plus la limite d'élasticité et la contrainte à rupture du matériau augmentent. La Figure 10 présente l'évolution de la limite conventionnelle d'élasticité en fonction du temps de vieillissement à 290°C, 350°C et 400°C.



**Figure 10 : Evolution de la limite d'élasticité en fonction du temps et de la température de vieillissement**

Il est clair que la cinétique du vieillissement, provoquant une augmentation des caractéristiques mécaniques de traction, s'accélère quand la température augmente. A 350°C et 400°C, l'effet du vieillissement, qui se traduit par une augmentation de la limite d'élasticité, est significatif après 100h de maintien. Il semblerait que la limite d'élasticité atteigne un maximum dès 2500h pour un vieillissement à 400°C et dès 5000h pour un vieillissement à 350°C. A 290°C, la cinétique de vieillissement est plus lente et la faible activation thermique n'est compensée par le temps de maintien qu'à partir de 5000h où les premiers effets du vieillissement apparaissent, produisant une augmentation de limite d'élasticité de 50 MPa. Nous pouvons supposer qu'à 290°C, un palier, similaire à celui discuté pour les vieillissements à 350°C et à 400°C, sera atteint si la durée de maintien en température est suffisamment longue.

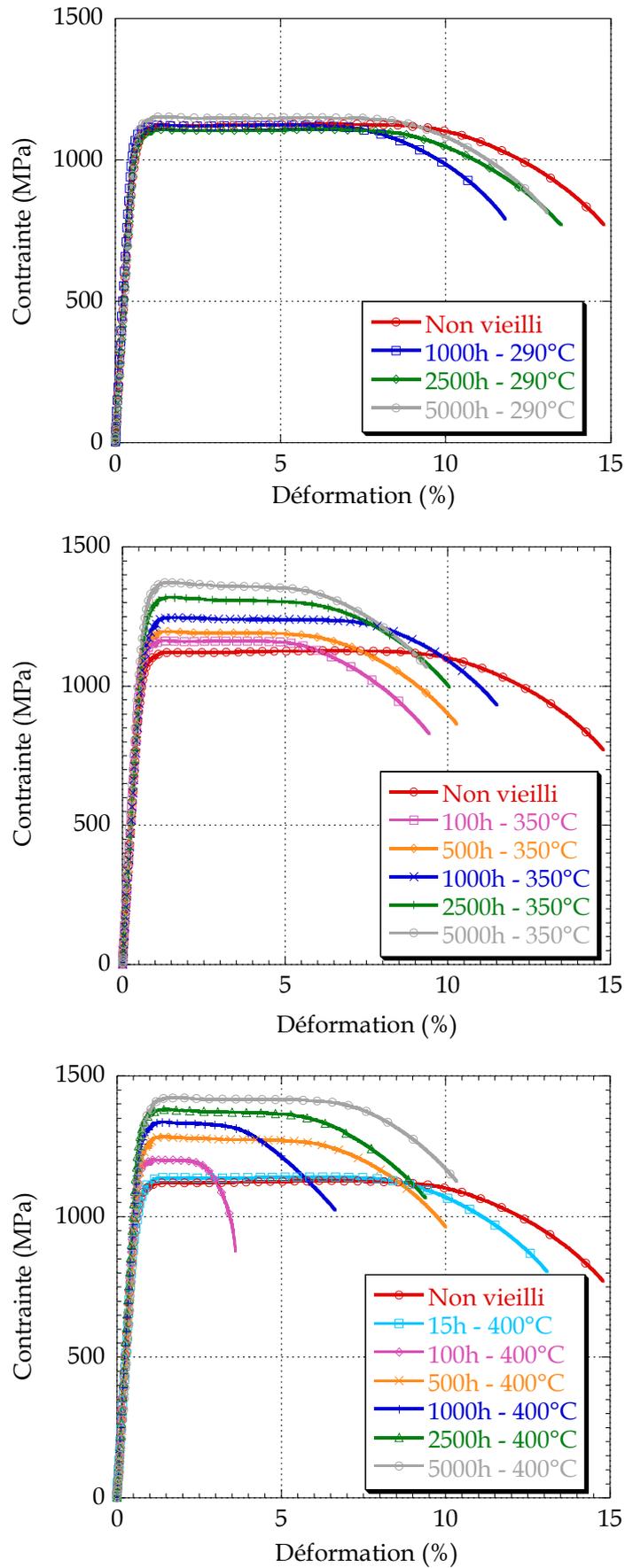


Figure 11 : Courbes de traction après vieillissement du MB à 290°C, 350°C et 400°C

La Figure 12 décrit l'évolution de l'allongement à rupture en fonction du temps de vieillissement, à 350°C et 400°C. Pour les deux températures et pour les temps de vieillissement courts, jusqu'à 100h, l'allongement à rupture diminue. Au-delà il augmente, jusqu'à 500h pour les vieillissements à 400°C et jusqu'à 1000h pour les vieillissements à 350°C. Au dessus de ces temps de maintien, l'allongement à rupture diminue à nouveau jusqu'à 5000h pour le vieillissement à 350°C et jusqu'à 1000h pour le vieillissement à 400°C. Au-delà de 1000h de maintien, pour le vieillissement à 400°C, l'allongement à rupture augmente à nouveau.

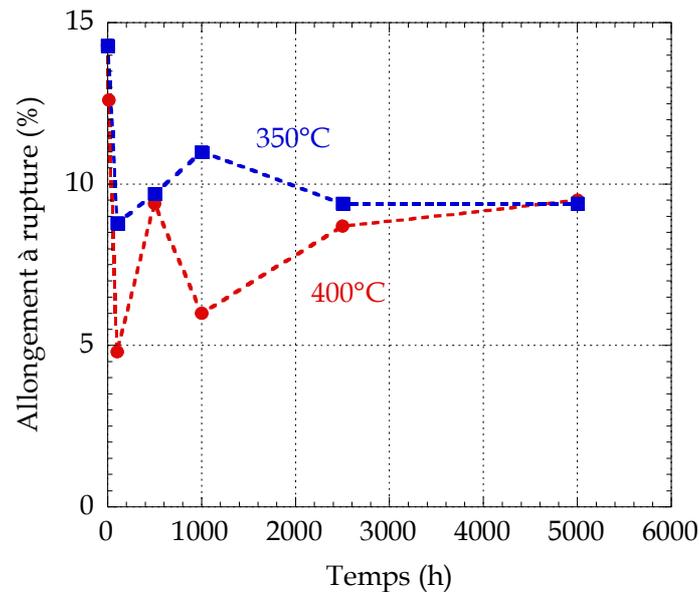


Figure 12 : Evolution de l'allongement à rupture après vieillissement à 350°C et 400°C

Ce changement de comportement pourrait être attribué à une précipitation supplémentaire d'austénite de réversion dans le matériau au cours du vieillissement. Pour les temps courts, les changements microstructuraux induits par le vieillissement entraînent une diminution de l'allongement à rupture. Lorsque ceux-ci sont assez avancés, des variations locales de composition dans l'alliage conduisent à un abaissement des températures de transformation de phases permettant ainsi la précipitation d'austénite de réversion. Les variations de l'allongement à rupture qui suivent (au-delà de 100h) montrent que l'effet de l'austénite réversion et du vieillissement sont en compétition et que l'évolution de l'allongement à rupture dépend duquel de ces deux effets prédomine.

### 2.1.3 Durcissement

Il est intéressant d'étudier l'évolution de la dureté au cours du vieillissement. En effet, l'essai d'indentation, facile à mettre en œuvre, donne de précieuses informations sur l'état métallurgique du matériau. Après chaque vieillissement à 350°C et 400°C, des mesures de dureté ont été réalisées. Les variations de dureté de chacun des matériaux, en fonction de la température et du temps de vieillissement, sont reportées à la Figure 13. Les mesures de dureté à 290°C n'ont pas été représentées sur le même graphique, elles sont données dans le Tableau 3.

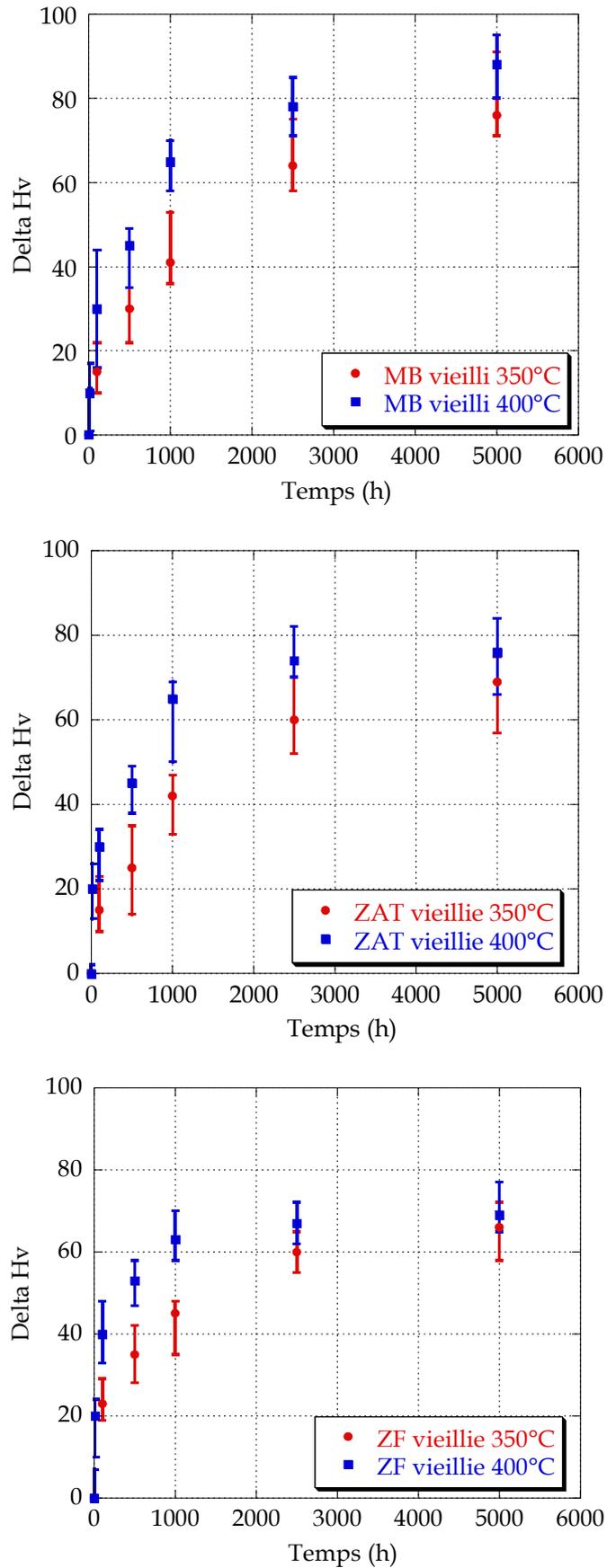


Figure 13 : Evolution de la dureté de chaque matériau en fonction du vieillissement (t, T)

	MB		ZAT		ZF	
	Hv	$\Delta H_v$	Hv	$\Delta H_v$	Hv	$\Delta H_v$
Non vieilli	365	0	365	0	382	0
290°C - 1000h	365	0	365	0	382	0
290°C - 2500h	365	0	365	0	382	0
290°C - 5000h	385	20	385	20	395	13
290°C - 8500h	406	41	406	41	420	38

Tableau 3 : Dureté (Hv30) après vieillissement à 290°C

Les effets d'un vieillissement à 290°C sont très tardifs comparativement aux effets observés à 350°C et 400°C. Comme le montrent les données résumées dans le Tableau 3, les propriétés mécaniques de l'acier n'évoluent significativement qu'au bout de 5000h de maintien.

L'examen des courbes de la Figure 14 montre que la cinétique de vieillissement est plus rapide à 400°C qu'à 350°C. La dureté ne cesse d'augmenter au cours du vieillissement, pour les trois matériaux. Nous pouvons cependant remarquer que les duretés de la zone fondue et de la zone affectée thermiquement atteignent un palier après 2500h de maintien à 400°C. La dureté du matériau de base n'a pas, quant à elle, atteint son palier après 2500h de vieillissement. Nous pouvons cependant supposer que pour des temps de maintien très longs, les duretés des trois matériaux atteignent environ le même palier, résultant d'une augmentation approximative de 100Hv, quelle que soit la température de vieillissement.

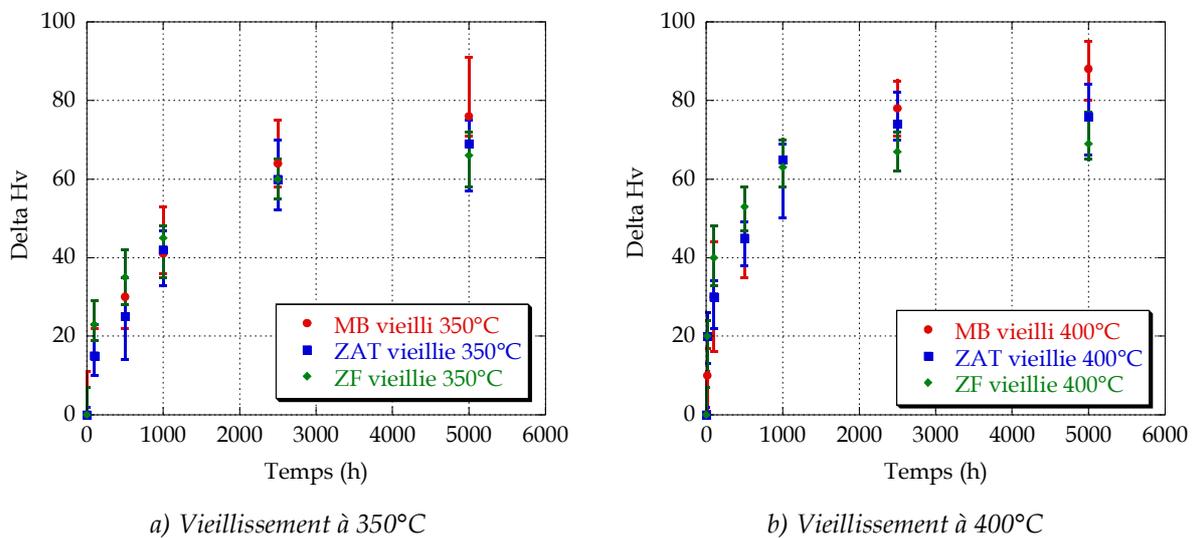


Figure 14 : Evolution de la dureté - comparaison entre MB, ZAT et ZF

Le modèle de prédiction de l'augmentation maximale de dureté après vieillissement de Y. Meyzaud et R. Cozar [4] décrit dans le chapitre I, donne un incrément maximum de dureté de 130Hv. Cette valeur est en accord avec les mesures de dureté effectuées jusqu'à présent.

$$\Delta H_{v_{\max}} = [22,1 - 0,313 (\% \gamma)] \cdot (Cr^* - B)$$

Avec  $Cr^* = \%Cr + \%Mo - A (\%C)$

avec  $B = 8.5$  (limite de solubilité de la phase  $\alpha'$  à 400°C) et  $A = 16$

Remarque :

Des vieillissements thermiques cyclés de 5 cycles de 20h ont été réalisés à 350°C et 400°C. Les duretés obtenues sur les matériaux vieillis après les cinq cycles étant les mêmes que celles des matériaux vieillis 100h, le phénomène semble cumulatif pour les temps étudiés.

## 2.2 Corrélations $\Delta T T D F - \Delta R e_{0,2} - \Delta H v$

Il peut être utile de représenter l'évolution de la dureté en fonction de la température de transition ductile fragile et de la limite d'élasticité. Compte tenu d'un certain manque de données à 290°C, seuls les résultats obtenus après vieillissement à 350°C et 400°C seront traités ici. Les corrélations entre les trois grandeurs proposées sont particulièrement intéressantes d'un point de vue industriel. En toute logique, elles permettent d'estimer la température de transition ductile-fragile et la limite d'élasticité d'une partie du mât réacteur de l'avion grâce à un simple essai de dureté. A ce titre, cela représente un excellent moyen d'estimer l'état d'avancement du vieillissement du matériau et de réduire ainsi les risques d'utilisation en préconisant et en planifiant des actions correctives.

### 2.2.1 Corrélation $\Delta H v - \Delta T T D F$

A 350°C la dureté varie linéairement avec la température de transition ductile fragile au cours du vieillissement pour les trois matériaux. A 400°C, les corrélations montrent une rupture de pente à partir de 500h de vieillissement. Les courbes représentant les corrélations sont présentées en annexe II.

Après un vieillissement à 350°C, les corrélations suivantes peuvent être établies :

Pour le matériau de base :  $\Delta T T D F (^{\circ}C) = 2,3 \Delta H v$

Pour la zone affectée thermiquement :  $\Delta T T D F (^{\circ}C) = 1,7 \Delta H v$

Pour la zone fondue :  $\Delta T T D F (^{\circ}C) = 1,9 \Delta H v$

Les coefficients de corrélation obtenus pour les trois matériaux sont comparables. L'incrément de température de transition provoqué par le vieillissement, exprimée en °C, est de l'ordre de deux fois l'incrément de dureté Vickers associé (Hv30).

Après un vieillissement à 400°C, une période transitoire est observée pour les temps courts où le vieillissement se traduit par une augmentation de la dureté mais n'a pas de réel effet sur la température de transition. Pour des temps de maintien supérieurs à 500h, les corrélations suivantes peuvent être établies :

Pour le matériau de base :  $\Delta T T D F (^{\circ}C) = 4,6 \Delta H v$

Pour la zone affectée thermiquement :  $\Delta T T D F (^{\circ}C) = 4 \Delta H v$

Pour la zone fondue :  $\Delta T T D F (^{\circ}C) = 4 \Delta H v$

L'écart entre l'évolution de la TTDF et de la dureté est plus important à 400°C qu'à 350°C. Dans ce cas, L'incrément de température de transition provoqué par le vieillissement, exprimée en °C, est de l'ordre de quatre fois l'incrément de dureté Vickers associé (Hv30).

## 2.2.2 Corrélation $\Delta H_v - \Delta Re_{0.2}$

Cette corrélation a été établie dans le cas du matériau de base. L'augmentation de la limite d'élasticité, exprimée en MPa, est environ trois fois plus importante que l'augmentation de la dureté Vickers associée ( $H_v30$ ).

A 350°C :  $\Delta Re_{0.2} \text{ (MPa)} = 3 \Delta H_v$

A 400°C :  $\Delta Re_{0.2} \text{ (MPa)} = 3.4 \Delta H_v$

### Synthèse :

La cinétique de vieillissement augmente avec la température de maintien ce qui démontre que les évolutions microstructurales associées sont thermiquement activées. Un abatement des propriétés mécaniques est mis en évidence dès les premières heures de vieillissement à 350°C et 400°C. Les effets du vieillissement à 290°C n'apparaissent que pour des temps longs (à partir de 5000h de maintien). La fragilisation du matériau est d'autant plus importante que le temps et la température augmentent. Les vieillissements cyclés et en continu entraînent la même augmentation de dureté ce qui indique que le phénomène est cumulatif.

Le durcissement peut être corrélé au décalage important de la température de transition ductile fragile vers les hautes températures. Cette corrélation peut être mise à profit au plan industriel pour déterminer l'état d'avancement des processus de vieillissement du matériau de structure en service par une simple mesure de dureté.

