

TABLE DES MATIÈRES

	Page
INTRODUCTION	1
CHAPITRE 1 REVUE DE LA LITTÉRATURE.....	3
1.1 Les aciers d'apport 13%Cr-4-6% Ni : des aciers « soft martensitic »	3
1.2 Participation globale des éléments gammagènes à la formation d'austénite	4
1.3 Effet du Ni.....	5
1.4 Effet de la température et du temps de revenu sur la quantité et la stabilité thermique de l'austénite de réversion	7
1.4.1 Effet de la température.....	7
1.4.2 Effet du temps de maintien	13
1.5 Stabilité thermique et mécanique de l'austénite de réversion.....	17
1.5.1 Effet du traitement thermique	17
1.5.1.1 Effet de la température de revenu	17
1.5.2 Effet de la microstructure.....	20
1.5.2.1 Effet des phases environnantes	20
1.5.2.2 Taille des grains d'austénite.....	20
1.5.2.3 Morphologie de l'austénite	21
1.6 Formation de l'austénite de réversion.....	22
1.7 La plasticité de transformation (effet TRIP).....	24
1.7.1 Définition	24
1.7.2 Transformation sous déformation mécanique.....	24
1.7.3 Transformation sous déformation mécanique si l'austénite a été préalablement écrouie à température élevée	26
1.8 Effet de la présence d'austénite sur la propagation de fissure	26
1.9 Comportement de l'austénite en fatigue oligocyclique	28
1.10 Retour sommaire sur l'objectif de l'étude et la revue de la littérature.....	29
CHAPITRE 2 DÉMARCHE EXPÉRIMENTALE	31
2.1 Dépôts de 410NiMo et d'un acier 13%Cr-6%Ni sur acier UNS S41500	31
2.2 Composition chimique des aciers	32
2.3 Teneur en éléments gammagènes des aciers.....	32
2.4 Traitements thermiques.....	33
2.4.1 Austénitisation des dépôts.....	34
2.4.2 Dureté après austénitisation	35
2.4.3 A_{C1} et M_s des dépôts	36
2.4.4 Températures et durée des revenus	37
2.4.5 Microstructures après les revenus.....	37
2.5 Préparation des échantillons pour la mesure du % d'austénite de réversion	38

2.5.1	Préparation des échantillons	38
2.5.2	Mesure du % d'austénite par DRX	39
2.6	Localisation de l'austénite de réversion et mesure de sa teneur en Ni	39
2.7	Essais de fatigue oligocyclique.....	40
CHAPITRE 3 PRÉSENTATION, ANALYSE DES RÉSULTATS ET DISCUSSION		43
3.1	Effet du % de nickel sur la température de revenu, la dureté et la quantité d'austénite de réversion à la température ambiante	43
3.2	Effet de la martensite et de l'austénite sur la dureté	45
3.3	Localisation de l'austénite de réversion et du Ni dans la microstructure	48
3.3.1	Cartographies chimiques par METB	48
3.3.2	Localisation de l'austénite de réversion par MET	53
3.3.3	Morphologie de l'austénite de réversion observée par MEB.....	55
3.4	Stabilité thermique de l'austénite de réversion.....	59
3.5	Effet du % de nickel sur la stabilité mécanique de l'austénite de réversion à la température ambiante.....	60
3.5.1	Évolution du % d'austénite de réversion en fonction du nombre de cycles lors des essais de fatigues oligocyclique.....	60
3.5.2	Évolution de la contrainte maximale lors des essais de fatigue oligocyclique.....	63
3.5.3	Évolution de la dureté après les essais de fatigue oligocyclique	68
3.5.4	Retour sommaire sur les résultats obtenus.....	69
CONCLUSION.....		71
RECOMMANDATIONS ET TRAVAUX FUTURS.....		75
ANNEXE I Procédures de soudage		77
ANNEXE II Dilatométrie		79
ANNEXE III Design des éprouvettes de fatigue		81
ANNEXE IV Spectres typiques de diffraction-X.....		83
BIBLIOGRAPHIE.....		85

LISTE DES TABLEAUX

	Page
Tableau 1.1	Composition chimique des aciers : Iwabuchi <i>et al.</i> (2003), Robichaud (2007), Zou <i>et al.</i> (2010), Song <i>et al.</i> (2011).....10
Tableau 1.2	Comparaison des résultats obtenus de: Iwabuchi <i>et al.</i> (2003), Robichaud (2007), Zou <i>et al.</i> (2010), Song <i>et al.</i> (2011)..... 10
Tableau 2.1	Compositions chimiques des alliages..... 32
Tableau 2.2	Teneur en éléments gammagènes et Niéq pour les deux dépôts.....33
Tableau 2.3	Dureté HRC des dépôts après austénitisation à 1100 °C durant 2 heures.....35
Tableau 2.4	A _{C1} calculés, mesurés et M _s mesurés pour les deux dépôts.....36
Tableau 3.1	Teneur en éléments mesurée par METB pour les régions riches (R) et pauvres (P) en Ni.....51

LISTE DES FIGURES

	Page
Figure 1.1 Effet du Ni, système Fe-Cr à 0,05% C (tirée de Folkhard (1988)).	6
Figure 1.2 Effet du ratio Cr/Ni sur le domaine austénitique, système Fe-Cr-Ni, (tirée de Folkhard (1988)).	6
Figure 1.3 % d'austénite de réversion pour un acier 13%Cr-4%Ni revenu durant 2 heures (adaptée de Iwabuchi et al. (2003)).	7
Figure 1.4 % d'austénite de réversion d'un acier 13%Cr-4%Ni revenu 1 heure (adaptée de Robichaud (2007)).	8
Figure 1.5 % d'austénite de réversion d'un acier 13%Cr-4%Ni revenu 3 heures (tirée de Zou et al. (2010)).	8
Figure 1.6 % d'austénite de réversion d'un acier 13%Cr-4%Ni revenu 0,5 heure (tirée de Song et al. (2011)).	9
Figure 1.7 % d'austénite d'un acier 13%Cr-4%Ni en fonction de la température de revenu : a) maintien de 0,5 heure, (tirée de Kimura et al. (2001)), b) maintien d'une heure (tirée de Robichaud (2007)).	12
Figure 1.8 % d'austénite de réversion pour un acier 13%Cr-6%Ni (adaptée de Haynes (1999)).	13
Figure 1.9 % d'austénite de réversion d'un acier 13%Cr-7%Ni-3%Si (tirée de Leem et al. (2001)).	13
Figure 1.10 % d'austénite de réversion d'un acier 13%Cr-4%Ni en fonction du temps de maintien pour un revenu à 600 °C (tirée de Zou et al. (2010)).	14
Figure 1.11 % d'austénite de réversion d'un acier 13%Cr-6%Ni en fonction du temps de maintien pour un revenu à 640 °C (tirée de Nakada et al. (2007)).	14

Figure 1.12	% d'austénite de réversion d'un acier 13%Cr-4%Ni selon la température de revenu pour des maintiens de 1h et 8h (adaptée de Robichaud (2007)).	15
Figure 1.13	Variation du % d'austénite de réversion à la température de revenu pour des maintiens de 5 et 30 minutes (tirée de Song et al. (2011)).	16
Figure 1.14	Stabilité de l'austénite de réversion selon la température (tirée de Lee et al. (2002)).	18
Figure 1.15	% de C dans l'austénite de réversion pour 3 aciers au Mn en fonction de la température de revenu (tirée de Kim et al. (2005)).	18
Figure 1.16	% de Cr, Ni, Si et Ti contenus dans l'austénite de réversion d'un acier 13%Cr-7%Ni-3%Si en fonction de la température de revenu (tirée de Leem et al. (2001)).	19
Figure 1.17	% de Mn contenu dans l'austénite de réversion d'un acier au Mn en fonction de la température de revenu (adaptée de De Moor et al. (2010)).	19
Figure 1.18	Images en MET montrant la distribution et la morphologie de l'austénite de réversion d'un acier 13%Cr-6%Ni, a) revenu à 600 °C durant 3 heures, b) revenu à 640 °C durant 0,5 heure, c) revenu à 680 °C durant 0,5 heure. (Tirée de Nakada et al. (2011)).	22
Figure 1.19	Schématisation des microstructures produites durant le ou les revenus.	23
Figure 1.20	Diagramme de la transformation de l'austénite en martensite (tirée de Krupp et al. (2008)).	25
Figure 1.21	Barrière d'énergie d'activation G^a pour amorcer la transformation $\gamma \rightarrow \alpha'$ (adaptée de Porter (1992)).	25
Figure 1.22	Vitesse de propagation aciers 301 et 302 à $R=0,05$ et $\sigma_{moy}= 66$ MPa (tirée de Khan et al. (1996)).	27
Figure 1.23	% d'austénite de réversion d'un acier 13%Cr-4%Ni versus le nombre de cycles à 1% et 2% de déformation (adaptée de Robichaud (2007)).	28
Figure 2.1	Dépôts après soudage : a) acier 13%Cr-4%Ni, b) acier 13%Cr-6%Ni.	31

Figure 2.2	Cycle thermique imposé aux deux dépôts.....	34
Figure 2.3	Microstructures brutes de trempe attaquées au Kalling's durant 45 sec. : a) acier 13%Cr-4%Ni, b) acier 13%Cr-6%Ni.....	35
Figure 2.4	Microstructures après revenu attaquées au Kalling's durant 45 sec. : a) acier 13%Cr-4%Ni, b) et c) acier 13%Cr-6%Ni.....	38
Figure 2.5	Montage utilisé pour les essais de fatigue oligocyclique.	41
Figure 3.1	Dureté HRC et % d'austénite de réversion après une heure de maintien à la température de revenu pour l'acier 13%Cr-4%Ni. Les barres d'erreur représentent les min et max.....	43
Figure 3.2	Dureté HRC et % d'austénite de réversion après une heure de maintien à la température de revenu pour l'acier 13%Cr-6%Ni. Les barres d'erreur représentent les min et max.....	44
Figure 3.3	Dureté HRC selon la température de revenu pour les domaines 100% martensite (M) et martensite-austénite (M+A) : a) acier 13%Cr-4%Ni et b) acier 13%Cr-6%Ni.	47
Figure 3.4	Cartographies chimiques obtenues par METB des aciers selon la température pour une heure de revenu, 50 000X.....	49
Figure 3.5	Valeurs min, max et moyennes du % de Ni de l'austénite (zones riches) et de la martensite (zones pauvres) pour les deux alliages revenus durant une heure.	52
Figure 3.6	a) image en champ clair échantillon 13%Cr-4%Ni revenu à 630 °C durant 1 heure, b) DAS montrant les plans d'austénite (220) et (200) dans une lamelle fortement martensitique, axe de zone <111>, 100 000X.	54
Figure 3.7	a) image en champ clair échantillon 13%Cr-6%Ni revenu 570 °C durant 1 heure, b) et c) DAS montrant les plans d'austénite (220) et (2-20) à l'interface et dans une lamelle martensitique, axe de zone <111>, 100 000X. ...	54
Figure 3.8	a) image en champ clair échantillon 13%Cr-6%Ni revenu à 630 °C durant 1 heure, b) DAS montrant des traces d'austénite dans une lamelle martensitique, axe de zone <111>, 100 000X.	55

Figure 3.9	Images MEB selon la température de revenu pour une heure de maintien.	56
Figure 3.10	Spectres de fluorescence-X du Ni des régions pointées par des flèches à la figure 3.9.	58
Figure 3.11	% d'austénite de réversion dans les aciers 13%Cr-4%Ni et 13%Cr-6%Ni en fonction du nombre de cycles à 2% de déformation. Les barres d'erreur représentent l'erreur absolue de la mesure de 1%.	61
Figure 3.12	a) Hystérésis échantillon 13%Cr-4%Ni revenu à 630 °C soumis à 10 cycles, ...	64
Figure 3.13	a) Hystérésis échantillon 13%Cr-6%Ni revenu à 570 °C soumis à 10 cycles, ...	65
Figure 3.14	a) Hystérésis échantillon 13%Cr-6%Ni revenu à 630 °C soumis à 10 cycles, ...	66
Figure 3.15	Courbes σ max versus le nombre de cycles pour les trois conditions testées en fatigue oligocyclique à 2% de déformation (le dernier chiffre de la légende correspond au numéro de l'éprouvette).	67
Figure 3.16	Duretés HRC et % d'austénite obtenus après les essais de fatigue à 2% de déformation. Les barres d'erreur représentent l'erreur absolue de la mesure qui est de 1 HRC.	68

LISTE DES ABRÉVIATIONS, SIGLES ET ACRONYMES

AISI	American Iron and Steel Institute
ASTM	American Society for Testing and Materials
CFC	Cubique Faces Centrées
CC	Cubique Centré
DAS	Diffraction d'Aire Sélectionnée
DRX	Diffraction des Rayons-X
EAS	Emission Atomic Spectrometer
FCAW	Flux Cored Arc Welding
FEGSEM	Field Emission Gun Secondary Electron Microscope
FIB	Focused Ion Beam
GDS	Glow Discharge Spectrometer
HRC	Hardness Rockwell C
ICP	Inductively Coupled Plasma
IGF	Inert Gas Fuel
IREQ	Institut de recherche d'Hydro-Québec
LTT	Low Temperature Transformation
MCAW	Metal Cored Arc Welding
MEB	Microscopie Électronique à Balayage
MET	Microscopie Électronique en Transmission
METB	Microscopie Électronique en Transmission à Balayage
TMA	Thermo Mechanical Analyser
TRIP	TRansformation Induced Plasticity
TWI	The Welding Institute
UNS	Unified Numbering System

LISTE DES SYMBOLES ET UNITÉS DE MESURE

A_{C1}	Température de début de la transformation de la martensite en austénite lors du chauffage
A_{C3}	Température de fin de la transformation de la martensite en austénite lors du chauffage
Al	Aluminium
C	Carbone
cm	Centimètre
Co	Cobalt
Cr	Chrome
Cu	Cuivre
f_T^S	Stabilité de l'austénite de réversion
G	Énergie libre
G_α	Énergie libre de la martensite
G_γ	Énergie libre de l'austénite
ΔG	Variation de l'énergie libre
ΔG^a	Variation de l'énergie libre d'activation
ΔG_{mec}	Variation de l'énergie libre mécanique
$\Delta G_{thermal}$	Variation de l'énergie libre thermique
Fe	Fer
GW	Giga Watts
h	Heure
H ₂ O	Eau
HCl	Acide chlorhydrique
HNO ₃	Acide nitrique
Hz	Fréquence en Hertz
K_{IC}	Facteur d'intensité de contrainte en mode I
kN	Kilonewton

kV	Kilovolt
mA	Milliampère
mm	Millimètre
Mn	Manganèse
Mo	Molybdène
M ₁	Martensite formée lors d'un premier revenu
M _d	Température de transformation de l'austénite en martensite sous déformation
M _f	Température de fin de la transformation de l'austénite en martensite lors du refroidissement
M _s	Température de début de la transformation de l'austénite en martensite lors du refroidissement
N	Azote
Nb	Niobium
Ni	Nickel
O	Oxygène
°C	Degrés Celsius
a ₀ γ	Paramètre de maille a de l'austénite
P	Phosphore
K _{th}	Seuil de propagation
S	Soufre
Si	Silicium
SiC	Carbure de silicium
T _m	Martensite revenue (Tempered martensite)
T	Température
T ₀	Température d'équilibre martensite et austénite
Ti	Titane
V	Vanadium
α	Ferrite
α'	Martensite formée par déformation mécanique

γ	Austénite
μm	Micromètre
ΔK	Variation du facteur d'intensité de contrainte
V_T^{uy}	Volume d'austénite à la température de revenu
V_{RT}^y	Volume d'austénite à la température ambiante

INTRODUCTION

Hydro-Québec possède de nombreuses centrales hydroélectriques réparties sur l'ensemble du territoire québécois. La puissance installée avoisine les 37 GW, dont 98% sont d'origine hydroélectrique [1]. Cette forme de production d'énergie nécessite l'utilisation de roues d'eau. La roue, qui est activée par la force de l'eau, fait tourner un alternateur par le biais d'un arbre qui relie les deux. Elle est immergée dans l'eau et subit les agressions physiques et chimiques du milieu. Les roues peuvent être de type Francis, Kaplan ou à hélice et étaient fabriquées jadis d'acier carbone ASTM A27 ou de fonte grise pour les plus anciennes. La grande disponibilité de ces matériaux et un faible coût d'achat étaient les principales raisons de leur utilisation. Toutefois, une mauvaise résistance à la corrosion et une dégradation rapide dans des milieux à forte érosion de cavitation étaient des inconvénients importants.

Il y a une cinquantaine d'années, une génération de roues fabriquées en acier CA6NM et UNS S41500 possédant de meilleures propriétés mécaniques a commencé à être utilisée à Hydro-Québec. La conception de ces roues, par l'amélioration des outils numériques et par les progrès de l'informatique, a permis de diminuer leur taille, d'alléger leur masse et d'augmenter leur résistance à l'érosion de cavitation dans les milieux plus agressifs et à hautes chutes d'eau. Le rendement des turbines hydrauliques a augmenté, mais des problèmes de fissuration par fatigue ont été rapportés aux endroits fortement contraints, notamment aux régions soudées correspondant au raccordement aube-couronne et aube-ceinture. Ces fissures, qui s'amorcent souvent dans des défauts de soudage, peuvent se propager rapidement et pourraient mener à la défaillance d'une roue. Face à une demande croissante en énergie, la mise hors service de plusieurs groupes turboalternateurs aurait de graves conséquences pour l'entreprise et les pertes économiques pourraient être très lourdes. Actuellement, plus du tiers des roues d'eau d'Hydro-Québec sont fabriquées de ce type d'acier. Certaines roues sont encore jeunes et leur remplacement coûterait très cher. Changer de matériau a été envisagé, mais l'utilisation d'un nouvel alliage ne donne pas la certitude qu'il se comportera mieux. Plusieurs questions sont soulevées et des études visant à mieux comprendre ce type d'acier ont été entreprises à l'Institut de recherche d'Hydro-Québec

(IREQ) en partenariat avec certaines universités et turbiniers. Lors de la réparation de fissures, est-il possible de modifier la microstructure de la zone soudée par traitement thermique ou par la composition chimique de l'alliage d'apport? Serait-il possible de ralentir ou même d'éviter la progression de nouvelles fissures de fatigue? Sans revenu, la martensite dure et fragile est associée à la présence de contraintes résiduelles qui peuvent atteindre la limite élastique des aciers, diminuer la ténacité, la résilience et la résistance à la fatigue des endroits réparés.

Dans l'optique d'améliorer les propriétés en fatigue-propagation des zones sollicitées en fatigue, cette recherche portera principalement sur l'effet d'un enrichissement en Ni des produits de soudure sur la microstructure et le comportement du matériau formant le joint. Deux métaux d'apport contenant respectivement 4 et 6% Ni nominal seront utilisés et serviront à étudier cet effet. Des revenus seront effectués pour déterminer l'évolution des microstructures en fonction de la température de revenu et de la teneur initiale en Ni des deux alliages. Puis, des essais de fatigue oligocyclique à 2% de déformation pour $R = -1$ seront faits dans le but de reproduire le comportement de la microstructure à la pointe d'une fissure comme lors d'un essai de fatigue-propagation. Des analyses par microscopie électronique à balayage (MEB), microscopie électronique en transmission (MET) et microscopie électronique en transmission à balayage (METB) permettront de vérifier la partition du Ni dans les phases qui constituent la microstructure et de localiser l'austénite de réversion qui se forme lors des revenus. Les observations et conclusions tirées de ce mémoire permettront de mieux comprendre le comportement dynamique des aciers impliqués et de proposer des pistes d'amélioration pour la fabrication et la réparation des roues d'eau faites d'acier CA6NM et UNS S41500. Elles soulèveront sans doute des interrogations supplémentaires qui ouvriront la porte à de nouvelles pistes de recherche.

CHAPITRE 1

REVUE DE LA LITTÉRATURE

L'étude a pour objectif de vérifier si certaines microstructures des aciers 13%Cr-4-6%Ni permettraient d'améliorer les propriétés en fatigue-propagation des roues d'eau faites d'acier CA6NM et UNS S41500. L'étude présentée dans ce mémoire vise à comparer le comportement dynamique de l'austénite de réversion d'un acier d'apport 13%Cr-4%Ni à celui d'un acier d'apport 13%Cr-6%Ni en fatigue oligocyclique. Elle permettra de vérifier si l'effet d'un enrichissement en Ni de l'alliage favorise une austénite plus riche et plus stable mécaniquement. Afin de mieux présenter la problématique, une revue de la littérature présentera les matériaux étudiés, la nature de l'austénite de réversion, sa formation lors du revenu, sa stabilité et son comportement en fatigue oligocyclique.

1.1 Les aciers d'apport 13%Cr-4-6% Ni : des aciers « soft martensitic »

Un acier inoxydable est dit martensitique lorsque sa microstructure est majoritairement constituée de martensite. Pour qu'il en soit ainsi, la teneur en Cr se situe habituellement entre 12 à 14% [2;3]. Ils offrent en général de meilleures propriétés mécaniques que les aciers austénitiques, ferritiques et duplex [2].

Un acier est dit supermartensitique si sa teneur en carbone est inférieure à 0,02%. Il est dit « soft martensitic » (ou martensitique doux) si sa teneur en C est inférieure à 0,06% [2;3]. Ce bas taux de C entraîne la formation d'une martensite ayant une structure en lattes et dont la dureté est plus basse que celle d'un acier inoxydable martensitique conventionnel (comme l'acier AISI 410 par exemple). Pour compenser la réduction en C, du Ni est ajouté. Cet ajout favorise la formation d'austénite résiduelle et ou de réversion. Ces aciers sont entre autre utilisés dans les domaines de la pétrochimie et pour la fabrication des turbines hydrauliques [3]. Ils offrent une bonne résistance à la corrosion et à la cavitation-érosion. Ils sont reconnus pour leur ténacité élevée à basse température et pour leur bonne soudabilité [4-6]. C'est pour

ces raisons qu'Hydro-Québec a choisi d'utiliser ce type d'acier pour la fabrication et la réparation de certaines de ses turbines hydrauliques.

L'une des particularités de ces aciers réside en la présence d'austénite résiduelle ou de réversion qui persiste dans la matrice martensitique à la température ambiante. L'austénite résiduelle est une austénite qui demeure après un refroidissement à partir de températures au-dessus de l' A_{C3} . L'austénite de réversion est plutôt obtenue suite à un ou des revenus dont les températures se situent entre l' A_{C1} et l' A_{C3} (qui sont respectivement les températures de début et de fin de transformation de la martensite en austénite lors du chauffage). Les façons principales de faire varier leur quantité sont l'ajout d'éléments gammagènes, les paramètres d'austénitisation (durée et température), les paramètres du revenu et la vitesse de refroidissement.

Ces aciers sont aussi considérés comme des « Low Temperature Transformation » (LTT). Leur transformation martensitique qui s'effectue aux alentours de $M_s \approx 150-300$ °C [7] est rendue possible par l'ajout de Cr, Ni, Mn et Mo [8]. Le changement de cristallographie associé à la transformation austénite \rightarrow martensite (CFC \rightarrow CC) engendre une distorsion de la maille élémentaire et s'accompagne d'une augmentation de volume d'environ 2% [9]. L'augmentation de volume, associée à la transformation de phase, induit de la plasticité qui annihile l'accumulation des contraintes de tension induites par le gradient thermique produit entre la zone chaude et la zone froide lors de l'opération de soudage [7]. Ceci a pour effet de favoriser la formation de contraintes de compression dans la soudure et à proximité du joint soudé.

1.2 Participation globale des éléments gammagènes à la formation d'austénite

Les aciers utilisés pour la présente étude contiennent des éléments d'addition qui influencent la formation de l'austénite. Ces éléments sont Ni, Mn, Co, Cu, C, N. Ils sont ajoutés ou sont inhérents au procédé d'élaboration des aciers. Certains de ces éléments sont plus influents que d'autres sur le domaine austénitique, c'est-à-dire qu'ils favoriseront la formation et la

rétenition d'austénite dans la microstructure pour des températures plus basses. Une façon simple et rapide de comparer leur influence consiste à comparer le Ni équivalent. Cet indice est la somme des éléments gammagènes que contient un alliage et peut se calculer selon différentes équations [2]. L'influence des éléments dépend à la fois de leur quantité et du coefficient qui leur est attribué. L'indice du Ni équivalent sert surtout lors de l'utilisation de diagrammes de constitution (Shaeffler, Espy, WRC, etc.) qui sont utilisés pour prédire les phases que contiendra une soudure à partir des compositions chimiques des aciers à assembler.

Par exemple, en prenant l'équation du diagramme d'Espy (équation 1-1), C et N sont les éléments qui ont les coefficients les plus élevés (30). Ces éléments sont alors considérés comme fortement gammagènes. Il en faut donc moins que les autres éléments pour influencer le $Ni_{\text{éq}}$. Le Ni avec un coefficient de 1, Mn constant pour des teneurs allant de 0 à 10% et Cu avec 0,33 sont donc moins influents. Par exemple, 1% Ni dans un alliage augmentera le $Ni_{\text{éq}}$ de 1, alors qu'il ne faudra que 0,033% de C pour avoir le même effet. Pour vérifier l'influence d'un élément, il suffit de l'enlever du modèle et de comparer le résultat obtenu avec le résultat qui tient compte de cet élément. Ce concept sera utilisé au chapitre 2.

$$Ni_{\text{éq}} = Ni + 30C + X^{(1)}(N-0,045) + 0,87^{(2)} + 0,33Cu \quad (1-1)$$

Où : ⁽¹⁾ : $X = 30$ pour $0 < N < 0,2$ et ⁽²⁾ : Constant pour $0 < Mn < 10\%$

1.3 Effet du Ni

Le nickel est un élément gammagène cubique faces centrées (CFC) qui, pour une teneur en C ou Cr donnée, agrandira le domaine austénitique, abaissera les températures A_{C3} et A_{C1} (figures 1.1 et 1.2 pour le C et le Cr respectivement) et limitera la formation de ferrite delta qui est considérée comme une phase indésirable des aciers martensitiques à bas carbone car elle diminue la résilience et la ténacité [10]. De plus, un faible ratio Cr/Ni favorisera une plus grande quantité d'austénite à la température ambiante et abaissera le M_s (température de début de transformation de l'austénite en martensite) [10-12].

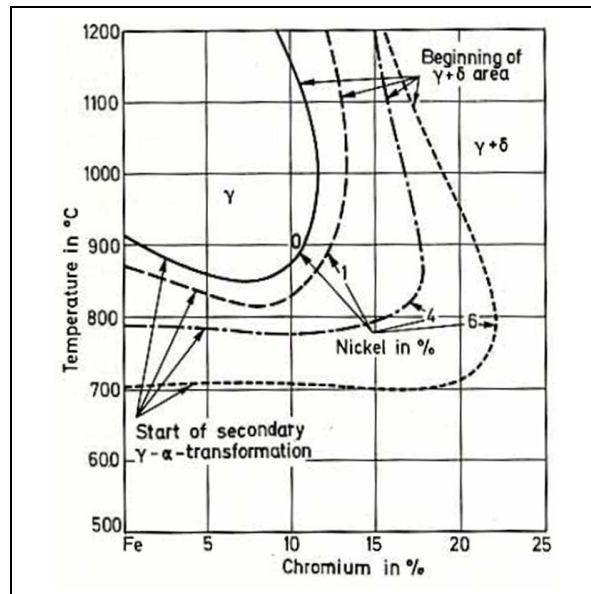


Figure 1.1 Effet du Ni, système Fe-Cr à 0,05% C (tirée de Folkhard (1988)).

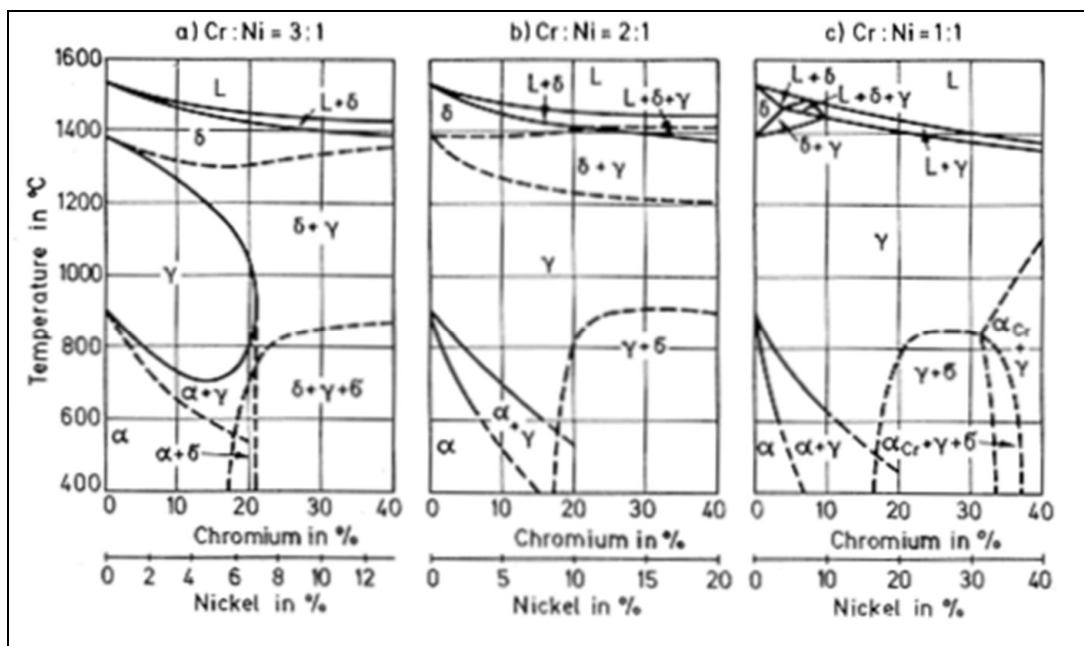


Figure 1.2 Effet du ratio Cr/Ni sur le domaine austénitique, système Fe-Cr-Ni, (tirée de Folkhard (1988)).