## 2.3 Vieillissement thermo-mécanique - effet de la contrainte

### 2.3.1 Vieillissement en flexion 4-points

Afin de mettre en évidence l'effet d'une contrainte appliquée, des vieillissements sous contrainte en flexion quatre points ont été effectués en utilisant les montages présentés à la Figure 1. Les Figures 15, 16 et 17 comparent les courbes de résilience obtenues dans le cas des vieillissements avec et sans contrainte à 290°C, 350°C et 400°C.

Pour les conditions étudiées, aucune modification notable des courbes de résilience n'est observée entre les éprouvettes vieilles sous contrainte et sans contrainte. Les courbes obtenues dans les deux cas sont identiques et ne permettent pas de mettre en évidence un éventuel effet de la contrainte. Dans les travaux réalisés par J. M. Cloué, sur le vieillissement en traction du PH 13-8Mo [5], la contrainte accélère la cinétique de vieillissement. Cet effet n'a pas été observé dans notre cas. Nous pouvons supposer que le volume de matière soumis à la contrainte (300 $\mu$ m en fond d'entaille) est trop faible par rapport au volume de matière pris en compte lors du calcul de l'énergie de rupture par unité de surface. Pour cette raison, les courbes de résilience ne montrent aucune différence entre les deux cas.

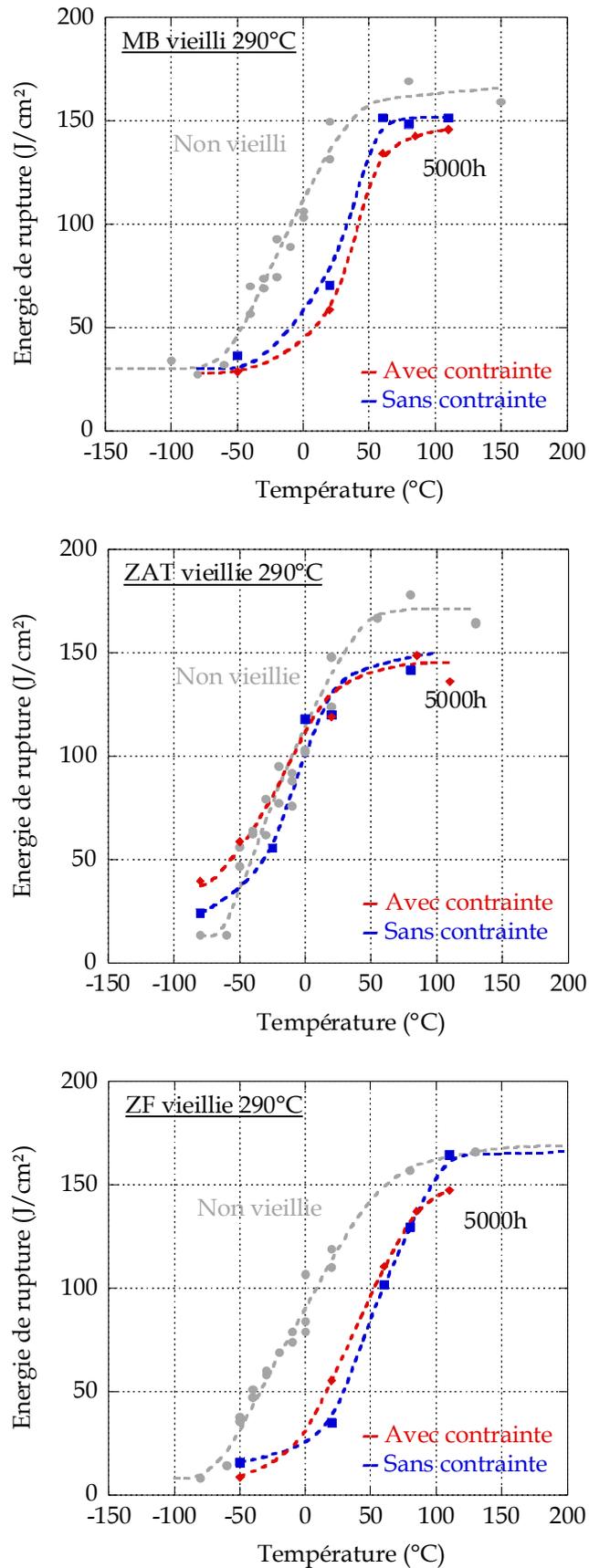


Figure 15 : Effet de la contrainte au cours d'un vieillissement à 290°C - 5000h sur les courbes de résilience

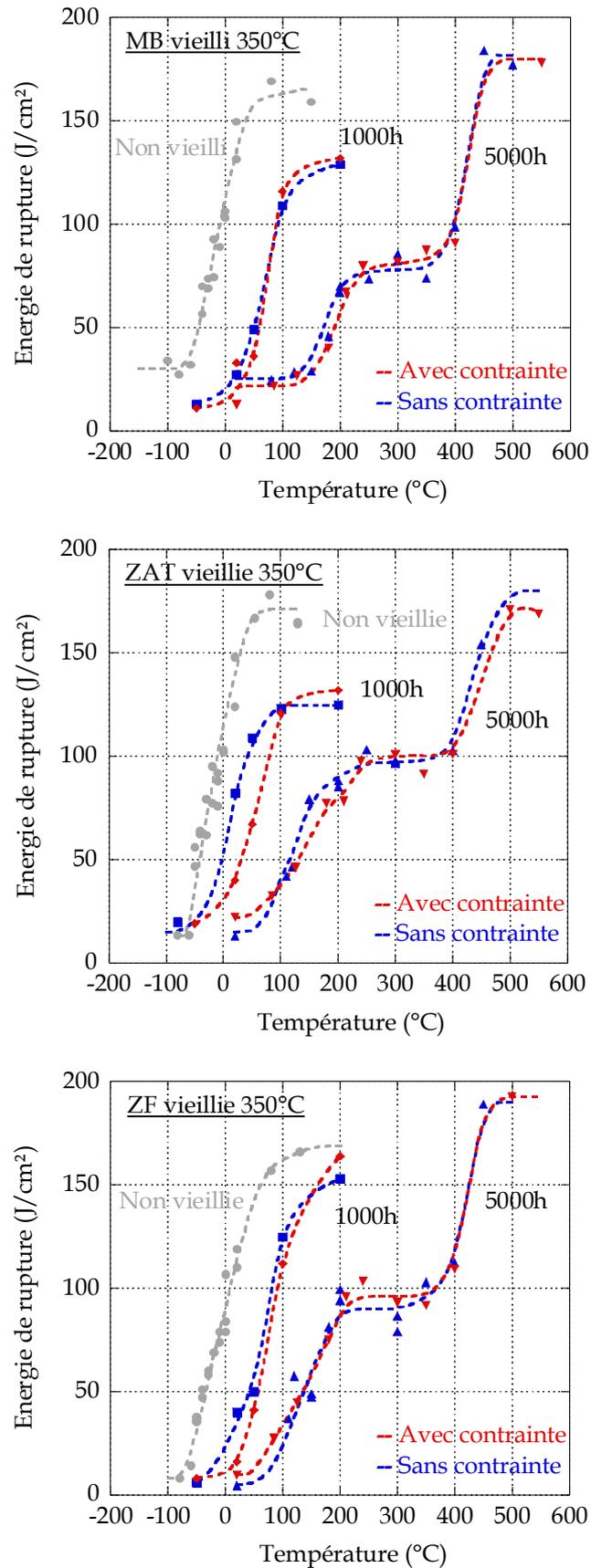


Figure 16 : Effet de la contrainte au cours d'un vieillissement à 350°C sur les courbes de résilience

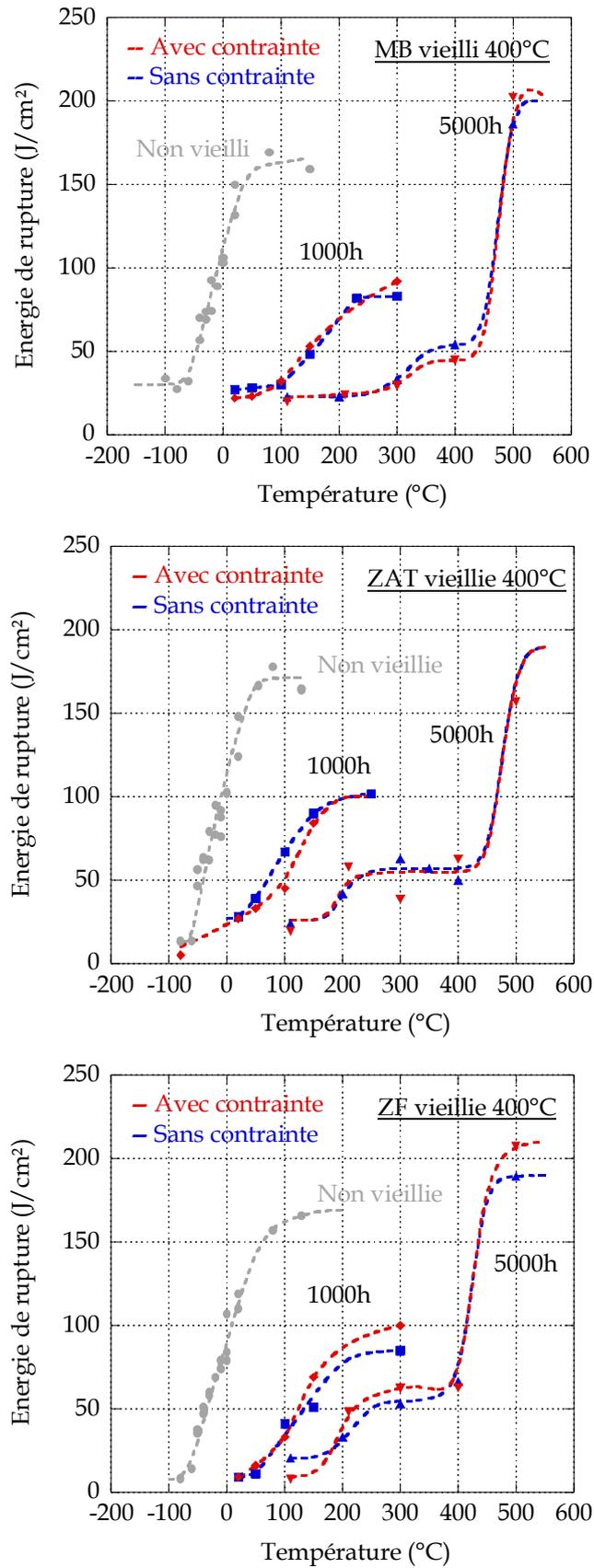
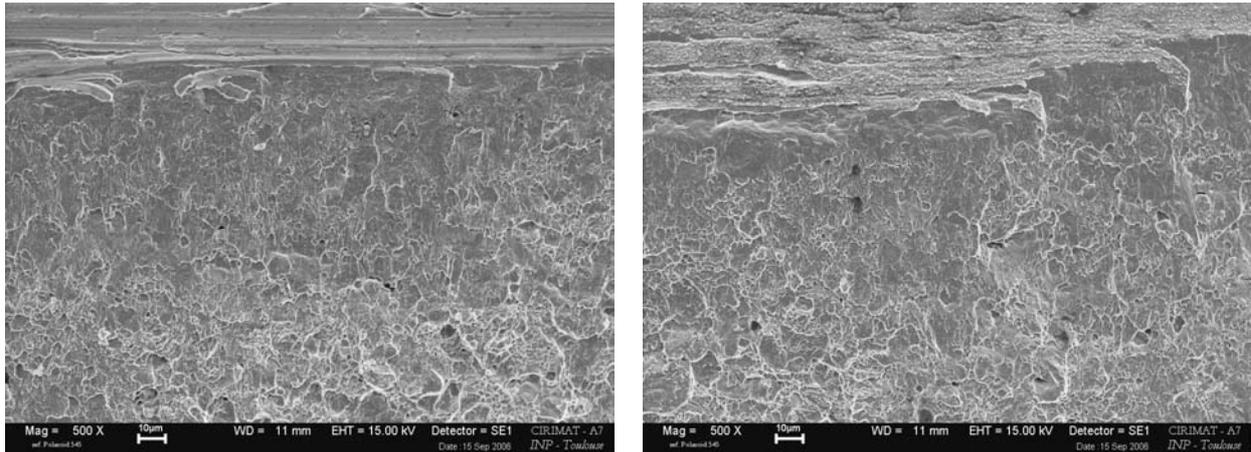


Figure 17 : Effet de la contrainte au cours d'un vieillissement à 400°C sur les courbes de résilience

Un examen micrographique de la zone vieillie sous contrainte, au niveau de l'entaille Charpy, a été effectué afin de mettre en évidence l'effet de la contrainte appliquée. La Figure 18 compare les micrographies des faciès de rupture prises en fond d'entaille du matériau vieilli 1000h à 400°C, respectivement avec et sans contrainte. Les observations ont été effectuées sur des éprouvettes testées à une température proche de la température de transition ductile-fragile. Les faciès de rupture entre les deux matériaux ne présentent aucune différence, ce qui est en parfaite corrélation avec la similarité de leurs courbes de transition ductile-fragile discutée ci-dessus.



**Figure 18 : Comparaison des faciès de rupture entre le matériau de base vieilli avec et sans contrainte - 400°C-1000h - micrographie en fond d'entaille**

### 2.3.2 Vieillissement en traction

Le vieillissement en traction a été effectué sur des éprouvettes à sections multiples. Le montage, présenté à la Figure 2, permet de solliciter l'éprouvette en traction au cours du vieillissement. La charge imposée permet d'appliquer une contrainte comprise entre 37% et 80% de la limite d'élasticité, suivant la section de l'éprouvette. Le but de ces essais est de mettre en évidence l'effet de la contrainte appliquée sur le durcissement du matériau après vieillissement. La Figure 19 présente l'écart de dureté mesuré entre l'éprouvette vieillie sous contrainte et sans contrainte, dans les mêmes conditions de vieillissement, en fonction de la valeur de la contrainte.

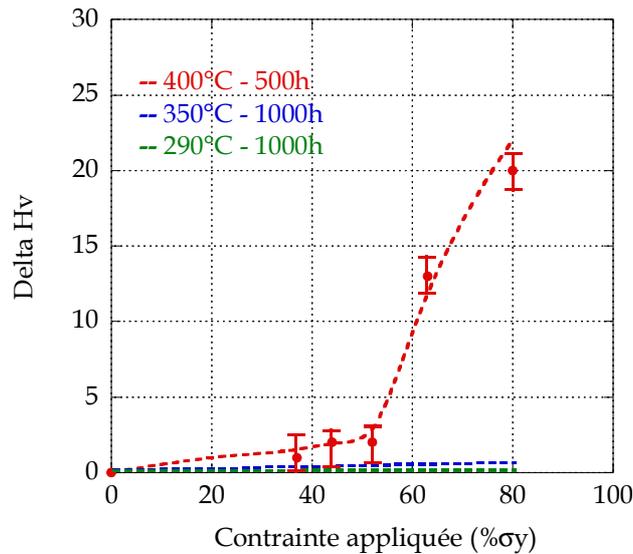


Figure 19 : Effet de la contrainte appliquée sur la dureté

Pour les temps de maintien étudiés, les duretés des éprouvettes vieilles à 290°C et 350°C pendant 1000h avec et sans contrainte sont identiques. Seul le vieillissement à 400°C pendant 500h conduit à une différence de dureté entre l'état vieilli respectivement sans contrainte et sous contrainte. Un écart maximum de 20Hv est mesuré lorsque le niveau de contrainte appliqué lors du vieillissement correspond à 80% de la limite élastique. Au-delà de 63% de la limite d'élasticité, l'augmentation de dureté est significative. En deçà de ce seuil de contrainte, la dureté est équivalente à la dureté du matériau vieilli sans contrainte aux mêmes temps et températures.

Cet effet de la contrainte, dépendant de la température de maintien, a également été observé par J. M. Cloué [5] pour des vieillissements en traction à 400°C. L'auteur met en évidence deux accélérations de la cinétique de durcissement. Le premier durcissement est attribué à la décomposition spinodale de la martensite tandis que le deuxième est attribué à la déstabilisation de l'austénite de réversion en martensite. L'austénite étant enrichie en nickel et appauvrie en chrome et molybdène, sa température  $M_s$  augmente considérablement. Sous l'effet de la contrainte, l'austénite de réversion se déstabilise. Ce faisant, elle génère la formation de martensite, ce qui conduit à une augmentation de la dureté. D'après les travaux de F. C. Larché et J. W. Cahn [6] la contrainte agit sur le potentiel chimique des éléments d'alliage et accélère la cinétique de vieillissement. L'écart de dureté que nous avons observé sur les échantillons contraints et non contraints peut s'expliquer par les deux phénomènes précédents. Nous reviendrons sur ces interprétations dans le chapitre V.

### 3 Evolution de la microstructure

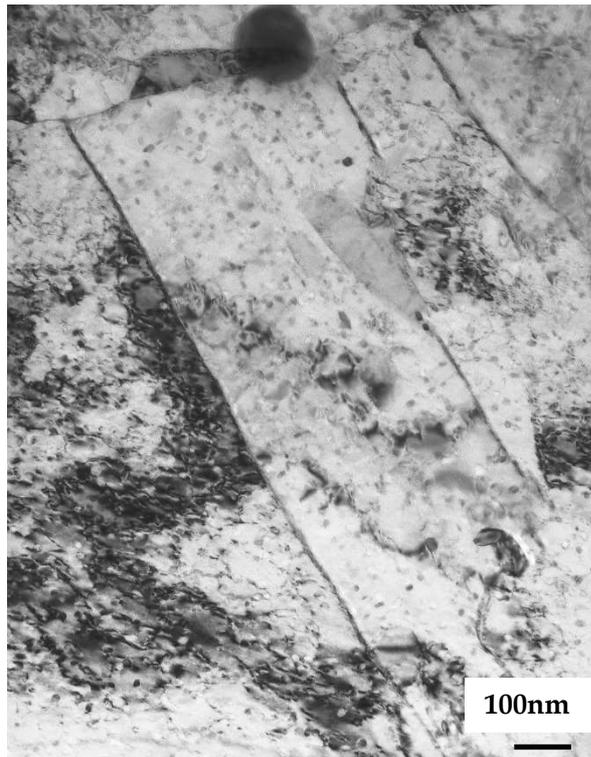
#### 3.1 Précipitations supplémentaires

Un examen par microscopie électronique en transmission du matériau après vieillissement permet de relier l'évolution du comportement mécanique aux caractéristiques microstructurales

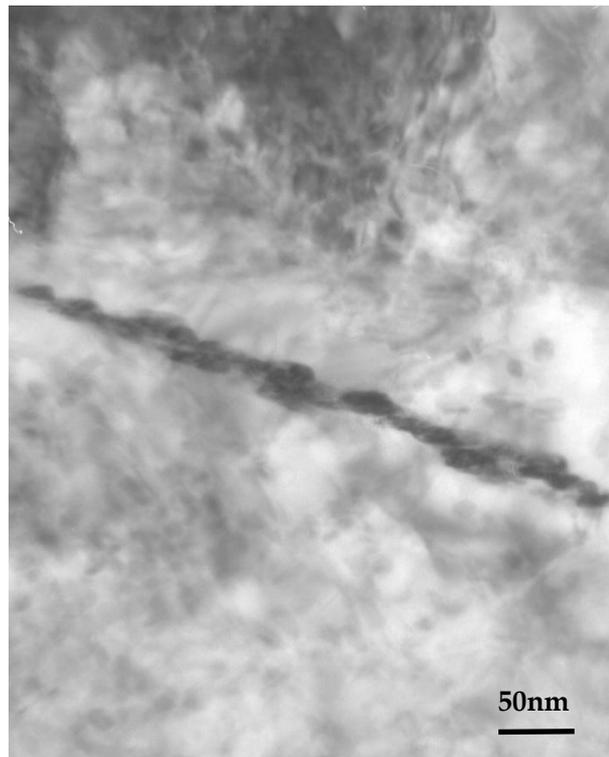
de l'acier. Cette étude a été effectuée sur le matériau de base vieilli 1000h et 5000h à 350°C et 400°C, selon des conditions garantissant que le processus de vieillissement est bien avancé.

La Figure 20 présentent deux micrographies en champ clair du matériau de base vieilli à 350°C - 5000h et 400°C - 1000h. Elles mettent en évidence la présence de très fins précipités localisés entre les lattes de martensite. L'analyse EDX de ces précipités interlattes montre qu'ils sont essentiellement composés de chrome, les pics de fer et de nickel provenant de la matrice environnante.

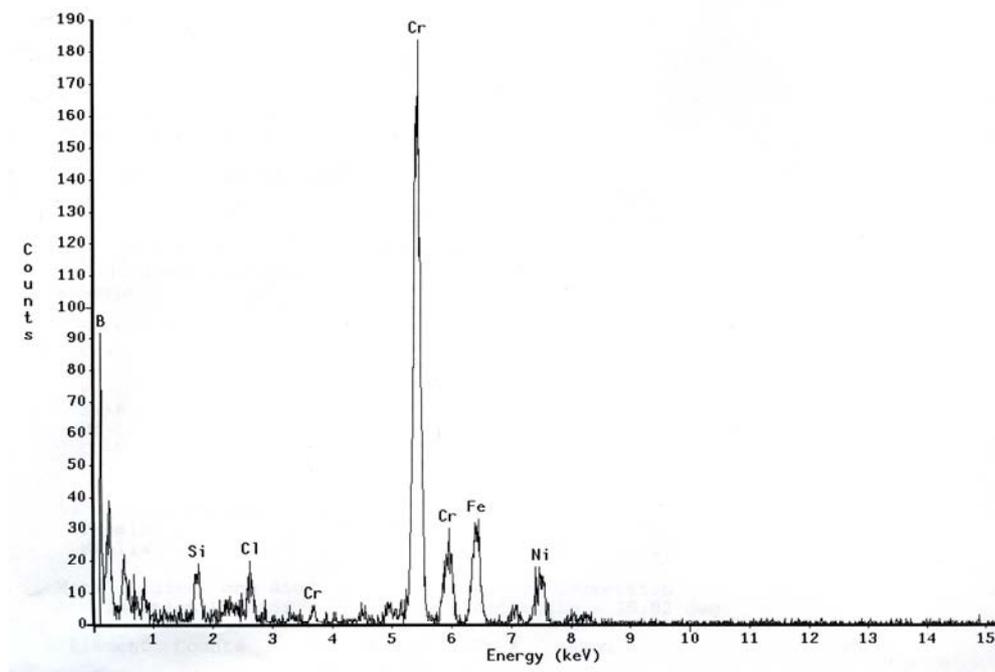
La formation de précipités riches en chrome a aussi été observée après vieillissement de l'acier 17-4PH à 350°C par J. Wang et al. [7]. Les auteurs ont identifié ces précipités comme étant des carbures de chrome  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ . Leur taille très fine (environ 20nm) rend difficile leur identification précise. La Figure 21 présente deux images MET, respectivement réalisées en champ clair et en champ sombre, d'une même zone comportant des précipités riches en chrome et des précipités de cuivre (en plus de la matrice martensitique), ainsi qu'un cliché de diffraction obtenu en sélectionnant les deux types de précipités et la matrice. La martensite est orientée selon un axe [1 -1 3]. L'indexation des taches supplémentaires, entourées sur le cliché, permet de mettre en évidence les précipités riches en chrome, en fond noir. La distance réticulaire mesurée est 2,17Å, elle correspond à la distance réticulaire des plans (422) des carbures de chrome  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ .



a) MB vieilli 350°C - 5000h

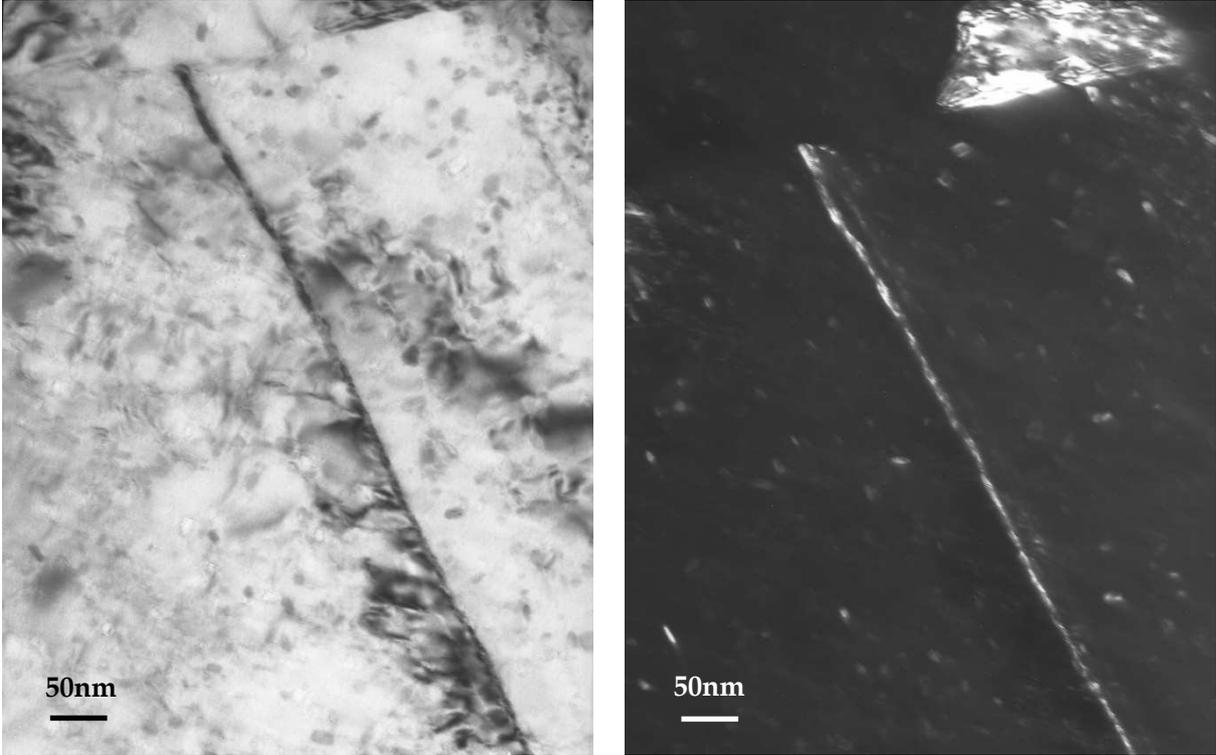


b) MB vieilli 400°C - 1000h



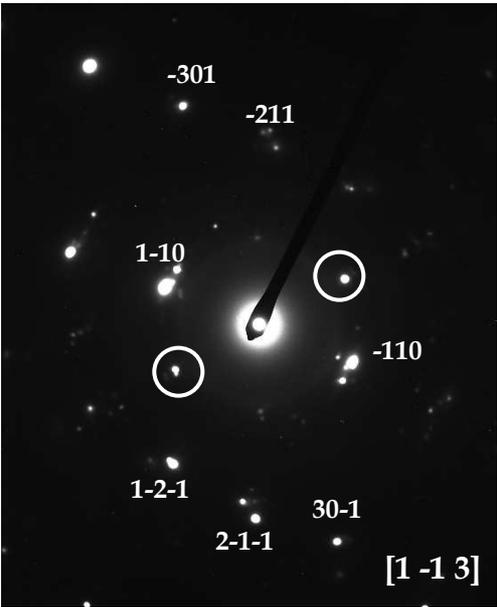
c) Analyse des précipités interlattes

Figure 20 : Micrographies et analyse des précipités interlattes riches en Chrome - MET



a) Image en fond clair

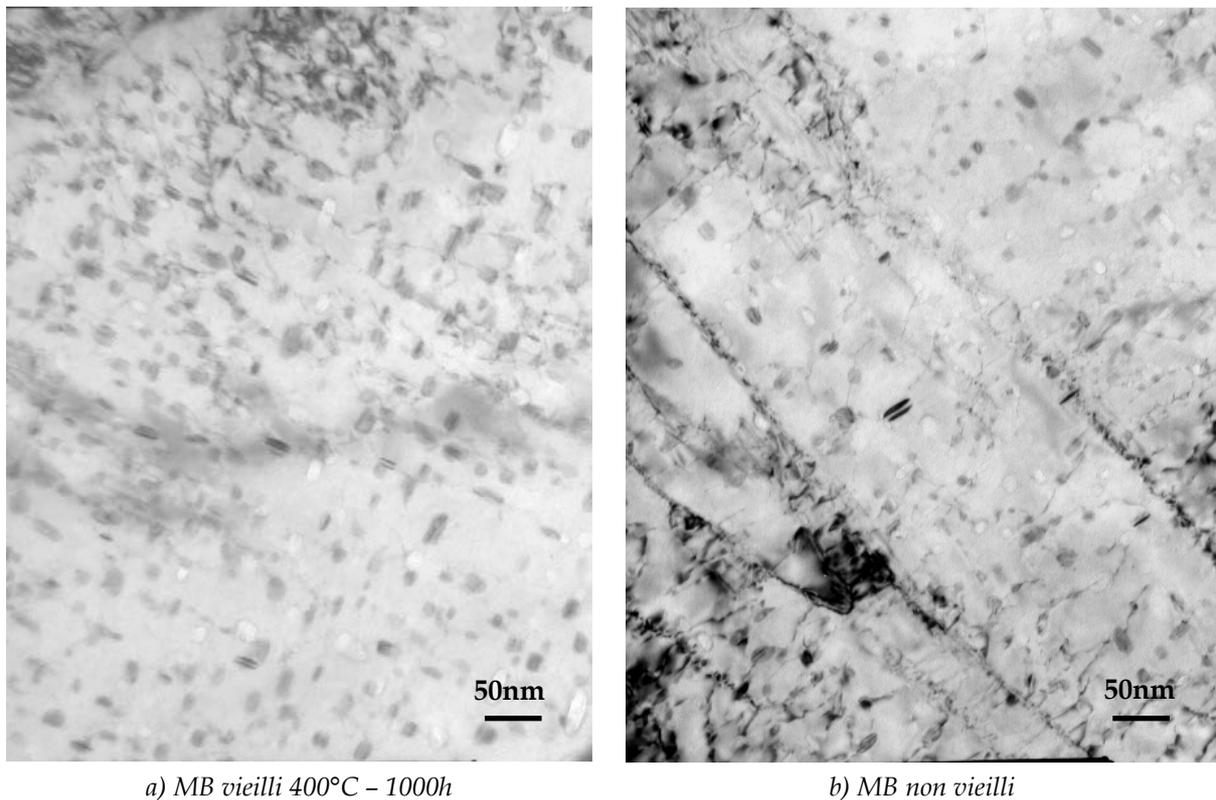
b) Image en fond noir



c) Cliché de diffraction

Figure 21 : Identification des précipités riches en chrome sur le matériau vieilli 5000h à 350°C - MET

Une estimation grossière de la fraction volumique des précipités de cuivre par simple examen des micrographies montre que celle-ci augmente après vieillissement à 400°C. Ceci est mis en évidence en comparant les deux images de la Figure 22 montrant, au même grandissement, les précipités de cuivre dans le matériau vieilli à 400°C pendant 1000h et dans le matériau non vieilli. Les analyses thermiques différentielles effectuées sur le matériau non vieilli (chapitre II) ont révélé le début de la précipitation du cuivre vers 450°C. Il n'est pas donc pas étonnant d'observer une précipitation supplémentaire après un vieillissement à 400°C.

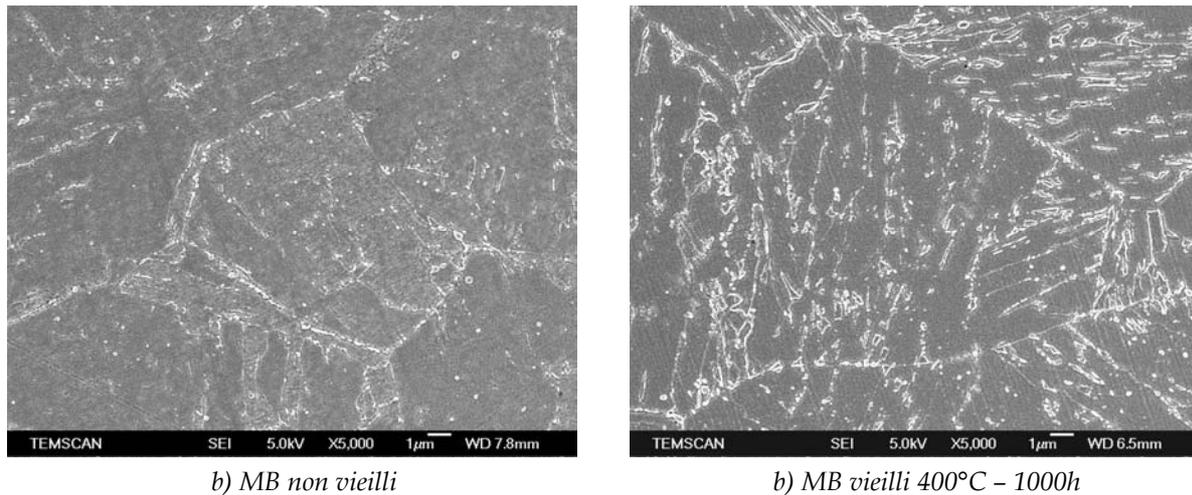


**Figure 22 : Micrographie des précipités de cuivre - MET**

Après un vieillissement à 350°C, la fraction volumique des précipités de cuivre reste inchangée. Ce complément de précipitation n'a été mis en évidence qu'à 400°C.

Pour les vieillissements à 400°C, nous pouvons également observer une formation supplémentaire d'austénite de réversion. Ce résultat confirme les hypothèses émises pour expliquer l'évolution de l'allongement à rupture en fonction du temps de vieillissement (Figure 12). Cette formation complémentaire a été mise en évidence par des observations au microscope électronique à balayage à effet de champ. Un dosage de l'austénite dans cet état de vieillissement aurait été intéressant afin de quantifier ce complément de précipitation.

La Figure 23 présente des micrographies du matériau vieilli 1000h à 400°C et non vieilli. L'attaque Villela permet d'observer l'austénite de réversion qui apparaît en contraste blanc.



**Figure 23 : Micrographies du matériau non vieilli et vieilli 400°C 1000h - MEB-FEG - attaque Villela (l'austénite est en blanc)**

En résumé, trois types distincts de transformation métallurgique sont observés après vieillissement :

- La précipitation des carbures de chrome  $Cr_{23}C_6$  entre les lattes de martensite
- La précipitation supplémentaire du cuivre pour le vieillissement à 400°C
- La formation supplémentaire d'austénite de réversion à 400°C

Cependant, ces évolutions microstructurales observées après vieillissement ne peuvent pas expliquer à elles seules l'abatement de l'énergie de rupture et l'augmentation de la limite d'élasticité et de la dureté [8].

Comme cela a été expliqué au chapitre I, la lacune de miscibilité dans le diagramme Fe-Cr modifie la microstructure soit en provoquant la précipitation la phase fragile  $\alpha'_{Cr}$ , soit en provoquant la décomposition spinodale de la martensite en deux domaines de teneur en chrome différente. Ces deux mécanismes n'ont pas été observés en microscopie électronique. Des techniques plus adaptées doivent être utilisées afin de mettre en évidence le mécanisme de vieillissement.

### 3.2 Décomposition spinodale

Parce que sa résolution est excellente et qu'elle permet de localiser précisément les différentes espèces chimiques présentes dans un matériau, la sonde atomique tomographique s'avère l'outil le mieux adapté pour caractériser les changements microstructuraux induits par le vieillissement. Des analyses ont été effectuées sur des échantillons vieillis 1000h à 400°C, par F. Danoix, à l'Université de Rouen. Une cartographie atomique du matériau analysé, dans laquelle chaque point représente un atome, est reconstituée à partir des données expérimentales. La section du volume sondé est toujours de  $6 \times 6 \text{ nm}^2$  et la longueur dépend de la quantité de matière analysée. La Figure 24 présente une image de la répartition des atomes de Cr dans un élément de volume de dimensions  $(6 \times 6 \times 40 \text{ nm}^3)$  du matériau vieilli 1000h à 400°C. Nous pouvons remarquer une répartition non homogène des atomes de chrome qui se répartissent dans le volume selon un

réseau périodique. Ce réseau est constitué de zones respectivement enrichies et appauvries en chrome. Cette redistribution des atomes dans le matériau est typique du phénomène de démixtion. Pendant le vieillissement, les atomes de Cr se déplacent dans le réseau pour former des domaines de compositions chimiques différentes.

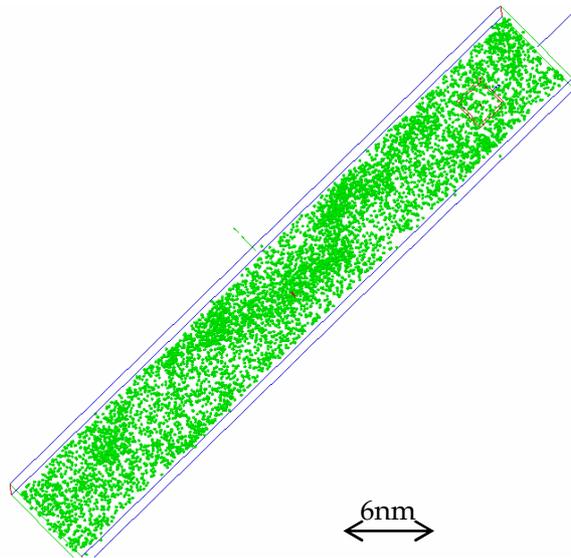


Figure 24 : Répartition des atomes de Cr dans le matériau de base vieilli 1000h à 400°C

La précipitation de la phase G a aussi été mise en évidence grâce à cette technique d'analyse. Les précipités étant très fins, ils n'ont pas été observés avec les autres techniques de caractérisation microstructurale utilisées.

La Figure 25 présente un précipité de phase G et un précipité de cuivre. Le précipité de cuivre en partie présent dans le volume analysé, présente une zone riche nickel à sa surface. Cette observation sera discutée plus en détail dans le chapitre V.