1.4 Effet de la température et du temps de revenu sur la quantité et la stabilité thermique de l'austénite de réversion

La température et le temps de maintien de revenu sont des paramètres qui influencent la quantité et la stabilité de l'austénite de réversion qui sera formée. Il est important de séparer l'effet des deux paramètres puisque pour une plage de température donnée, la formation de l'austénite de réversion dépendra du temps et se fera par diffusion alors qu'elle ne dépendra que de la température pour une autre plage de température donnée [13]. L'effet de ces paramètres est discuté dans les sections suivantes.

1.4.1 Effet de la température

Iwabuchi *et al.* [14], Robichaud [15], Zou *et al.* [16] et Song *et al.* [13] ont étudié l'effet de la température pour des aciers de type 13%Cr-4%Ni. Iwabuchi *et al.* ont effectué un revenu de 2 heures, Robichaud de 1 heure, Zou *et al.* de 3 heures et Song *et al.* de 0,5 heure. Les courbes qu'ils ont obtenues sont présentées aux figures 1.3 à 1.6.

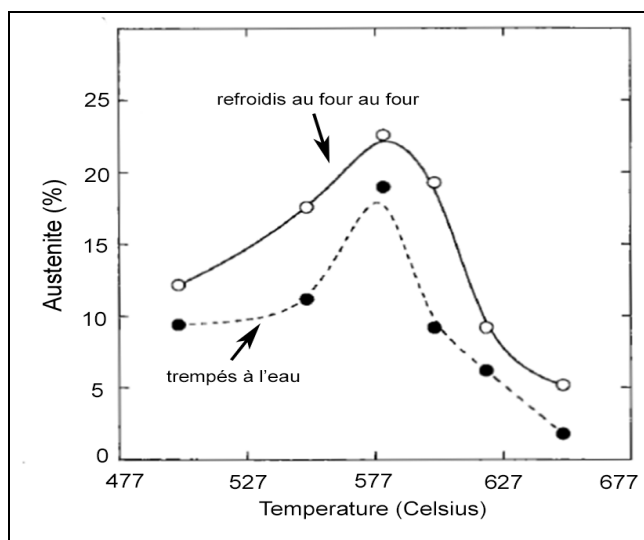


Figure 1.3 % d'austénite de réversion pour un acier 13%Cr-4%Ni revenu durant 2 heures (adaptée de Iwabuchi *et al.* (2003)).

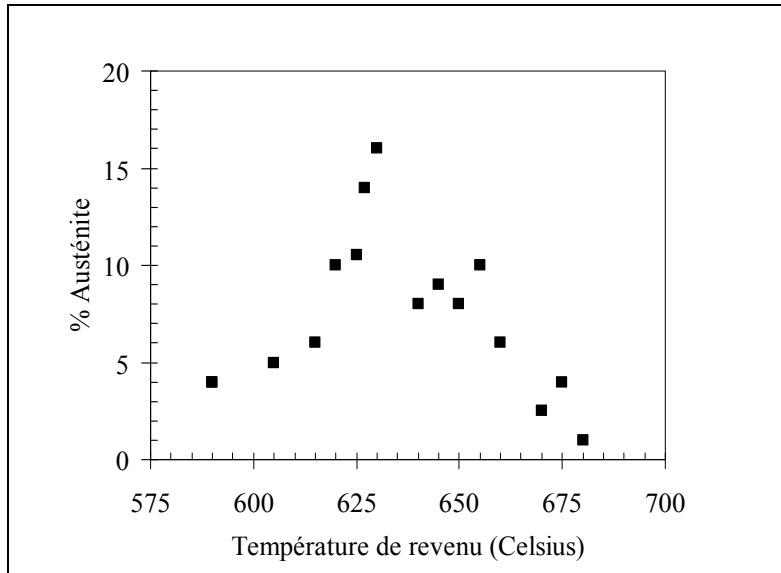


Figure 1.4 % d'austénite de réversion d'un acier 13%Cr-4%Ni revenu 1 heure (adaptée de Robichaud (2007)).

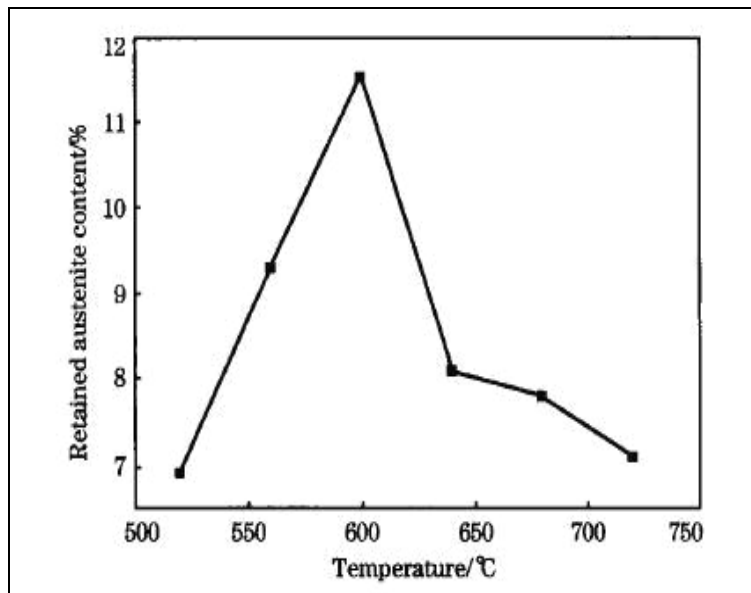


Figure 1.5 % d'austénite de réversion d'un acier 13%Cr-4%Ni revenu 3 heures (tirée de Zou et al. (2010)).

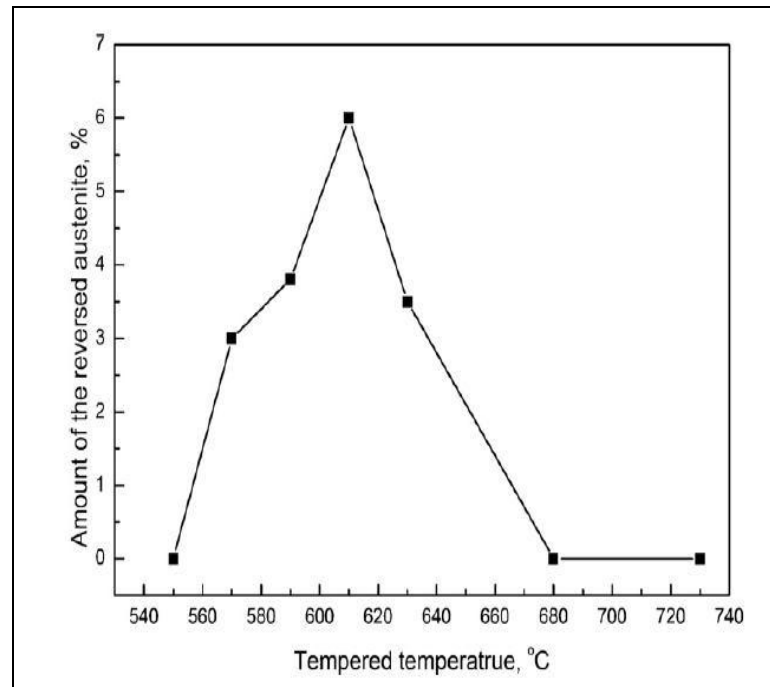


Figure 1.6 % d'austénite de réversion d'un acier 13%Cr-4%Ni revenu 0,5 heure (tirée de Song et *al.* (2011)).

Les courbes des figures 1.3 à 1.6 prennent une forme de cloche et montrent des différences importantes. Les teneurs maximales en austénite et leurs températures associées sont différentes, soit 23% à 577 °C pour Iwabuchi et *al.* [14], 17% à 630 °C pour Robichaud [15], 11,5% à 600 °C pour Zou et *al.* [16] et 6% à 610 °C pour Song et *al.* [13]. Les pics se situent aussi à des températures différentes et certaines courbes ne commencent pas à 0 % d'austénite (sauf pour l'étude de Song et *al.*). Ces différences peuvent être attribuées aux compositions chimiques des trois aciers et au temps de maintien des revenus. En effet, les compositions chimiques des aciers (tableau 1.1) et les temps de revenu sont différents. Nécessairement, ces paramètres influencent la température de l' A_{C1} , la largeur et la hauteur de la cloche. Par exemple, en utilisant l'équation du TWI (équation 1-2 [10]) pour un acier 13%Cr-4%Ni, on obtient un A_{C1} de 595 °C pour Iwabuchi et *al.* [14], de 631 °C pour Robichaud [15], de 636 °C pour Zou et *al.* [16] et de 607 °C pour Song et *al.* [13]. Il est évident que les A_{C1} calculés sont différents les uns des autres et qu'il en est de même pour les A_{C1} réels. Ce différentiel entre les A_{C1} expliquerait le décalage de température entre les

quatre courbes, mais n'expliquerait pas la grande différence entre les teneurs en austénite mesurées. Le tableau 2.2 compare les résultats des auteurs mentionnés précédemment.

Tableau 1.1
Composition chimique des aciers : Iwabuchi *et al.* (2003), Robichaud (2007), Zou *et al.* (2010), Song *et al.* (2011).

Aciers	%C	%S	%P	%Si	%Mn	%Cr	%Ni	%Mo	%V	%Cu
Iwabuchi et al.	0,06	0,030	0,03	1,00	1,00	11,5	3,5	0,40	-	-
Robichaud	0,017	0,001	0,015	0,47	0,80	12,0	4,2	0,58	0,02	0,017
Zou et al.	0,022	0,004	0,012	0,26	0,5	12,5	4,38	0,96	0,1	-
Song et al.	0,051	0,004	0,022	-	0,5	12,3	3,86	0,45	-	-

$$A_{C1} (^{\circ}C) = 850 - 1500(C+N) - 50Ni - 25Mn + 25Si + 25Mo + 20(Cr-10) \quad (1-2)$$

Tableau 1.2
Comparaison des résultats obtenus de: Iwabuchi *et al.* (2003), Robichaud (2007), Zou *et al.* (2010), Song *et al.* (2011).

Auteurs	A _{C1} (^o C)	Temps de revenu (h)	% maximal austénite	Température au % max de γ (^o C)
Iwabuchi et al.	595	2	19	577
Robichaud	631	1	18	625
Zou et al.	636	3	11,5	600
Song et al.	607	0,5	6	610

Kimura *et al.* [17] et Robichaud [15] présentent chacun une courbe qui délimite la zone de l'austénite pour un acier 13%Cr-4%Ni en fonction de la température de revenu (figure 1.7). Les deux courbes sont très similaires quoique Kimura *et al.* [17] obtiennent un maximum

d'environ 25% d'austénite pour un revenu de 0,5 heure contre environ 18% pour un revenu de 1 heure pour Robichaud [15]. Le domaine de l'austénite stable à la température ambiante s'étend de 550 °C à 725 °C pour Kimura et *al.* [17] contre 575 °C à 680 °C pour Robichaud [15]. La différence de composition chimique des aciers expliquerait encore une fois cette différence des résultats puisque que chacun des éléments influence le domaine austénitique. La courbe de Robichaud montre que de l'austénite se formera entre 570 °C et 680 °C et que le maximum est atteint vers 630 °C. En dessous de 630 °C, toute l'austénite formée lors du revenu est stable et le restera après le refroidissement. Son M_s et M_f sont alors plus bas que la température ambiante. Au-dessus de 630 °C, une partie de l'austénite formée sera instable et se retransformera en martensite durant le refroidissement. Au-dessus de 680 °C, toute l'austénite formée durant le revenu sera instable et se retransformera en martensite avant d'atteindre la température ambiante. Le M_s et le M_f de l'austénite se situent alors au-dessus de la température ambiante.

Haynes [18] présente une cloche d'austénite pour un acier 13%Cr-6%Ni (figure 1.8) tandis que Leem et *al.* [19] montre celles d'un acier 13%Cr-7%Ni-3%Si ayant été refroidi au four et à l'air (respectivement F.C et A.C sur la figure 1.9). En comparant avec les courbes des figures 1.3 à 1.6 (pour des aciers de type 13%Cr-4%Ni), un pourcentage de Ni plus élevé permettrait d'obtenir, pour une même température de revenu et un temps de maintien d'une heure, une plus grande fraction volumique d'austénite de réversion. Toutefois, l'acier 13%Cr-7%Ni-3%Si (figure 1.9) en contient moins. Le Si pourrait en partie contrer l'effet du Ni en augmentant la proportion en éléments alphagènes. Une plus forte teneur en Ni permettrait donc de former plus d'austénite de réversion que dans les aciers contenant 4% Ni, mais à condition que la teneur en éléments alphagènes ne soit pas trop élevée.

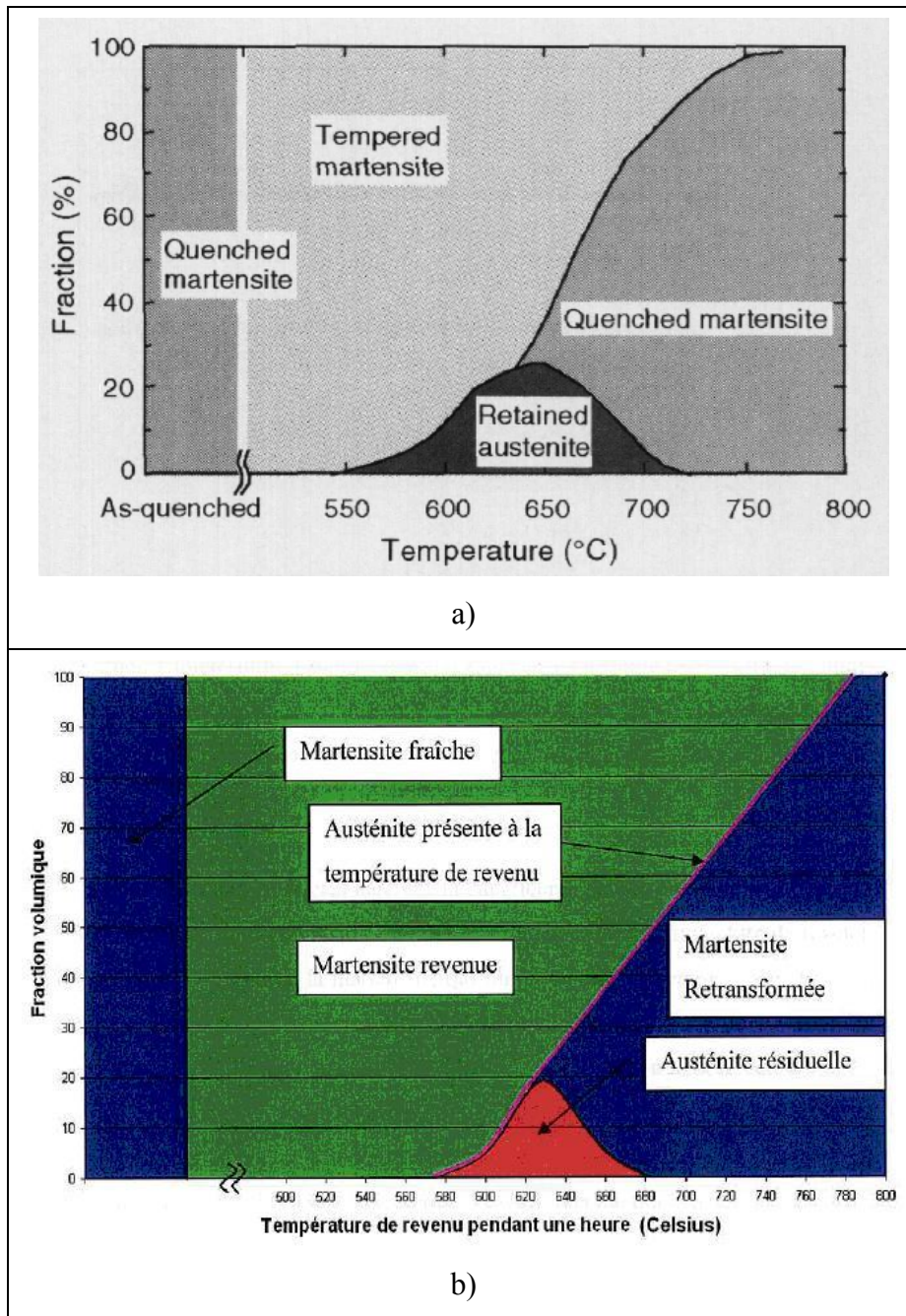


Figure 1.7 % d'austénite d'un acier 13%Cr-4%Ni en fonction de la température de revenu : a) maintien de 0,5 heure, (tirée de Kimura et *al.* (2001)), b) maintien d'une heure (tirée de Robichaud (2007)).

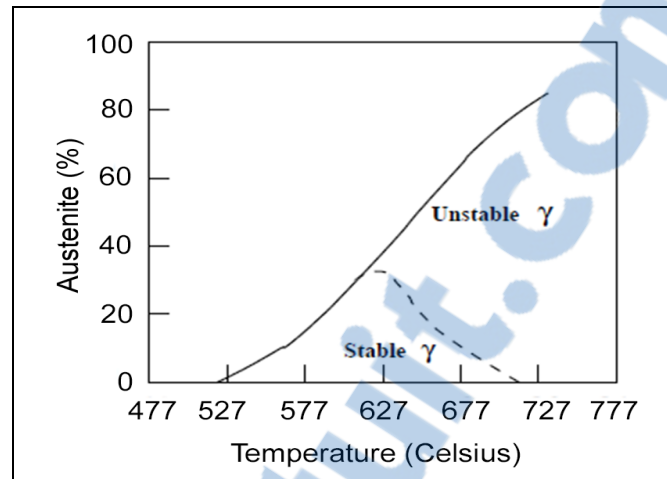


Figure 1.8 % d'austénite de réversion pour un acier 13%Cr-6%Ni (adaptée de Haynes (1999)).

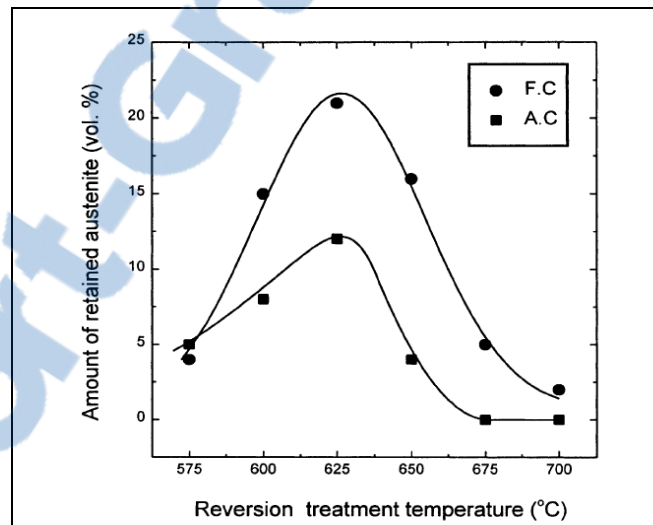


Figure 1.9 % d'austénite de réversion d'un acier 13%Cr-7%Ni-3%Si (tirée de Leem et al. (2001)).

1.4.2 Effet du temps de maintien

Toutes les courbes présentées plus haut montrent que pour un même temps de maintien, et en dessous d'une certaine température, une augmentation de la température de revenu permet de former plus d'austénite qui demeure à la température ambiante. Certaines études montrent que le temps de maintien du revenu influence la quantité d'austénite qui se formera

[15;16;20]. Par exemple, Zou et *al.* [16] montrent que pour un acier 13%Cr-4%Ni, un revenu à 600 °C durant 12 heures formera 14% d'austénite contre 11,5% pour un revenu de 3 heures (figure 1.10). Un acier contenant 13%Cr-6%Ni verra aussi son % d'austénite augmenter lorsque le temps de revenu augmentera [21] (figure 1.11).

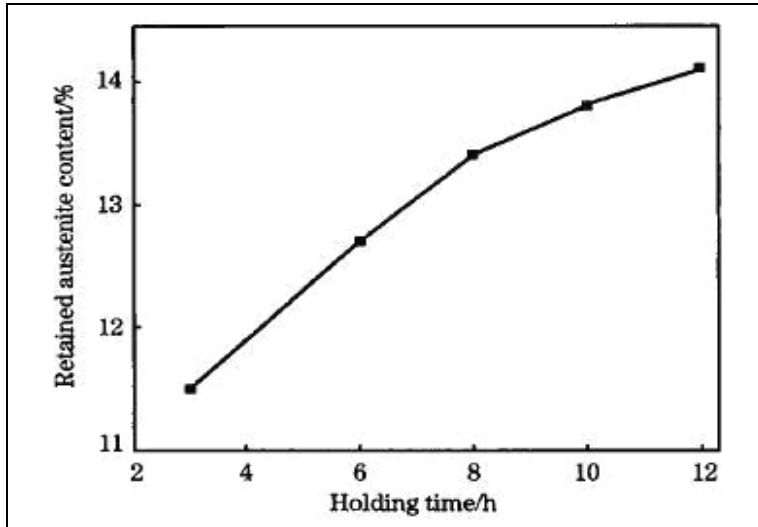


Figure 1.10 % d'austénite de réversion d'un acier 13%Cr-4%Ni en fonction du temps de maintien pour un revenu à 600 °C (tirée de Zou et *al.* (2010)).

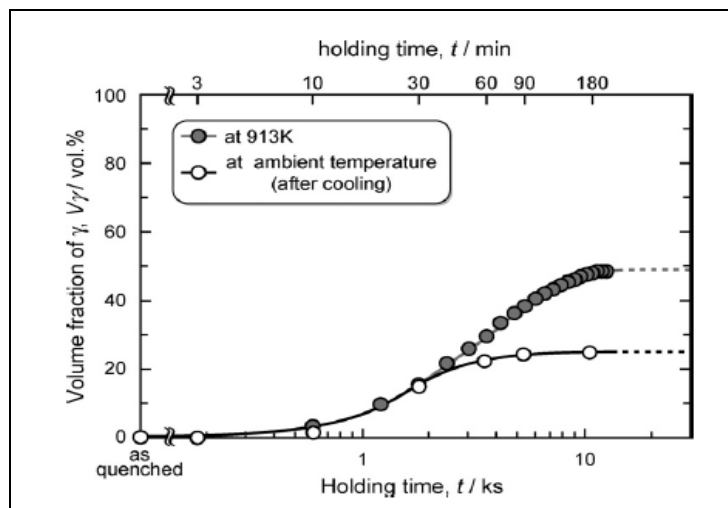


Figure 1.11 % d'austénite de réversion d'un acier 13%Cr-6%Ni en fonction du temps de maintien pour un revenu à 640 °C (tirée de Nakada et *al.* (2007)).

Dans le même ordre d'idées, Robichaud [15] montre que pour des revenus à une même température, un temps de maintien plus long (8 heures contre 1 heure) formera plus d'austénite (voir figure 1.12). Ces résultats confirment que le temps de revenu influence la teneur en austénite. C'est aussi le temps qui explique en partie l'écart des teneurs en austénite des courbes des figures 1.3 à 1.6. Par exemple, à 600 °C, Zou et *al.* [16] en obtiennent 11,5% pour un revenu de 3 heures, Robichaud [15] en obtient 4% pour un revenu d'une heure et Song et *al.* [13] obtiennent 4,5% pour un revenu de 0,5 heure.

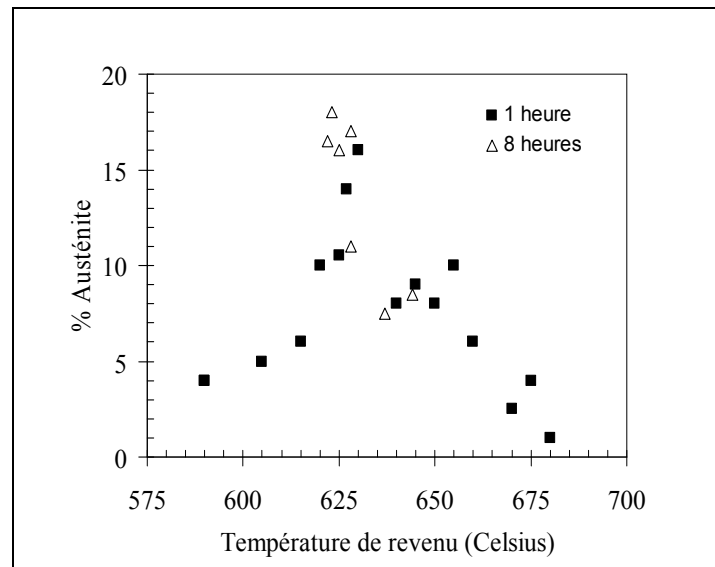


Figure 1.12 % d'austénite de réversion d'un acier 13%Cr-4%Ni selon la température de revenu pour des maintenances de 1h et 8h (adaptée de Robichaud (2007)).

L'étude de Robichaud [15] montre que le maximum d'austénite de réversion pour le même acier est plus élevé après 8 heures de revenu et est obtenu à de plus faibles températures (figure 1.12). Il suggère qu'en augmentant la température du traitement, la vitesse de diffusion augmente; ceci permet d'obtenir pour un temps de maintien donné plus d'austénite. Toutefois, le fait d'avoir plus d'austénite provoquerait un enrichissement moindre en éléments gammagènes. De ce point de vue, l'austénite obtenue à des températures plus élevées ou pour des temps plus courts serait plus pauvre en éléments gammagènes et donc moins stable à cause de la plus grande proportion de phase qui doit se partager la quantité nominale d'éléments. Ceci est en accord avec l'étude de Kim et *al.* [20] qui porte sur la

composition de l'austénite dans un acier 5,5 Ni. L'étude démontre que l'austénite formée à un revenu de 600 °C/100h contient plus d'éléments gammagènes (Ni et Mn) que celle formée à 670 °C/1h.

Song et *al.* [13] ont mesuré la quantité d'austénite de réversion d'un acier 13%Cr-4%Ni à une température de revenu donnée pour 2 temps de maintien (figure 1.13). Pour une plage se situant entre 560 et 680 °C, un maintien de 30 minutes forme plus d'austénite qu'un maintien de 5 minutes. Ils stipulent que la formation de l'austénite de réversion dépend du temps et se fait par diffusion. Au-delà de 680 °C, la fraction volumique d'austénite est la même pour les deux temps de maintien. La formation de l'austénite de réversion ne dépend plus du temps mais plutôt de la température; ce qui suggère que la vitesse de diffusion des éléments gammagènes est suffisamment grande pour que l'équilibre thermodynamique soit atteint en cinq minutes.

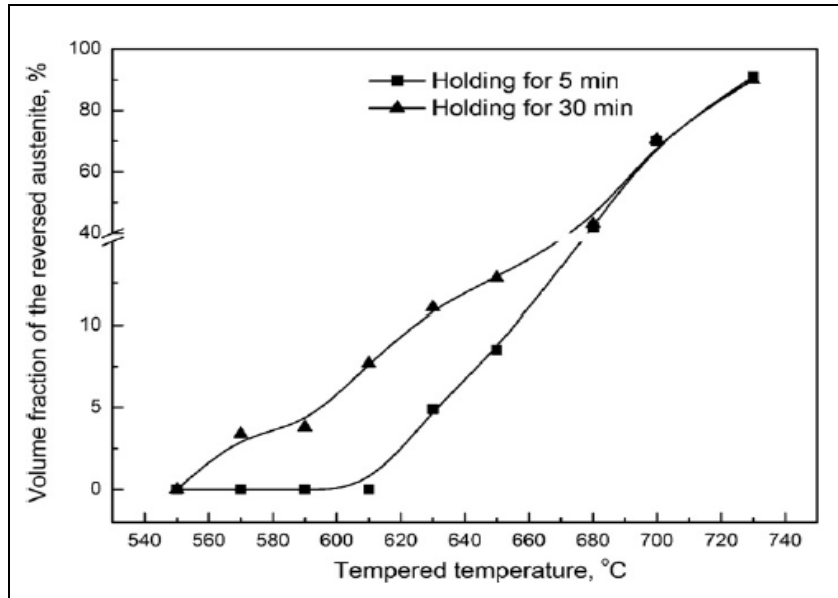


Figure 1.13 Variation du % d'austénite de réversion à la température de revenu pour des maintiens de 5 et 30 minutes (tirée de Song et *al.* (2011)).

1.5 Stabilité thermique et mécanique de l'austénite de réversion

Plusieurs études portent sur la stabilité de l'austénite dans différents aciers [5;15;20;22-31]. On entend par stabilité la capacité de l'austénite à rester de l'austénite à une température donnée. On peut alors parler de « stabilité thermique » ou de « stabilité mécanique » [31]. Plus une austénite transforme en martensite à basse température, plus elle est stable thermiquement. Dans le même ordre d'idées, plus une austénite requiert d'énergie mécanique pour se transformer, plus elle est stable mécaniquement [5].

Plusieurs paramètres influencent la stabilité (thermique ou mécanique) de l'austénite pouvant être contenue dans différents types d'aciers. Les principaux sont la composition chimique, le traitement thermique, la microstructure et l'accumulation de déformations dans l'austénite [32]. Par exemple, Kim et *al.* [20] ont montré qu'une austénite plus riche en Ni et Mn favorisait une plus grande fraction volumique d'austénite à 25 et -196 °C. Dans le même ordre d'idées, Song et *al.* [33] estiment que l'enrichissement en Ni serait le principal responsable de la stabilité de l'austénite des aciers 13%Cr-4%Ni. En plus d'abaisser le M_s , les auteurs mentionnent que l'enrichissement en Ni de l'austénite diminue la force motrice nécessaire pour la transformation en martensite et augmente l'énergie d'interface à cause du durcissement par solution solide, ce qui porte à croire que le Ni aurait aussi un effet sur la stabilité mécanique de l'austénite de réversion.

1.5.1 Effet du traitement thermique

1.5.1.1 Effet de la température de revenu

Les courbes des figures 1.3 à 1.9 montrent que le pourcentage d'austénite augmente en fonction de la température de revenu pour atteindre une valeur maximale. L'étude de Leem et *al.* [19] montre l'évolution de la stabilité de l'austénite de réversion à la température du revenu pour un acier 13%Cr-7%Ni-3%Si (figure 1.14). Cette figure montre que la stabilité de l'austénite de réversion (f_T^S sur figure 1.14) diminue lorsque la température et le volume

d'austénite à la température de revenu (V_T^{uy}) augmentent. Elle montre aussi que la stabilité diminue lorsque le maximum d'austénite qui demeure à la température ambiante est dépassé (V_{RT}^y). Les figures 1.15 (tirée de [34]), 1.16 (tirée de [19]) et 1.17 (tirée de [35]) montrent l'évolution du % de C, de Ni et Mn contenus dans l'austénite de réversion pour différents aciers. Ces courbes montrent que la quantité de ces éléments gammagènes diminue avec une augmentation de la température.

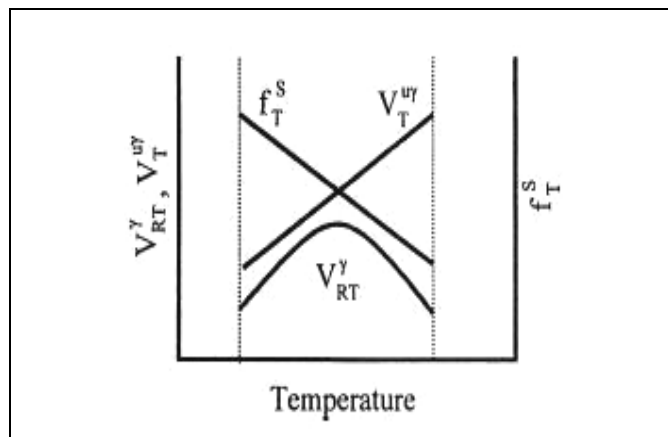


Figure 1.14 Stabilité de l'austénite de réversion selon la température (tirée de Lee et *al.* (2002)).

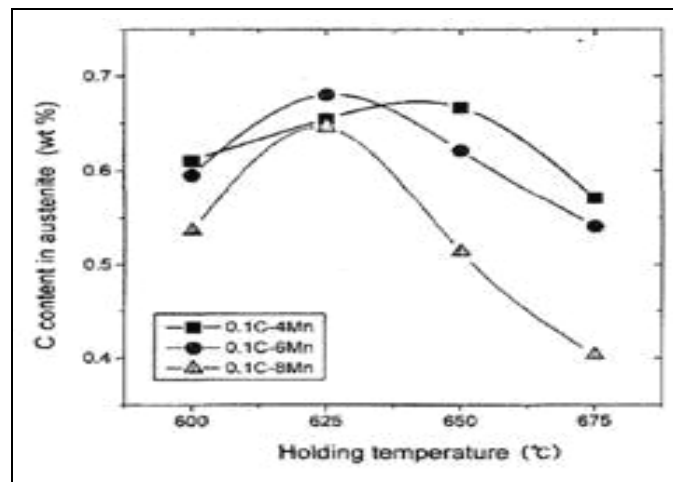


Figure 1.15 % de C dans l'austénite de réversion pour 3 aciers au Mn en fonction de la température de revenu (tirée de Kim et *al.* (2005)).

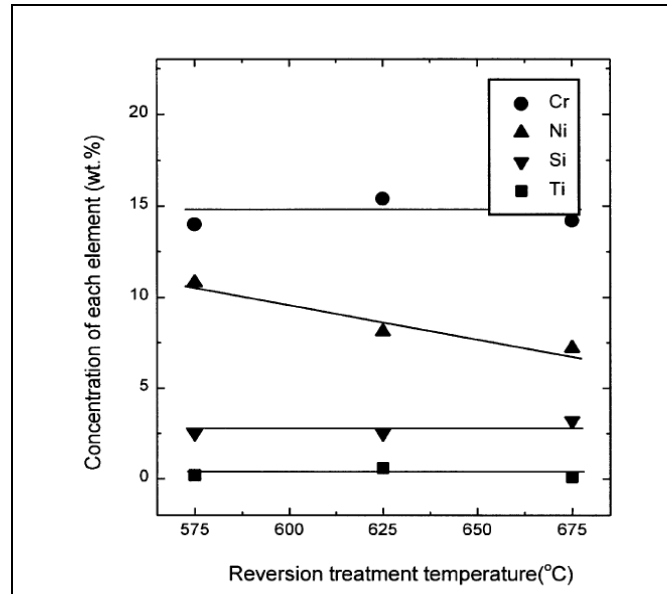


Figure 1.16 % de Cr, Ni, Si et Ti contenus dans l'austénite de réversion d'un acier 13%Cr-7%Ni-3%Si en fonction de la température de revenu (tirée de Leem *et al.* (2001)).

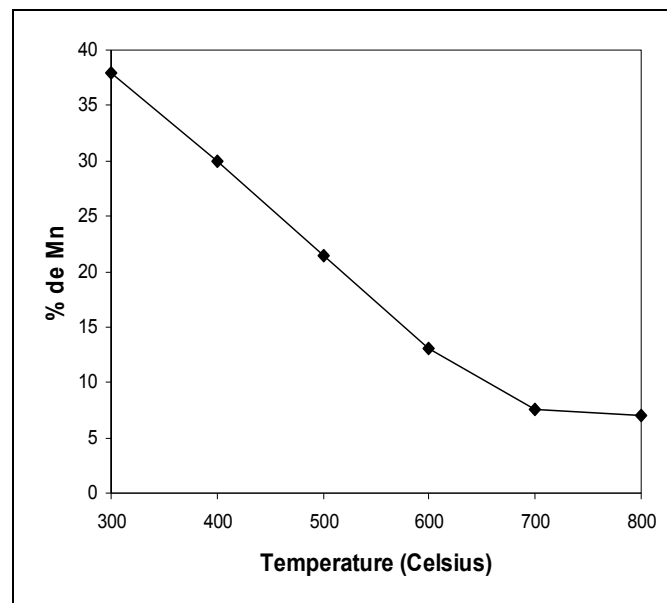


Figure 1.17 % de Mn contenu dans l'austénite de réversion d'un acier au Mn en fonction de la température de revenu (adaptée de De Moor *et al.* (2010)).

1.5.2 Effet de la microstructure

1.5.2.1 Effet des phases environnantes

La microstructure constitue un paramètre qui influence la stabilité mécanique de l'austénite [22;24;36;37]. Les phases, qui ont des propriétés mécaniques différentes, provoqueraient une déformation hétérogène de la microstructure. Ainsi, la stabilité mécanique de l'austénite dépendrait de la matrice dans laquelle elle se trouve. Par exemple, il a été mesuré expérimentalement que la ferrite contenue dans des aciers TRIP multiphasés (TRansformation Induced Plasticity, qui sera défini à la section 1.7) est plus molle que la bainite, l'austénite et la martensite respectivement [38]. Selon leur dureté, ces phases affecteraient à des niveaux différents la stabilité mécanique de l'austénite contenue dans ces aciers. Ainsi, de l'austénite entourée de grains de ferrite transformerait à des niveaux de déformation plus faibles qu'à proximité de grains de bainite. La ferrite plus molle obligerait l'austénite à prendre plus de déformation et ce plus tôt dans le processus de mise en charge [29]. Une phase plus dure limiterait en quelque sorte la déformation transmise à l'austénite en créant un effet barrière qui retarde la transformation. Il s'agit de l'effet composite tel que proposé par Jacques et *al.*[37]. À l'opposé, Tsukatani et *al.* [39] prétendent qu'une martensite dure transférerait directement la déformation à l'austénite, favorisant ainsi sa transformation plus tôt et pour de faibles niveaux de déformation, ce qui ne prolonge pas ou fait durer plus longtemps l'effet TRIP. L'effet de la matrice a été relaté à quelques reprises pour le cas d'aciers TRIP, mais l'effet des différentes phases et de leur interaction est encore à étudier dans les aciers de type 13%Cr-4%Ni.

1.5.2.2 Taille des grains d'austénite

La taille des grains d'austénite est un autre paramètre à considérer [22;29;39;40]. Fultz et *al.* [24] ont observé, dans un acier à 9% Ni, que le nombre et l'arrangement des dislocations à proximité de grains d'austénite affectaient davantage la stabilité mécanique des gros grains d'austénite que des petits grains. Ils ont observé que les dislocations autour des gros grains

d'austénite s'étaient déplacées plus loin dans la martensite revenue adjacente. Ils suggèrent que ces gros grains qui se transforment requièrent moins d'énergie pour générer des dislocations, ce qui accommode la déformation et la transformation. La littérature mentionne aussi que la stabilité de l'austénite peut varier d'un grain à l'autre. Certains transformeront durant la déformation alors que d'autres pas [41]. Il existerait différents niveaux de stabilité des grains d'austénite au sein même de la microstructure.

Dans le même ordre d'idées, il a été observé dans des aciers TRIP que des grains d'austénite dont la taille est inférieure à 1 μm ne transformaient pas en martensite [40;42]. Ces petits grains ne contribueraient pas à l'effet TRIP car ils seraient en quelque sorte surstabilisés à cause du plus faible nombre de sites de nucléation qu'ils contiennent. Des grains trop petits ne participeraient pas à produire l'effet TRIP.

1.5.2.3 Morphologie de l'austénite

La morphologie même des grains d'austénite constituerait un autre facteur qui influence sa stabilité mécanique. Des études portant sur des aciers TRIP multiphasés ont montré que l'austénite pouvait se présenter sous forme d'îlots isolés ou de fines lamelles situées le long des lattes de bainite ou de martensite [43;44]. La morphologie en forme d'îlots serait la plus stable en favorisant une répartition plus uniforme de la déformation à proximité du grain.

Une étude portant sur un acier 13%Cr-6%Ni montre des images obtenues par MET d'austénite granulaire et aciculaire dans sa microstructure (Nakada et *al.* [45]). Selon les auteurs, la morphologie et le site de nucléation seraient dépendants de la température de revenu. L'austénite aciculaire (ou en lamelles) se serait formée le long des lattes de martensite pour des températures de revenu de 600 °C et 640 °C. Elle se serait formée aux joints de grains austénitiques primaires et aurait pris une forme granulaire pour une température de 680 °C (voir figure 1.18). Toutefois, l'étude ne fait pas de lien entre la morphologie et la stabilité mécanique. L'effet de la morphologie de l'austénite sur la stabilité mécanique de l'austénite de réversion des aciers de type 13%Cr-4%Ni est encore à étudier.

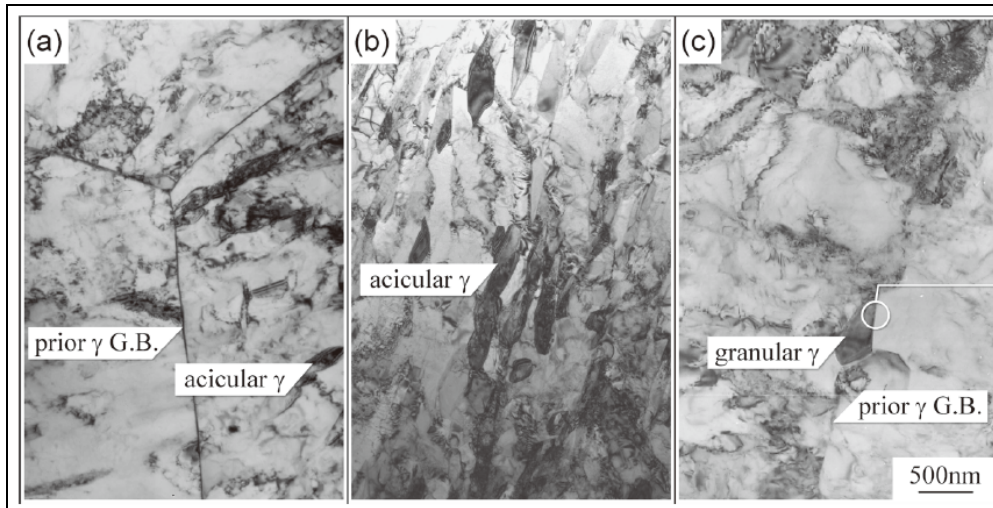


Figure 1.18 Images en MET montrant la distribution et la morphologie de l'austénite de réversion d'un acier 13%Cr-6%Ni, a) revenu à 600 °C durant 3 heures, b) revenu à 640 °C durant 0,5 heure, c) revenu à 680 °C durant 0,5 heure. (Tirée de Nakada et *al.* (2011)).

1.6 Formation de l'austénite de réversion

L'austénite de réversion peut se former le long des lattes de martensite, aux joints des blocs, aux joints des paquets ou aux anciens joints de grains austénitiques [5;19;21]. Bilmes et *al.* [5] ont vérifié l'effet que produit un simple et un double revenu sur la formation de l'austénite de réversion. Un simple revenu, effectué tout juste au-dessus de l' A_{C1} , permet de former une certaine proportion d'austénite de réversion. La microstructure finale est constituée d'austénite de réversion et de martensite revenue. Pour le double revenu, le premier revenu permet la transformation d'un assez grand volume de martensite brute de trempe (M_1 sur la figure 1.19) en austénite (γ) à cause d'éléments gammagènes de la martensite qui migrent dans l'austénite. Au refroidissement, une partie de cette austénite se retransforme en martensite (M_1). La microstructure finale est constituée de martensite revenue (T_m), de martensite fraîche (M_1) et d'austénite de réversion (γ). Le second revenu permet l'adoucissement de la martensite fraîche obtenue lors du premier revenu et la formation d'austénite entre les interfaces des lattes martensite fraîche/austénite. Comme l'austénite formée à 670 °C est thermiquement stable, l'austénite formée à 600 °C s'y ajoute. La microstructure finale est constituée de martensite revenue et d'austénite de réversion.

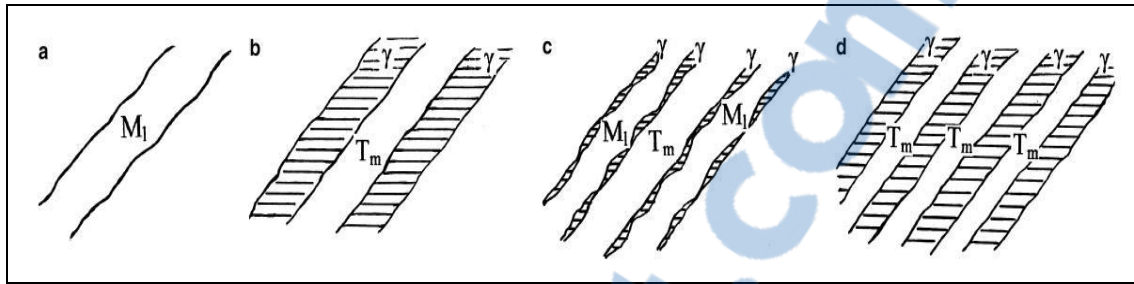


Figure 1.19 Schématisation des microstructures produites durant le ou les revenus.
a-b : simple revenu; a-c-d : double revenu (adaptée de Bilmes et *al.* (2001)).

Une autre étude de Song et *al.* [33] portant sur les aciers 13%Cr-4%Ni mentionne que la présence de carbures Cr_{23}C_6 le long des joints des paquets ou des lattes de martensite constituerait des sites favorables à la nucléation de l'austénite. La faible solubilité du Ni dans ces carbures et l'appauvrissement en Cr autour de ces carbures permettraient un enrichissement de l'austénite adjacente. Tout juste au-dessus de l' A_{C1} (environ 10 °C plus haut), de l'austénite se formerait uniquement aux joints des lattes de martensite là où se situent les carbures. À des températures plus élevées (30 °C et plus), une partie du Ni diffuserait depuis l'intérieur des lattes de martensite pour former de l'austénite là où il n'y a pas nécessairement de carbures.

Dans le même ordre d'idées, Liu et *al.* [46], qui ont étudié un acier 13%Cr-5%Ni, ont aussi observé que de l'austénite de réversion pouvait se former autant à l'intérieur qu'à l'interface des lattes de martensite. Ils mentionnent que de l'austénite résiduelle déjà présente dans l'acier peut servir de site de nucléation pour l'austénite de réversion. Nakada et *al.* [21;45], qui ont étudié l'austénite qui se forme dans un acier 13%Cr-6%Ni, précisent que l'austénite de réversion se forme également aux joints de grains primaires. Pour de basses températures de revenu (640 °C et moins), elle se forme à l'interface des lattes de martensite et prend une forme aciculaire. Pour des températures plus élevées (680 °C), elle se forme aux joints des paquets et des grains primaires et prend une forme granulaire.

1.7 La plasticité de transformation (effet TRIP)

1.7.1 Définition

L'effet TRIP, qui a été abordé à la section 1.5.2, peut être défini comme étant une transformation de phase qui est induite par déformation mécanique et qui provoque un changement de volume [47]. Les sections suivantes expliquent l'effet que provoque une déformation mécanique sur la transformation de l'austénite en martensite.

1.7.2 Transformation sous déformation mécanique

L'austénite de réversion contenue dans les aciers 13%Cr-Ni peut être thermiquement stable jusqu'à des températures atteignant celle de l'azote liquide (-196 °C) [19]. Toutefois, elle peut être suffisamment instable pour se transformer en martensite à la température ambiante sous l'effet d'une déformation mécanique. La figure 1.20 représente le diagramme d'énergie libre (G) de l'austénite et de la martensite en fonction de la température (T). Le point T_0 représente la température à laquelle l'énergie libre de l'austénite égale celle de la martensite. À cette température, l'austénite devrait se transformer en martensite, mais cette transformation ne commencera qu'au point $T = M_s$ afin que la force motrice nécessaire pour que l'austénite débute sa transformation en martensite soit atteinte. Cette force motrice ou énergie critique (ΔG), nécessaire pour permettre la transformation, est la différence des énergies libres de la martensite et de l'austénite (équation 1-3) produite entre autres par le gradient de température entre T_0 et M_s .

$$\Delta G = G_{\alpha'} - G_{\gamma} \quad (1-3)$$

où : ΔG est l'énergie critique nécessaire à la transformation

$G_{\alpha'}$ est l'énergie libre de la martensite et G_{γ} est l'énergie libre de l'austénite

Mais avant de pouvoir se transformer en martensite, l'austénite devra préalablement augmenter son énergie libre d'un ΔG^a pour amorcer la transformation. Cette hausse d'énergie

est appelée « barrière d'énergie libre d'activation » et elle correspond à la quantité d'énergie nécessaire pour que le processus s'amorce [48]. Une fois cette barrière atteinte, l'austénite abaissera son énergie libre, la transformation aura lieu et le système tendra vers l'énergie minimum. La figure 1.21 illustre l'énergie libre de l'austénite G_γ qui passe par l'état d'activation G^a avant d'atteindre l'énergie minimale G_α .

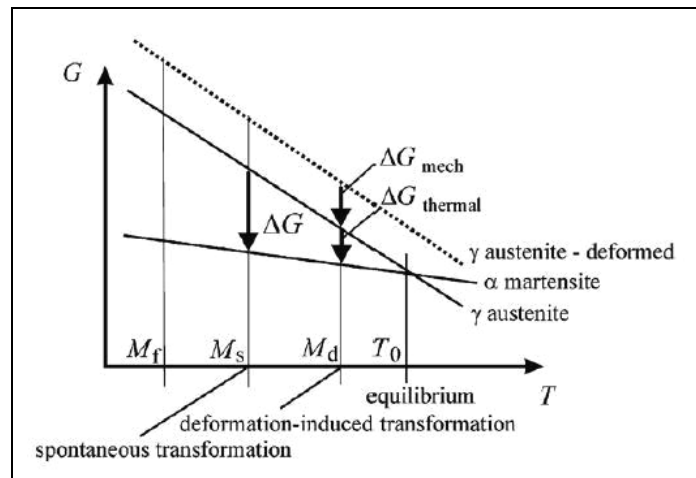


Figure 1.20 Diagramme de la transformation de l'austénite en martensite (tirée de Krupp et *al.* (2008)).

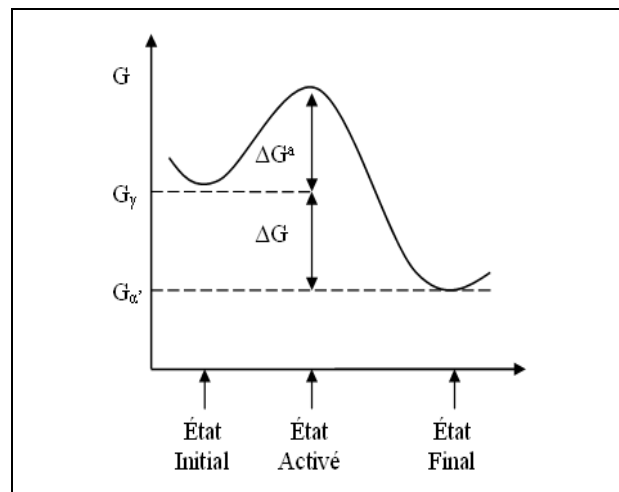


Figure 1.21 Barrière d'énergie d'activation G^a pour amorcer la transformation $\gamma \rightarrow \alpha'$ (adaptée de Porter (1992)).

Si une déformation est appliquée à $T = M_d$ (figure 1.20), l'énergie libre $\Delta G_{\text{thermal}}$ de l'austénite sera augmentée d'un ΔG_{mec} . Si la somme de ces forces motrices permet d'égaliser ou de dépasser l'énergie critique nécessaire à la transformation (ΔG sur la figure 1.20), l'austénite se transformera en martensite au-dessus de M_s à $T = M_d$.

1.7.3 Transformation sous déformation mécanique si l'austénite a été préalablement écrouie à température élevée

La section précédente a montré l'effet que produit une déformation de l'austénite qui a lieu entre les températures M_s et T_0 . Toutefois, l'effet d'une déformation préalable à haute température (au-dessus de T_0 par exemple) n'est pas explicite. L'effet d'une telle déformation a été abordée par Maalekian et Kozeschnik [49]. Les auteurs mentionnent qu'une déformation préalable de l'austénite à haute température diminue davantage sa température de transformation. En d'autres termes, une déformation à haute température permet une plastification sans transformation de l'austénite, ce qui abaisse encore plus son M_s . Pour transformer à $T = M_d$ (figure 1.20), il faudra que la déformation appliquée sur l'austénite soit plus élevée que celle qui serait normalement appliquée sur de l'austénite préalablement non déformée. Un écrouissage préalable à haute température stabiliserait l'austénite et retarderait sa transformation. Cet aspect pourrait être intéressant du point de vue gain en stabilité mécanique puisque l'effet TRIP serait en quelque sorte prolongé.

1.8 Effet de la présence d'austénite sur la propagation de fissure

Certaines études ont démontré que la transformation de l'austénite en martensite lors de la progression d'une fissure permettait d'augmenter la résistance à la propagation de certains aciers [50-52]. Par contre, cela n'a pas encore été démontré dans les aciers de type 13%Cr-4%Ni. Khan et *al.* [51] ont montré que la transformation d'une austénite plus instable contenue dans un acier inoxydable austénitique AISI 301 se produit en fatigue et qu'elle permet de diminuer la vitesse de propagation par rapport à celle d'un acier AISI 302 dont l'austénite est plus stable (figure 1.22). L'expansion volumique et la déformation produites

par la transformation de phase permettrait de ralentir la propagation, ce qui est positif. Par contre, la présence de martensite fraîche en fond de fissure accélérerait la propagation, ce qui est négatif. Ces deux effets opposés seraient toujours présents, mais la propagation de fissure serait ralentie lorsque l'effet positif domine. Bref, lorsque l'énergie en fond de fissure requise pour propager serait plus petite que l'énergie absorbée par la transformation de phase, la résistance à la propagation augmenterait; dans le cas contraire, elle diminuerait [53].

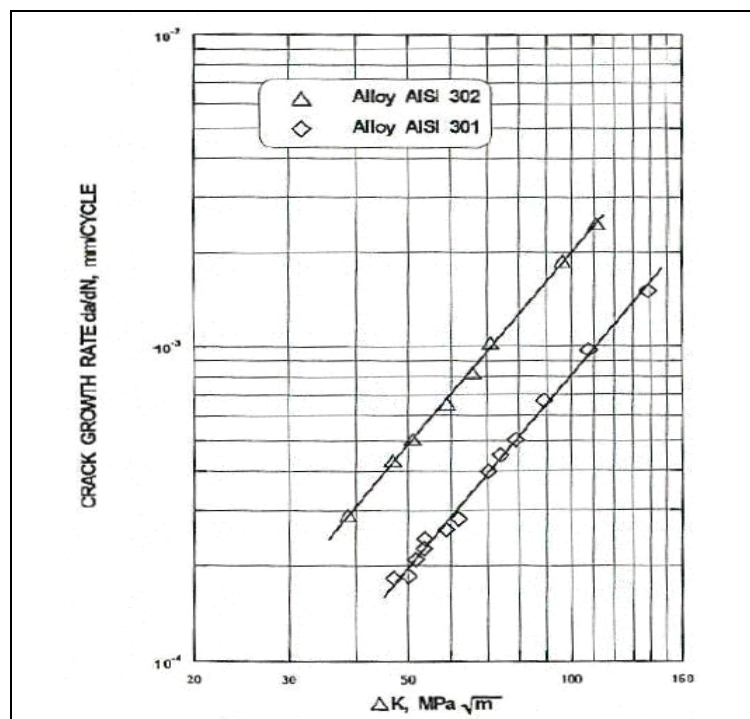


Figure 1.22 Vitesse de propagation aciers 301 et 302 à $R=0,05$ et $\sigma_{moy}=66$ MPa (tirée de Khan et al. (1996)).

Dans le même ordre d'idées, Thibault [54] a montré que l'austénite de réversion présente en fond de fissure d'aciers 13%Cr-4%Ni s'était totalement transformée en martensite lors d'essais de propagation pour des ΔK supérieurs au ΔK_{th} et près du ΔK_{th} . Il a conclu que la zone plastique en fond de fissure ne contenait plus d'austénite de réversion après environ 100 cycles. Son étude n'a toutefois pas abordé l'effet de la transformation sur le seuil ou les propriétés de l'austénite en fatigue-propagation.

1.9 Comportement de l'austénite en fatigue oligocyclique

Le comportement et la stabilité mécanique de l'austénite en fatigue oligocyclique d'aciers AISI 200, AISI 321 et UNS S41500 ont été étudiés [15;55;56]. Une augmentation du nombre de cycles a fait diminuer la fraction volumique d'austénite de réversion [15] ou fait augmenter la fraction volumique de martensite [55;56] pour atteindre une valeur asymptotique dans tous les cas. Par exemple, il a fallu 55 et 120 cycles à 1 et 2% de déformation respectivement sur un acier UNS S41500 contenant initialement 11% d'austénite de réversion (figure 1.23), pour atteindre un seuil d'environ 2% d'austénite qui ne transforme plus [15]. La rupture a aussi été atteinte à un nombre de cycles plus faible pour le niveau de déformation le plus élevé, soit 80 cycles à 2% de déformation contre 380 cycles à 1% de déformation.

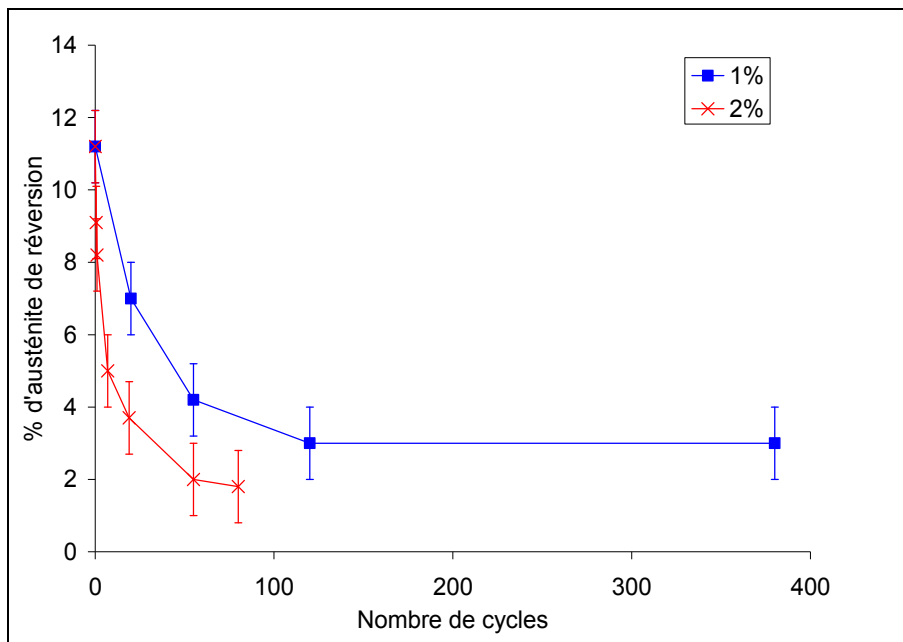


Figure 1.23 % d'austénite de réversion d'un acier 13%Cr-4%Ni versus le nombre de cycles à 1% et 2% de déformation (adaptée de Robichaud (2007)).

Les courbes de Robichaud [15] montrent que le niveau de déformation appliqué a un effet sur la stabilité mécanique de l'austénite de réversion. Elles montrent aussi qu'une plus grande

quantité d'austénite transforme par cycle durant les premiers cycles pour ensuite diminuer jusqu'à l'atteinte de la valeur seuil. L'austénite présente dans la matrice martensitique pourrait interagir différemment avec la martensite qui l'entoure et pourrait présenter différents niveaux de stabilité mécanique à cause de l'état de la martensite environnante. Ce propos reste cependant à étudier.