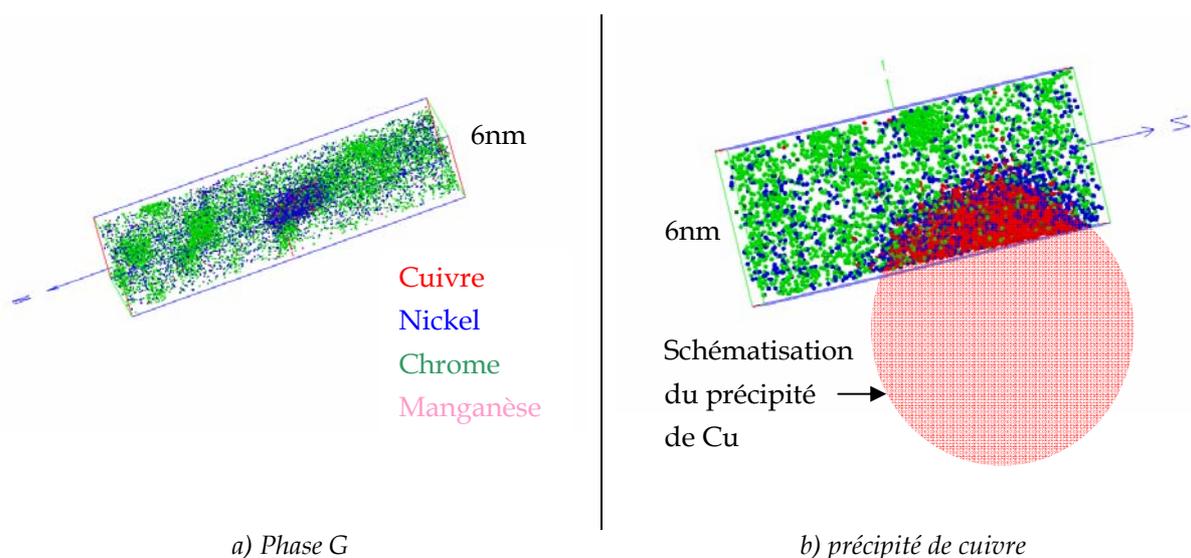


Figure 25 : Cartographie de la phase G (à l'exception du silicium présent en trop faible quantité) dans le matériau de base vieilli 1000h à 400°C

La phase G est essentiellement constituée de nickel, manganèse et silicium. Elle ne contient pas de cuivre ni de molybdène. Cette précipitation est très fine, de l'ordre de 4nm. La taille du précipité de cuivre est difficile à déterminer sur l'image présentée ici, mais peut être estimée à environ 15nm.

*Synthèse :*

Après vieillissement de l'alliage 15-5PH à 350°C et 400°C pendant des durées de 1000h à 5000h, différentes transformations métallurgiques ont été observées grâce à deux approches complémentaires en microscopie électronique en transmission et en sonde atomique tomographique. Ces transformations sont les suivantes:

- Apparition d'une précipitation très fine de carbures de chrome ( $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ ) entre les lattes de martensite
- Précipitation supplémentaire du cuivre pour un vieillissement à haute température (400°C)
- Précipitation de la phase G
- Augmentation de la quantité d'austénite de réversion
- Décomposition spinodale de la martensite en deux domaines, l'un enrichi et l'autre appauvri en chrome.

L'abatement des caractéristiques de la transition ductile/fragile et l'augmentation de la dureté et des caractéristiques mécaniques de traction après vieillissement sont dus à la décomposition spinodale de la matrice. Les précipitations de carbures de chrome et de cuivre n'ont pas d'effet notable sur les propriétés mécaniques.

## Bibliographie

- [1] R. o. d. CATIA version 5, Dassault Systems, 1994-2003.
- [2] D. Francois, A. Pineau and A. Zaoui, *Comportement Mécanique des Matériaux: Viscoplasticité, Endommagement, Mécanique de la Rupture, Mécanique du Contact*.1993.
- [3] B. Yrieix and M. Guttman, *Materials Science and Technology*, **9**, 1993, pp 125-134.
- [4] Y. Meyzaud and R. Cozar Influence de la Composition Chimique sur l'Evolution Structurale à 450°C d'Aciers Inoxydables Martensitiques. Communication dans le Bulletin du cercle d'étude des métaux. Vol **10**.
- [5] J. M. Cloue (1998). "Justification de la Tenue en Service en Milieu Primaire REP d'un Acier Martensitique à Durcissement Structural". Thèse de Doctorat en Sciences et Génie des Matériaux. Centre des Matériaux, Ecole des Mines de Paris.
- [6] F. C. Larché and J. W. Cahn, *Acta Materialia*, **33**, 1985, pp 331-357.
- [7] J. Wang, H. Zou, C. Li, Y. Peng, S. Qiu and B. L. Shen, *Nuclear Engineering and Design - In press* -2006.
- [8] N. Gouret and C. Brousset (2000) "Résilience du 15-5 PH Soudé par Faisceau d'Electrons et du 15-5PH Coulé - Premier point d'Avancement". Rapport interne n° PE201.364/00, Aérospatial Matra, Toulouse.



## CHAPITRE V

# INTERPRETATION ET DISCUSSION GENERALE DES RESULTATS EXPERIMENTAUX

### *Sommaire*

---

- 1 Aspects scientifiques
  - 1.1 Démixtion de la martensite
  - 1.2 Effet de la contrainte sur la démixtion
  - 1.3 Le matériau soudé
  
- 2 Aspects industriels
  - 2.1 Vieillissement à 290°C
  - 2.2 Vieillissement à 350°C
  - 2.3 Evaluation des risques et méthode de réparation
  
- 3 Solutions envisageables et perspectives
  - 3.1 Traitement thermique de revenu
  - 3.2 Solutions matériau et/ou conception
  - 3.3 Perspectives

### Bibliographie

---



Le chapitre V est consacré à l'interprétation des résultats expérimentaux présentés dans les chapitres III et IV. La discussion générale de ces résultats distingue les aspects scientifiques des aspects industriels. Cette distinction permet d'examiner les résultats à l'échelle nanométrique et atomique dans le but de comprendre les mécanismes physiques à l'origine des résultats obtenus. Les conclusions qui en découlent peuvent ensuite être transposées à l'échelle de la structure pour répondre à la problématique industrielle posée.

La partie scientifique de la discussion porte essentiellement sur les mécanismes de vieillissement et les différents changements de phase s'opérant au cours du maintien en température. Cette analyse permet de relier les changements microstructuraux à l'évolution des propriétés mécaniques et de pouvoir étendre le raisonnement au cas du matériau soudé.

La deuxième partie permet quant à elle d'orienter la discussion vers la problématique industrielle posée en début de thèse. L'applicabilité à l'échelle industrielle des solutions proposées est discutée et quelques perspectives à cette étude sont présentées en fin de chapitre.

## 1 Aspects scientifiques

Comme nous avons pu le voir dans le chapitre IV, le vieillissement du 15-5PH s'accompagne de plusieurs changements microstructuraux jouant chacun un rôle dans l'évolution des propriétés mécaniques de l'alliage. Les trois principaux étant la démixtion de la matrice, la formation supplémentaire d'austénite de réversion et la précipitation de carbures de chrome de type  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  aux joints de lattes de martensite.

### 1.1 Démixtion de la martensite

La démixtion de la martensite peut se produire selon deux mécanismes, soit par la germination et la croissance d'une phase riche en chrome ( $\alpha'$ ), soit par la décomposition spinodale de la matrice. Les premiers résultats que nous avons obtenus par analyse par sonde atomique tomographique ont permis d'identifier lequel de ces deux mécanismes intervient au cours du vieillissement du 15-5PH. La décomposition spinodale de la matrice a été observée après un vieillissement de 1000h à 400°C. Les vieillissements s'effectuant à plus basses températures (290°C et 350°C) font intervenir le même mécanisme de démixtion.

Lors de la décomposition spinodale, le chrome diffuse sur une courte distance pour former un réseau interconnecté de domaines riches en chrome. La période du réseau ainsi formé étant très petite (de l'ordre de 5 à 10nm) nous pouvons nous demander si ce phénomène est réversible et comment le réseau va évoluer au cours du temps de vieillissement.

### 1.1.1 Traitement thermique de régénération

Les courbes de résilience, présentées aux Figures 4 et 5 du chapitre IV, obtenues après un vieillissement de 5000h à 350°C et 400°C, possèdent un double palier avec une remontée de l'énergie de rupture jusqu'à l'énergie de rupture du matériau non vieilli. La Figure 1 rappelle les courbes de résilience obtenues dans le cas du matériau de base vieilli à 350°C et 400°C.

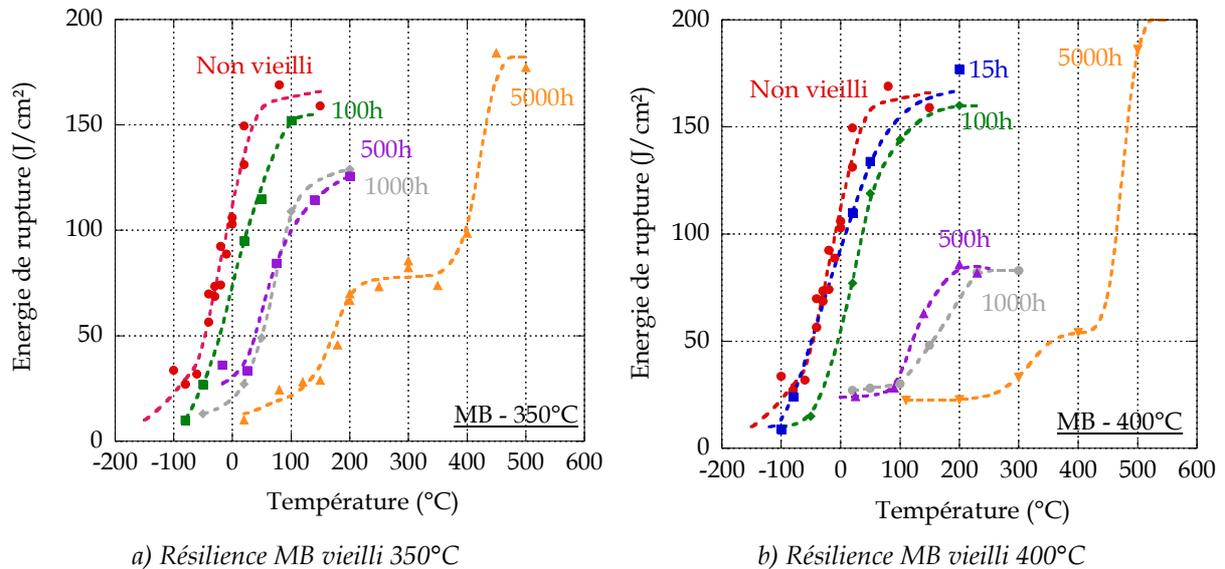


Figure 1 : Rappel des courbes de résilience du matériau de base vieilli 350°C et 400°C

L'évolution de ces courbes pour les vieillissements de 5000h laisse supposer que les changements microstructuraux engendrés par le vieillissement peuvent être réversibles.

Le protocole expérimental des essais Charpy à chaud consiste à chauffer l'éprouvette pendant vingt minutes dans un four, à une température  $T$  ( $T = T_{\text{essai}} + 50^\circ\text{C}$ ). La température du four doit être plus élevée que la température de l'essai afin de compenser le refroidissement de l'éprouvette entre la sortie du four et le début de l'essai. L'énergie de rupture atteint son deuxième palier au-delà de 500°C alors que, selon la procédure décrite ci-dessus, l'éprouvette a subi un traitement thermique de 20 minutes à 550°C. Si ce traitement thermique permet effectivement de restaurer l'énergie de rupture du matériau non vieilli, une éprouvette vieillie, quelle que soient les conditions de durée et de température, puis traitée à 550°C pendant 20 minutes doit avoir, à température ambiante, la même énergie de rupture qu'une éprouvette non vieillie. De même, nous pouvons aussi nous demander si les caractéristiques en traction et en dureté sont également régénérées par ce traitement thermique.

Pour répondre à ces questions, des essais de traction, de résilience et de dureté ont été effectués à température ambiante sur des éprouvettes vieilles puis traitées 20 minutes à 550°C. Le Tableau 1 présente les résultats des essais mécaniques réalisés avant et après le traitement thermique dans différentes conditions de vieillissement.

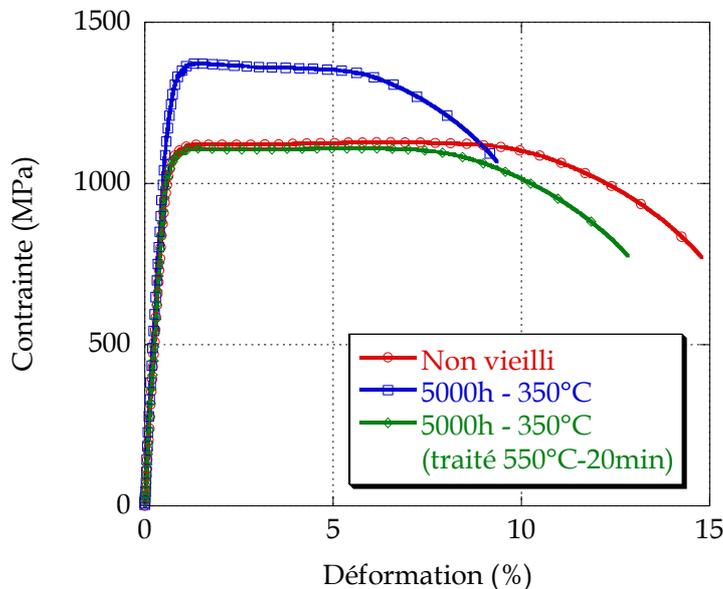
	Traction - Re0,2 (MPa)	Résilience - Er (J/cm <sup>2</sup> )	Dureté (Hv30)
Non vieilli	1080	170	370
350°C - 5000h	1335	77	446
350°C - 5000h - 550°C - 20min	1080	180	370
400°C - 1000h	1300	80	435
400°C - 1000h - 550°C - 20min	1080	200	370
400°C - 5000h	1355	55	460
400°C - 5000h - 550°C - 20min	1350	60	460

**Tableau 1 : Résultats des essais de traction, résilience et dureté à température ambiante - Rôle du traitement thermique**

Les cases grisées mettent en évidence des caractéristiques mécaniques proches à la fois en traction, en résilience et en dureté.

Nous pouvons remarquer dans un premier temps que pour un vieillissement à 350°C pendant 5000h et 400°C pendant 1000h, le traitement thermique permet de régénérer parfaitement le matériau en traction et en dureté et conduit à une augmentation de l'énergie de rupture, donc de la résilience.

La Figure 2 présente les courbes de traction du matériau non vieilli ainsi que celles du matériau vieilli 5000h à 350°C obtenues respectivement avant et après traitement thermique. Le traitement thermique permet de diminuer la limite d'élasticité et d'augmenter la ductilité jusqu'à atteindre les caractéristiques du matériau non vieilli.



**Figure 2 : Comparaison des courbes de traction obtenues avant et après traitement thermique, pour un vieillissement de 5000h à 350°C**

D'après les résultats obtenus, la décomposition spinodale est un mécanisme réversible. Un traitement thermique au-dessus de la lacune de miscibilité permet d'homogénéiser à nouveau la répartition du chrome dans la matrice.

Un traitement de régénération similaire a été mis au point par F. Danoix et al [1]. Il permet de restaurer les propriétés mécaniques d'un acier duplex. La phase G, présente en plus grande quantité empêche la restauration complète des propriétés. Le traitement thermique ne permettant pas de remettre en solution ces précipités, la phase G fragilise encore le matériau.

Une autre observation importante peut être faite concernant le matériau vieilli 5000h à 400°C. Nous pouvons remarquer que les caractéristiques mécaniques ne sont pas restaurées après le traitement thermique de régénération. Ce résultat laisse supposer que le matériau vieilli 5000h n'a pas la même microstructure que celui vieilli 1000h. Un examen microstructural est nécessaire pour évaluer l'impact du traitement thermique de régénération sur la microstructure et comprendre les différences de comportement observées entre l'état vieilli 1000h et 5000h à 400°C. Nous pouvons aussi remarquer que la courbe de résilience du matériau vieilli 5000h a la même tendance que celle du matériau vieilli 1000h, même si le traitement à 550°C pendant 20 minutes ne permet pas de restaurer les propriétés du matériau vieilli 5000h. L'augmentation de l'énergie de rupture observée à partir de 500°C est due à la température de l'essai élevée et non à la restauration des propriétés.

### 1.1.2 Evolution microstructurale associée au traitement de régénération

Le fait de régénérer les propriétés mécaniques ne veut pas forcément dire que la microstructure de l'alliage est elle aussi restaurée. Une étude en microscopie électronique en transmission a été effectuée sur l'échantillon vieilli 5000h à 350°C puis traité 20 minutes à 550°C.

Les observations n'ont pas permis de différencier les microstructures observées avant et après le traitement thermique. La fraction volumique et la taille des précipités de cuivre sont inchangées, de même pour l'austénite de réversion. De plus, les carbures de chrome sont toujours présents entre les lattes de martensite.

Ces observations nous amènent à trois conclusions :

- La première conclusion est que les carbures de chrome précipités interlattes au cours du vieillissement ne sont pas responsables de la fragilisation de l'acier. Cependant, cette précipitation peut affecter la tenue à la corrosion, ce qui peut s'avérer critique. Cet aspect n'a malheureusement pas été étudié au cours de ces travaux et sera proposé en perspective à ce travail. Un autre point peut être soulevé ici, concernant la présence de ces carbures. Le 15-5PH, contient du niobium dans le but de piéger le carbone et d'éviter la formation des carbures secondaires de chrome. La composition chimique de l'acier de base pourrait être modifiée afin d'éviter la formation de ces carbures à ces températures de vieillissement.

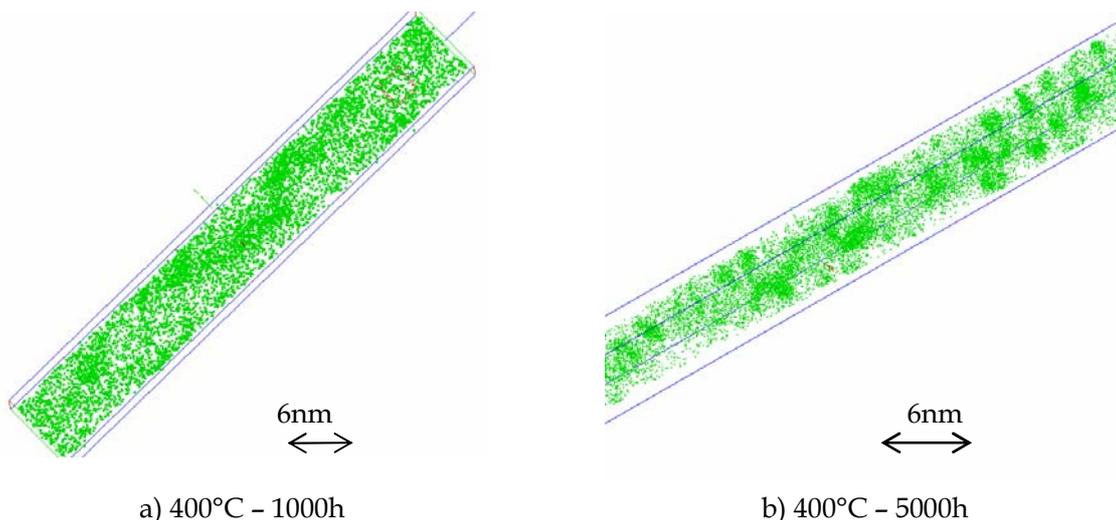
- Comme le traitement thermique n'a pas modifié la microstructure observée à l'échelle du MET, la deuxième conclusion est que le traitement thermique agit à une échelle plus fine, sur la décomposition spinodale. Il permet de ré-homogénéiser le chrome dans la matrice. Cependant, le traitement thermique de régénération ne permet pas de restaurer les propriétés du matériau vieilli 5000h à 400°C. La microstructure associée à cet état vieilli demande une étude particulière.