1.10 Retour sommaire sur l'objectif de l'étude et la revue de la littérature

L'objectif de cette étude est d'étudier l'effet d'un enrichissement en Ni d'un acier 13%Cr-4%Ni sur la stabilité mécanique de l'austénite de réversion qu'il peut contenir lorsque soumise à de la fatigue oligocyclique. Cette phase métastable, qui peut se transformer en martensite par effet TRIP, améliore la résilience et les propriétés en fatigue-propagation de certains aciers. Des essais de fatigue oligocyclique seront faits afin de mieux comprendre comment elle peut se comporter à la pointe d'une fissure qui se propage dans le matériau.

Puisque plus du tiers des turbines hydrauliques d'Hydro-Québec sont fabriquées d'acier 13%Cr-4%Ni, et que ces aciers contiennent une certaine proportion d'austénite de réversion qui se forme dans l'alliage en partie à cause du Ni, il pourrait être intéressant d'envisager l'utilisation d'acier à plus forte concentration en Ni pour, par exemple, réparer les endroits fissurés. L'effet du Ni sur l'austénite n'est cependant pas isolé car d'autres éléments peuvent aussi l'influencer, notamment : C, N, Mn et Cu. Toutefois, l'hypothèse que le Ni est l'élément le plus influent est posée à cause de sa plus grande proportion et de sa forte contribution à l'indice du Ni_{eq} par rapport aux autres éléments gammagènes.

Cette revue de la littérature a en partie traité de l'austénite de réversion contenue dans différents types d'aciers. Il s'est avéré que la composition chimique de l'austénite, sa morphologie, sa taille et la microstructure environnante étaient des facteurs connus comme pouvant influencer sa stabilité. Ces facteurs seront étudiés ou abordés dans les sections suivantes. La démarche expérimentale effectuée et les résultats obtenus à la suite des différentes analyses y sont aussi présentés.

CHAPITRE 2

DÉMARCHE EXPÉRIMENTALE

2.1 Dépôts de 410NiMo et d'un acier 13%Cr-6%Ni sur acier UNS S41500

Des dépôts multicouches de 410NiMo (13%Cr-4%Ni) et d'un acier 13%Cr-6%Ni de 2 cm d'épaisseur ont été faits sur des plaques d'acier UNS S41500 de dimensions 15,2 cm x 30,4 cm x 5,6 cm. Ces dépôts ont été effectués dans le but d'obtenir les échantillons pour les essais et analyses devant être effectués. Les dépôts ont été effectués à l'aide d'un robot Scampi selon les procédures de soudage présentées en annexe I. La figure 2.1 montre l'aspect des dépôts.

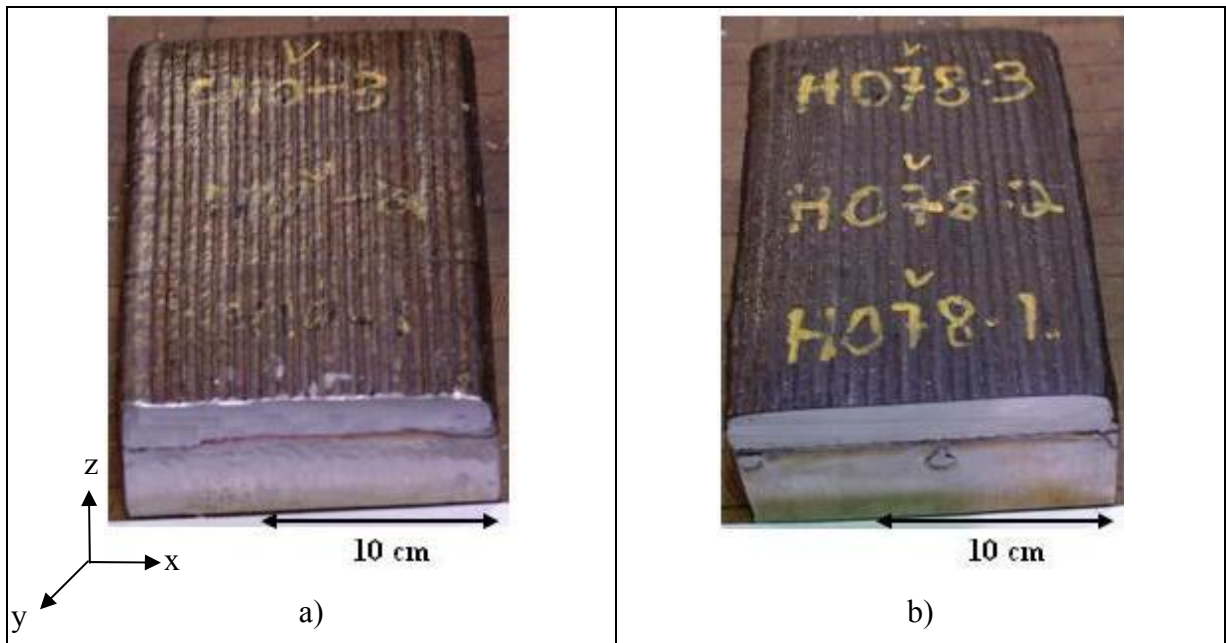


Figure 2.1 Dépôts après soudage : a) acier 13%Cr-4%Ni, b) acier 13%Cr-6%Ni.

2.2 Composition chimique des aciers

La composition chimique des alliages impliqués a été mesurée par ICP-EAS (Inductively Coupled Plasma-Emission Atomic Spectrometer) et combustion selon les normes ASTM E1479 et ASTM E1019. Les teneurs en éléments sont indiquées dans le tableau 2.1.

Tableau 2.1
Composition chimique des alliages, % massique des éléments

Acier UNS S41500														
%C	%S	%P	%Cr	%Ni	%Mn	%Si	%Mo	%Ti	%V	%Cu	%Al	%Co	%N	%O
0,03	0,001	0,013	12,58	3,78	0,68	0,41	0,59	0,01	0,06	0,08	0,01	0,03	0,031	0,005
Métal d'apport 13%Cr-4%Ni*														
%C	%S	%P	%Cr	%Ni	%Mn	%Si	%Mo	%Ti	%V	%Cu	%Al	%Co	%N	%O
0,024	0,008	0,007	12,46	4,50	0,36	0,35	0,55	0,022	0,02	0,03	0,07	ND	ND	ND
Métal d'apport 13%Cr-6%Ni*														
%C	%S	%P	%Cr	%Ni	%Mn	%Si	%Mo	%Ti	%V	%Cu	%Al	%Co	%N	%O
0,02	ND	ND	13,0	5,9	0,55	0,8	0,09	0,06	0,02	0,01	0,02	ND	0,01	ND
Dépôt 13%Cr-4%Ni														
%C	%S	%P	%Cr	%Ni	%Mn	%Si	%Mo	%Ti	%V	%Cu	%Al	%Co	%N	%O
0,018	0,009	0,007	12,6	4,62	0,39	0,43	0,61	0,03	0,02	0,05	0,01	0,01	0,020	0,045
Dépôt 13%Cr-6%Ni														
%C	%S	%P	%Cr	%Ni	%Mn	%Si	%Mo	%Ti	%V	%Cu	%Al	%Co	%N	%O
0,012	0,008	0,007	13,1	6,24	1,46	0,72	0,06	0,04	0,01	0,01	0,01	0,01	0,029	0,033

*Composition chimique spécifiée par le fabricant

2.3 Teneur en éléments gammagènes des aciers

Le tableau 2.1 montre que les deux dépôts contiennent des éléments gammagènes qui sont en proportions différentes. Tel que mentionné à la section 1.2, cela aura un effet sur la formation de l'austénite de réversion. Le tableau 2.2 présente les teneurs en éléments gammagènes des deux alliages ainsi que les résultats du Ni_{éq} avec et sans le Ni.

Tableau 2.2
Teneur en éléments gammagènes et $Ni_{\text{éq}}$ pour les deux dépôts

Dépôt	%C	%N	%Ni	%Mn	%Cu	$Ni_{\text{éq}}$ (avec Ni)	$Ni_{\text{éq}}$ (sans Ni)
13%Cr- 4%Ni	0,018	0,020	4,62	0,39	0,05	5,30	0,68
13%Cr- 6%Ni	0,012	0,029	6,24	1,46	0,01	6,99	0,75

Les $Ni_{\text{éq}}$ du tableau 2.2 montrent que le Ni aurait plus d'impact que tous les autres éléments réunis. Le poids relatif de ces derniers dans l'indice du $Ni_{\text{éq}}$ correspond à seulement 12,8% pour l'acier 13%Cr-4%Ni contre 10,8% pour le 13%Cr-6%Ni. Ce résultat permet de supposer que le Ni est l'élément le plus influent et que les autres éléments ont un effet négligeable et similaire sur les deux alliages. Il est aussi intéressant de constater que le Mn (trois fois plus présent dans l'alliage à 13%Cr-6%Ni) est cité comme un élément très fortement gammagène [34;57;58]. Il aura pourtant le même effet pour les deux alliages puisque le coefficient est constant pour $0 < Mn < 10\%$. Dans cette optique, le Ni pourrait être l'élément qui influencera le plus la formation de l'austénite de réversion.

2.4 Traitements thermiques

Les dépôts ont été chauffés à 1100 °C pour homogénéiser la microstructure et pour diminuer le plus possible l'effet des textures de soudage sur les propriétés des aciers. Des revenus à différentes températures ont été effectués pour adoucir la martensite et pour former de l'austénite de réversion. Le cycle thermique qui a été imposé aux dépôts est schématisé à la figure 2.2.

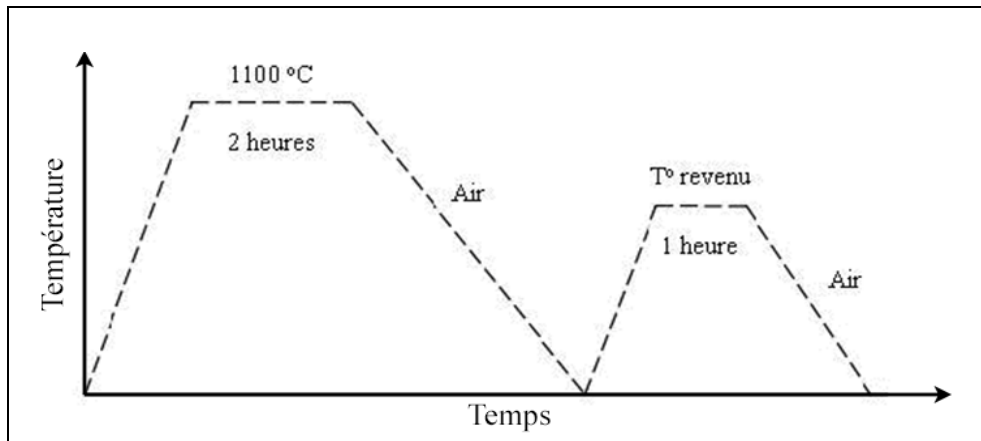


Figure 2.2 Cycle thermique imposé aux deux dépôts.

2.4.1 Austénitisation des dépôts

L'opération de soudage engendre de la ségrégation, ce qui entraîne des gradients de propriétés et des variations microstructurales au sein d'un même dépôt. De façon à homogénéiser la microstructure, une austénitisation à 1100 °C durant 2 heures a été effectuée dans un four à trempe de marque *Pyradia*. Les échantillons ont été placés dans le four lorsque ce dernier indiquait la température voulue. Les échantillons ont ensuite été refroidis à l'air ambiant et sans convection forcée. Un thermocouple avait été soudé à chacun des blocs pour vérifier la température. Après trempe, les deux dépôts ont présenté une microstructure 100% martensitique ou presque (moins de 1% d'austénite résiduelle mesurée par diffraction des rayons-x (DRX)). La taille et la morphologie des paramètres microstructuraux visibles à l'optique (joints de grains primaires, paquets et lattes de martensite) sont aussi très semblables. Les microstructures des dépôts après trempe sont présentées à la figure 2.3. Les échantillons ont été enrobés dans de la bakélite, meulés et polis à l'aide de papiers SiC (carbures de silicium) 500 et 1200 et de pâtes au diamant 6, 3 et 1 μm . Ils ont ensuite été attaqués à l'aide du réactif Kalling's durant 45 secondes. Le plan observé sur les micrographies correspond au plan perpendiculaire à l'axe y présenté à la figure 2.1.

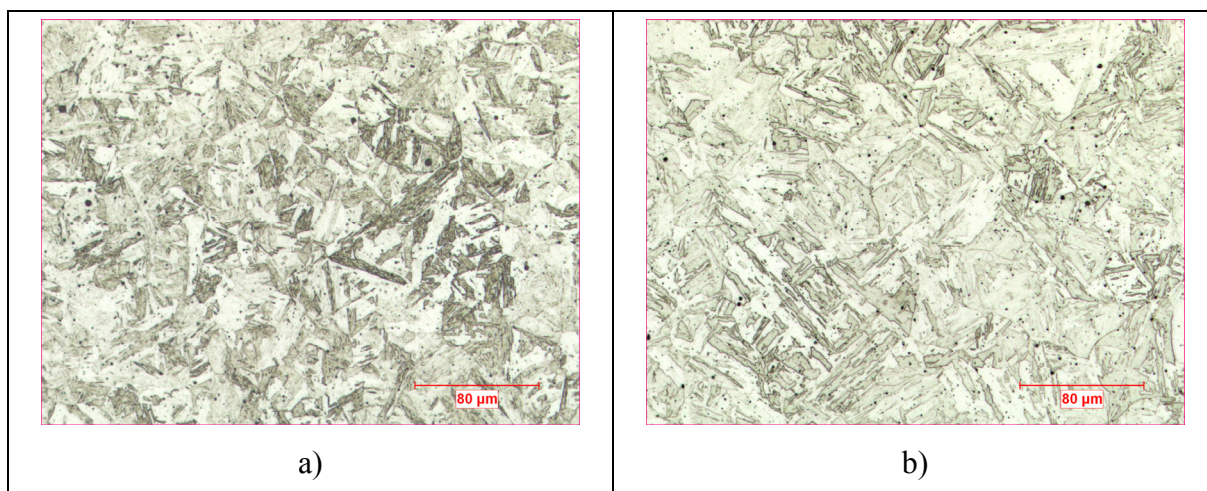


Figure 2.3 Microstructures brutes de trempe attaquées au Kalling's durant 45 sec. : a) acier 13%Cr-4%Ni, b) acier 13%Cr-6%Ni.

2.4.2 Dureté après austénitisation

Des mesures de duretés HRC ont été prises pour vérifier la dureté des deux dépôts après austénitisation. Les mesures ont été faites selon la norme ASTM E18-03. Un duromètre *Zwick ZHU250* de *Zwick/Roell* a été utilisé. Dix mesures aléatoires ont été prises par dépôt. L'erreur absolue de la mesure est ± 1 HRC. Le tableau 2.3 montre que les résultats sont très similaires et du même ordre de grandeur.

Tableau 2.3
Dureté HRC des dépôts après austénitisation à 1100 °C durant 2 heures

Dépôts	Valeur min mesurée	Valeur max mesurée	Moyenne et écart-type
13%Cr-4%Ni	32	37	34,4 \pm 1,43
13%Cr-6%Ni	33	36	33,6 \pm 0,76

2.4.3 A_{C1} et M_s des dépôts

Le A_{C1} et M_s peuvent être calculés à partir d'équations empiriques qui tiennent compte de la composition chimique ou mesurés par essai de dilatométrie. Toutefois, les valeurs obtenues par l'une ou l'autre des deux méthodes peuvent présenter des écarts importants les uns par rapport aux autres. Certaines équations ne considèrent pas les mêmes éléments et les vitesses de chauffage et de refroidissement utilisées lors d'un essai de dilatométrie influencent la cinétique de formation de l'austénite de réversion.

Dans le but de déterminer la plage des revenus à effectuer pour les deux alliages, l'équation 1-2 a été utilisée et un essai de dilatométrie a été effectué pour déterminer les A_{C1} et M_s des deux dépôts. Des réglettes de 3 mm x 3 mm x 10 mm de chacun des dépôts ont été testées à l'aide d'un appareil *TMA Q400* de *TA Instruments*. Un taux de chauffage et de refroidissement de 2 °C/min a été utilisé pour une plage de température de 25 °C à 850 °C. Les A_{C1} obtenus par TMA sont comparés aux valeurs obtenues par l'équation 1-2 et présentés dans le tableau 2.4. Ces valeurs seront comparées aux A_{C1} obtenus à partir des cloches d'austénite de la section 3.1. Les courbes de dilatométrie des deux alliages sont présentées en annexe II.

Tableau 2.4
 A_{C1} calculés, mesurés et M_s mesurés pour les deux dépôts

Dépôts	A_{C1} calculés (°C)	A_{C1} (TMA) (°C)	M_s (TMA) (°C)
13%Cr-4%Ni	602	597	284
13%Cr-6%Ni	544	547	187

2.4.4 Températures et durée des revenus

Les températures des revenus ont été sélectionnées à partir des A_{C1} mesurés et calculés, soit 10 °C sous les A_{C1} comme point de départ et à tous les +20 °C par la suite, jusqu'à ce qu'il n'y ait plus d'austénite à la température ambiante après refroidissement. Les revenus ont été effectués sur des cubes de 3,375 cm³ dans un four *Carbolite* modèle *HRF 7/22* à thermocouples en cascade. Le gradient de température interne du four est de ± 5 °C. Les échantillons ont été placés dans le four lorsque ce dernier indiquait la température voulue. Les échantillons ont ensuite été refroidis à l'air ambiant à la suite du chauffage.

Le temps total du cycle thermique est de 1,5 heure, pour un maintien à la température visée de 1 heure. Ce cycle thermique est le même qu'avait choisi Robichaud [15] lors de son étude portant sur la stabilité de l'austénite de réversion d'un acier UNS S41500.

2.4.5 Microstructures après les revenus

Après trempe, les deux dépôts ont présenté une microstructure 100% martensitique ou presque et les paramètres microstructuraux observables ont été très semblables. Après revenu, aucune différence notable n'a été détectée (les spectres DRX ont confirmé la présence d'austénite de réversion, mais cette dernière est trop petite pour être résolue en microscopie optique). La figure 2.4 présente les micrographies après revenu des deux alliages pour les conditions testées en fatigue oligocyclique. Les échantillons ont été enrobés dans de la bakélite, meulés et polis à l'aide de papiers SiC 500 et 1200 et de pâtes au diamant 6, 3 et 1 μm . Ils ont ensuite été attaqués à l'aide du réactif Kalling's durant 45 secondes. Le plan observé sur les micrographies correspond au plan perpendiculaire à l'axe y présenté à la figure 2.1.

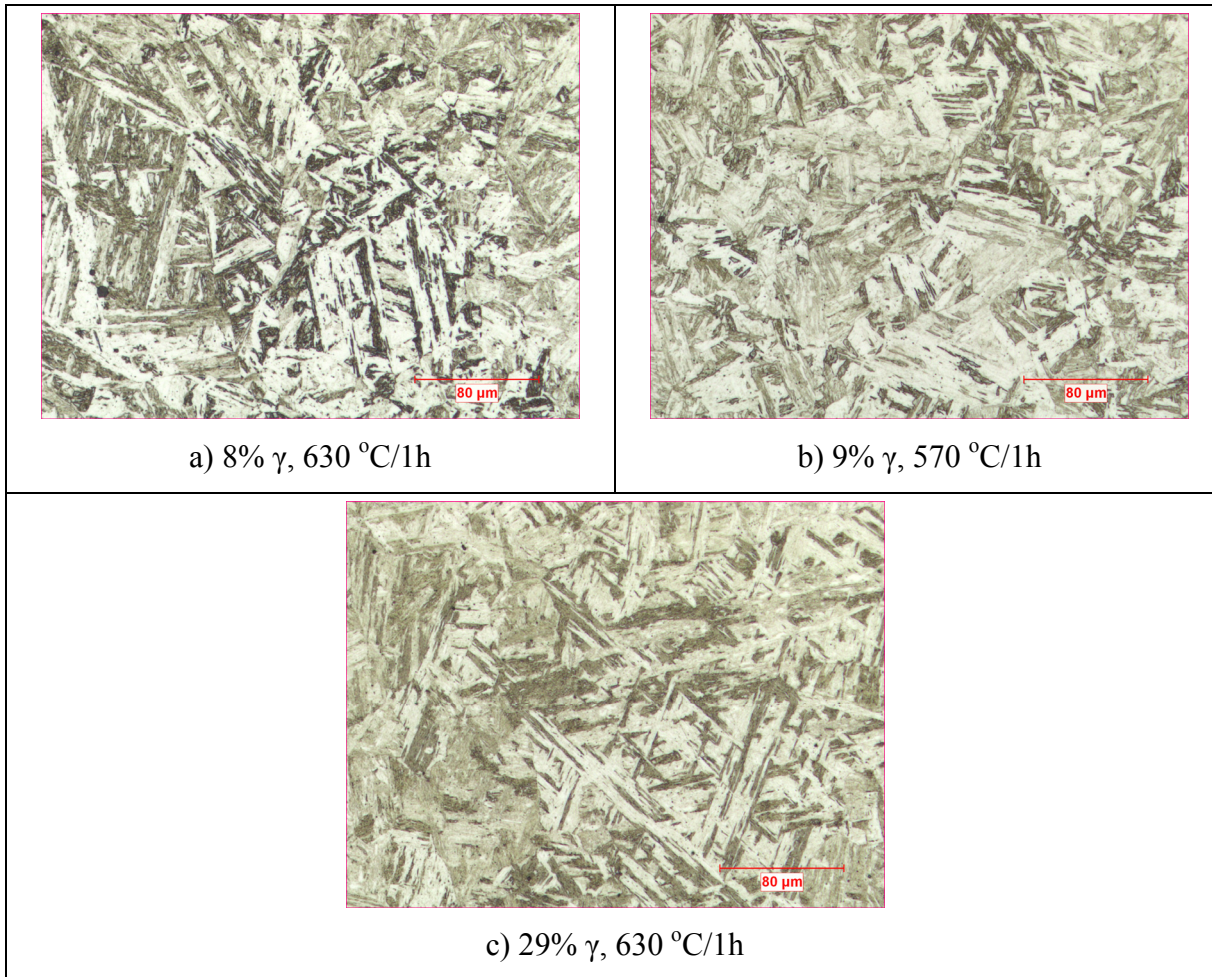


Figure 2.4 Microstructures après revenu attaquées au Kalling's durant 45 sec. : a) acier 13%Cr-4%Ni, b) et c) acier 13%Cr-6%Ni.

2.5 Préparation des échantillons pour la mesure du % d'austénite de réversion

2.5.1 Préparation des échantillons

Des échantillons de 2 mm d'épaisseur x 10 mm x 10mm ont été coupés avec une tronçonneuse *Accutom-50* de *Struers*. Un disque abrasif *40A19* de 0,5 mm d'épaisseur a été utilisé. Les surfaces ont été polies à l'aide de papier SiC 1200. Les échantillons ont été finalement immergés dans une solution 30%HCl-30%HNO₃-40%H₂O durant 10 minutes

pour dissoudre la couche de métal écroui formée lors de la préparation mécanique, permettant du même coup d'éliminer la martensite qui pourrait s'être formée en surface.

2.5.2 Mesure du % d'austénite par DRX

L'austénite de réversion a été quantifiée avant et après essais de fatigue par DRX à l'aide d'un diffractomètre *Bruker D8 Advance* selon les paramètres d'opération suivants :

- tube à rayons X de cuivre avec filtre au nickel
- tension et courant : 25 kV, 20 mA
- fente rectangulaire de 10 mm x 1 mm
- étendue du spectre d'analyse: 40 à 140° avec pas de 0,05°/4s (0,0125°2 θ /s)
- échantillon en rotation

Bien que la norme ASTM E975 [59] recommande d'utiliser une vitesse de balayage inférieure à 0,5°2 θ /min (ou 0,008°2 θ /s) pour mieux définir les pics d'austénite pour des teneurs inférieures à 5%, le pas utilisé pour la présente étude n'a posé aucun problème pour les teneurs en dessous de 5% puisque les pics étaient très bien définis. Une fois les expositions complétées, les données ont été traitées avec le logiciel *Topas* et la fraction volumique déterminée selon la méthode de Rietveld [60]. L'erreur absolue sur la mesure est d'environ $\pm 1,5\%$. Les courbes du % d'austénite en fonction de la température de revenu sont présentées à la section 3.1. Des spectres de diffraction du 13%Cr-4%Ni revenu à 630 °C et du 13%Cr-6%Ni revenu à 570 et 630 °C sont présentés en annexe IV.

2.6 Localisation de l'austénite de réversion et mesure de sa teneur en Ni

Un microscope en transmission (MET) *Hitachi H-9000 (300kV)* et un en transmission à balayage (METB) *Hitachi HD 2700 (200kV)* ont été utilisés pour les analyses microscopiques. Deux échantillons par condition ont été préparés par FIB (Focused Ion Beam) à l'aide d'un système *nanoDuet NB5000*. Des analyses par diffractions d'aire sélectionnée (DAS) ont été faites sur trois sites différents pour chacun des échantillons afin de localiser et de confirmer la présence d'austénite de réversion. Des cartographies

chimiques et des fluorescences-X ont été effectuées pour localiser et quantifier certains éléments d'alliage, dont le Ni.

Une autre méthode permettant d'observer la morphologie de l'austénite a été utilisée pour compléter et corroborer la microscopie en transmission. Un échantillon par condition a été poli électrolytiquement durant 25 secondes à l'aide d'un appareil *Lectropol-5* de *Struers* et d'une solution d'acide perchlorique à 25 °C. La tension de polissage a été fixée à 35V. Les échantillons ont ensuite été observés dans un microscope électronique à balayage (MEB) *Hitachi S-4700*.

2.7 Essais de fatigue oligocyclique

Des essais de fatigue oligocyclique ont été faits sur des éprouvettes de section circulaire dont la géométrie et les dimensions respectent la norme ASTM E606-04 (le design des éprouvettes est présenté en annexe III). L'alliage 13%Cr-4% revenu à 630 °C et l'alliage 13%Cr-6%Ni revenu à 570 °C, tous deux durant une heure et qui contiennent tous deux environ 8-9% d'austénite (comparaison % équivalents d'austénite), ont été testés jusqu'à l'atteinte d'une valeur seuil pour laquelle l'austénite ne transforme plus en martensite. On vérifie ainsi, pour une même quantité d'austénite, l'effet d'une plus grande teneur en Ni nominale sur le comportement en fatigue oligocyclique de l'austénite. Chaque essai a été répété deux fois.

Pour compléter la série précédente, des essais de fatigue sur le 13%Cr-6%Ni à 630 °C ont été effectués pour documenter l'effet d'une quantité d'austénite différente et l'effet d'une plus grande teneur en Ni nominale sur le comportement en fatigue oligocyclique. Chaque essai a été répété une fois.

Avant essais, les éprouvettes ont été meulées et polies à l'aide de papiers SiC 500 et 1200 et de pâtes au diamant 6, 3 et 1 µm. Un banc servohydraulique 100 kN et un système à métal de Wood de 100 kN tous deux de marque *Instron*® ont été utilisés. Les essais ont été faits en

contrôle de déformation à $R = -1$, sous une amplitude de déformation de 2 %. La fréquence des tests a été fixée à 0,1 Hz. Un capteur de déformation *Instron* modèle 2620-827 a été utilisé. Les couteaux de ce dernier étaient maintenus à la section réduite des éprouvettes à l'aide de colle de type époxy à prise rapide et d'élastiques. Un système d'acquisition *Vishay 6100* a été utilisé pour l'enregistrement des données à une fréquence d'acquisition de 1000 points/s. La figure 2.5 montre une éprouvette instrumentée qui est fixée au montage d'essai.

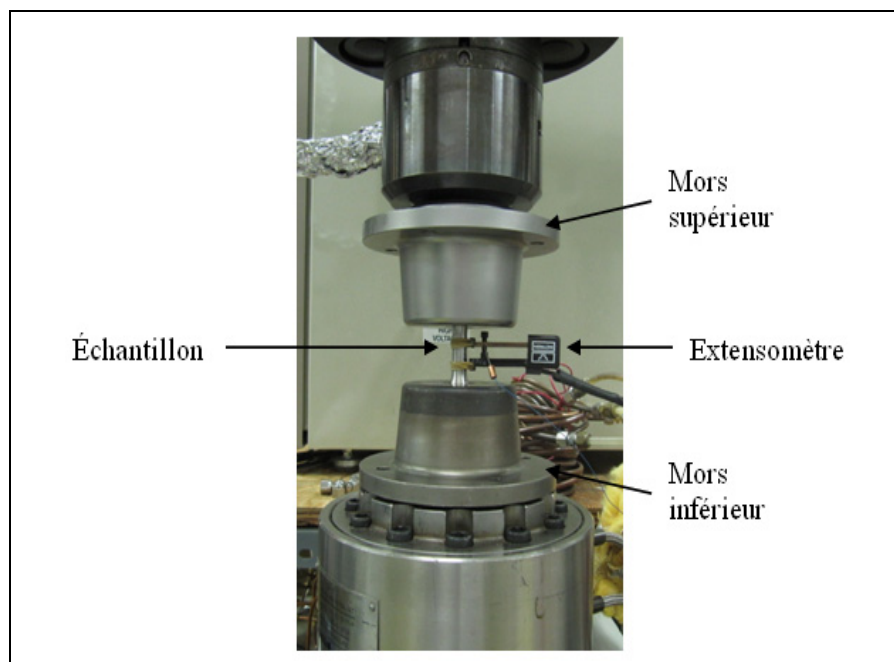


Figure 2.5 Montage utilisé pour les essais de fatigue oligocyclique.