- Enfin, la troisième conclusion est que l'austénite de réversion, plus importante après vieillissement, est responsable de l'amélioration des propriétés mécaniques de résilience. Cet effet n'est pas visible en traction ou en dureté car l'augmentation de la fraction volumique des précipités de cuivre au cours du vieillissement ainsi que l'apparition des carbures de chrome compensent l'effet adoucissant de l'austénite de réversion. Une autre explication possible est que l'austénite, formée au cours du vieillissement, est instable et se retransforme en martensite au cours d'un essai de traction sous l'effet de la plasticité. La stabilité de l'austénite de réversion en fonction de la température est aussi un paramètre important à prendre en compte.

### 1.1.3 Evolution de la décomposition spinodale au cours du temps

Des analyses complémentaires en sonde atomique tomographique ont été effectuées sur le matériau vieilli 5000h à 400°C afin d'apporter des éléments de réponses quant aux différences de comportement observées entre l'état vieilli 1000h et 5000h.

La Figure 3 compare les cartographies de la répartition des atomes de chrome dans les matériaux vieilli 1000h et 5000h à 400°C.



**Figure 3 : Comparaison de la répartition en Cr dans le matériau vieilli 1000h et 5000h à 400°C**

Le réseau interconnecté, observé dans le cas du matériau vieilli 1000h, n'est plus présent après 5000h. Les zones riches en chrome sont isolées et s'apparentent à des précipités. Une analyse locale de la composition chimique a permis d'estimer la teneur en chrome des phases pauvres et riches en chrome. Elle est respectivement de 10% et 50% atomique. La zone pauvre en chrome a

une composition proche de la composition d'équilibre de la phase  $\alpha$ , tandis que la phase riche en chrome n'a pas encore atteint la teneur en chrome de la phase  $\alpha'$ , égale à 80% atomique. Les îlots ne sont donc probablement pas des précipités de  $\alpha'$ . Ce résultat nous permet de conclure que le mécanisme de démixtion n'a pas changé entre 1000h et 5000h de vieillissement à 400°C. Les teneurs en chrome des zones issues de la décomposition spinodale n'ont pas atteint leurs compositions d'équilibre mais le seuil dit de « percolation » a été atteint. Au niveau de ce seuil, les domaines riches en chrome s'isolent et le réseau initialement interconnecté se dépercole. Ce deuxième stade dans la décomposition spinodale est responsable des changements de comportement observés entre les temps courts et longs de vieillissement. La répartition du chrome en amas isolés explique aussi pourquoi le traitement de régénération ne restaure pas les propriétés mécaniques du matériau vieilli 5000h. Une fois le seuil de percolation atteint, le chrome ne se remet pas en solution suite au traitement thermique de régénération. Nous pouvons même supposer que le traitement de régénération aide la dépercolation si la décomposition spinodale est suffisamment avancée.

Synthèse :

La décomposition spinodale entraîne la formation d'un réseau interconnecté de zones riches en chrome. La longueur d'onde du réseau et la teneur en chrome de ces zones augmentent avec le temps jusqu'à atteindre le seuil de percolation. Au-delà de cette limite, les zones riches en chrome, initialement interconnectées, s'isolent comme des précipités. Le seuil est atteint entre 1000h et 5000h pour un vieillissement à 400°C.

Avant que ce stade ne soit atteint, la fragilisation de l'acier est réversible. Un traitement thermique de 20 minutes à 550°C permet de restaurer les propriétés du matériau vieilli en résilience, traction et dureté.

## 1.2 L'effet de la contrainte sur la démixtion

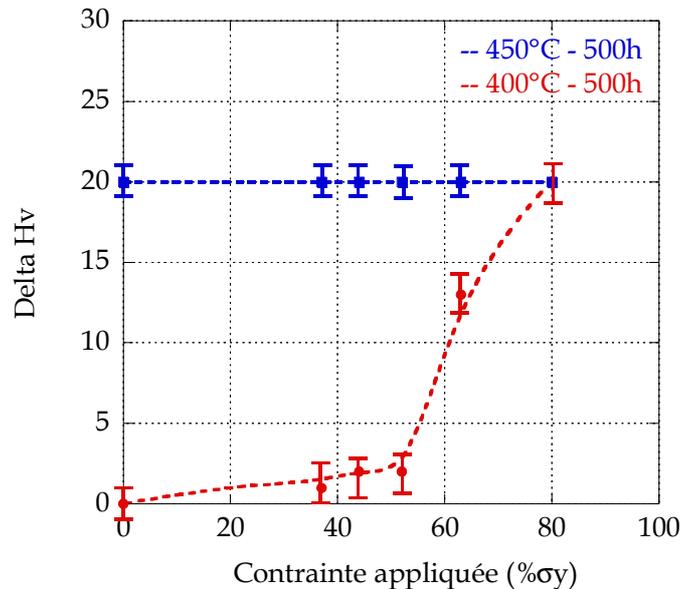
En se reportant à la Figure 19 du chapitre IV, on constate que lorsque la contrainte dépasse une valeur seuil, égale environ à 60% de la limite d'élasticité, un écart de dureté est mesuré entre le matériau vieilli avec et sans contrainte. D'après la littérature [2], [3], la composante hydrostatique du champ de contrainte appliquée a un effet négligeable devant le champ de contrainte engendré par les déformations produites lors d'un changement de phase. De ce fait, la composante hydrostatique ne doit pas être responsable de l'augmentation de la cinétique de vieillissement.

### 1.2.1 Effet de la contrainte sur la décomposition spinodale et la précipitation de la phase $\alpha'$

Intéressons nous tout d'abord à l'effet de la contrainte appliquée sur les deux mécanismes de démixtion. D'après la littérature [4], [5], [6], le 17-4PH vieilli à 450°C démixe par formation de la

phase  $\alpha'$ . Des essais de vieillissement en traction ont été effectués à 450°C pendant 500h afin de les comparer à ceux réalisés dans le cas d'un mécanisme de décomposition spinodale.

La Figure 4 compare l'état de dureté des éprouvettes vieilles à 400°C et 450°C, en fonction de la valeur de la contrainte appliquée. L'axe des ordonnées représente l'écart de dureté mesuré entre l'éprouvette vieillie à 400°C sans contrainte et les éprouvettes vieilles à 400°C et 450°C sous contrainte.



**Figure 4 : Augmentation de la dureté entre le matériau vieilli à 400°C sans contrainte et le matériau vieilli à 400°C et 450°C sous contrainte**

La dureté de l'éprouvette vieillie à 450°C reste constante pour toutes les valeurs de contrainte appliquée. En partant de l'hypothèse qu'à 450°C, l'activation thermique est suffisante pour générer la précipitation de la phase  $\alpha'$  qui prédomine donc dans le matériau vieilli, on peut conclure que la contrainte n'a un effet que sur la décomposition spinodale et non sur la précipitation.

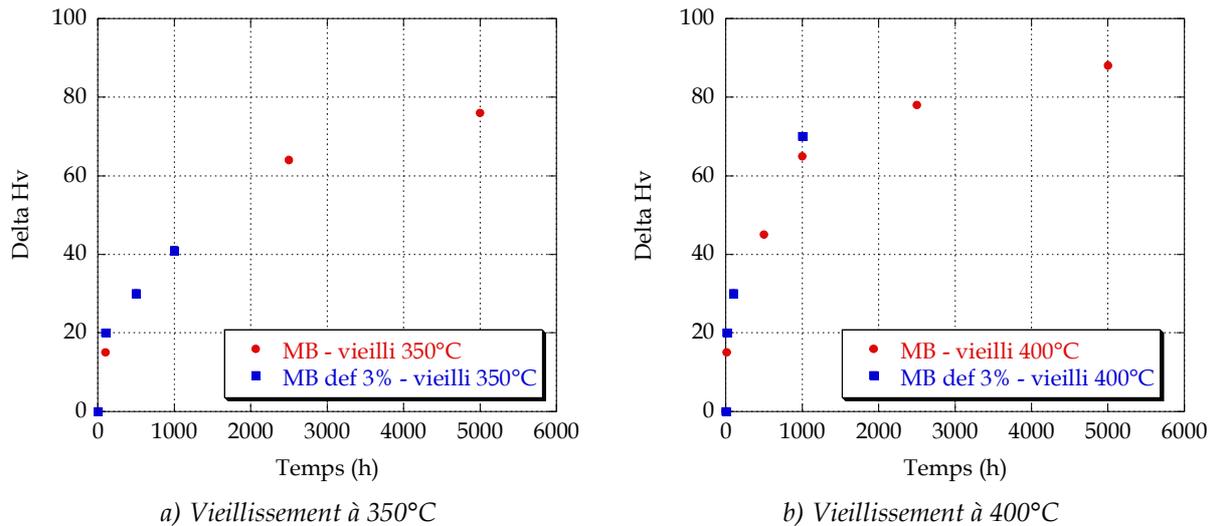
Une autre observation importante peut être faite en ce qui concerne la valeur de la dureté de l'éprouvette vieillie à 450°C. La dureté est de 20Hv supérieure à la dureté d'une éprouvette vieillie par le mécanisme de décomposition spinodale. La différence de dureté observée peut s'expliquer par l'état d'avancement plus ou moins prononcé de la précipitation et de la décomposition spinodale, dû à l'écart de la température de vieillissement.

## 1.2.2 Rôle des dislocations

Les dislocations présentes dans le 15-5PH proviennent de la transformation martensitique mais aussi de la contrainte appliquée lorsque celle-ci est supérieure à la limite d'élasticité. En dessous de  $\sigma_y$ , des grains sont susceptibles de se plastifier localement et des dislocations supplémentaires peuvent être créées.

Dans le cas du mécanisme de précipitation, les dislocations servent de sites de germination et contribuent à accélérer la cinétique de vieillissement. La dureté de l'éprouvette vieillie à 450°C ne varie pas en fonction de la contrainte appliquée car la densité de dislocations, déjà très élevée dans le matériau, n'est pas modifiée pour les chargements imposés.

Afin de comprendre le rôle des dislocations dans la décomposition spinodale, nous avons réalisé des vieillissements à 350°C et 400°C sur des éprouvettes préalablement déformées en traction jusqu'à 3% de déformation. La Figure 5 présente les variations de dureté mesurées après des vieillissements à 350°C et 400°C, sur les éprouvettes déformées et non déformées.



**Figure 5 : Comparaison des duretés après des vieillissements à 350°C et 400°C, entre des éprouvettes déformées et non déformées**

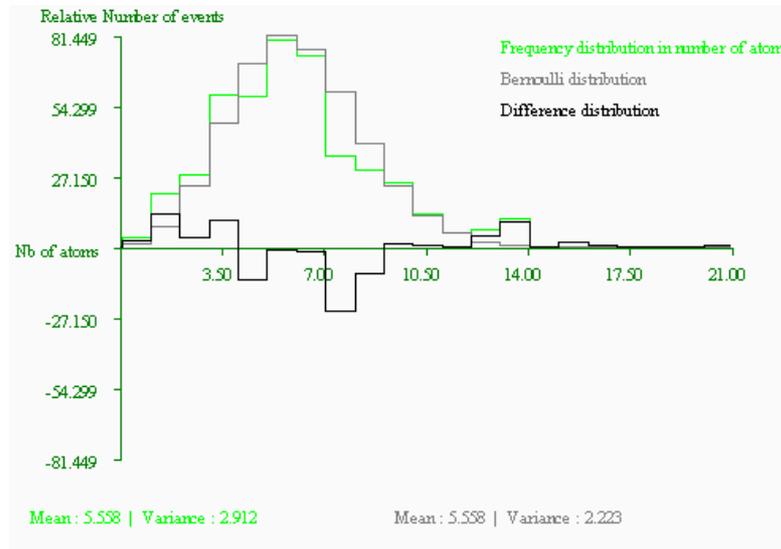
Dans le cas d'une décomposition spinodale, l'évolution de la dureté en fonction du temps de vieillissement est identique dans le cas du matériau déformé et non déformé. La déformation n'a pas d'effet sur la dureté et sur la cinétique de vieillissement. Un essai complémentaire sur le matériau déformé et vieilli à 450°C aurait été intéressant pour étudier le rôle de la déformation et des dislocations sur la précipitation de la phase  $\alpha'$ .

### 1.2.3 Effet de la contrainte sur la microstructure

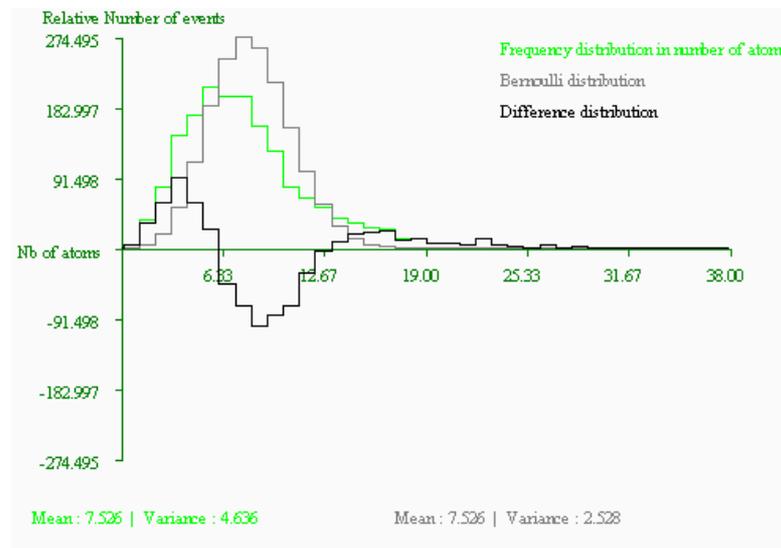
Des analyses complémentaires par sonde atomique tomographique ont été effectuées sur le matériau vieilli 500h à 400°C avec et sans contrainte, afin d'apporter des éléments de réponse quant à l'effet de la contrainte sur la microstructure. Les cartographies du chrome obtenues dans le cas du matériau vieilli 500h à 400°C et celui vieilli 500h à 400°C sous une contrainte égale à 80% de la limite d'élasticité, ne montrent aucune différence appréciable. Dans les deux cas, la démixtion se produit par décomposition spinodale et conduit à une répartition du chrome non homogène dans l'élément de volume sondé.

Un autre moyen de mettre en évidence l'effet de la contrainte est de calculer le paramètre  $V$ , représentatif de l'écart de la distribution des amplitudes entre le modèle théorique et les résultats

expérimentaux. Ce moyen d'estimation de l'avancement du vieillissement proposée par F. Danoix [7] ainsi que la méthode de calcul du paramètre V sont exposés dans le chapitre I. La Figure 6 compare les distributions de fréquence expérimentales et normales des matériaux vieillis 500h à 400°C avec et sans contrainte.



a) Vieilli 500h à 400°C sans contrainte



b) Vieilli 500h à 400°C sous contrainte

**Figure 6 : Distribution de fréquence expérimentale et normale**

L'écart entre la distribution de Bernoulli et la distribution expérimentale est plus important dans le cas du matériau vieilli sous contrainte. Les valeurs du paramètre V calculées à partir de ces histogrammes sont reportées dans le Tableau 2.

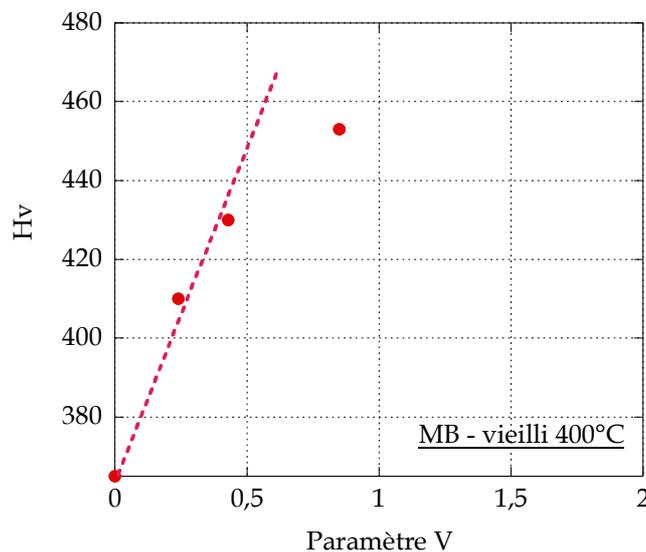
Matériau	Paramètre V
Etat non vieilli	0
400°C - 500h	0,23
400°C - 500h - sous contrainte	0,49
400°C - 1000h	0,44
400°C - 5000h	0,85

**Tableau 2 : Valeurs du paramètre V en fonction des différents états de vieillissement**

Nous pouvons remarquer que le paramètre V n'a pas la même valeur lorsque le matériau est vieilli avec et sans contrainte, pour les mêmes conditions de temps et de température. L'écart de valeur représentatif indique un état plus avancé de la démixtion pour le matériau vieilli sous contrainte et permet donc de conclure sur l'effet de la contrainte sur la cinétique de vieillissement. Ce résultat confirme ceux obtenus par J. M. Cloué sur le PH 13-8Mo vieilli sous charge uniaxiale [8].

La valeur de V est la même dans le cas du matériau vieilli 500h sous contrainte et vieilli 1000h. De plus, la dureté des deux matériaux est identique et égale à 430Hv. L'application d'une contrainte accélère la cinétique de vieillissement.

Au cours de ses travaux, F. Danoix [7], [9] a corrélié l'augmentation de dureté de la ferrite au cours du vieillissement aux valeurs du paramètre V. De la même manière, la Figure 7 représente pour notre cas l'évolution de la dureté du matériau vieilli à 400°C en fonction du paramètre V.



**Figure 7 : Augmentation de la dureté du matériau vieilli à 400°C en fonction du paramètre V**

La variation est linéaire pour les temps courts de maintien (jusqu'à 1000h). Après de longues durées de vieillissement (5000h), lorsque le seuil de percolation est atteint, l'évolution de la dureté n'est plus linéaire avec le paramètre V. Ce paramètre est donc pertinent car il nous permet de connaître l'état d'avancement de la décomposition spinodale. Cependant, son rapport avec la dureté, au-delà du seuil de percolation, est discutable.

Il est aussi intéressant de représenter le temps de vieillissement en fonction du paramètre V (Figure 8).

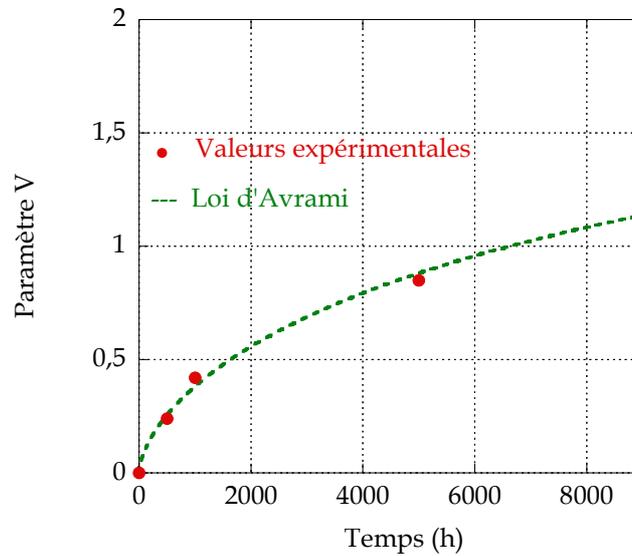


Figure 8 : Représentation du paramètre V en fonction du temps de vieillissement à 400°C

D'après la Figure 8, la courbe obtenue obéit à la loi d'Avrami qui s'écrit sous la forme :

$$V = V_{\max}(1 - \exp(-kt^n))$$

Où k est une constante et n un coefficient dont la valeur varie suivant le mécanisme de croissance de la transformation de phases. Le coefficient n est compris entre 3 et 4 dans le cas des croissances linéaires par réaction aux interfaces [10].

J. M. Cloué [8] a calculé ce coefficient dans le cas du PH 13-8Mo vieilli à 400°C, dans l'hypothèse d'une décomposition spinodale. La valeur de l'exposant n obtenue dans notre cas est proche de celle obtenue par J. M. Cloué :

$$n = 0,8 \text{ (PH 13-8Mo vieilli à } 400^\circ\text{C) [9]}$$

$$n = 0,63 \text{ (15-5PH vieilli à } 400^\circ\text{C)}$$

Comme les deux paramètres sont du même ordre de grandeur, le mécanisme de vieillissement du PH 13-8Mo vieilli à 400°C est bien de la décomposition spinodale, tout comme le 15-5PH.

### 1.2.4 Effet de la triaxialité

Une question reste encore en suspens à ce stade de la discussion concernant la contribution de la contrainte sur le vieillissement. Un champ de contrainte peut être décomposé en une composante hydrostatique et une composante déviatorique correspondant à une distorsion du matériau à volume constant. L'objectif est de déterminer laquelle de ces deux composantes influe le plus sur la cinétique de vieillissement.

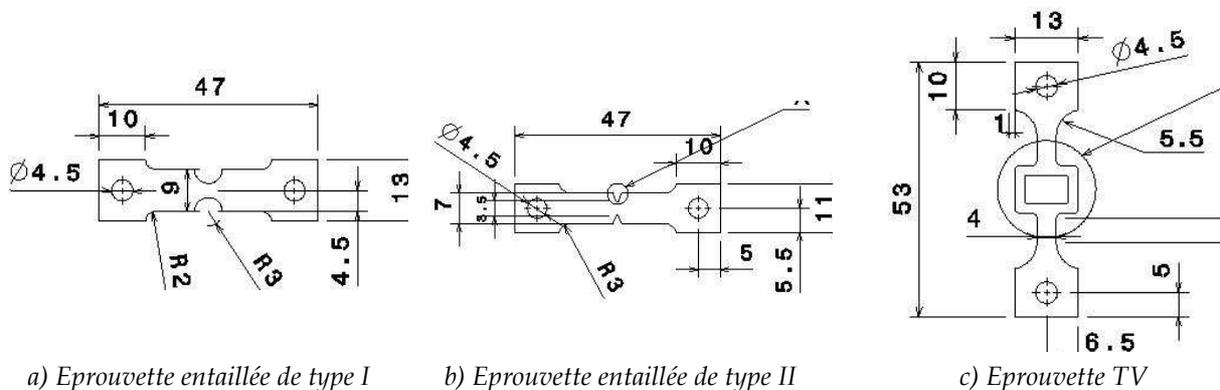
Afin d'étudier le rôle de chacune de ces composantes, des éprouvettes de traction présentant des taux de triaxialité différents ont été vieillis sous contrainte.

Rappel :

Le taux de triaxialité est le rapport entre la composante hydrostatique et la contrainte équivalente de Von Misès (représentant la composante déviatorique). En faisant varier ce rapport lors d'un essai de vieillissement sous contrainte, nous pouvons espérer mettre en évidence le rôle de chacune des composantes.

### 1.2.4.1 Présentation des éprouvettes

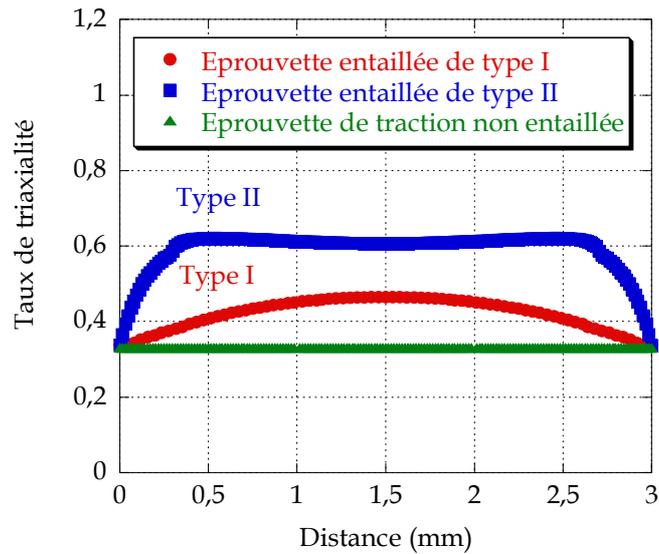
La Figure 9 présente la géométrie des trois éprouvettes utilisées pour les vieillissements thermomécaniques complémentaires.



**Figure 9 : Epreuves utilisées pour les vieillissement thermomécaniques complémentaires (dimensions en mm)**

Les éprouvettes de type I et II présentent des taux de triaxialité variables entre les deux entailles. Un calcul par éléments finis, sous Castem 2000, a permis de calculer ce taux de triaxialité sous une charge de 1900 N. La valeur de la force a été calculée de sorte que le fond de l'entaille soit chargé à plus de 80% de la limite d'élasticité sur 300µm de profondeur, c'est-à-dire sur une dizaine de grains.

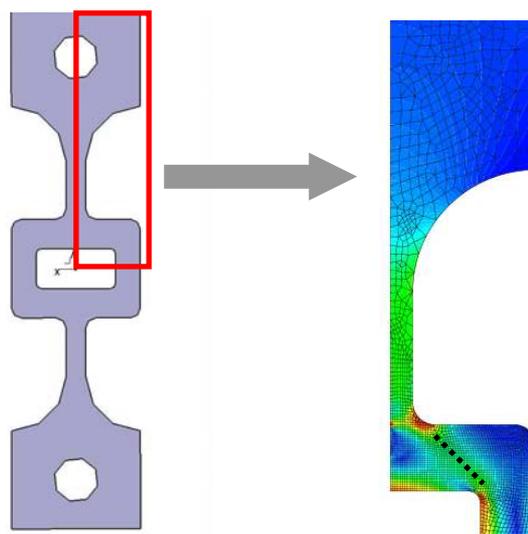
La Figure 10 présente la variation du taux de triaxialité en fonction de la distance entre les deux entailles, pour les éprouvettes de type I et II ainsi que le taux de triaxialité, constant sur toute la distance, dans le cas d'un essai de traction avec des éprouvettes lisses.



**Figure 10 : Variation du taux de triaxialité en fonction de la distance entre les deux entailles- comparaison des éprouvettes de type I et II**

L'éprouvette avec les entailles Charpy (de type II) présente un taux de triaxialité quasiment constant sur 2mm contrairement à celui de l'éprouvette de type I qui varie constamment entre les deux entailles.

La géométrie originale l'éprouvette TV a été pensée de sorte à solliciter une région de l'éprouvette en cisaillement pur sous un chargement uniaxial. Les distributions des composantes de Von Mises et hydrostatique de la contrainte ont été calculées par éléments finis sous Castem 2000. La Figure 11 représente la répartition de la composante de Von Mises sous une charge de 1900N. Cette force permet de solliciter la zone en cisaillement pur à 80% de la limite d'élasticité en cisaillement ( $\tau_y$ ).



**Figure 11 : Représentation de la zone en cisaillement pur (le long de la ligne en pointillés) de l'éprouvette TV**

Le long de la ligne en pointillés dans la zone verte, présentée à la Figure 12, la composante hydrostatique est quasiment nulle ainsi que le taux de triaxialité. La contrainte appliquée correspond donc à la contrainte équivalente de Von Misès.

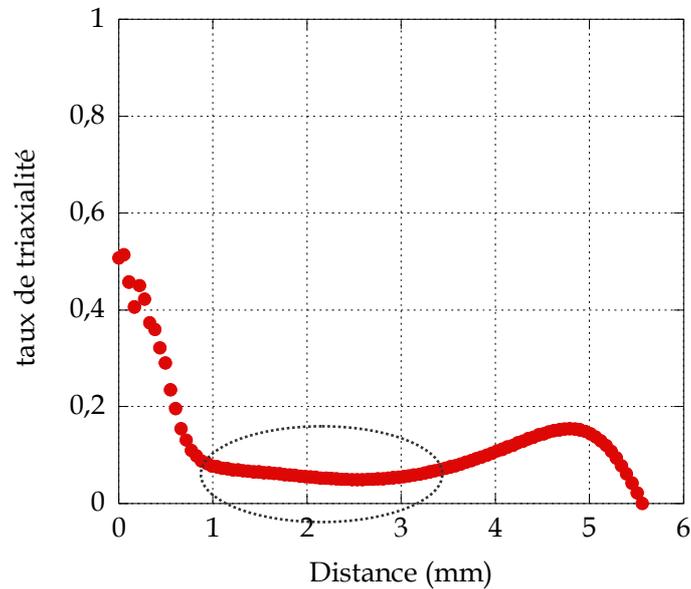


Figure 12 : Variation du taux de triaxialité le long de la ligne en pointillés

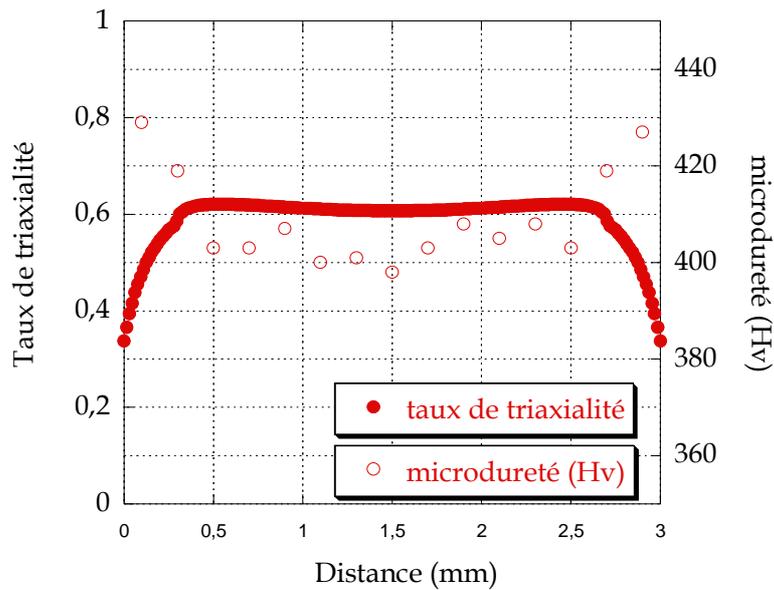
#### 1.2.4.2 Résultats et discussion

Les éprouvettes de traction entaillées de type I et II ont été vieilles à 290°C, 350°C et 400°C. Les essais à 290°C et 350°C n'ont pas mis en évidence d'effet de la contrainte appliquée, pour ces durées de vieillissement, peut être trop faibles.

Des essais de microdureté ont ensuite été effectués entre les deux entailles pour mettre en évidence l'effet de la triaxialité sur le durcissement de l'acier.

Les résultats obtenus après vieillissement de l'éprouvette entaillée de type I sont difficilement exploitables pour étudier l'effet de la contrainte sur le durcissement. En effet, le taux de triaxialité, noté  $T$ , variant en fonction de la distance, il est très difficile de relier une valeur de dureté à une valeur de contrainte compte tenu de l'échelle de la microstructure par rapport au champ de contrainte. Etant peu représentatifs et pertinents, les essais de dureté obtenus pour cette géométrie d'éprouvette, ne seront pas présentés.

Concernant l'éprouvette entaillée de type II, la variation de dureté en fonction de la distance a été représentée sur le même graphe que l'évolution de la triaxialité (Figure 13).



**Figure 13 : Evolution de la triaxialité et de la dureté en fonction de la distance entre les entailles - MB vieilli 400°C pendant 1 semaine sous 1900N - éprouvette entaillée de type II**

La dureté moyenne est égale à 405Hv dans la région où la triaxialité est constante. Cette dureté ne diffère pas de celle correspondant à un matériau vieilli sans chargement appliqué. La contrainte équivalente de Von Misès (égale à 425MPa) dans cette région est proche de la contrainte moyenne (égale à 380MPa), qui représente 50% de la limite d'élasticité en traction à 400°C. Ainsi, malgré l'augmentation de la composante hydrostatique comparativement à un essai de traction sur une éprouvette lisse, aucune accélération de la cinétique de vieillissement n'est constatée. Le niveau de chargement étant probablement trop faible. Par contre, en fond d'entaille, la dureté est supérieure à la valeur moyenne obtenue précédemment. Le durcissement est plus important dans cette zone car la contrainte de Von Misès en fond d'entaille est supérieure à 80% de la limite d'élasticité sur 300 $\mu$ m et à 60% sur 500 $\mu$ m. L'effet de la contrainte de Von Misès n'apparaît que si celle-ci dépasse 60% de la limite d'élasticité. Ces résultats confirment ceux obtenus dans le cas de l'éprouvette à section multiple.

Pour des taux de triaxialité compatibles, la contribution spécifique des deux composantes du tenseur de contraintes ne peuvent cependant pas être mises en évidence avec cet essai.

Pour cette raison, des essais de vieillissement en cisaillement pur ont été réalisés grâce aux éprouvettes TV. Un vieillissement à 400°C pendant 500h sous une charge de 1900N a été étudié, de manière à solliciter la zone en cisaillement pur à 80% de  $\tau_y$ . Ces conditions de vieillissement sont les mêmes que celles choisies pour le vieillissement de l'éprouvette à section multiple. Des essais de dureté ont ensuite été effectués sur l'éprouvette vieillie. La Figure 14 présente les différentes zones dans lesquelles ont été faites les indentations, la région numéro 2 correspondant à la zone en cisaillement pur.

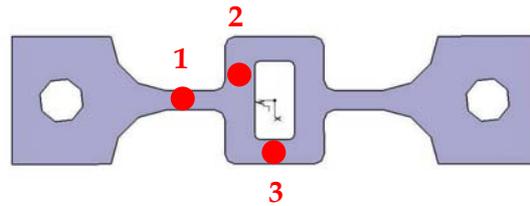


Figure 14 : Désignation des zones pour les essais de dureté

La moyenne des essais de dureté dans chaque zone est résumée dans le Tableau 3.

Zones	Dureté (Hv30)
1	430± 3
2	430± 5
3	430± 3

Tableau 3 : Essais de dureté dans les zones 1, 2 et 3 - vieillissement à 400°C, 500h sous 1900N

Rappelons que la dureté du même matériau vieilli sans contrainte, dans les mêmes conditions est de 410Hv. Le durcissement obtenu correspond à la dureté du matériau vieilli sous une charge égale à 80% de la limite d'élasticité, qui est de 20Hv supérieure à la valeur obtenue dans le cas du vieillissement sans contrainte.

Les sections des zones 1 et 3 sont égales respectivement à 2mm<sup>2</sup> et 2,5mm<sup>2</sup>. Avec une charge de 1900N, le calcul des contraintes est le suivant :

Zone 1	$\sigma_y = 950\text{MPa}$
Zone 2	$\tau_y = 380\text{MPa}$
Zone 3	$\sigma_y = 470\text{MPa}$

La contrainte appliquée dans la zone 1 dépasse la limite d'élasticité, égale à 700MPa à 400°C, et celle de la zone 3 est égale à 67% de la limite d'élasticité. Au niveau de la zone 2, la contrainte de cisaillement appliquée est égale à 94% de la limite d'élasticité en cisaillement,  $\tau_y$ , égale à 400MPa ( $\tau_y = \sigma_y/\sqrt{3}$ ) à 400°C.

La dureté mesurée dans les trois zones est la même que celle mesurée sur l'éprouvette multisection chargée à 80% de  $\sigma_y$ . Bien que le niveau de chargement soit différent, les zones 1 et 3 ont la même dureté. Ce résultat confirme que la plasticité n'a pas d'effet sur la cinétique de vieillissement. D'un point de vue énergétique, la contrainte équivalente de Von Mises calculée en zone 2 est équivalente à celle calculée dans le cas de l'éprouvette multisection chargée à 80% de  $\sigma_y$ , malgré des modes de sollicitation différents. Le seul paramètre qui diffère entre ces deux éprouvettes est la contrainte hydrostatique, nulle dans le cas de l'éprouvette TV, dans la zone 2. La dureté étant identique entre cette éprouvette et celle à section multiple, ceci indique que la composante hydrostatique n'a pas d'effet sur la cinétique de durcissement, contrairement à la composante déviatorique.

Cette conclusion n'est pas en désaccord avec le modèle théorique de Cahn et Larché [2], [3], qui décrit les conditions d'initiation. D'après leur modèle, la contrainte hydrostatique a un effet sur le démarrage du changement de phase. Une fois le changement de phase amorcé, la contrainte hydrostatique, trop faible par rapport aux contraintes internes générées par la démixtion, n'intervient plus.

*Synthèse :*

Appliquer une contrainte pendant le maintien en température accélère la cinétique de vieillissement dans le cas de la décomposition spinodale. L'effet de la contrainte n'est visible pour le 15-5PH que si celle-ci dépasse une valeur limite estimée à 63% de la limite d'élasticité. Dans les cas où la démixtion s'opère par germination et croissance de la phase  $\alpha'$ , la contrainte ne modifie pas la cinétique de vieillissement.

Les contraintes d'ordre II et III n'ont pas d'effet sur le vieillissement.

Les résultats obtenus sur les éprouvettes entaillées et sur l'éprouvette TV mettent en évidence le rôle prépondérant de la composante déviatorique du tenseur de contrainte. La composante hydrostatique n'interviendrait qu'au moment de l'amorçage de la démixtion. Cependant, l'étude menée ici ne permet pas de valider cette hypothèse.

### 1.3 Le matériau soudé

Nous nous sommes intéressés jusqu'à présent au comportement et aux évolutions microstructurales du matériau de base, au cours du vieillissement. Un des objectifs de cette étude étant de valider l'utilisation du soudage par faisceau d'électrons sur les pièces primaires des mâts réacteurs, nous devons étendre la discussion aux zones issues du procédé de soudage.

La même caractérisation mécanique a été effectuée sur les zones soudées et sur le matériau de base à l'exception des essais de traction. Les évolutions de la résilience et de la dureté après vieillissement ayant les mêmes tendances, nous pouvons conclure qu'il en sera de même pour l'évolution des propriétés en traction. Au final, le matériau de base, la zone fondue et la zone affectée thermiquement sont fragilisés après des vieillissements à 290°C, 350°C et 400°C. Ces évolutions sont d'autant plus importantes que le temps et la température de maintien augmentent.

Cependant, nous pouvons remarquer que la zone affectée thermiquement a un meilleur comportement en résilience, après vieillissement. En effet, le décalage de la température de transition ductile fragile en fonction du temps de vieillissement est moins important que dans le cas du matériau de base et de la zone fondue (Figure 8 du chapitre IV) et les énergies de rupture sont plus élevées (Figures 4 et 5 du chapitre IV). En terme de dureté, la zone fondue a une cinétique de durcissement supérieure aux deux autres zones, pour les temps courts de vieillissement. L'histoire thermique vécue par chaque zone au cours du soudage peut expliquer les petites différences de comportement observées.