CHAPITRE 3

PRÉSENTATION, ANALYSE DES RÉSULTATS ET DISCUSSION

3.1 Effet du % de nickel sur la température de revenu, la dureté et la quantité d'austénite de réversion à la température ambiante

La température de revenu influence la dureté de la martensite et la quantité d'austénite de réversion présente à la température ambiante. Cinq mesures de dureté HRC et trois mesures de la quantité d'austénite par DRX ont été prises sur trois échantillons revenus aux différentes températures. Les figures 3.1 et 3.2 présentent les duretés et les quantités d'austénite obtenues à la suite des revenus. Elles montrent que les courbes d'austénite prennent une forme de cloche tel qu'observé dans la littérature [13-16]. Elles montrent aussi que la dureté forme une cloche inversée tel qu'observé par certains auteurs [18;61].

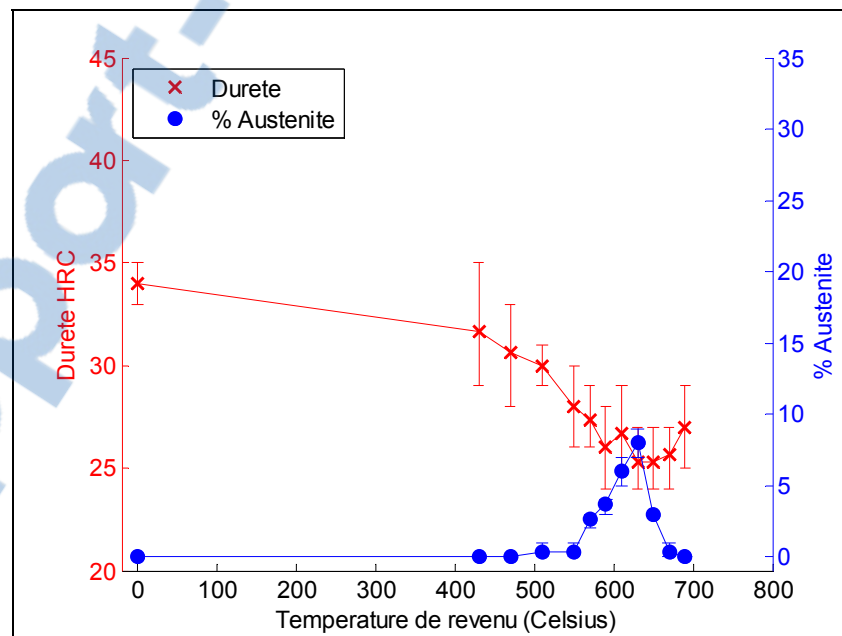


Figure 3.1 Dureté HRC et % d'austénite de réversion après une heure de maintien à la température de revenu pour l'acier 13%Cr-4%Ni. Les barres d'erreur représentent les min et max.

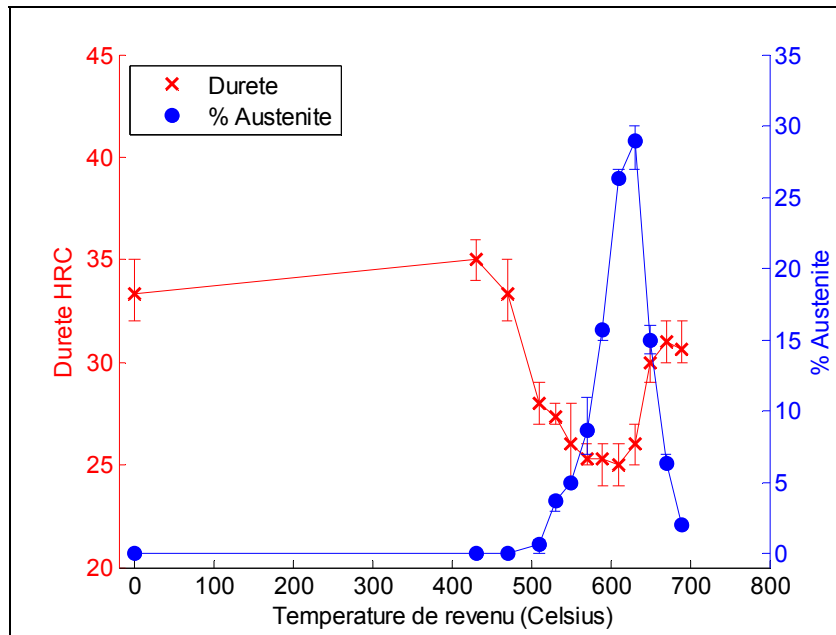


Figure 3.2 Dureté HRC et % d'austénite de réversion après une heure de maintien à la température de revenu pour l'acier 13%Cr-6%Ni. Les barres d'erreur représentent les min et max.

L'observation de ces figures permet de tirer des informations importantes au sujet des deux alliages. Premièrement, elles montrent que les A_{C1} des alliages se situent aux alentours de 550 °C pour l'acier à 4% Ni et à 510 °C pour l'acier à 6 %Ni pour un revenu d'une heure. Ces températures sont plus basses d'environ 50 et 35 °C par rapport aux A_{C1} calculés et mesurés par essai de dilatométrie (respectivement 602 et 597 °C pour le 4% Ni et 544 et 547 °C pour le 6% Ni). Puisque les formules empiriques tiennent compte uniquement de certains éléments d'addition, et que les taux de chauffage et refroidissement utilisés en dilatométrie influencent la cinétique de formation de l'austénite de réversion, il n'est pas surprenant d'obtenir de tels écarts par rapport aux valeurs des figures 3.1 et 3.2. Les A_{C1} des figures 3.1 et 3.2 portent à croire que la vitesse de chauffage des échantillons mis au four a été plus lente que le taux de 2 °C/min utilisé lors des essais de dilatométrie.

Les figures montrent aussi que l'alliage contenant 6% Ni commence à former de l'austénite à une température plus basse que l'alliage à 4% Ni (entre 510 et 530 °C contre 550 et 570 °C respectivement). Par contre, les deux aciers présentent leur maximum à 630 °C, soit 29%

pour le 6% Ni et 8% pour le 4% Ni. L'alliage à 6% Ni contient toujours plus d'austénite de part et d'autre du maximum de la cloche, et pour toute la plage de température de revenu à partir du A_{C1} . Ces résultats suivent la même tendance que ce qui a été observé dans la littérature [17;61].

Enfin, les courbes de dureté des figures 3.1 et 3.2 permettent de constater que la dureté des deux alliages est similaire mais tout de même légèrement plus élevée pour l'alliage à 6% Ni pour la plupart des températures de revenu. À première vue, la taille des joints de grains d'austénite primaire, des paquets et des lattes de martensite des deux aciers est similaire selon les observations faites au microscope optique (figure 2.4). Cette dernière n'a toutefois pas été mesurée. La légère différence ne serait donc pas causée par la taille et la morphologie de la martensite. La composition chimique des alliages est par contre significativement différente. L'acier à 6% Ni contient, mis à part le carbone et le molybdène, une plus grande quantité de tous les autres éléments (voir tableau 2.1). Une augmentation de chacun de ces éléments aurait pour conséquence de faire augmenter la dureté globale de l'alliage grâce au durcissement par solution solide et/ou par précipitation. Par exemple, pour un revenu à 430 °C, l'acier à 6% Ni montre une dureté de 35 HRC contre 33 HRC pour l'acier à 4% Ni. C'est la même tendance pour une température de 700 °C où les duretés mesurées sont de 31 et 28 HRC respectivement. De plus, l'acier à 6% Ni semble montrer une augmentation de la dureté aux alentours de 430 °C par rapport à la dureté mesurée après trempe (35 HRC versus 34 HRC). Cette augmentation de la dureté pourrait être le résultat d'un durcissement suite à la précipitation de certains types de carbures dans la matrice. Ceci a déjà été observé dans la littérature [2].

3.2 Effet de la martensite et de l'austénite sur la dureté

La température de revenu influence la dureté de la martensite et la quantité d'austénite de réversion présente à la température ambiante. La dureté de la martensite dépend surtout de sa teneur en carbone [62] et de sa température de revenu [63]. Or, la dureté de l'alliage dépend à la fois de ces deux paramètres. Une façon de vérifier la contribution de chaque phase sur la

dureté globale de l'alliage consiste à exprimer la dureté en fonction de l'inverse de la température. En posant l'hypothèse que la dureté des alliages est reliée à la diffusion des atomes, l'effet des phases sur la dureté en fonction de la température peut alors être analysé. La figure 3.3 exprime la dureté pour une plage de température allant de 430 °C à 630 °C en fonction de $1/RT$ pour les deux alliages. Une ligne pointillée verticale délimite le domaine martensitique (M) du domaine martensitique-austénitique (M+A) des deux alliages. Le domaine M de l'acier à 13%Cr-4%Ni s'étend de 430 °C à 550 °C (son A_{C1}) et celui de l'acier à 13%Cr-6%Ni de 430 °C à 510 °C (son A_{C1}). Le domaine M+A des deux aciers débute à leur A_{C1} pour se terminer à 630 °C dans les deux cas. Au-delà de cette température, il y a formation de martensite fraîche au refroidissement, ce qui n'est pas souhaitable. C'est pour cette raison que la limite de la plage de température considérée est ici 630 °C.

La figure 3.3a montre que la dureté des domaines M et M+A de l'acier à 4% Ni diminue selon la température de revenu. Les courbes de tendance des deux domaines (lignes pleines sur les figures 3.3a et 3.3b) présentent aussi des pentes différentes, ce qui permet d'émettre l'hypothèse que la présence d'austénite influence la dureté globale de l'alliage. En supposant que les mécanismes de diffusion de la martensite sont les mêmes pour toute la plage de température étudiée, il est possible d'extrapoler sa dureté dans le domaine M+A. Il suffit de prolonger la ligne pleine du domaine M au domaine M+A (ligne pointillée) et d'extrapoler pour déterminer la dureté de la martensite. Ainsi, on estime la dureté qu'aurait prise la martensite en enlevant l'effet de l'austénite. La figure 3.3a montre que la présence d'austénite dans cet acier favoriserait une diminution de la dureté par rapport à la loi suivie par la martensite pour le domaine M+A. Par exemple, à 630 °C, si l'alliage était 100% martensitique, il présenterait une dureté d'environ 26 HRC alors qu'elle est de 25 HRC pour une teneur en austénite de 8%. Ceci laisse supposer que l'austénite de réversion contenue dans cet acier serait plus molle que la martensite qui lui sert de matrice malgré la possible transformation par effet TRIP sous le pénétrateur du duromètre. Furnémont et *al.* [38] ont montré à l'aide de nanoduretés que l'austénite résiduelle contenue dans des aciers TRIP multiphasés (de composition chimique très différente de celle des aciers 13%Cr-4%Ni) était presque deux fois plus molle que la martensite qui l'entoure. Il est fort probable que leur

martensite devait être très dure par rapport à l'austénite. De plus, de telles mesures n'ont pas encore été effectuées sur des aciers de type 13%Cr-4%Ni. Dans ce cas, les résultats obtenus pourraient être très différents.

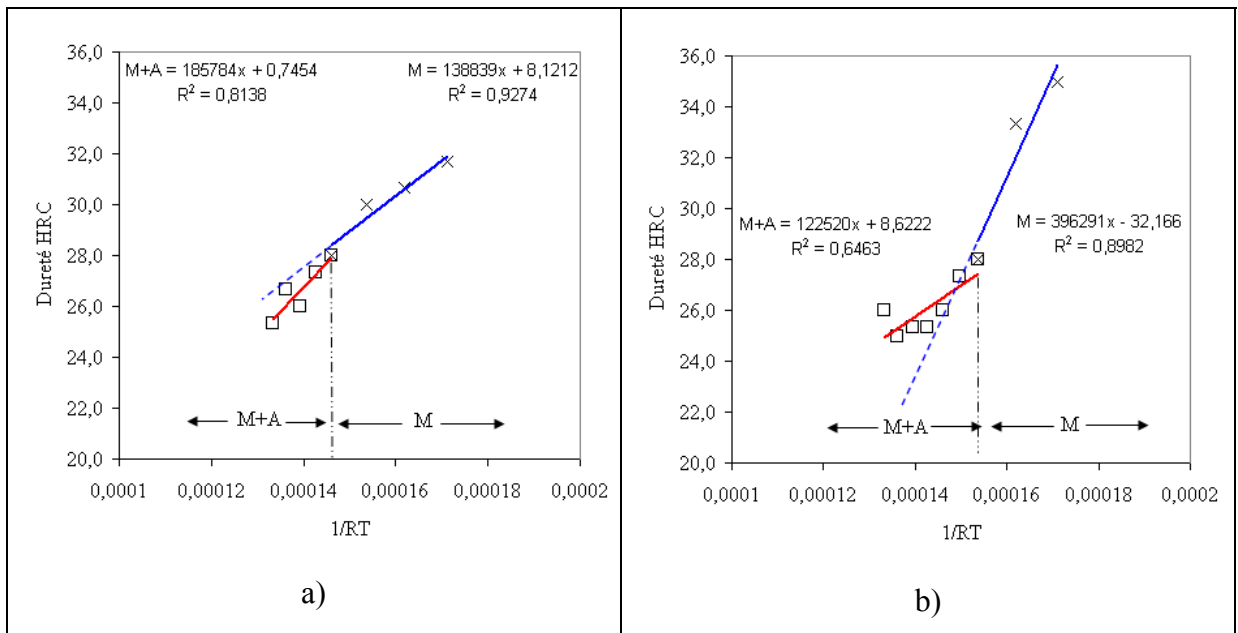


Figure 3.3 Dureté HRC selon la température de revenu pour les domaines 100% martensite (M) et martensite-austénite (M+A) : a) acier 13%Cr-4%Ni et b) acier 13%Cr-6%Ni.

Dans le même ordre d'idées, la figure 3.3b montre que la présence d'austénite dans l'acier à 13%Cr-6%Ni favoriserait une augmentation de la dureté par rapport à la loi suivie par la martensite pour le domaine M+A. Par exemple, à 630 °C, si l'alliage était 100% martensitique, il présenterait une dureté de 21 HRC alors qu'elle est en réalité de 26 HRC pour une teneur en austénite de 29%. La différence est ici plus significative. Ceci laisse supposer que l'austénite de réversion contenue dans cet acier pourrait être plus dure que la martensite qui lui sert de matrice, ou que la plus grande proportion de martensite fraîche qui peut se former par effet TRIP sous et aux alentours du pénétrateur du duromètre par rapport à l'acier 13%Cr-4%Ni lors de la prise de dureté provoque ce comportement. L'hypothèse que l'austénite pourrait être plus dure que la martensite avoisinante reste à vérifier puisque la littérature ne mentionne rien à ce sujet. Par contre, l'hypothèse d'une augmentation de la

dureté à la suite d'une transformation massive de l'austénite sous le pénétrateur par effet TRIP est plus réaliste et plausible.

Finalement, les figures 3.3a et 3.3b permettent d'observer que la martensite des deux alliages ne suit pas une même loi et que les domaines M+A présentent un comportement opposé; c'est-à-dire que l'austénite semble abaisser la dureté dans le cas du 13%Cr-4%Ni et qu'elle semble l'augmenter dans le cas du 13%Cr-6%Ni. Ce constat est particulier puisqu'en théorie les deux alliages sont régis par les mêmes mécanismes de diffusion. Il doit nécessairement y avoir un autre mécanisme qui agit pour provoquer cette différence de comportement. À priori, la martensite du domaine M de l'acier à 13%Cr-6%Ni est plus dure que celle de l'acier à 13%Cr-4%Ni. Comme mentionné auparavant, l'alliage à 13%Cr-6%Ni serait naturellement plus dur que le 13%Cr-4%Ni, mais ceci n'expliquerait pas la grande différence des pentes observées à la figure 3.3. La précipitation de certains carbures qui peut se produire dans la martensite et à diverses températures pourrait peut-être jouer un rôle. Ce phénomène pourrait peut-être expliquer en partie la différence obtenue pour les deux alliages.

3.3 Localisation de l'austénite de réversion et du Ni dans la microstructure

3.3.1 Cartographies chimiques par METB

Des cartographies chimiques du Fe, Cr et Ni ont été faites sur des échantillons pour les trois conditions testées en fatigue oligocyclique. Elles ont été faites en METB car les hautes tensions d'accélération qui peuvent être atteintes donnent de meilleurs résultats que la microscopie électronique conventionnelle. Une seule région est ici présentée, mais 3 sites pour un échantillon ont été analysés. Les tendances des résultats ont été les mêmes pour tous les sites. La figure 3.4 présente les cartographies chimiques obtenues.

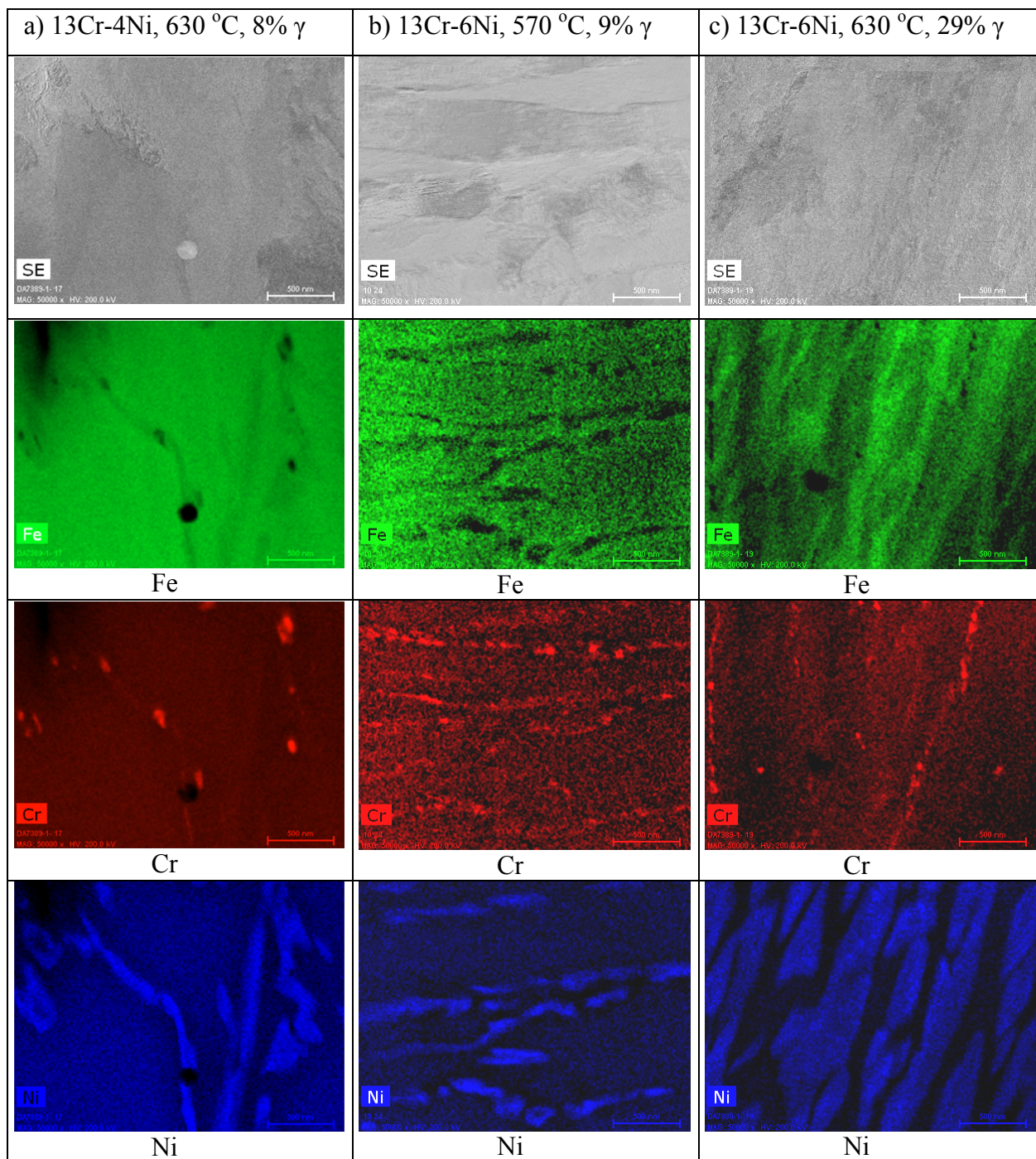


Figure 3.4 Cartographies chimiques obtenues par METB des aciers selon la température pour une heure de revenu, 50 000X.

La figure 3.4 montre la présence de bandes plus contrastées en Ni et de points plus riches en Cr pour les trois conditions. Ces bandes et ces points se situent majoritairement aux joints des

lattes de martensite et sont associées à la présence d'austénite de réversion et de carbures de Cr, ce qui appuie les résultats de la littérature qui montrent que l'austénite de réversion se logerait majoritairement à l'interface des lattes de martensite [33;45;46]. Ces endroits constitueraient des sites privilégiés pour la germination et la croissance de cette phase, notamment à cause de la présence des carbures de Cr.

Le Ni forme des bandes plus larges dans l'alliage à 13%Cr-6%Ni contenant 29 % d'austénite que dans le 13%Cr-6%Ni et le 13%Cr-4%Ni en contenant 8%. Pour accommoder autant d'austénite, il doit y avoir nécessairement une répartition du Ni différente de celle observée dans les alliages en contenant moins. Les interfaces saturés obligerait la martensite avoisinante à s'appauvrir davantage, ce qui permettrait la formation de bandes de Ni plus larges et possiblement la formation d'austénite dans les lattes de martensite.

Les cartographies chimiques ont permis de quantifier le Fe, Cr, Mn et Ni par fluorescence-X. Le tableau 3.1 présente la teneur moyenne en Fe, Cr, Mn et Ni mesurée par METB pour les zones plus riches (R) et plus pauvres (P) en Ni pour les trois conditions testées. Les régions riches sont associées à l'austénite de réversion et les régions plus pauvres à la martensite. L'erreur absolue sur la mesure est de l'ordre de $\pm 1\%$.

Tableau 3.1
Teneur en éléments mesurée par METB pour les régions riches (R) et pauvres (P) en Ni

	% γ rév.	%Fe		%Cr		%Mn		%Ni	
		R	P	R	P	R	P	R	P
13%Cr- 4%Ni (630 °C/1h)	8 \pm 1,5	76,8	82,6	13,7	12,6	0,33	0,05	8,34	3,63
13%Cr- 6%Ni (570 °C/1h)	9 \pm 1,5	75,9	77,8	12,9	13,4	1,43	1,09	7,36	5,39
13%Cr- 6%Ni (630 °C/1h)	29 \pm 1,5	75,4	82,1	12,9	12,6	1,74	0,37	8,51	3,53

Le tableau 3.1 montre que les éléments varient selon l'alliage et les régions (phases) de la microstructure. Rappelons que l'alliage 13%Cr-4%Ni contient nominale 12,6% Cr, 0,39% Mn et 4,6% Ni contre 13,1% Cr, 1,46% Mn et 6,2% Ni pour l'alliage 13%Cr-6%Ni. Selon ces mesures et tenant compte de l'erreur absolue de $\pm 1\%$, le % de Fe des régions riches en Ni est équivalent pour les trois conditions et il est équivalent pour une même température de revenu pour les régions pauvres. Le % de Cr est équivalent aux teneurs nominales, et ce, pour les trois conditions. Le % de Mn varie significativement pour l'alliage 13%Cr-6%Ni revenu à 630 °C. Le % de Ni varie significativement entre les régions riches et pauvres, et ce, pour les deux alliages, et il est équivalent pour un même revenu. La martensite de l'alliage à 6% Ni subit un appauvrissement en Ni plus important que l'alliage à 4% Ni, et ce, pour les deux températures de revenu.

La figure 3.5 présente et compare graphiquement la teneur en Ni des régions riches et pauvres des trois conditions du tableau 3.1 en ajoutant les valeurs min et max de 5 mesures comme information.

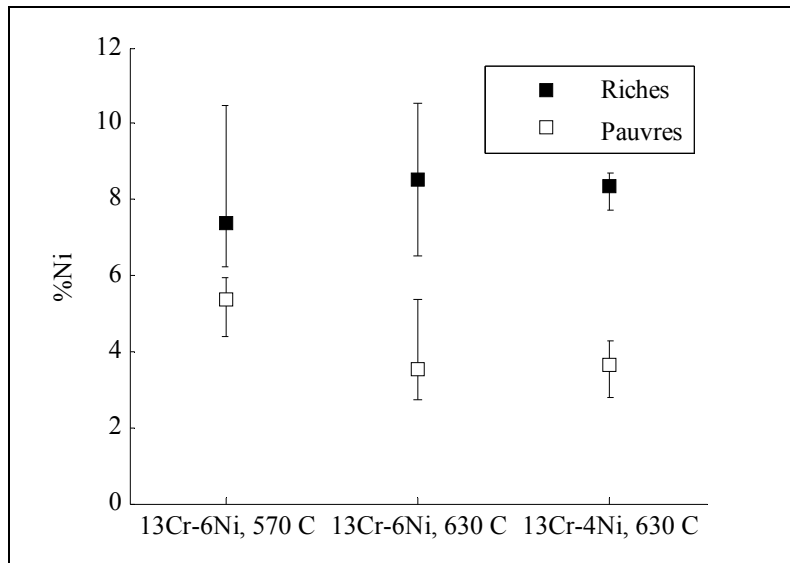


Figure 3.5 Valeurs min, max et moyennes du % de Ni de l'austénite (zones riches) et de la martensite (zones pauvres) pour les deux alliages revenus durant une heure.

La composition chimique moyenne de la martensite et de l'austénite des alliages à 6% Ni revenu à 570 °C (9% d'austénite) à 4% Ni revenu à 630 °C (8% d'austénite) est différente. Malgré une teneur nominale initiale en Ni plus élevée pour le 6% Ni, il offre une austénite moins riche en Ni. Ayant été revenu à une température plus basse, son enrichissement est moindre car la diffusion du Ni de la martensite vers l'austénite est plus lente à 570 °C qu'à 630 °C. Il est donc possible qu'à 570 °C, l'austénite de l'alliage à 6% Ni n'ait pas suffisamment de temps pour atteindre son équilibre thermodynamique. Si l'austénite n'est pas saturée en Ni, elle n'a probablement pas atteint son niveau de stabilité maximale (basé sur l'hypothèse de Song et *al.* [33], qui supposent que le Ni serait le facteur principal qui influence la stabilité de l'austénite de réversion dans ce type d'alliages). L'austénite de l'alliage à 6% Ni serait donc moins stable que celle de l'alliage à 4% Ni pour ces conditions.

Pour l'alliage à 6% Ni revenu à 570 °C (9% d'austénite) et à 630 °C (29% d'austénite), la composition chimique moyenne de l'austénite et de la martensite est très différente. L'alliage ayant été revenu à la température la plus basse présente une austénite plus pauvre en Ni que celui revenu à plus haute température. Tel qu'expliqué précédemment, à 570 °C, l'austénite a tendance à contenir moins de Ni et la martensite avoisinante en conserve une plus grande

quantité dans sa structure probablement à cause du temps de traitement court de une heure. Si la température du revenu augmente, la vitesse de diffusion du Ni augmente aussi et l'austénite peut alors contenir plus de Ni, ce qui est en contradiction avec ce qui a été observé dans la littérature [13;19]. À 630 °C, le Ni diffuse plus facilement et plus rapidement de la martensite, ce qui permettrait de former plus d'austénite. Basé sur la teneur en Ni, l'austénite de l'alliage revenu à 630 °C serait plus stable que celle de l'alliage revenu à 570 °C.

Pour l'alliage à 6% Ni revenu à 630 °C (29% d'austénite) et l'alliage à 4% Ni revenu à 630 °C (8% d'austénite), la composition chimique moyenne de l'austénite et de la martensite est sensiblement la même. La température serait donc le facteur qui régit la teneur en Ni de l'austénite, indépendamment de la teneur initiale en Ni de l'alliage. Un plus haut % initial en Ni permettrait de former plus d'austénite, mais qui n'est pas nécessairement plus riche ni plus stable chimiquement. Basé sur la teneur en Ni, l'austénite des deux alliages offrirait un niveau de stabilité similaire.

3.3.2 Localisation de l'austénite de réversion par MET

Des analyses faites au MET semblent démontrer que de l'austénite de réversion se retrouve autant à l'interface qu'à l'intérieur des lattes de martensite pour les deux aciers et les trois conditions (figures 3.6, 3.7 et 3.8). Les analyses par diffractions d'aires sélectionnées (DAS) effectuées confirment bel et bien qu'il y en a, mais n'ont pas permis de l'isoler ni de voir sa morphologie. Impossible non plus de la localiser précisément par diffraction par opposition aux cartographies METB qui permettent de la localiser chimiquement. Les régions analysées ont toujours montré la coexistence avec de la martensite ou des carbures même à de très forts grossissements (100 000X). Contrairement à certains auteurs qui la localisent et l'observent directement par MET dans des aciers de même type [33;45;64], les DAS de la présente étude portent à croire que le MET utilisé pourrait avoir joué un rôle en ne permettant pas d'isoler l'austénite de la martensite.