La zone fondue a vécu un traitement de remise en solution, passant par la fusion, et un traitement de revenu. De même pour le matériau de base qui subit un traitement de rehomogénéisation à 950°C et un revenu. La microstructure des deux zones est différente. Cependant, l'évolution des propriétés mécaniques des deux matériaux est similaire pendant le vieillissement. La cinétique de durcissement plus rapide de la zone fondue pour les temps courts de vieillissement est probablement due à la présence de ferrite delta dans sa microstructure. En effet, cette phase, plus riche en chrome, vieillit et durcit la zone fondue plus vite que le matériau de base.

Contrairement aux deux autres zones, la zone affectée thermiquement subit un traitement thermique supplémentaire pendant le procédé de soudage. Sa microstructure évolue pendant le procédé et lui permet d'avoir un meilleur comportement après vieillissement. La gamme de température à laquelle est soumise cette zone est très étendue, allant en dessous de la température de fusion à la température de précipitation du cuivre. Dans le chapitre II, trois sous domaines ont été définis, permettant de comprendre les changements microstructuraux pouvant survenir pendant le soudage. L'austénite de réversion formée en plus grande quantité dans la zone affectée thermiquement pourrait être responsable du meilleur comportement de cette zone. Formée en quantité suffisante elle peut modérer la fragilisation et ainsi permettre un meilleur comportement en résilience après vieillissement. D'ailleurs, l'histoire thermique de la zone affectée thermiquement durant le soudage peut être assimilée au traitement thermique utilisé chez Carpenter sous le nom de H1150M pour obtenir la ductilité optimum d'un acier inoxydable PH [11]. Ce traitement consiste à chauffer le matériau à 760°C pendant 2h puis à 620°C pendant 4h.

Les examens microstructuraux menés sur le matériau de base vieilli ont mis en évidence la décomposition spinodale de la martensite. Malgré la différence d'histoire thermique des trois zones, nous pouvons supposer qu'elles subissent les mêmes changements microstructuraux au cours du vieillissement.

Lors du soudage, des contraintes internes sont générées dans la zone affectée thermiquement. Comme nous l'avons observé pour le matériau de base, les contraintes appliquées d'ordre I accélèrent la cinétique de vieillissement tandis que les contraintes internes de type II et III induites par la plasticité n'ont pas d'effet notable sur la cinétique de vieillissement, dans le cas de la décomposition spinodale. Ce résultat, obtenu dans le cas du matériau de base, nous permet d'avancer que la zone affectée thermiquement, qui est le siège de contraintes internes d'origine thermique provenant du soudage, évoluera de la même manière que le matériau de base lors d'un vieillissement thermomécanique.

*Synthèse :*

La zone affectée thermiquement, de par son histoire thermique au cours du soudage, présente des meilleures propriétés en résilience après vieillissement. La zone fondue vieillit plus vite pour les temps courts de maintien du fait de la présence de ferrite delta.

Le soudage ne modifie pas le comportement du matériau de base vis-à-vis du vieillissement aux températures considérées.

## 2 Aspects industriels

L'acier inoxydable martensitique 15-5PH est utilisé dans la fabrication de pièces primaires des mâts réacteur. Dans la conception future des mâts, le soudage par faisceau d'électrons de cet acier est envisagé pour la fabrication du longeron inférieur et des attaches moteurs. Ces pièces étant sollicitées thermiquement et thermomécaniquement il est nécessaire d'étudier le comportement de l'acier soudé dans des conditions proches de celles d'utilisation des mâts actuels et futurs.

### 2.1 Vieillessement à 290°C

La température maximale des pièces en 15-5PH des mâts réacteur, dans les phases de décollage et d'atterrissage, avec la motorisation actuelle, est estimée à 290°C. Cette température a donc été choisie afin d'étudier le comportement de l'acier soudé après vieillissement.

Le vieillissement du 15-5PH aux températures étudiées se traduit par une décomposition spinodale de la matrice martensitique. Comme ce mécanisme ne fait pas intervenir de temps d'incubation, il est cumulatif. De ce fait, le temps de vieillissement représentatif équivaut au temps cumulé des phases de décollage et d'atterrissage au cours de la durée de vie de l'avion. Dans le cas d'un Airbus A320, à raison de trois à quatre cycles (décollage et atterrissage) par jour pendant 30 ans, le temps cumulé est estimé à 10 000h. Comme nous avons montré dans le chapitre IV que le vieillissement était un phénomène cumulatif, les vieillissements en continu réalisés en laboratoire à 290°C sont donc représentatifs de la durée de vie des mâts.

D'après les résultats obtenus au cours de ce travail, un vieillissement à cette température entraîne une fragilisation de l'acier qui se traduit par une augmentation de la dureté, de la température de transition ductile fragile et de la limite d'élasticité et par une diminution de la résilience et de la ductilité. Les propriétés en traction, résilience et fatigue doivent respecter certaines exigences correspondant à la norme ASNA 6116 établie par Airbus. Le Tableau 4 présente les caractéristiques en traction de l'acier de base après vieillissement et compare ces valeurs aux valeurs exigées par la norme ASNA 6116.

Propriétés		Vieilli 290°C - 5000h	Norme ASNA 6116
Rm (MPa)	MB	1170	≥ 1070 et ≤ 1200
Re0,2 (MPa)	MB	1130	≥ 1000
A (%)	MB	11,2	≥ 11

**Tableau 4 : Propriétés en traction du matériau de base vieilli à 290°C et valeurs minimales exigées par la norme ASNA 6116**

Les propriétés en traction obtenues après vieillissement à 290°C pendant 5000h respectent encore les exigences de la norme ASNA 6116 mais sont à la limite. Il est fort probable qu'après un vieillissement de 10 000h les caractéristiques de l'acier soient hors norme.

Les valeurs obtenues en résilience après vieillissement ne peuvent pas être comparées à celles exigées par la norme, du fait de la taille non standard des éprouvettes Charpy utilisées.

Cependant, l'augmentation de la température de transition ductile fragile obtenue pour le matériau de base et la zone fondue traduit un état d'avancement du vieillissement réel, qui doit malgré tout être pris en compte. Ces augmentations de TTDF de l'ordre de 40°C après 5000h de vieillissement et 50°C après 8500h indiquent une fragilisation non négligeable de l'acier. La température de transition ductile-fragile, obtenue avec les éprouvettes Charpy standards non vieilles, étant de -47°C, on peut estimer que après un vieillissement de 8500h à 290°C, la température de transition dépasserait 0°C.

## 2.2 Vieillissement à 350°C

La deuxième température étudiée qui présente aussi un intérêt industriel est 350°C. En effet, la future génération de moteurs, plus puissante, conduit à une augmentation de la température de la structure. De plus, avec leur nouveau design, les mâts sont plus près des chambres de combustion, ce qui conduit aussi à une élévation de la température en service.

Une étude faite au sein d'Airbus a estimé la température maximale de la structure en 15-5PH, à 350°C, en condition incidentelle. En considérant le temps cumulé pendant lequel le mât se trouve dans ces conditions, le vieillissement de l'acier au cours de la durée de vie d'un avion, est de 1000h à 350°C.

Le Tableau 5 présente les caractéristiques en traction de l'acier de base vieilli dans ces conditions et les valeurs minimales exigées par la norme ASNA 6116.

Propriétés		vieilli 350°C - 1000h	norme ASNA 6116
Rm (MPa)	MB	1240	≥ 1070 et ≤ 1200
Re0,2 (MPa)	MB	1185	≥ 1000
A (%)	MB	12	≥ 11

**Tableau 5 : Propriétés en traction du matériau de base après vieilli à 350°C pendant 1000h et valeurs minimales exigées par la norme ASNA 6116**

Les propriétés en traction obtenues après un vieillissement de 1000h à 350°C sont à la limite des valeurs minimales exigées par la norme. Même si les valeurs de résilience ne peuvent pas être comparées à celle de la norme, l'augmentation de la température de transition ductile fragile observée après 1000h de vieillissement est représentative du vieillissement de l'acier. Cette augmentation de 86°C pour le matériau de base indique une fragilisation importante de l'acier. La température de transition ductile fragile, obtenue avec les éprouvettes Charpy standards, serait alors de +39°C après vieillissement.

Cette température de transition élevée indique un comportement fragile de l'acier en dessus de la température ambiante.

## 2.3 Evaluation des risques et méthode de réparation

Des corrélations entre l'évolution des propriétés mécaniques pour chaque température de vieillissement ont été établies dans le chapitre IV et sont exposées dans l'annexe II. Le

durcissement de l'acier au cours du vieillissement est proportionnel à l'augmentation de la température de transition ductile fragile et à l'augmentation de la limite d'élasticité. Ce résultat présente un intérêt industriel important car il permet d'estimer les propriétés mécaniques en traction et en résilience du mât par un simple essai de dureté. Cette mesure d'indentation permet donc d'estimer l'état d'avancement du vieillissement et d'évaluer les risques potentiels. Les corrélations n'ont pour le moment pas été établies à 290°C mais le sont à 350°C pour le matériau de base, la zone fondue et la zone affectée thermiquement. Les trois matériaux ayant approximativement le même comportement, les corrélations sont quasiment identiques.

Une fois les risques évalués, il convient, s'ils sont trop importants en raison d'un vieillissement trop avancé de l'acier, de réparer les parties endommagées du mât. Le traitement thermique de régénération proposé permettrait de restaurer les propriétés mécaniques du matériau et de diminuer voire d'éliminer ainsi les risques.

Les mesures de dureté doivent être effectuées sur des zones non recouvertes de peinture et sollicitées thermiquement. Il faudrait donc envisager de fixer des coupons en 15-5PH amovibles au niveau de ces zones. Les essais de dureté pourraient se faire sur ces coupons et non sur l'avion lui-même, ce qui éviterait l'investissement d'un indenteur portatif.

Concernant la méthode de réparation proposée, elle n'est certes pas facile à mettre en œuvre actuellement mais peut être envisagée dans la conception des futurs mâts. Des chaussettes chauffantes conçues à la taille et à la forme des zones les plus sensibles au vieillissement permettraient de réparer la structure sans la démonter si nécessaire. Une autre méthode, peut être plus difficilement réalisable d'un point de vue industriel, serait de revoir la conception des mâts pour pouvoir démonter les zones vieilles, afin de les restaurer dans un four de traitement approprié.

Synthèse :

10 000h de maintien à 290°C correspond au vieillissement cumulé de certaines pièces de la structure primaire du mât réacteur. Les propriétés mécaniques en traction de l'acier vieilli 5000h respectent les exigences de la norme ASNA 6116. Les propriétés en résilience sont les plus affectées par le vieillissement. Grâce aux corrélations établies entre les propriétés mécaniques après vieillissement, l'état d'avancement du vieillissement ainsi que les caractéristiques mécaniques du mât en service peuvent être estimées par un simple essai de dureté.

Une méthode de réparation des mâts vieillis est proposée, consistant à chauffer les zones fragilisées à 550°C pendant 20 minutes pour restaurer les propriétés mécaniques du matériau.

### 3 Solutions et perspectives

Dans les conditions actuelles d'utilisation, les mâts réacteurs sont sensibles à la fragilisation au bout de 5000h de temps de vieillissement cumulé. Avec la nouvelle génération de moteurs, la structure peut être soumise à de plus hautes températures. En considérant les résultats obtenus après vieillissement de l'acier à 350°C et 400°C, cette augmentation de température entraînerait des vieillissements et une fragilisation accélérés. Plusieurs solutions sont proposées dans cette partie de la discussion afin d'éviter la fragilisation de cet acier et de permettre ainsi le travail à plus haute température.

#### 3.1 Traitement thermique de revenu

La première solution proposée consiste à modifier le traitement thermique de revenu de l'acier, actuellement de 550°C pendant 4 heures. Nous avons vu dans les chapitres précédents que la formation d'austénite de réversion augmente la résilience ainsi que la ductilité en traction de l'acier. Lors d'un vieillissement à 400°C, la formation de cette phase en quantité suffisante, permet de s'opposer en partie à l'effet fragilisant de la décomposition spinodale et de regagner en ductilité lors des essais en traction.

La transformation à éviter pendant le vieillissement est la décomposition spinodale de matrice. Celle-ci évolue continuellement en fonction du temps et fragilise le matériau. Pour éviter ce mécanisme de démixtion il faudrait précipiter la phase  $\alpha'$  afin de stabiliser la microstructure au cours du vieillissement. D'après la littérature [6], [5], la démixtion par précipitation de la phase  $\alpha'$  se produit pour des vieillissements à 450°C. La formation de l'austénite de réversion, après cette précipitation, permettrait d'abaisser la dureté et la résistance mécanique et d'améliorer la ductilité et la résilience du matériau.

Par exemple, une des solutions pouvant être envisagée serait de précipiter la phase  $\alpha'$  riche en chrome lors du traitement de revenu. Une fois cette phase formée, un deuxième traitement à haute température permettrait de former l'austénite de réversion et mettre les deux phases en compétition.

Le traitement thermique de revenu proposé consisterait donc en un premier traitement à 475°C pendant quelques heures suivi d'un traitement de revenu pendant 4 heures.

#### 3.2 Solutions matériau et/ou conception

Concernant la conception des mâts réacteur soudés, la cinétique de durcissement étant plus rapide dans la zone fondue, les cordons de soudure devraient être positionnés au niveau des zones les moins sollicitées thermiquement. Cette solution de conception permettrait de s'affranchir du vieillissement du matériau soudé.

Pendant le vieillissement, nous avons observé, outre la décomposition spinodale, la précipitation de carbures de chrome entre les lattes de martensite. La présence de ces carbures peut avoir des conséquences sur la tenue à la corrosion de l'alliage. La formation de ces carbures abaisse la teneur en chrome autour des précipités et entraîne, localement, la perte du caractère inoxydable.

Le 15-5PH contient du niobium dans le but d'éviter la formation de carbures de chrome. Peut être serait-il utile d'adapter la composition chimique de l'acier, en particulier les teneurs en niobium ou en carbone, afin d'éviter cette précipitation aux températures considérées.

### 3.3 Perspectives

Au cours de la discussion plusieurs perspectives ont été proposées dans le but de confirmer une hypothèse ou de compléter les travaux déjà réalisés. Voici une synthèse de ces perspectives.

- Les vieillissements à 290°C et 350°C de 10 000h arrivant en fin de cycle doivent être analysés. Les résultats obtenus à 290°C seront particulièrement intéressants d'un point de vue industriel pour évaluer l'état d'avancement du vieillissement sur la durée de vie d'un avion.

- L'étude métallurgique après vieillissement a été effectuée sur le matériau de base. Il serait intéressant d'effectuer le même examen sur la zone affectée thermiquement et la zone fondue. Les observations de l'état vieilli de la zone affectée thermiquement permettront de comprendre l'évolution de ces propriétés mécaniques et son meilleur comportement au cours du vieillissement.

- L'histoire thermique de la zone affectée thermiquement est importante à acquérir pour pouvoir comprendre les changements de phases intervenant dans cette zone au cours de procédé de soudage. Pour obtenir ces données, il faudrait instrumenter une tôle au cours du soudage avec des thermocouples ayant un faible temps de réponse et permettant une acquisition à haute température.

- La décomposition spinodale de la martensite entraîne des fluctuations de la teneur en chrome. Les zones appauvries n'ont plus assez de chrome pour assurer le caractère inoxydable de l'acier. De même, la précipitation des carbures de chrome entre les lattes de martensite peut aussi dégrader la résistance à la corrosion du matériau. Pour évaluer la tenue à la corrosion de l'acier vieilli, des tests de corrosion devraient être envisagés.

- Pour compléter la caractérisation mécanique de l'acier après vieillissement, des essais de fatigue devrait être réalisés sur le matériau vieilli ainsi que pendant le vieillissement. En effet, les pièces étant dimensionnées en fatigue, ces données sont indispensables pour l'industriel.

- Une autre perspective importante serait d'étudier une gamme de traitement thermique de revenu différente de celle effectuée actuellement afin d'éviter ou de limiter le vieillissement du 15-5PH en service. Afin de valider le traitement thermique de revenu éventuellement proposé, une caractérisation mécanique et métallurgique de l'acier revenu avec ce traitement puis vieilli serait nécessaire. Comme nous avons pu le mettre en évidence grâce aux résultats précédents, un vieillissement à 400°C pendant 1000h fait intervenir les mêmes mécanismes de vieillissement qu'un vieillissement de longue durée à 290°C et 350°C. L'accélération des phénomènes de

vieillissement étant possible, la validation du traitement thermique de revenu peut donc être rapide en effectuant les vieillissements à 400°C pendant des temps courts.

- Un autre point intéressant à étudier est l'évolution du paramètre V dans le cas de vieillissements sous contrainte. De même les corrélations, obtenues entre les différentes évolutions des propriétés mécaniques après vieillissement, pourraient être établies après des vieillissements sous contrainte, afin de reproduire les conditions de vieillissement en service du 15-5PH.

## Bibliographie

- [1] F. Danoix, P. Bas, J. P. Massoud, M. Guttman and P. Auger, *Applied Surface Science*, **67**, 1993, pp 348-355.
- [2] F. C. Larché, *Journal de Physique IV, Colloque C1*, **6**, 1996, pp 3-9.
- [3] F. C. Larché and J. W. Cahn, *Acta Materialia*, **33**, 1985, pp 331-357.
- [4] M. Vrinat, R. Cozar and Y. Meyzaud, *Scripta Materialia*, **20**, 1986, pp 1101-1106.
- [5] Y. Meyzaud and R. Cozar Influence de la Composition Chimique sur l'Evolution Structurale à 450°C d'Aciers Inoxydables Martensitiques. Communication dans le Bulletin du cercle d'étude des métaux. Vol **10**.
- [6] Y. Meyzaud and R. Cozar, *Ferritic Alloys for Use in Nuclear Energy Technologies*, Snowbird, Utah, USA, 1983.
- [7] F. Danoix (1991). "Phénomène de Décomposition de la Ferrite des Aciers Austéno-ferritiques. Une Etude par Microscopie Ionique et Microanalyse à la Sonde Atomique". Thèse de Doctorat en Physique, Université de Rouen.
- [8] J. M. Cloue (1998). "Justification de la Tenue en Service en Milieu Primaire REP d'un Acier Martensitique à Durcissement Structural". Thèse de Doctorat en Sciences et Génie des Matériaux. Centre des Matériaux, Ecole des Mines de Paris.
- [9] F. Danoix and P. Auger, *Materials Characterization*, **44**, 2000, pp 177-201.
- [10] D. François, A. Pineau and A. Zaoui, *Comportement Mécanique de matériaux - élasticité et plasticité - Tome I*. Editions Hermès. 1991.
- [11] C. H. S. Steel (1986). Documentation commerciale réf: 7-86/7.5M.



## CONCLUSION GENERALE

L'objectif premier de ce travail est de valider un nouveau mode de conception des mâts réacteur, incorporant des soudures sur des pièces de la structure primaire fabriquées en 15-5PH. En particulier il s'agit d'évaluer l'évolution des propriétés mécaniques et microstructurales au cours du vieillissement. Les trois températures étudiées sont 290°C, 350°C et 400°C. La température la plus élevée auxquelles peuvent être soumises les parties du mât fabriquées en 15-5PH est actuellement de 290°C, pendant les phases de décollage et d'atterrissage. En considérant le temps de maintien cumulé à cette température au cours de la vie d'un avion, les durées de vieillissement peuvent atteindre 10 000h dans le cas d'un Airbus A230. La nouvelle génération de moteur ainsi que la nouvelle forme des mâts réacteur, rapprochant la structure des chambres de combustion, entraînent une augmentation de la température maximale d'utilisation jusqu'à 350°C, en condition accidentelle. Dans ce cas, selon les hypothèses raisonnables d'occurrence de telles conditions, le temps cumulé représente un vieillissement de 1000h. Un vieillissement cyclé ou en continu entraînant le même durcissement, les durées cumulées de vieillissement en service ont été reproduites en laboratoire.