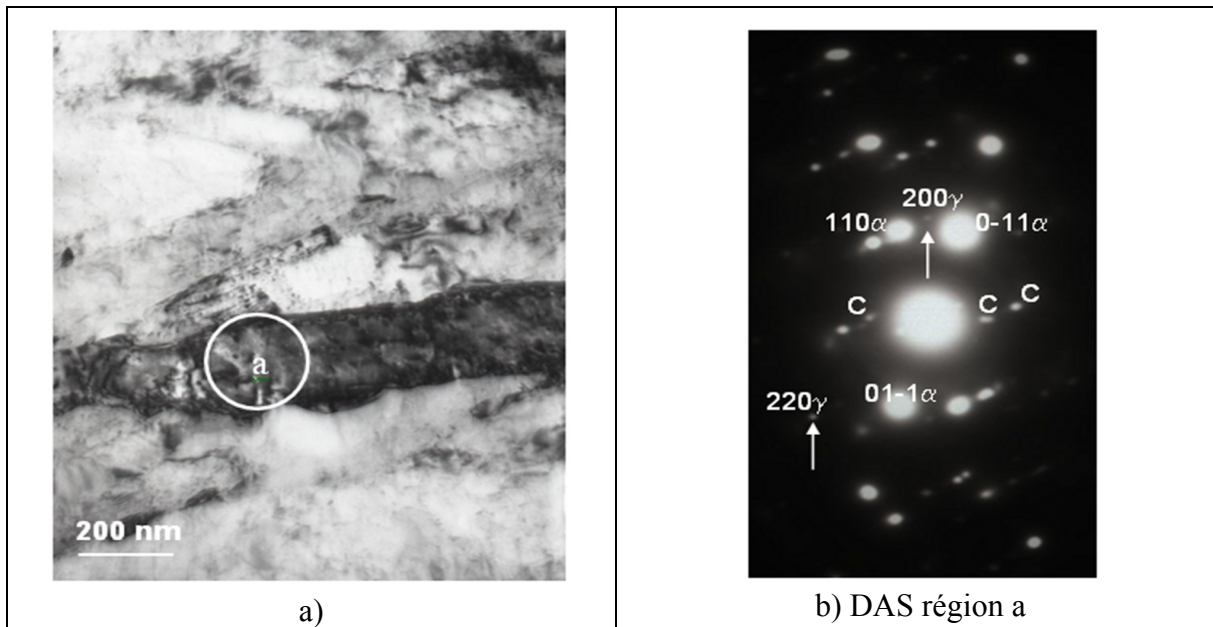


Figure 3.6 a) image en champ clair échantillon 13%Cr-4%Ni revenu à 630 °C durant 1 heure, b) DAS montrant les plans d'austénite (220) et (200) dans une lamelle fortement martensitique, axe de zone $\langle 111 \rangle$, 100 000X.

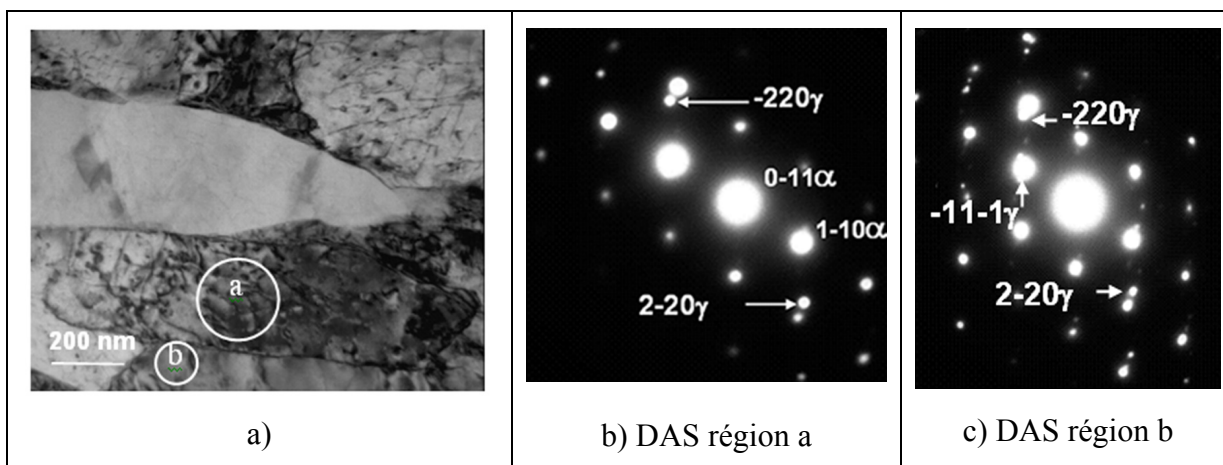


Figure 3.7 a) image en champ clair échantillon 13%Cr-6%Ni revenu 570 °C durant 1 heure, b) et c) DAS montrant les plans d'austénite (220) et (2-20) à l'interface et dans une lamelle martensitique, axe de zone $\langle 111 \rangle$, 100 000X.

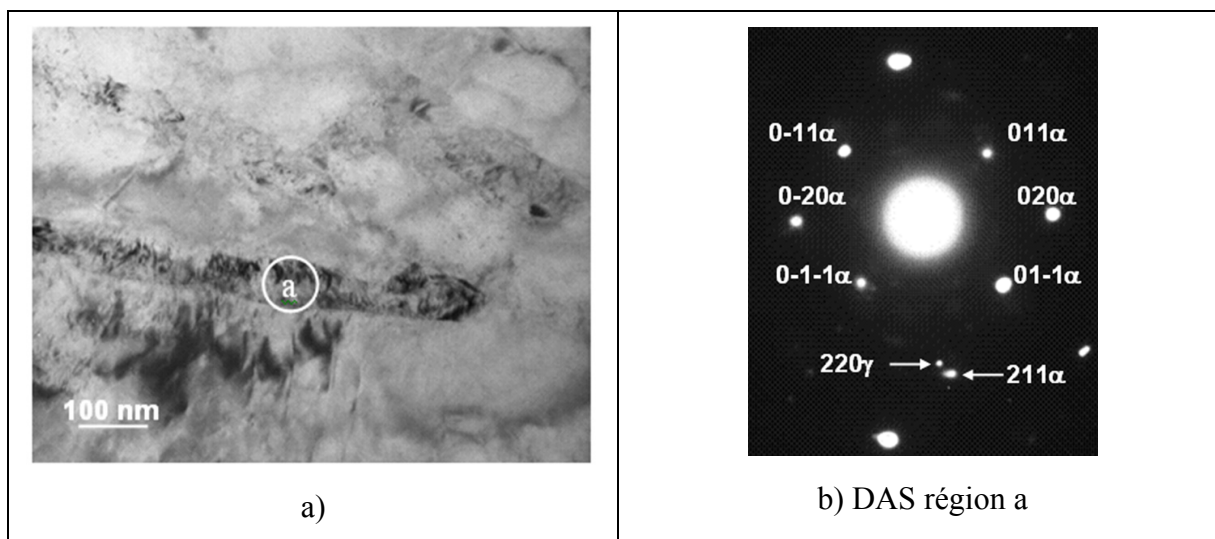


Figure 3.8 a) image en champ clair échantillon 13%Cr-6%Ni revenu à 630 °C durant 1 heure, b) DAS montrant des traces d'austénite dans une lamelle martensitique, axe de zone $\langle 111 \rangle$, 100 000X.

3.3.3 Morphologie de l'austénite de réversion observée par MEB

La microscopie en transmission n'a pas permis d'observer la morphologie de l'austénite de réversion. C'est pourquoi des analyses supplémentaires en microscopie électronique à balayage ont été effectuées. Les figures suivantes montrent certaines images qui ont été obtenues et les spectres de fluorescence-X du Ni pour les trois conditions. Elles montrent l'aspect de l'austénite de réversion à deux grossissements différents et des spectres chimiques montrant une variation de l'intensité du Ni de l'austénite et de la martensite.

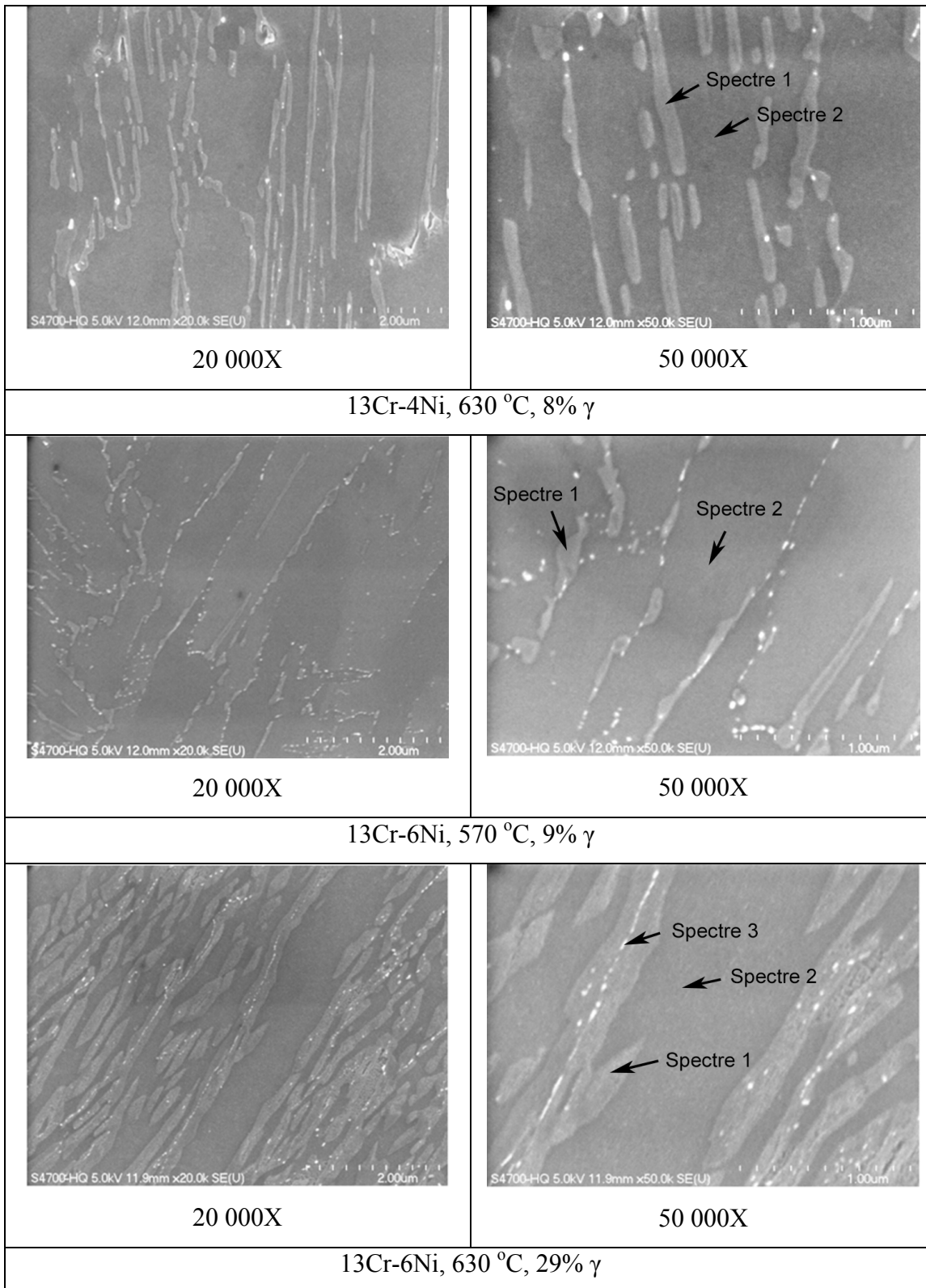


Figure 3.9 Images MEB selon la température de revenu pour une heure de maintien.

Les images MEB de la figure 3.9 sont très différentes de celles obtenues par METB car elles permettent de visualiser qu'une phase majoritairement lamellaire et plus riche en Ni (spectres 1 figure 3.10) que la matrice de martensite (spectres 2 figure 3.10) est bel et bien présente dans la microstructure. Cette phase est associée à l'austénite de réversion. Pour un même grossissement, elle est plus étroite dans l'acier à 13%Cr-6%Ni revenu à 570 °C et plus large dans celui revenu à 630 °C, la taille de celle de l'acier à 4% Ni se situant entre les deux. Ceci appuie les cartographies chimiques de Ni qui ont été effectuées par METB (figure 3.4), qui montrent que les bandes de Ni des alliages suivent la même tendance. Les images MEB sont donc en accord avec les analyses faites au METB en plus de fournir un portrait de la morphologie de l'austénite de réversion.

Les images MEB montrent aussi que l'austénite de réversion se situerait majoritairement à l'interface des lattes de martensite pour les deux alliages. Toutefois, l'alliage qui contient le % d'austénite le plus élevé (29% pour le 6% Ni revenu à 630 °C) montre que de l'austénite se situe aussi à l'intérieur des lattes de martensite.

Une phase qui ressort plus clair (en blanc) est aussi aperçue. Cette dernière pourrait être associée à des carbures, mais les analyses au MEB n'ont pas permis de confirmer. Par contre, les analyses faites au METB portent à croire qu'il s'agit de carbures. En effet, la figure 3.4 montre qu'une phase plus riche en Cr est présente dans ou à proximité des régions plus riches en Ni. Les DAS effectuées ont aussi confirmé la présence de carbures dans la microstructure. Selon les résultats de diffraction, il pourrait s'agir de carbures de type C_2Cr_3 et $Cr_{23}C_6$. Des analyses complémentaires au MET devraient être effectuées pour confirmer et pour déterminer la nature exacte des carbures observés.

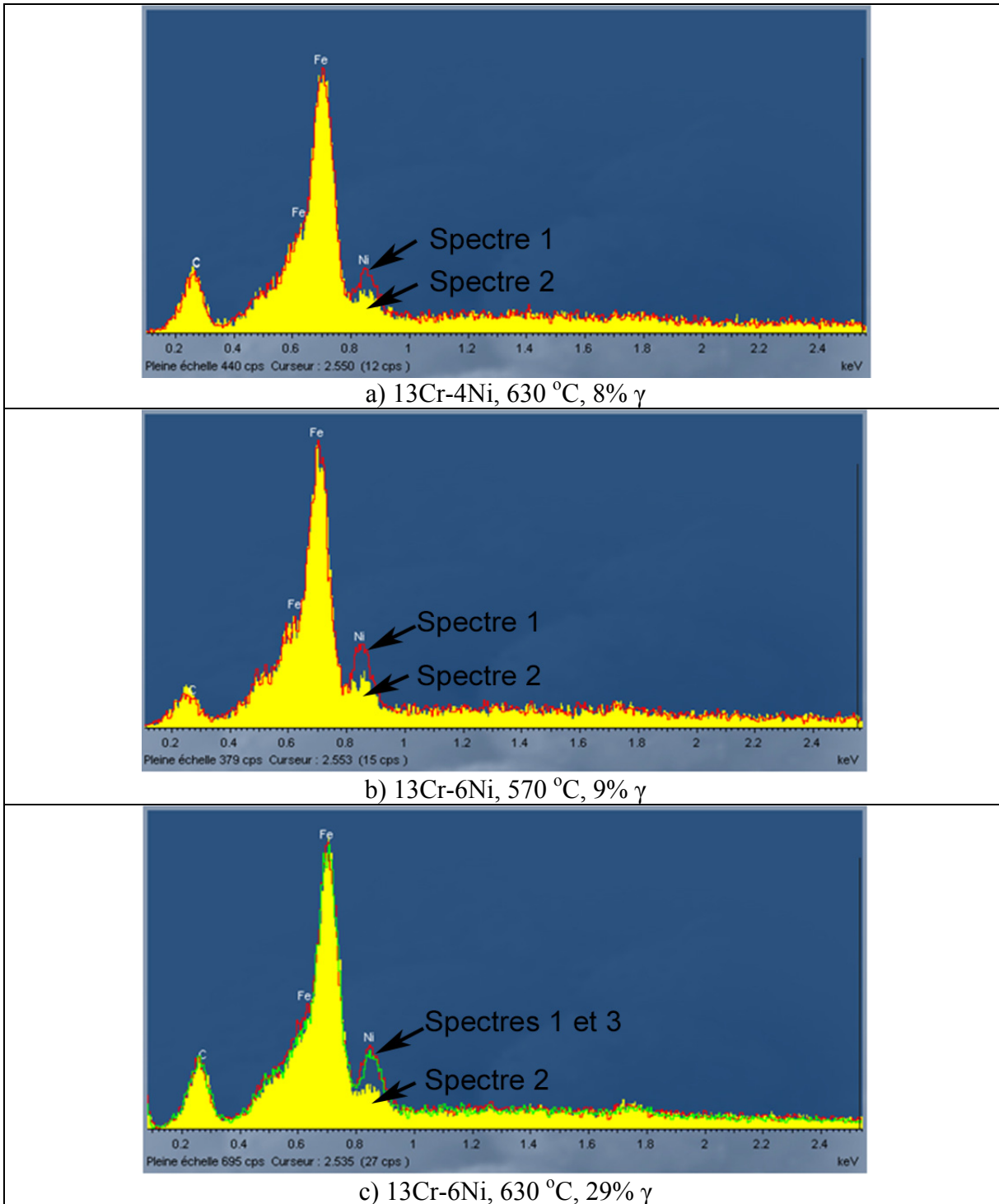


Figure 3.10 Spectres de fluorescence-X du Ni des régions pointées par des flèches à la figure 3.9.

3.4 Stabilité thermique de l'austénite de réversion

La stabilité thermique de l'austénite de réversion, en l'occurrence son M_s , peut être évaluée à partir de sa composition chimique (équation 3-1) [10]. Selon les résultats du tableau 3.1, il semble évident que les alliages dont l'austénite est plus riche en Ni seront plus stables thermiquement.

$$M_s (C) = 492 - 125C - 65,5Mn - 10Cr - 29Ni \quad (3-1)$$

L'équation 3-1 montre que tous les éléments diminuent le M_s , donc qu'ils augmentent la stabilité thermique. La même équation montre aussi que le Ni n'est pas l'élément le plus influent. Les mesures faites au STEM ont permis de quantifier Mn, Cr et Ni, mais pas le carbone. Poser l'hypothèse que le carbone est constant pour les trois conditions ou l'ignorer du calcul pourrait engendrer des erreurs importantes à cause de son fort coefficient. Ce dernier peut être calculé à partir du paramètre de maille de l'austénite (a_{γ}) selon l'équation 3-2 [65].

$$a_{\gamma} = 3,573 + 0,033C + 95 \times 10^{-4}Mn - 2 \times 10^{-4}Ni + 6 \times 10^{-4}Cr + 3,1 \times 10^{-3}Mo + 1,8 \times 10^{-3}V \quad (3-2)$$

Or, le paramètre de maille n'a pas été mesuré dans la présente étude. Il pourrait être estimé à partir de modèles ou de données expérimentales disponibles dans la littérature, mais cela pourrait engendrer une erreur importante sur le M_s . Song et *al.* [13] ont mesuré le paramètre de maille de l'austénite d'un acier 0,051C-12,34Cr-3,86Ni-0,45Mo-0,45Mn. Même si les alliages sont de même type, les compositions chimiques sont très différentes. Utiliser leurs paramètres a_{γ} impliquerait que le paramètre a_{γ} de leurs alliages et des alliages de cette étude sont jugés équivalents, ce qui n'est peut-être pas le cas. De plus, aucune correspondance de l'alliage 13%Cr-6%Ni ne peut être établie avec l'alliage 13%Cr-4%Ni.

Le M_s obtenu à partir de la composition chimique nominale ou mesuré par essai de dilatométrie ne doit pas non plus être utilisé puisque la composition chimique de l'austénite

peut être très différente de la composition chimique nominale et qu'elle varie avec la température. C'est pourquoi la stabilité thermique de l'austénite de réversion des alliages impliqués ne peut pas être déterminée quantitativement dans la présente étude. Par contre, elle pourrait être classée qualitativement grâce au % de Mn mesuré dans l'austénite pour les deux alliages puisqu'il est fort différent (0,33% pour l'alliage à 4% Ni revenu à 630 °C et 1,43 et 1,74% pour l'alliage à 6% Ni revenu à 570 °C et 630 °C, respectivement). Les équations 3-1 et 3-2 montrent que cet élément est le plus influent après le carbone. Basé sur le Mn, la stabilité thermique de l'austénite des alliages impliqués pourrait être comparée et classée de la plus stable à la moins stable comme suit : alliage à 6% Ni revenu 630 °C, alliage à 6% Ni mais revenu à 570 °C et alliage à 4% Ni revenu à 630 °C.

3.5 Effet du % de nickel sur la stabilité mécanique de l'austénite de réversion à la température ambiante

3.5.1 Évolution du % d'austénite de réversion en fonction du nombre de cycles lors des essais de fatigues oligocyclique

Les essais de fatigue oligocyclique permettent de vérifier le comportement sous déformation mécanique de l'austénite de réversion. Les courbes d'évolution du % d'austénite de réversion en fonction du nombre de cycles à 2% de déformation pour les deux alliages sont présentées à la figure 3.11.

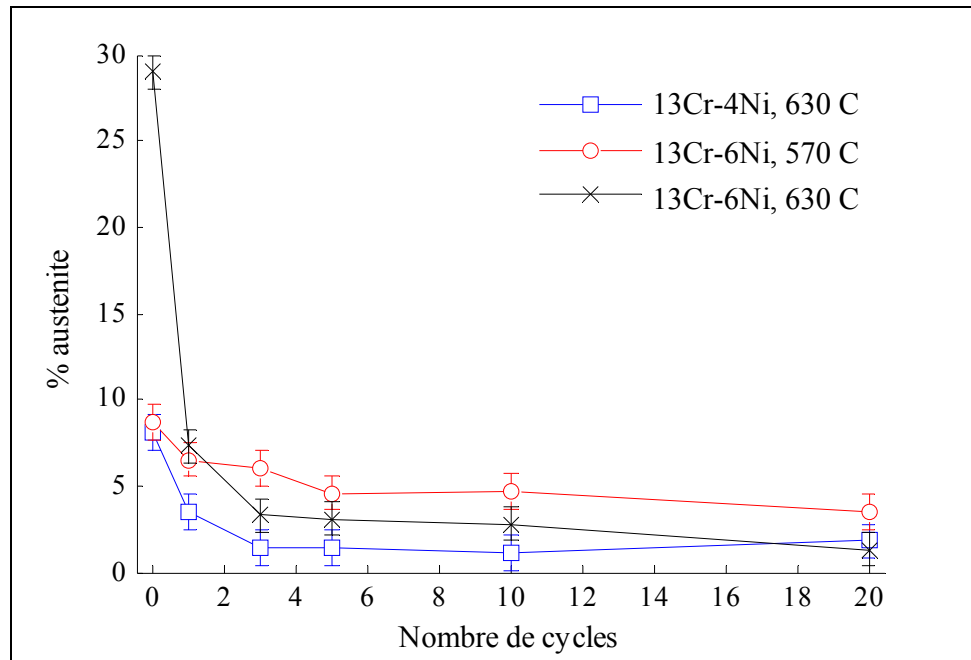


Figure 3.11 % d'austénite de réversion dans les aciers 13%Cr-4%Ni et 13%Cr-6%Ni en fonction du nombre de cycles à 2% de déformation. Les barres d'erreur représentent l'erreur absolue de la mesure de 1%.

La figure 3.11 montre que presque toute l'austénite de réversion contenue dans l'acier 13%Cr-4%Ni revenu à 630 °C transforme après 3 cycles à un taux moyen de 2,2%/cycle et qu'environ 2 % persiste dans la matrice après 20 cycles. Ceci diffère de la courbe de la figure 1.22 obtenue des travaux de Robichaud [15]. Ce dernier avait utilisé un acier UNS S41500 laminé à chaud de composition chimique 0,020 %C, 13,5% Cr, 4,6% Ni et 0,50 %Mo et contenant initialement 11% d'austénite de réversion. Son acier a présenté une plus grande stabilité mécanique en atteignant la même valeur seuil de 2% mais après 55 cycles à un taux moyen de transformation plus que dix fois plus faible à 0,17%/cycle. Malheureusement, le traitement thermique, la dureté de son acier et la composition chimique de l'austénite étant inconnus, il est donc difficile d'analyser cette différence. L'acier utilisé par Robichaud [15] a été laminé à chaud et le 13%Cr-4%Ni de la présente étude a été déposé par soudage. Le procédé de mise en forme affectant probablement la stabilité mécanique de l'austénite de réversion, ce facteur peut cependant avoir joué un rôle.

L'austénite de réversion de l'acier 13%Cr-6%Ni revenu à 570 °C met 5 cycles pour atteindre une valeur seuil d'environ 5%, ce qui équivaut à un taux moyen de 0,82%/cycle. Toutefois, une valeur seuil inférieure à 5% pourrait être obtenue avec un nombre de cycles plus élevé, ceci reste à vérifier. En revanche, l'échantillon avec un % d'austénite plus élevé à 29% met seulement 3 cycles à 8,7%/cycle pour atteindre environ 2 % pour un revenu à 630 °C. Il est donc évident que l'alliage à 6% Ni revenu à 570 °C offre une plus grande stabilité mécanique que les deux autres. Toutefois, ce résultat est particulier puisque le M_s de cette austénite pourrait être le plus élevé des trois. L'austénite contenue dans l'acier 13%Cr-6%Ni revenu à 570 °C est plus stable mécaniquement alors qu'elle serait la moins stable thermiquement (un M_s plus élevé). Plusieurs facteurs sont à considérer si on compare avec l'acier 13%Cr-4%Ni, par exemple. La quantité d'austénite des deux alliages n'est pas un facteur à considérer puisque les deux en contiennent la même proportion. La composition chimique de l'austénite ne semble pas non plus être la raison principale puisque l'alliage à 4% Ni contient plus d'éléments gammagènes. Il reste à considérer l'effet de la morphologie de la microstructure et de la dureté de la martensite avoisinante. Les métallographies optiques présentées à la figure 2.4 montrent que les martensites semblent équivalentes du point de vue taille et morphologie. Les cartographies chimiques et les images MEB des figures 3.4 et 3.9 montrent que l'austénite contenue dans l'acier 13%Cr-6%Ni revenu à 570 °C est la plus fine des deux. Puisque le taux d'austénite de ces deux échantillons est équivalent, on peut supposer que la plus petite taille des grains d'austénite de l'alliage à 6% Ni peut jouer un rôle important. De plus, la martensite du 6% Ni serait logiquement plus dure puisque revenue à 570 °C comparativement à 630 °C, ce qui n'est pas démontré à la figure 3.3. Selon cette figure, l'état de la martensite des deux alliages serait presque similaire puisque la dureté de la martensite de l'alliage à 6% Ni serait de 25 HRC contre 26 HRC pour l'acier à 4% Ni. La dureté globale des deux alliages incluant l'austénite est de 25 HRC pour les deux dépôts. Basé sur ces résultats, ce serait probablement la morphologie de l'austénite même qui serait en cause. Une austénite plus fine dans une matrice de dureté similaire aurait contribué à limiter et à ralentir sa transformation. Cette hypothèse serait en accord avec la littérature qui mentionne que de petits grains d'austénite seraient plus stables et retarderaient la transformation [24]. Dans cette optique, la taille de l'austénite serait le facteur le plus influent sur sa stabilité

mécanique, indépendamment de sa composition chimique (stabilité thermique). L'état de la martensite avoisinante (dureté) sera cependant à révérier pour les deux alliages.

Les résultats obtenus sur l'austénite plus riche en Ni de l'alliage à 6% Ni revenu à 630 °C vont dans le même sens que ce qui a été observé précédemment. Une austénite plus grossière et entourée de martensite plus molle (extrapolation de 21 HRC selon la figure 3.3) a transformé à un taux plus élevé comparativement au même acier revenu à 570 °C (8,7%/cycle contre 0,82%/cycle respectivement). La fine morphologie de l'austénite combinée à la martensite plus dure de l'acier revenu à 570 °C permettrait de retarder la transformation en plus d'en conserver une plus grande proportion qui ne transforme plus, peu importe le nombre de cycles.

Si l'on compare les alliages à 4% Ni et 6% Ni revenus à 630 °C, tous deux atteignent le seuil après 3 cycles et conservent environ 2% d'austénite dans leur matrice martensitique. Le taux de transformation pour atteindre le seuil est fort différent (2,2% et 8,7%, respectivement). Leur % d'austénite initial est aussi très différent (8% et 29%, respectivement) et elle est plus fine dans le 4% Ni. L'état de la martensite avoisinante semble équivalent du point de vue température de revenu (630 °C), mais elle pourrait être en réalité différente si on considère les duretés extrapolées de la martensite pour les deux alliages (25 HRC et 21 HRC pour le 4% Ni et 6% Ni, respectivement). Bref, la finesse de l'austénite et la martensite plus dure de l'alliage à 4% Ni seraient encore les deux facteurs régissant la stabilité de l'austénite de réversion.

3.5.2 Évolution de la contrainte maximale lors des essais de fatigue oligocyclique

Les courbes de la figure 3.11 montrent l'évolution du % d'austénite, mais ne renseignent pas sur le comportement mécanique des aciers étudiés. Par exemple, certains types d'aciers, lorsque soumis à de la fatigue oligocyclique, consolideront, alors que d'autres déconsolideront [66]. Les aciers plus mous auront tendance à durcir en premier et les aciers plus durs à ramollir. Dans le cas des aciers de la présente étude, les courbes d'hystérésis de la

contrainte en fonction de la déformation générées lors des essais de fatigue permettent de vérifier qu'il y a adoucissement ou durcissement. Les figures 3.12, 3.13 et 3.14 montrent les courbes d'hystérésis des éprouvettes #1 pour les trois conditions testées lors des essais de fatigue oligocyclique.