Les évolutions des propriétés mécaniques et microstructurales de l'acier soudé et vieilli dans ces conditions de mise en service des mâts ont été caractérisées dans le but de comprendre les mécanismes de vieillissement et leur impact sur les propriétés mécaniques.

Le vieillissement provoque une diminution de la résilience et de la ductilité ainsi qu'une augmentation de la température de transition ductile fragile et de la limite d'élasticité. La fragilisation qui en résulte est d'autant plus importante que la durée et la température de maintien augmentent. A 400°C et 350°C, les premiers effets du vieillissement sont observés dès les premières heures de maintien. A 290°C, les effets ne sont visibles qu'à partir de 5000h. Au bout de 8500h à cette température, les propriétés mécaniques obtenues après vieillissement sont à la limite des valeurs exigées par la norme ASNA 6116. Les caractéristiques de résilience sont quant à elles plus affectées que les caractéristiques de traction. L'augmentation importante de la température de transition ductile fragile après 8500h de maintien ( $\Delta T_{TDF} = +50^\circ\text{C}$ ) est à prendre en compte. Si les températures auxquelles est soumis l'acier restent inférieures à 290°C, le maintien en température ne détériorera pas de manière catastrophique les propriétés mécaniques du matériau pour les temps de maintien considérés. Le développement de la nouvelle génération de mât nécessite d'étudier et de comprendre le comportement de l'acier lors de vieillissements en

service à des températures supérieures à 290°C. Les maintiens à 350°C pendant 1000h, proches des conditions de mise en service, ont des conséquences importantes sur la température de transition ductile fragile, qui se décale de plus de 80°C.

L'évolution mécanique et métallurgique des zones issues du procédé de soudage est très similaire à celle du matériau non soudé. Par contre les cinétiques de vieillissement diffèrent quelque peu. Plus précisément, la zone fondue évolue plus vite que le matériau de base qui vieillit lui-même plus rapidement que la zone affectée thermiquement. L'histoire thermique du cordon de soudure au cours de l'assemblage et les transformations de phases qui y sont associées sont responsables de cette différence de comportement.

L'utilisation du soudage par faisceau d'électrons ne constitue donc pas en lui-même un obstacle pour la fabrication des pièces du mât réacteur en 15-5PH mécanosoudé. En effet, la fragilisation consécutive au vieillissement est liée à la microstructure de l'acier de base lui-même et aux conditions de mise en service et non à la technique d'assemblage.

Le vieillissement de l'acier se produit par décomposition spinodale de la martensite. Ce mécanisme conduit à la formation d'un réseau interconnecté de zones riches en chrome, responsable de la fragilisation de l'acier. Un traitement thermique de 550°C pendant 20 minutes permet de régénérer les propriétés du matériau vieilli, si la décomposition spinodale n'a pas atteint le seuil de percolation, qui se situe entre 1000h et 5000h de maintien pour un vieillissement à 400°C. Au-delà de ce seuil, la structure formée, se rapprochant d'une structure biphasée, ne peut pas être restaurée par le même traitement.

Cette méthode de régénération pourrait être envisagée comme une technique efficace de réparation des mâts vieillis et fragilisés. Pour contrôler l'état d'avancement du vieillissement, des corrélations ont été établies entre le niveau de dureté, l'augmentation de la température de transition ductile fragile et l'accroissement de la limite d'élasticité. Ces corrélations, linéaires pour un vieillissement à 350°C, permettent grâce à une simple mesure de dureté, d'estimer les caractéristiques résiduelles de traction et le décalage de la température de transition, induit par le vieillissement du matériau en service et d'évaluer ainsi les risques potentiels d'utilisation du mât.

Simultanément à la décomposition spinodale, une précipitation supplémentaire de la phase durcissante riche en cuivre intervient au cours du vieillissement. De plus, les analyses au microscope électronique en transmission ont mis en évidence une fine précipitation de carbures de chrome ( $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ ) entre les lattes de martensite dans la microstructure vieillie. Ces deux précipitations complémentaires ne contribuent pas à fragiliser l'acier. La présence des carbures de chrome doit être tout de même remarquée car elle peut entraîner une perte du caractère inoxydable de l'acier. La fraction volumique de l'austénite de réversion augmente aussi au cours du vieillissement à 400°C.

L'influence d'une contrainte appliquée sur la cinétique de vieillissement a aussi été étudiée au cours de ce travail de thèse. L'application d'une contrainte accélère la cinétique de durcissement de l'acier si celle-ci dépasse environ 60% de la limite d'élasticité. Dans le cas d'un vieillissement par décomposition spinodale, la contrainte hydrostatique semble intervenir dans l'initiation et non dans la cinétique de la transformation qui n'est en fait probablement affectée que par la

composante déviatorique du tenseur de contrainte. Si la contrainte dépasse la limite d'élasticité aucun effet de la contrainte n'est observé sur la cinétique de décomposition spinodale. Les contraintes de types I et II n'affectent pas le durcissement de l'acier. Dans le cas d'une démixtion par germination et croissance de la phase  $\alpha'$  riche en chrome, la contrainte n'affecte pas la cinétique de vieillissement si celle-ci est inférieure à la limite d'élasticité.

Dans le but d'éviter le vieillissement de l'acier inoxydable 15-5PH, une solution est proposée. Elle n'est encore qu'au stade hypothétique et nécessite d'être validée par des essais mécaniques et des examens microstructuraux. Le vieillissement étant provoqué par la décomposition spinodale de la matrice, le traitement thermique de revenu, auquel l'acier est initialement soumis, pourrait être modifié de sorte à stabiliser la microstructure du matériau pendant les vieillissements aux températures considérées. Pour ceci, un double maintien d'abord à 475°C puis à température plus élevée pendant quelques heures permettrait, dans un premier temps de provoquer la précipitation la phase  $\alpha'$  riche en chrome et dans un deuxième temps de générer la formation d'austénite de réversion pour s'opposer à la fragilisation induite par la première précipitation. La phase  $\alpha'$  étant stable à température, elle n'évoluerait pas au cours du temps, contrairement aux domaines riches en chrome formés par la décomposition spinodale.



## ANNEXES

### *Sommaire*

---

Annexe I : Détermination de l'énergie d'activation de la précipitation du cuivre par la méthode de Kissinger

Annexe II : Corrélations TTDF -  $Re_{0.2}$  - Hv après vieillissement

---



## ANNEXE I

### Détermination de l'énergie d'activation de la précipitation du cuivre par la méthode de Kissinger

La vitesse de réaction durant la transformation s'écrit selon l'équation suivante:

$$\text{Équation 1} \quad \frac{dx}{dt} = A \cdot (1-x) \cdot \exp\left[\frac{-Q}{RT}\right]$$

avec T = la température en K  
R = constante des gaz parfaits en kJ/mole/K  
Q = l'énergie d'activation de la réaction en kJ/mole  
t = temps en heure  
x = la fraction de phase transformée  
A = facteur de fréquence.

Cette équation est valable quelle que soit la température T. Cependant T et x doivent être mesurés en même temps.

Quand la vitesse maximale de la réaction est atteinte pour la température T<sub>m</sub> (c'est-à-dire au sommet du pic exothermique en prenant en compte les courbes ATD),

$$\text{Équation 2} \quad \frac{\partial^2 x}{\partial t^2} = 0$$

Ainsi, une fois différenciée par rapport au temps, l'Équation 2 donne :

$$\text{Équation 3} \quad A \cdot \exp\left[\frac{-Q}{RT}\right] = \left[\frac{Q}{RT_m^2}\right] \cdot \left[\frac{dT}{dt}\right]$$

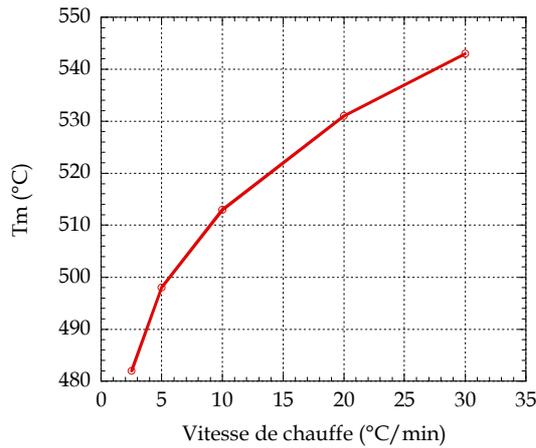
Après linéarisation logarithmique nous obtenons l'équation suivante :

$$\text{Équation 4} \quad \ln\left(\frac{T_m^2}{V}\right) = \ln\left(\frac{Q}{R}\right) - \ln(A) + \frac{Q}{RT_m}$$

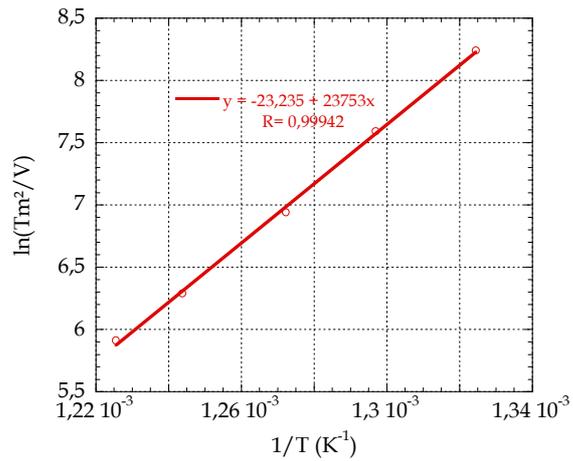
avec  $V = \frac{dT}{dt}$  : la vitesse de montée en température.

L'énergie d'activation est donnée par la pente  $Q/R$  de la représentation :

$$\text{Équation 5} \quad \ln\left(\frac{T_m^2}{V}\right) = f\left(\frac{1}{T_m}\right)$$



a) Evolution de la température du pic exothermique en fonction de la vitesse de chauffe



b) Régression linéaire

**Figure 1 : Détermination de l'énergie d'activation de la précipitation du cuivre par la méthode de Kissinger**

La pente obtenue nous permet de calculer l'énergie d'activation: **Q= 197kJ/mole**

## ANNEXE II

### Corrélations TTDF - Re0.2 - Hv après vieillissement

#### Corrélations $\Delta H_v$ - $\Delta TTDF$ (Figure 2)

Après un vieillissement à 350°C :

Pour le matériau de base :  $\Delta TTDF = 2,3 \Delta H_v$

Pour la zone affectée thermiquement :  $\Delta TTDF = 1,7 \Delta H_v$

Pour la zone fondue :  $\Delta TTDF = 1,9 \Delta H_v$

Après un vieillissement à 400°C, au delà du régime transitoire ( $t > 500h$ ):

Pour le matériau de base :  $\Delta TTDF = 4,6 \Delta H_v$

Pour la zone affectée thermiquement :  $\Delta TTDF = 4 \Delta H_v$

Pour la zone fondue :  $\Delta TTDF = 3,95 \Delta H_v$

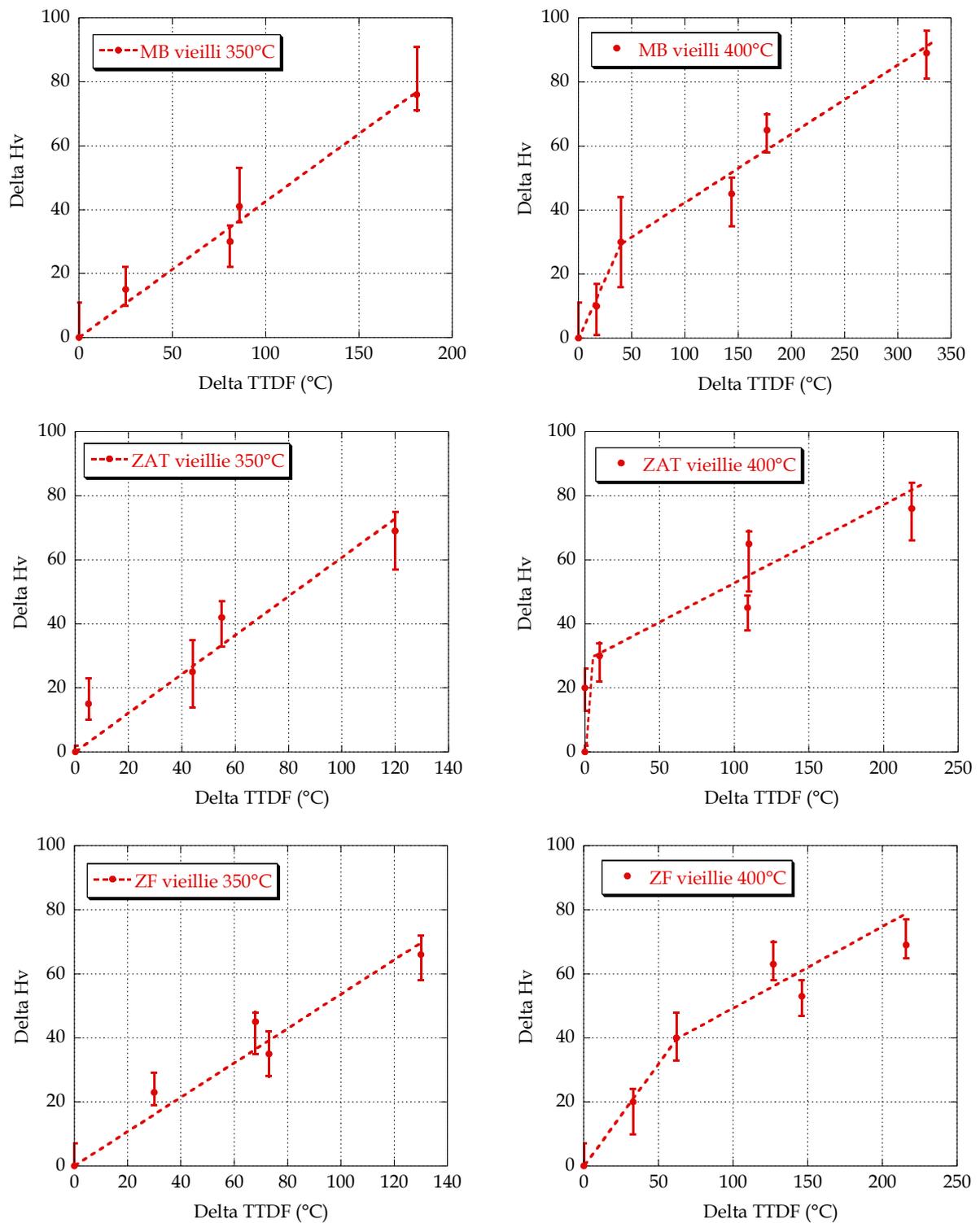
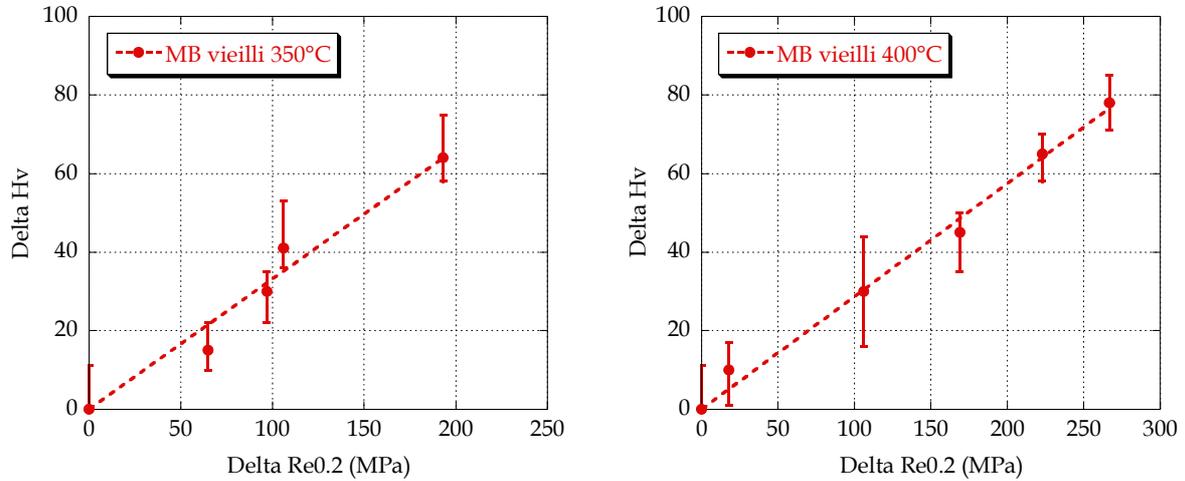


Figure 2: Corrélations entre  $\Delta H_v$  et  $\Delta T T D F$  à 350°C (courbes de gauche) et 400°C (courbes de droite)

Corrélations  $\Delta H_v$  -  $\Delta Re_{0.2}$  (Figure 3)

Pour les deux températures la corrélation entre l'augmentation de la limite d'élasticité à 0,2% et l'augmentation de la dureté est linéaire.



**Figure 3: Corrélation entre  $\Delta H_v$  et  $\Delta Re_{0.2}$  pour le MB vieilli à 350°C et 400°C**

A 350°C:  $\Delta Re_{0.2} = 3 \Delta H_v$

A 400°C:  $\Delta Re_{0.2} = 3,4 \Delta H_v$

## RESUME

L'acier inoxydable martensitique à durcissement structural 15-5PH est utilisé dans l'industrie aéronautique pour la fabrication d'éléments de structure qui peuvent être exposés à des vieillissements thermiques et thermomécaniques susceptibles de dégrader ses propriétés. L'objectif de cette étude est de caractériser les propriétés mécaniques de l'acier soudé par faisceau d'électrons et vieilli dans des conditions représentatives du fonctionnement réel des pièces. Les examens microstructuraux de la structure vieillie ont permis d'identifier les mécanismes responsables de la dégradation des propriétés mécaniques de l'acier. La décomposition spinodale de la martensite est à l'origine de la fragilisation observée. Des essais de vieillissement sous contrainte ont aussi été entrepris dans le but de mettre en évidence l'effet de ce paramètre sur le vieillissement. L'interprétation des résultats de cette étude permet d'envisager des solutions remédiant à ce problème.

Mots clés : Acier 15-5PH, vieillissement, fragilisation, soudage par faisceau d'électrons, décomposition spinodale

## ABSTRACT

In aircraft industry, 15-5PH precipitation hardening martensitic stainless steel is used to manufacture structural parts susceptible to thermal and thermomechanical ageing in service. The objective to the study is to characterize the mechanical properties of the electron beam welded steel after ageing. The microstructural investigations of the aged alloy allow to identify the mechanisms responsible for the degradation of the mechanical properties. The spinodal decomposition of the martensite is at the origin of the embrittlement. Ageing tests under applied stress tests have been performed to evaluate the effect of stress on the ageing kinetics and to identify the microstructural mechanisms involved. Finally, the level of understanding reached at the end of the study, allows to suggest corrective actions to avoid the detrimental effect of ageing.

Key words : 15-5PH stainless steel, ageing, embrittlement, electron beam welding, spinodal decomposition