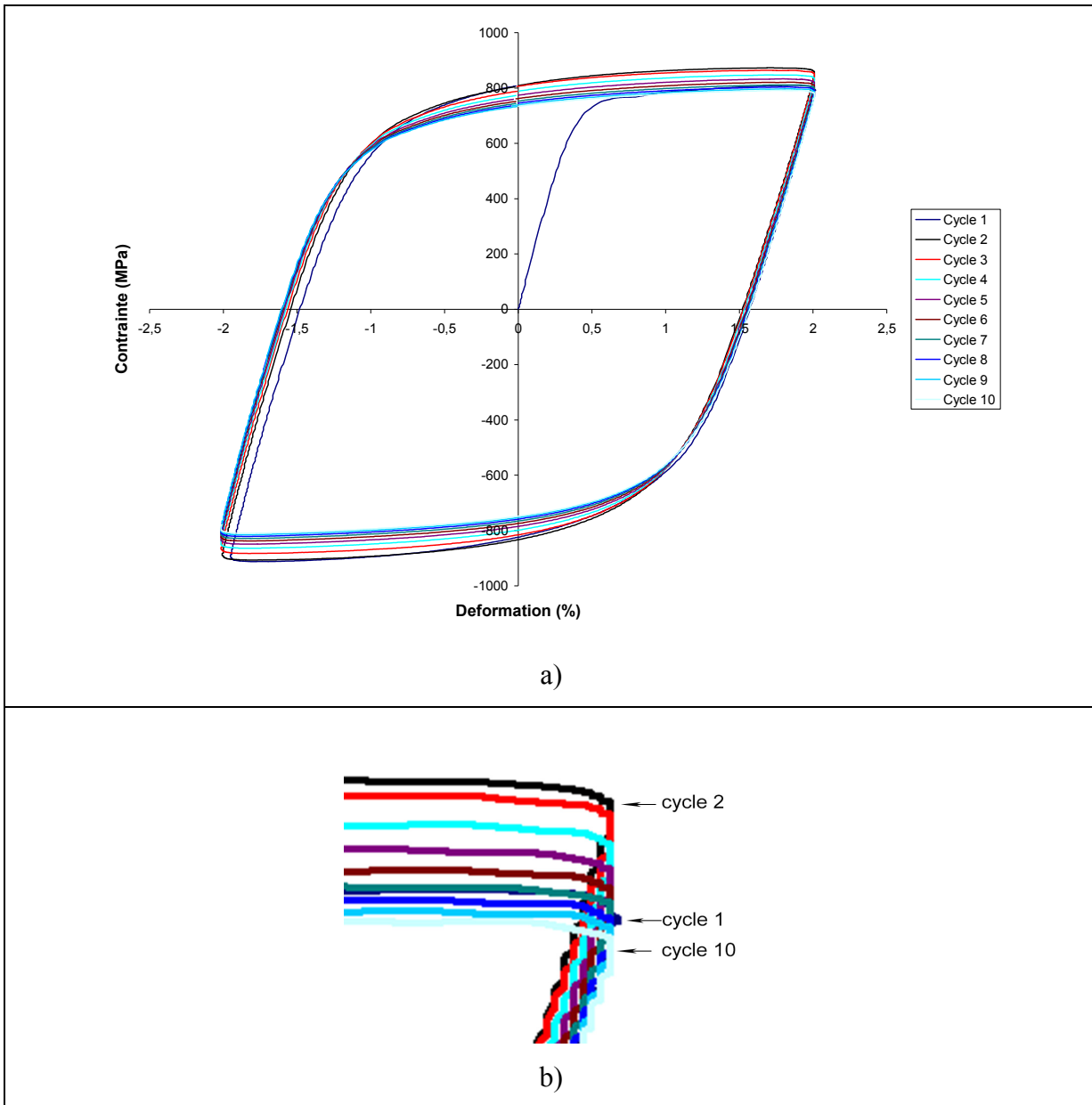


Figure 3.12 a) Hystérésis échantillon 13%Cr-4%Ni revenu à 630 °C soumis à 10 cycles, b) zoom portion supérieure droite figure a montrant une consolidation puis une déconsolidation.

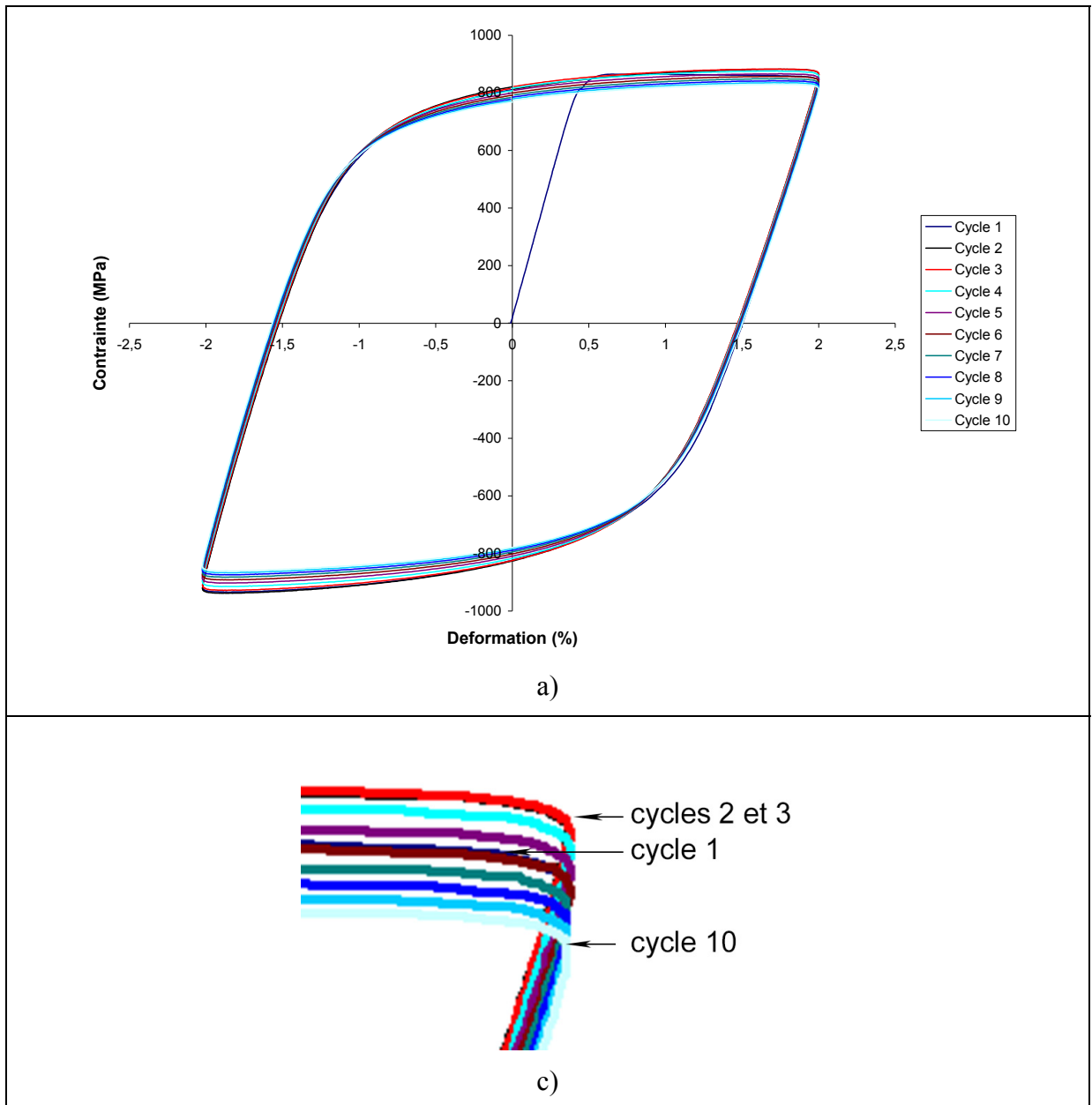


Figure 3.13 a) Hystérésis échantillon 13%Cr-6%Ni revenu à 570 °C soumis à 10 cycles, b) zoom portion supérieure droite figure a montrant une consolidation puis une déconsolidation.

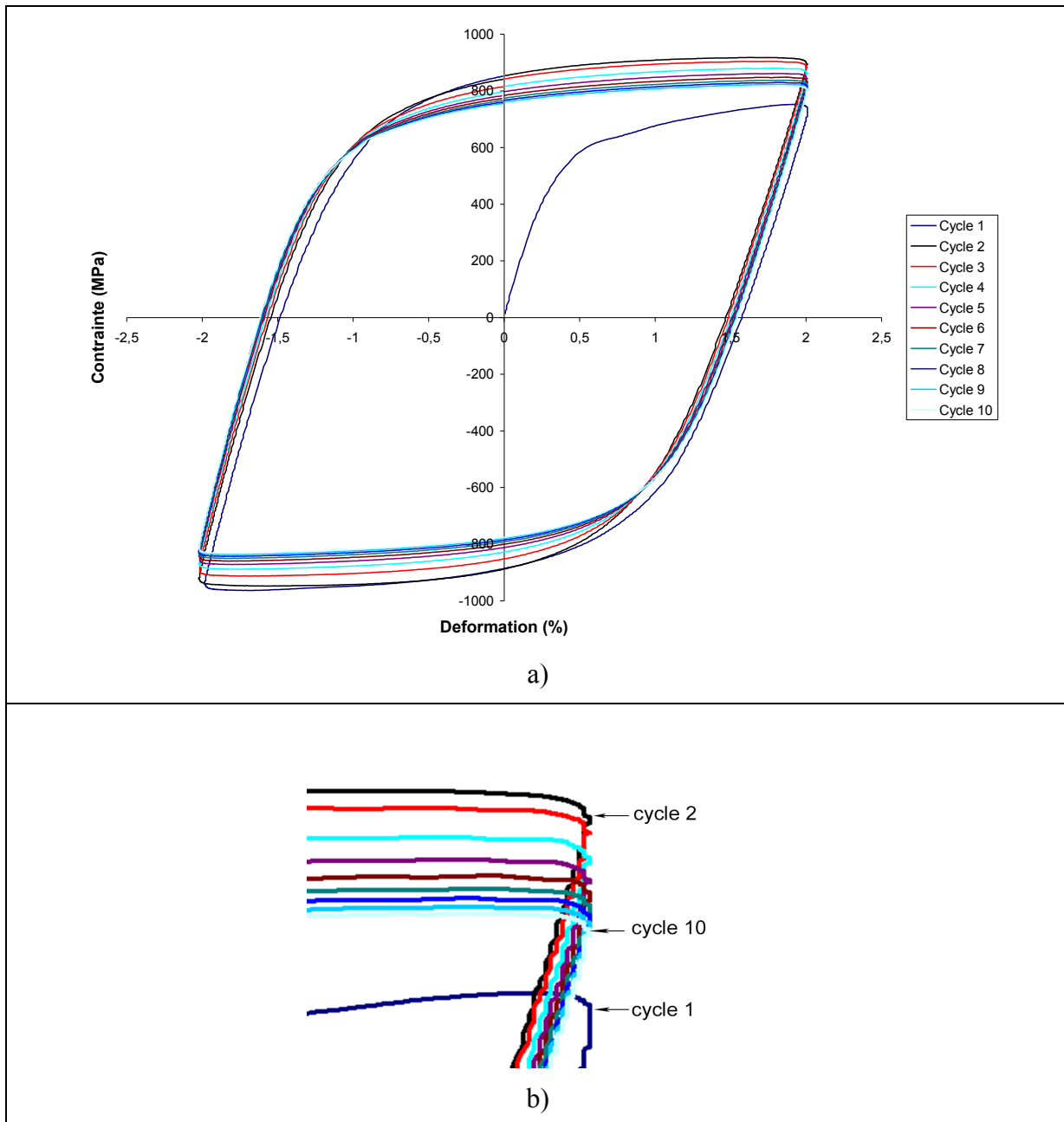


Figure 3.14 a) Hystérésis échantillon 13%Cr-6%Ni revenu à 630 °C soumis à 10 cycles, b) zoom portion supérieure droite figure a montrant une consolidation puis une déconsolidation.

Les trois figures précédentes confirment que les aciers pour les trois états métallurgiques consolident dès les premiers cycles pour ensuite s'adoucir. Cette constatation est représentée à la figure 3.15, qui montre l'évolution de la contrainte maximale pour les dix premiers cycles des échantillons de chacune des conditions étudiées. Elle permet de constater que les

trois aciers s'érouissent au deuxième cycle pour ensuite s'adoucir graduellement par la suite. L'erreur absolue sur la contrainte maximale mesurée par le banc d'essai est de moins de 2%. Les barres d'erreur ont été volontairement omises pour éviter de surcharger le graphique.

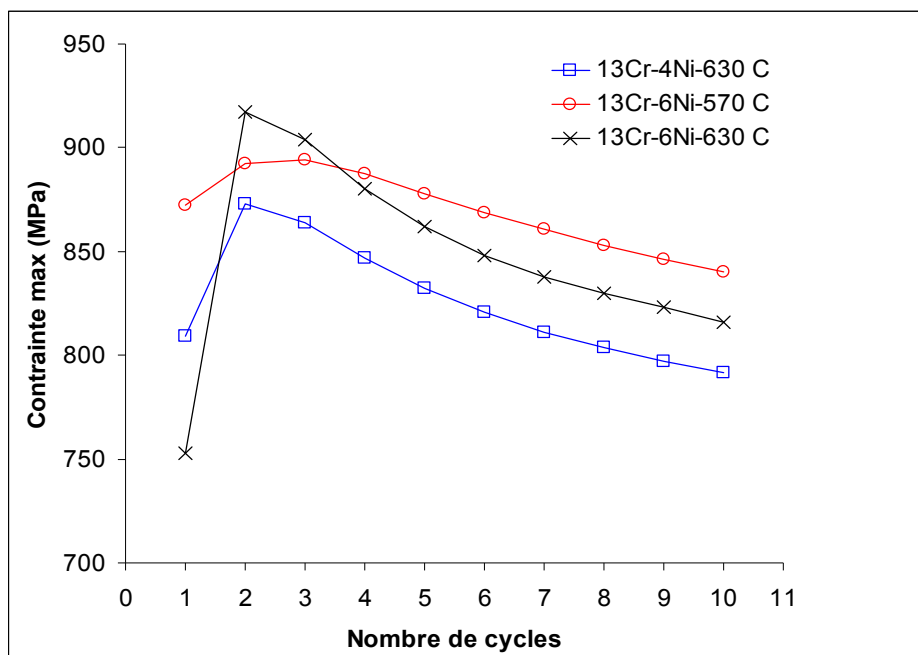


Figure 3.15 Courbes σ max versus le nombre de cycles pour les trois conditions testées en fatigue oligocyclique à 2% de déformation (le dernier chiffre de la légende correspond au numéro de l'éprouvette).

La figure 3.15 montre quelques différences notables. En effet, la contrainte maximale de l'acier 13%Cr-4%Ni revenu à 630 °C atteint 810 MPa (moyenne essai 1 et essai 2) au premier cycle, s'érouit à 873 MPa durant le second cycle et s'adoucit graduellement jusqu'au dixième cycle à une valeur de 792 MPa. L'acier 13%Cr-6%Ni revenu à 570 °C atteint 872 MPa (moyenne essai 1 et essai 2) au premier cycle, s'érouit à 893 MPa au deuxième cycle et à 894 MPa au troisième cycle pour ensuite s'adoucir graduellement jusqu'à une valeur de 840 MPa après 10 cycles. L'acier 13%Cr-6%Ni revenu à 630 °C atteint 753 MPa au premier cycle, s'érouit à 917 MPa au deuxième cycle puis s'adoucit graduellement jusqu'au dixième cycle à une valeur de 816 MPa. C'est donc l'acier avec le taux de transformation de l'austénite en martensite le plus bas (13%Cr-6%Ni revenu à

570 °C) qui présente l'écrouissage le plus faible entre le premier et le deuxième cycle (17 MPa versus 62 MPa et 164 MPa pour les aciers à 4% Ni et 6% Ni revenus à 630 °C). Ce même acier offre aussi le taux d'adoucissement moyen le plus lent, soit 7,9 MPa/cycle versus 10,6 MPa/cycle et 12,9 MPa/cycle pour les aciers à 4% Ni et 6% Ni revenus à 630 °C. Les courbes des figures 3.15 et 3.11 laissent croire que l'augmentation de la contrainte des premiers cycles est produite par la transformation de l'austénite en martensite et que l'adoucissement observé durant les cycles suivants est le résultat d'un ramollissement de la martensite.

3.5.3 Évolution de la dureté après les essais de fatigue oligocyclique

La figure 3.16 montre les mesures de dureté HRC qui ont été mesurées sur des tranches provenant des éprouvettes de fatigue en plus des % d'austénite de réversion en fonction du nombre de cycles.

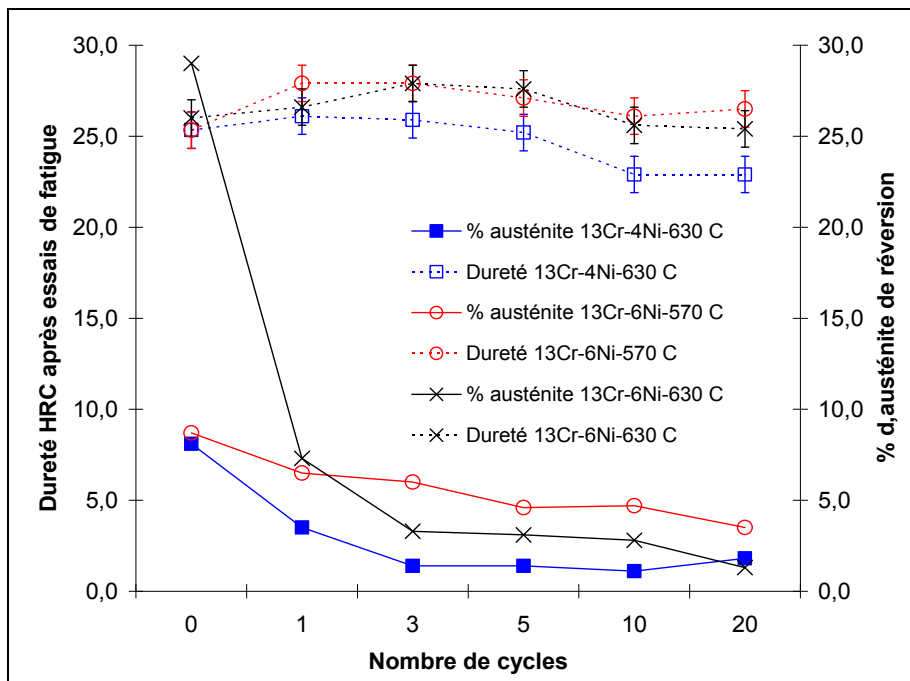


Figure 3.16 Duretés HRC et % d'austénite obtenus après les essais de fatigue à 2% de déformation. Les barres d'erreur représentent l'erreur absolue de la mesure qui est de 1 HRC.

La dureté a été mesurée à 0 cycle (état brut de revenu) et pour chaque pas de cycles effectué lors des essais de fatigue oligocyclique. À première vue, les courbes de dureté de la figure 3.16 montrent la même tendance que les courbes de la figure 3.15. Par contre, seulement les points obtenus à partir de 10 cycles et plus pour l'acier à 13%Cr-4%Ni seraient significativement différents de tous les autres points. Les deux courbes de l'acier à 13%Cr-6%Ni de la figure 3.16 présenteraient pratiquement le même comportement, ce qui s'oppose aux courbes de la figure 3.15. L'erreur de la mesure HRC même serait trop importante pour observer une différence notable de la dureté après essais de fatigue. Ceci probablement à cause de la déformation supplémentaire produite lors de l'essai de dureté qui plastifie davantage la région sous le pénétrateur.

3.5.4 Retour sommaire sur les résultats obtenus

Un ajout de Ni dans le type d'acier étudié a montré qu'une plus grande proportion d'austénite pouvait être formée et qu'elle commençait à se former à une température plus basse. Des cartographies chimiques ont révélé que le Ni s'agglomérait sous forme de bandes dont la teneur en Ni a varié pour un revenu différent du même alliage. Les analyses chimiques ont montré que l'enrichissement en Ni de l'austénite s'effectuait au détriment de l'appauvrissement en Ni de la martensite avoisinante. Des images obtenues par MEB sont venues appuyer les cartographies chimiques et ont permis d'observer la morphologie de cette austénite et de la localiser dans la microstructure. Elle s'est avérée majoritairement lamellaire et se situait autant à l'interface qu'à l'intérieur des lattes de martensite.

Les essais de fatigue oligocyclique ont montré que l'austénite se transformait en martensite dès les premiers cycles, et que le % qui transforme par cycle diminuait avec l'augmentation du nombre de cycles. L'austénite la plus instable a été celle de l'alliage dont la proportion et la morphologie étaient les plus grandes, alors que la plus stable a été celle de l'alliage qui a présenté l'austénite la plus fine et la plus pauvre en Ni. Les résultats obtenus complètent le travail de la présente étude et permettent de tirer les conclusions qui sont présentées à la section suivante.

CONCLUSION

L'effet d'un enrichissement en Ni sur la stabilité mécanique de l'austénite de réversion en fatigue oligocyclique a été étudié. De façon à mieux comprendre comment cette austénite peut se comporter à la pointe d'une fissure lorsque cette dernière se propage dans un matériau, des essais de fatigue oligocyclique ont été effectués en contrôle de déformation afin de reproduire la transformation que pourrait subir l'austénite. Deux alliages contenant respectivement 4% et 6% Ni ont été utilisés. Des revenus ont été effectués pour déterminer la fraction volumique d'austénite qui demeure dans la microstructure à la température ambiante en fonction de la température de revenu. Des analyses MET et METB ont été requises pour vérifier la composition chimique de cette austénite et aussi pour la localiser. Des essais de fatigue oligocyclique ont été faits pour comparer la stabilité mécanique de l'austénite de réversion des deux alliages pour des teneurs équivalentes en austénite mesurées par DRX, en l'occurrence 8-9%. Ce paramètre a été obtenu pour un revenu d'une heure à 630 °C pour l'alliage à 4% Ni et 570 °C pour l'alliage à 6% Ni. Des essais ont aussi été effectués sur l'alliage à 6% Ni pour le même temps de traitement et pour la température de 630 °C pour laquelle une teneur en austénite avoisinant 29% a été obtenue.

Effet du % de Ni sur la température de revenu, la dureté de l'alliage et la quantité d'austénite de réversion à la température ambiante

Les différents revenus, effectués lors de la phase expérimentale de l'étude, ont montré que les traitements à 630 °C permettaient d'atteindre le maximum d'austénite de réversion pour ces alliages. Les courbes produites montrent que l'alliage contenant 6% Ni commence à former de l'austénite à une température plus basse que l'alliage à 4% Ni (510 °C contre 550 °C). À 630 °C, elles montrent qu'un maximum de 8% et 29% est atteint pour l'alliage à 4% Ni et 6% Ni respectivement. Pour l'acier à 6% Ni, plus d'austénite de réversion est formée pour une même température et pour la majorité de l'étendue de la plage des revenus.

La dureté des deux alliages est très similaire pour une même température de revenu, quoique légèrement plus élevée pour l'acier à 13%Cr-6%Ni. Le minimum de dureté est associé au maximum d'austénite pour les deux alliages. La présence d'austénite semble faire diminuer la dureté dans le cas de l'alliage à 4% Ni alors qu'elle produit l'effet inverse dans le cas de l'alliage à 6% Ni.

Localisation et partition du Ni dans la microstructure et dans l'austénite de réversion par METB et MET

Des cartographies chimiques effectuées sur les deux alliages pour les trois conditions testées montrent que des bandes riches en Ni sont présentes dans la microstructure. Ces bandes sont associées à la présence d'austénite de réversion et se situent majoritairement entre les lattes de martensite. La largeur de ces bandes augmente lorsque la proportion d'austénite augmente ou lorsque la teneur en Ni de l'austénite est plus élevée.

Des analyses chimiques effectuées au METB confirment qu'il y a des régions plus riches et des régions plus pauvres en Ni, conformément aux cartographies chimiques. Ces régions ont été associées à l'austénite de réversion et à la martensite, respectivement. Selon cette étude, ces analyses révèlent que pour un même taux d'austénite, mais pour une teneur en Ni nominale différente, un alliage plus riche en Ni offrira une austénite moins riche en Ni à cause de la plus basse température de revenu. Pour une teneur en Ni nominale différente, mais pour une même température de revenu, une variation du taux d'austénite ne changera pas la teneur en Ni de l'austénite. Les points soulevés précédemment pourraient être vérifiés expérimentalement pour confirmer les résultats obtenus et comparés avec des résultats de simulation faits à partir de logiciels commerciaux.

Des diffractions d'aire sélectionnée (DAS) confirment la présence d'austénite de réversion, mais ne permettent pas de l'observer directement ni de voir sa taille et sa morphologie. Impossible non plus de la localiser précisément même pour de forts grossissements. Elle coexisterait toujours avec des carbures et la martensite peu importe la région analysée. Ces

DAS portent à croire que le MET utilisé pourrait avoir joué un rôle en ne permettant pas d'isoler cette austénite. L'utilisation d'un MET permettant des analyses plus localisées pourrait être envisagée et les résultats obtenus comparés aux résultats de la présente étude.

Morphologie de l'austénite de réversion observée par MEB

L'austénite de réversion a pu être directement observée par microscopie électronique à balayage. Les analyses ont révélé que cette dernière était majoritairement lamellaire pour les deux alliages et qu'elle se situait généralement à l'interface des lattes de martensite. Toutefois, l'alliage à 6% Ni contenant le plus haut % d'austénite de réversion a montré l'évidence qu'elle pouvait aussi se situer dans les lattes de martensite. Les images ont aussi montré qu'elle était la plus fine pour l'alliage à 6% Ni revenu à 570 °C et qu'elle était la plus grossière pour le même alliage mais revenu à 630 °C; ceci est en accord avec les analyses faites au microscope électronique en transmission à balayage (METB) pour lesquelles les bandes riches en Ni des alliages ont montré la même tendance. La taille de l'austénite de réversion dépendrait de la teneur en Ni nominale et de la température du revenu effectué.

Effet du % de Ni sur la stabilité mécanique de l'austénite de réversion à la température ambiante

Des essais de fatigue oligocyclique ont permis de vérifier l'effet d'un enrichissement en Ni sur la stabilité mécanique de l'austénite de réversion. Pour une quantité d'austénite équivalente (comparaison taux vs taux), mais obtenue à une température de revenu différente, l'austénite de l'alliage à 6% Ni a montré la plus grande stabilité mécanique. L'austénite plus fine qui est contenue dans sa matrice semblerait être le facteur le plus influent puisque la dureté de la martensite environnante des deux alliages a été jugée équivalente. Une austénite plus fine serait effectivement plus stable mécaniquement, ce qui retarderait l'effet TRIP.

Pour une quantité d'austénite différente (comparaison maximum vs maximum), mais obtenue à une même température de revenu, l'austénite de l'alliage dont la teneur nominale en Ni est

plus riche a montré la moins grande stabilité mécanique. La morphologie de l'austénite plus grossière associée à une martensite plus molle et en plus grande proportion permettrait de la transformer plus rapidement.

En résumé et pour la présente étude :

- La composition chimique de l'austénite aurait peu d'effet sur sa stabilité mécanique. Une austénite plus riche en éléments gammagènes serait plus stable thermiquement, mais pas mécaniquement. Le Ni pourrait participer à la stabilisation mécanique mais ne serait pas l'élément principal qui régit la stabilité mécanique de l'austénite de réversion. Une austénite plus fine et l'état de la martensite avoisinante pourraient être les éléments les plus influents.
- Pour une teneur en Ni nominale différente et pour un % d'austénite équivalent, la stabilité de l'austénite serait régie par sa taille.
- Pour une teneur en Ni nominale équivalente et pour un % d'austénite différent, la stabilité de l'austénite serait régie par sa taille, l'état de la martensite avoisinante et sa proportion.
- Pour une teneur en Ni nominale différente et pour un % d'austénite différent, la stabilité de l'austénite serait régie par sa taille, l'état de la martensite avoisinante et sa proportion.

RECOMMANDATIONS ET TRAVAUX FUTURS

Ces résultats ont montré qu'un alliage plus riche en Ni pourrait être bénéfique du point de vue stabilité mécanique de l'austénite de réversion à condition de faire un revenu adéquat pour former une austénite plus fine et dans une martensite plus dure. Pour améliorer sa stabilité mécanique, les paramètres microstructuraux tels que la taille de l'austénite, sa morphologie et la dureté de la martensite avoisinante des alliages impliqués doivent être contrôlés. Des analyses supplémentaires et à différents revenus pourraient être faites pour confirmer les résultats de la présente étude et pour trouver le meilleur compromis.

La teneur en manganèse de l'alliage à 6 %Ni nominale étant à plus de 1,7%, les résultats obtenus peuvent avoir été influencés. Cet élément qui est aussi reconnu comme un élément fortement gammagène peut avoir contribué à obtenir cette forte proportion d'austénite de réversion. Dans cette optique, l'effet du Mn devrait être étudié.

Il pourrait être intéressant d'étudier plus en profondeur le double revenu. Le premier revenu fait à plus haute température pourrait former de l'austénite granulaire qui pourrait présenter une stabilité supérieure à l'austénite lamellaire formée par le deuxième revenu. Cette austénite se situerait aux anciens joints de grains austénitiques. Toute combinaison de températures qui permettrait de former une austénite granulaire et une austénite fine en lamelle adjacentes à de la martensite fraîche dans une matrice de martensite revenue mais suffisamment dure pourrait contribuer à ralentir l'effet TRIP. Cela est toutefois à vérifier expérimentalement.

La taille des grains de martensite a été jugée équivalente à partir de micrographies optiques. Puisque la microstructure environnante semble jouer un rôle important, il serait intéressant de vérifier la taille des joints de grains, des blocs, des paquets et des lattes de martensite de la microstructure. La diffraction d'électrons rétrodiffusés (EBSD) pourrait s'avérer un outil intéressant. Pour le moment, la méthode est en développement et reste encore à être améliorée.

L'effet de l'austénite et de la martensite sur la dureté n'est pas clair. La présence d'austénite semble faire diminuer la dureté dans le cas de l'alliage à 4% Ni alors qu'elle produit l'effet inverse dans le cas de l'alliage à 6% Ni. Dans cette optique, une validation expérimentale à partir de nouveaux échantillons devrait être effectuée.

La stabilité thermique de l'austénite de réversion n'a pas été quantifiée dans la présente étude. A priori, même si elle semble indépendante de la stabilité mécanique, il serait intéressant de la quantifier. Une façon serait de mesurer son paramètre de maille par diffraction des neutrons ou de pouvoir mesurer son % de carbone. Des essais pourraient être faits à différentes températures pour monter son évolution. Par le fait même, les paramètres de maille a et c de la martensite pourraient être aussi connus et renseigneraient sur l'état de la martensite avoisinante. Quelques échantillons qui ont été déformés lors des essais de fatigue pourraient aussi être utilisés. La martensite formée par effet TRIP pourrait par exemple être comparée à de la martensite formée lors d'une trempe.

L'austénite après essais de fatigue oligocyclique a été quantifiée mais pas observée. À partir des échantillons soumis aux différents nombres de cycles, il serait intéressant de vérifier par MEB si la morphologie a changé. Mieux encore, il serait encore plus intéressant de déformer l'austénite directement dans un MEB et d'observer son comportement.

La présence de carbures et d'oxydes à l'intérieur de la microstructure a été constatée. Toutefois, leur effet sur la stabilité mécanique de l'austénite de réversion n'a pas été étudié. Dans cette optique, la nature de ces carbures et oxydes devrait être déterminée et leur effet sur la stabilité mécanique approfondie.

Aucune conclusion ne peut être tirée en ce qui concerne les propriétés à l'impact, l'effet sur le seuil et la propagation de fissures. Pour donner suite à ces travaux, des essais d'impact Charpy et de fatigue-propagation pourraient être faits. Ces essais permettraient d'étudier la contribution de l'austénite et de la martensite sur l'énergie à l'impact absorbée, ainsi que sur le seuil et la vitesse de propagation d'une fissure.

ANNEXE I

Procédures de soudage



Hydro Québec		Procédure de soudage									
Application spécifique											
Dépôt de 3/4" d'épais du fil CPG 410 Ni-Mo Plaque 10" 7/8 x 6" x 2" 7/16											
Matériau de base		Métal d'apport				Classification de l'électrode					
Acier au carbone	<input type="checkbox"/>	E48018	<input type="checkbox"/>	ER480S-6	<input type="checkbox"/>	Fil solide	<input type="checkbox"/>	AWS E410NiMo-T1-1/4			
Ac. inox. martensitique	<input checked="" type="checkbox"/>	410NiMo	<input checked="" type="checkbox"/>	Cavitec	<input type="checkbox"/>	Fil fourré	<input checked="" type="checkbox"/>	ASME/SFA 5.22			
Ac. inox. austénitique	<input type="checkbox"/>	EC309L	<input type="checkbox"/>	E308L	<input type="checkbox"/>	Fil fourré métallique	<input type="checkbox"/>	AWS A5.22			
Autre :	<input type="checkbox"/>	Autre : DO-23		<input type="checkbox"/>		Électrode enrobée	<input type="checkbox"/>				
Procédé de soudage		Protection gazeuse		Galet d'entraînement		Position de soudage					
manuel	<input type="checkbox"/>	SMAW	<input type="checkbox"/>	Argon -2% O2	<input type="checkbox"/>	En U	<input type="checkbox"/>	1G	<input type="checkbox"/>	3G	<input type="checkbox"/>
semi-auto	<input type="checkbox"/>	GMAW	<input type="checkbox"/>	Argon -15% CO2	<input type="checkbox"/>	En V	<input checked="" type="checkbox"/>	2G	<input type="checkbox"/>	4G	<input type="checkbox"/>
robotisé	<input checked="" type="checkbox"/>	FCAW	<input checked="" type="checkbox"/>	Argon -25% CO2	<input checked="" type="checkbox"/>	Plat	<input type="checkbox"/>	Toutes positions		<input type="checkbox"/>	
		MCAW	<input type="checkbox"/>	Autre :		Autre:		Autre: rechargement			
Pénétration complète		<input type="checkbox"/>	Contrôle de qualité:		Visuel	Préchauffage min.:		100 °C			
Pénétration partielle		<input type="checkbox"/>			PT	Température Interpasse Max :		160 °C			
Avant soudage						Après soudage					
											
Électrode à souder	No des Passes	Diamètre du fil (mm)	Courant (A)	Tension (V)	Vitesse fil (mm/s)	Vitesse de soudage (mm/s)	Longueur terminale (mm)	Énergie linéaire (J/mm)	Angle de la torche (degrés)		
CPG 410 Ni-Mo	5 couches de 22 Passes	1,58	333	31,1	165,3	8	19,12	1264	6° (en tirant)		
Remarque :											
L'angle pour les cordons sur le bord de la plaque est de 15° vers l'intérieur (Passe 1 et 22 de chaque couche)											
La vitesse fut ajustée en fonction du dépôt entre 8,2 et 10,2 mm/s.											
Date	Revisé	Préparé par STM-IREQ				Approuvé par DMESB					
		Nom	Signature			Nom	Signature				
11-07-04		Vincent Desaulniers				N/A					

Figure A 1 Procédure de soudage pour acier 13%Cr-4%Ni.




 Hydro Québec		Procédure de soudage									
Application spécifique Dépôt de 3/4" d'épais du fil ESAB LTT H078 Plaque base 415 : 10" 7/8 x 6" x 2" 7/16											
Matériau de base			Métal d'apport				Classification de l'électrode				
Acier au carbone	<input type="checkbox"/>	E48018	<input type="checkbox"/>	ER480S-6	<input type="checkbox"/>	Fil solide	<input type="checkbox"/>	ESAB LTT H078			
Ac. inox. martensitique	<input checked="" type="checkbox"/>	410NiMo	<input checked="" type="checkbox"/>	Cavitec	<input type="checkbox"/>	Fil fourré	<input type="checkbox"/>				
Ac. inox. austénitique	<input type="checkbox"/>	EC309L	<input type="checkbox"/>	E308L	<input type="checkbox"/>	Fil fourré métallique	<input checked="" type="checkbox"/>				
Autre :	<input type="checkbox"/>	Autre : DO-23	<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>	Électrode enrobée	<input type="checkbox"/>				
Procédé de soudage		Protection gazeuse		Galet d'entraînement		Position de soudage					
manuel:	<input type="checkbox"/>	SMAW	<input type="checkbox"/>	Argon -2% O2	<input type="checkbox"/>	En U	<input type="checkbox"/>	1G	<input checked="" type="checkbox"/>	3G	<input type="checkbox"/>
semi-auto	<input type="checkbox"/>	GMAW	<input type="checkbox"/>	Argon -15% CO2	<input type="checkbox"/>	En V	<input checked="" type="checkbox"/>	2G	<input type="checkbox"/>	4G	<input type="checkbox"/>
robotisé	<input checked="" type="checkbox"/>	FCAW	<input type="checkbox"/>	Argon -25% CO2	<input type="checkbox"/>	Plat	<input type="checkbox"/>	Toutes positions			<input type="checkbox"/>
	<input type="checkbox"/>	MCAW	<input checked="" type="checkbox"/>	Autre : Ar-2.5%CO2	<input type="checkbox"/>	Autre:	<input type="checkbox"/>	Autre: rechargement			<input type="checkbox"/>
Pénétration complète		<input type="checkbox"/>	Contrôle de qualité:		Visuel	Préchauffage min.:		100 °C			
Pénétration partielle		<input type="checkbox"/>				Température Interpasse Max :		125 °C			
Avant soudage						Après soudage					
											
Électrode à souder	No des Passes	Diamètre du fil (mm)	Courant (A)	Tension (V)	Vitesse fil (mm/s)	Vitesse de soudage (mm/s)	Longueur terminale (mm)	Énergie linéaire (J/mm)	Angle de la torche (degrés)		
LTT H078	6 couches de 24 Passes	1.4	277 TD:5.35 Kg/h	27,8	141.4	6,6	20	1167	6° tiré 5° trans.		
Remarque :											
L'angle pour les cordons sur le bord de la plaque est de 15° vers l'intérieur (Passe 1 et 24 de chaque couche)											
La vitesse des passes sur les côtés est ajustée de façon à ce que le dépôt ne s'écoule pas.											
Date	Revisé	Préparé par STM-IREQ				Approuvé par DMESB					
		Nom	Signature			Nom	Signature				
11-10-13		René Dubois				N/A					

Figure A 2 Procédure de soudage pour acier 13%Cr-6%Ni.

ANNEXE II

Dilatométrie

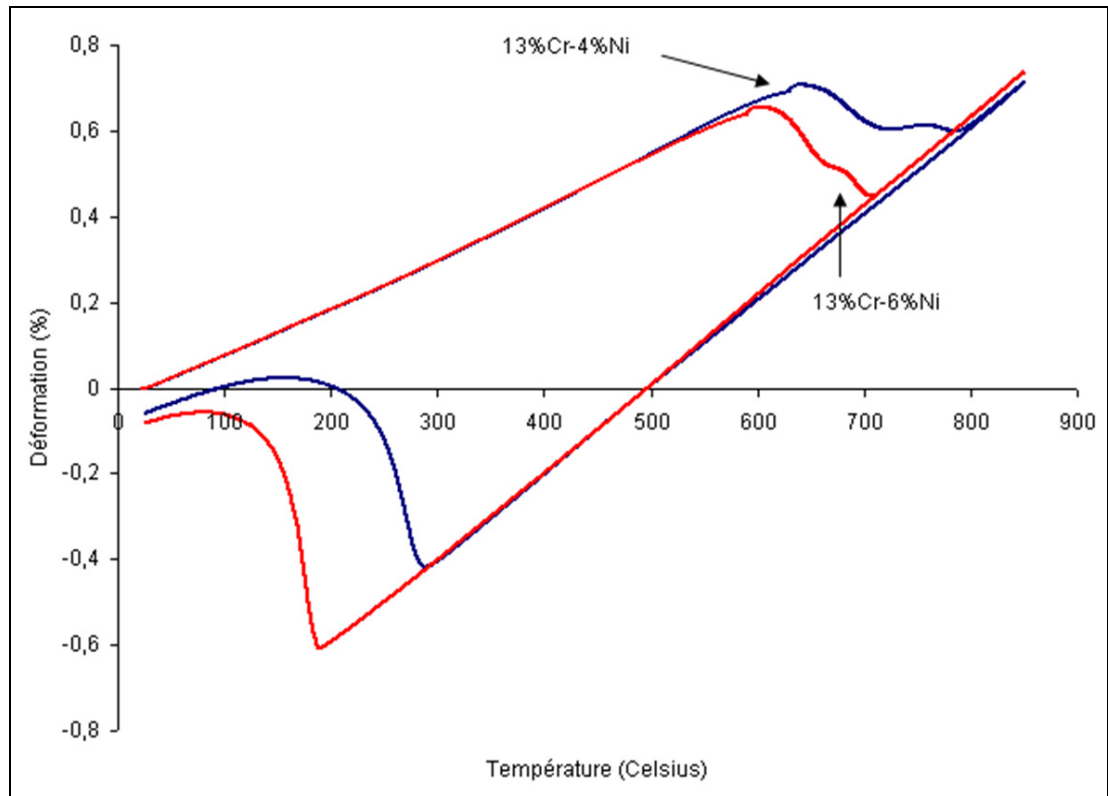


Figure A 3 Courbes de dilatométrie acier 13%Cr-4%Ni et acier 13%Cr-6%Ni, pour un chauffage et un refroidissement à un taux de 2 °C/min.

ANNEXE III

Design des éprouvettes de fatigue

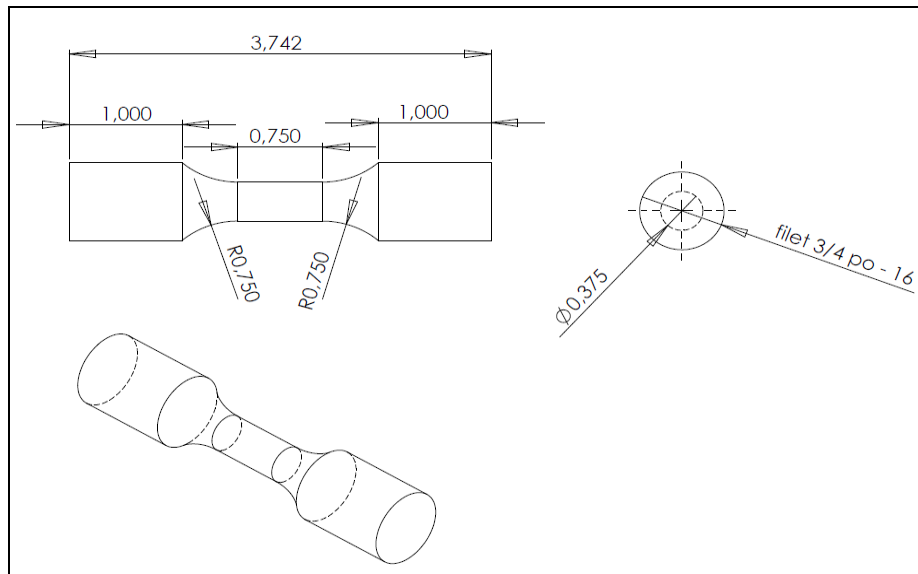


Figure A 4 Géométrie des éprouvettes de fatigue.

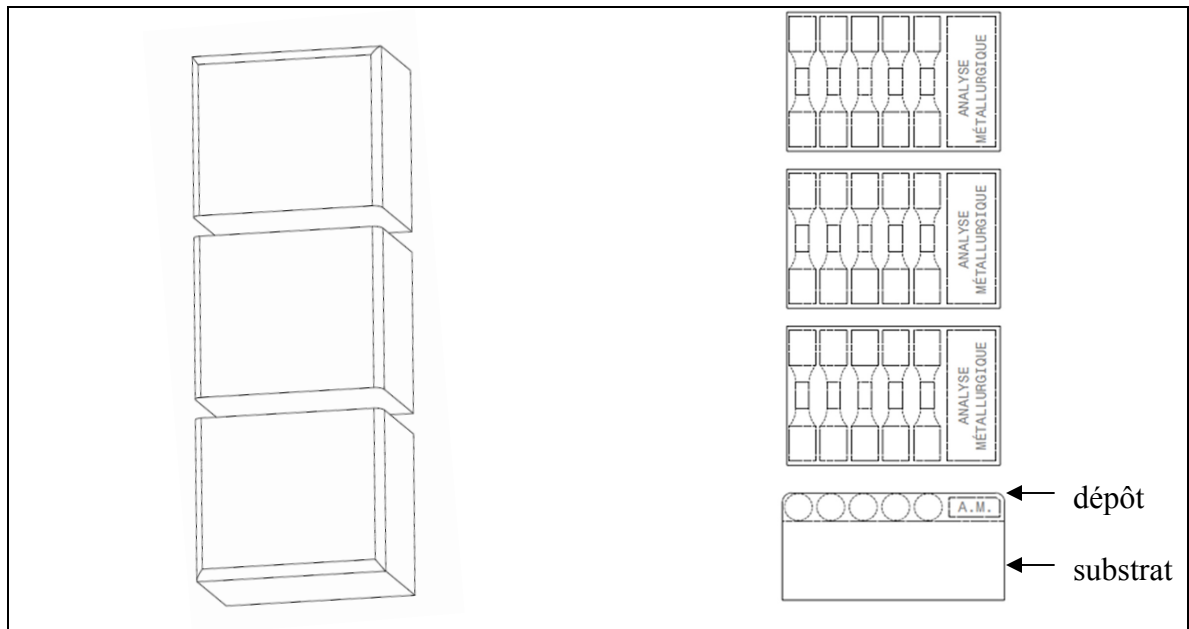


Figure A 5 Localisation des éprouvettes de fatigue dans les dépôts.

ANNEXE IV

Spectres typiques de diffraction-X

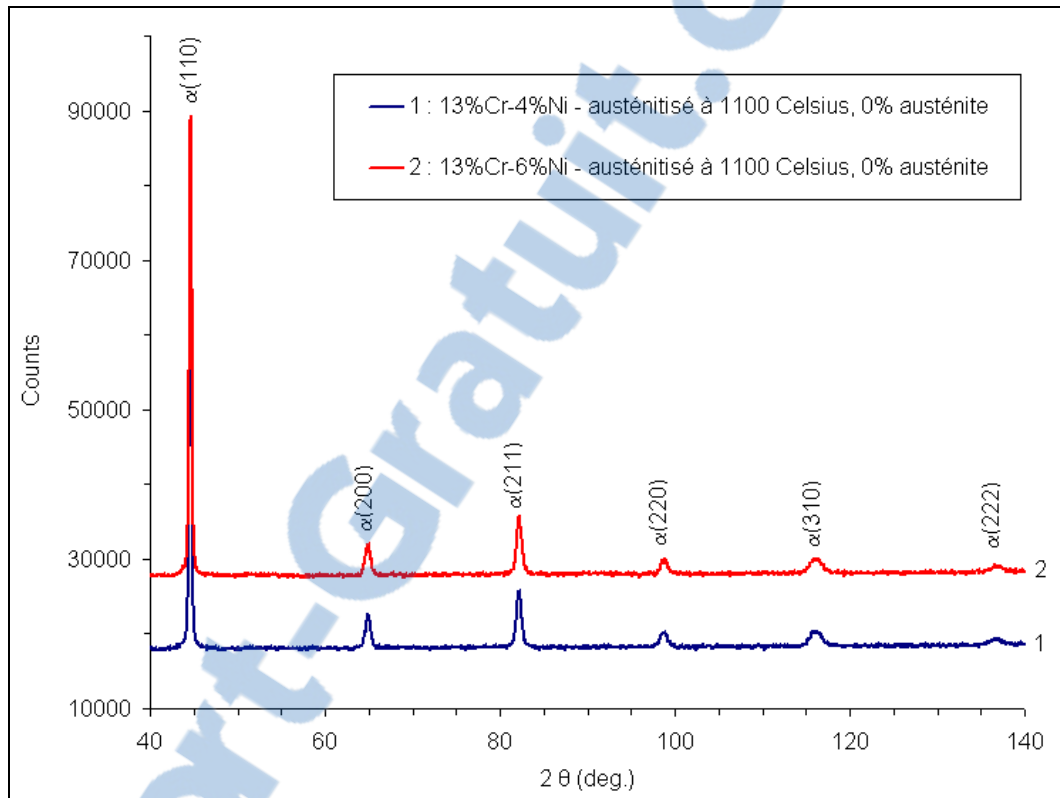


Figure A 6 Aciers 13%Cr-4%Ni et 13%Cr-6%Ni austénitisés à 1100 °C durant 2 heures et non revenus.

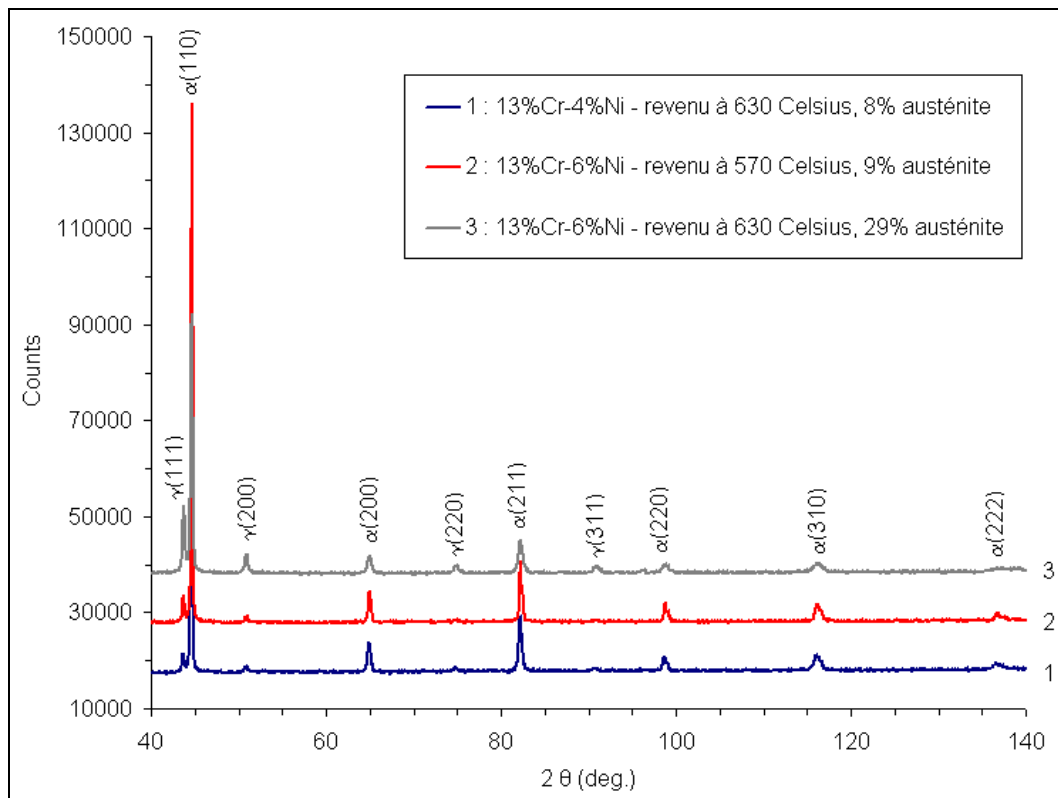


Figure A 7 Aciers 13%Cr-4%Ni et 13%Cr-6%Ni, austénitisés à 1100 °C durant 2 heures et revenus durant 1h.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] Hydro-Québec. En ligne. « <http://www.hydroquebec.com/fr/index.html> ». Consulté le 20 mars 2013.
- [2] Lippold, J.C. et D. J. Kotecki. 2005. «*Welding Metallurgy and Weldability of Stainless Steels*», 1st ed. USA: John Wiley & Sons Inc., 357 p.
- [3] Marshall, A.W. et J. C. M. Farrar. 2001 «Soudage des aciers Ferritiques et martensitiques à 11-14% de chrome», *Soudage et techniques connexes*, vol. 55, Novembre-Décembre, p. 3-30.
- [4] Bilmes, P. D. et C. L. Llorente. 2000. «Role of Retained Austenite on the Mechanical Properties of 13Cr-4NiMo Weld Metals». In *20th ASM Treating Society Conference proceedings*. (St-Louis, USA, October 9-12, 2000), p. 556-565. Metals Park, Ohio, USA: ASM International.
- [5] Bilmes, P. D., M. Solari et C. L. Llorente. 2001. «Characteristics and effects of austenite resulting from tempering of 13Cr-NiMo martensitic steel weld metals». *Materials Characterization*, vol. 46, p. 285-296.
- [6] Gooch, T.G. 1995. «Heat treatment of welded 13%Cr-4%Ni martensitic stainless steels for sour service». *Welding Journal*, vol. 74, n°8, p. 213-223.
- [7] Shirzadi, A. A., H. K. D. H. Bhadeshia, L. Karlsson et P. J. Withers. 2009. «Stainless steel weld metal designed to mitigate residual stresses». *Science and Technology of Welding and joining*, vol. 14, n°6, p. 559-565.
- [8] Wang, W., L. Huo, Y. Zhang, D. Wang et H. Jing. 2002. «New developed welding electrode for improving the fatigue strenght of welded joints». *Journal of Materials Science*, vol. 18, n°6, p. 527-531.
- [9] Côté, M. 2007. «Étude des cinétiques de transformation de phase d'un acier inoxydable martensitique 13%Cr-4%Ni». Mémoire de maîtrise en génie mécanique, Montréal (Canada), École de technologie supérieure, 170 p.
- [10] Folkhard, E. 1988. «*Welding Metallurgy of Stainless Steels*», 1st ed. Wien New York : Springer-Verlag, 279 p.
- [11] Neubert, V., J. Reuter, N. El-Mahalawy, H. Hoffmeister et H. Hoffmann. 2004. «Effect of welding technique on weld morphology and hardness of supermartensitic 13%Cr steels». *Materials Science and Technology*, vol. 20, p. 1553-1562.
- [12] Wu, W., L. Y. Hwu, D. Y. Lin et J. L. Lee. 1999. «The relationship between alloying elements and retained austenite in martensitic stainless steel weld». *Scripta Materialia*, vol. 42, p. 1071-1076.

- [13] Song, Y. Y., X. Y. Li, L. J. Rong et Y. Y. Li. 2011. «The influence of tempering temperature on the reversed austenite formation and tensile properties in Fe-13%Cr-4%Ni-Mo low carbon martensite stainless steels». *Materials Science & Engineering A*, vol. 528, p. 4075-4079.
- [14] Iwabuchi, Y. 2003. «Factors affecting on Mechanical properties of soft martensitic stainless steel castings». *JSME International Journal*, vol. 46, n°3, p. 441-446.
- [15] Robichaud, P. 2007. «Stabilité de l'austénite résiduelle de l'acier inoxydable 415 soumis à la fatigue oligocyclique». Mémoire de maîtrise en génie mécanique, Montréal (Canada), École de technologie supérieure, 171 p.
- [16] Zou, D.-N., Y. Han, W. Zhang et X.-D. Fang. 2010. «Influence of tempering process on mechanical properties of 00Cr13Ni4Mo supermartensitic stainless steel». *Journal of Iron and Steel Research, International*, vol. 17, n°8, p. 50-54.
- [17] Kimura, M., Y. Miyata, T. Toyooka et Y. Kitahaba. 2001. «Effect of retained austenite on corrosion performance for modified 13% Cr steel pipe». *Corrosion*, vol. 57, n°5, p. 433-439.
- [18] Haynes, A. G. 1999. «Some factors governing the metallurgy and weldability of 13%Cr and newer Cr-Ni martensitic stainless steels». In *Supermartensitic Stainless Steels '99 Conference proceedings*. (Brussels, Belgium, 27-28 May 1999), p. 25-32. Brussels: Belgian Welding Institute.
- [19] Leem, D.-S., Y.-D. Lee, J.-H. Jun and C.-S. Choi. 2001. «Amount of retained austenite at room temperature after reverse transformation of martensite to austenite in a Fe-13%Cr-7%Ni-3%Si martensitic stainless steel». *Scripta Materialia*, vol. 45, n°7, p. 767-772.
- [20] Kim, J. L. et J. W. Morris. 1981. «The Composition of Precipitated Austenite in 5.5Ni Steel». *Metallurgical Transactions A*, vol. 12, n°11, p.1957-1963.
- [21] Nakada, N., T. Tsuchiyama, S. Takaki et S. Hashizume. 2007. «Variant Selection of Reversed Austenite in Lath Martensite». *The Iron and Steel Institute of Japan*, vol. 47, n°10, p. 1527-1532.
- [22] Basu, K., M. Das, D. Bhattacharjee et P. C. Chakraborti. 2007. «Effect of grain size on austenite stability and room temperature low cycle fatigue behaviour of solution annealed AISI 316LN austenitic stainless steel». *Materials Science and Technology*, vol. 23, n°11, p. 1278-1284.
- [23] Bhadeshia, H. K. D. H. et A. Saha Podder. 2010. «Thermal stability of austenite retained in bainitic steels». *Materials Science and Engineering A*, vol. 527, n°7-8, p. 2121-2128.

- [24] Fultz, B. et J. W. Morris. 1985. «The Mechanical Stability of Precipitated Austenite in 9Ni Steel». *Metallurgical Transactions A*, vol. 16, n°12, p. 2251-2256.
- [25] Haidemenopoulos, G. N. et A. N. Vasilakos. 1997. «On the thermodynamic stability of retained austenite in 4340 steel». *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 247, n°1-2, p. 128-133.
- [26] Mohanty, O. N. 1995. «On the stabilization of retained austenite: mechanism and kinetics». *Materials Science and Engineering B*, vol. 32, n°3, p. 267-278.
- [27] Muransky, O. P. Hornak, P. Lukas, J. Zrník et P. Sittner. 2006. «Investigation of retained austenite stability in Mn-Si TRIP steel in tensile deformation condition». *Journal AMME*, vol. 14, n°1-2, p. 26-30.
- [28] Syn, C. K. B. Fultz et J. W. Morris. 1978. «Mechanical Stability of Retained Austenite in Tempered 9Ni Steel». *Metallurgical Transactions A*, vol. 9, n°11, p. 1635-1640.
- [29] Timokhina, I. B., P. D. Hodgson et E. V. Pereloma 2004. «Effect of microstructure on the stability of retained austenite in transformation-induced-plasticity steels». *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 35, n°8, p. 2331-2341.
- [30] Vodarek, V., J. Hubackova et K. Mazanec. 1985. «Stability, morphology and distribution of austenite in martensitic-austenitic steels». *Kovove Materialy*, vol. 23, n°1, p. 17-28.
- [31] Wang, X. D., B. X. Huang, Y. H. Rong et L. Wang. 2006. «Microstructures and stability of retained austenite in TRIP steels». *Materials Science and Engineering A*, vol. 438-440, p. 300-305.
- [32] Yi, H. L., K. Y. Lee et H. K. D. H. Bhadeshia. 2011. «Mechanical stabilisation of retained austenite in δ -TRIP steel». *Materials Science & Engineering A*, vol. 528, p. 5900-5903.
- [33] Song, Y. Y., X. Y. Li, L. J. Rong, D. H. Ping, F. X. Yin et Y. Y. Li. 2010. «Formation of the reversed austenite during intercritical tempering in a Fe–13%Cr–4%Ni–Mo martensitic stainless steel». *Materials letters*, vol. 64, p. 1411-1414.
- [34] KIM, D. E., Y. E. Park, O. Y. Lee, K. G. Jin et S. J. Kim, «Formation of retained austenite and mechanical properties of 4-8% Mn hot rolled TRIP steels». *Korean Journal of Materials Research*, vol. 15, n°2, p. 115-120.
- [35] De Moor, E., D. K. Matlock, J. G. Speer et M. J. Merwin. 2010. «Austenite stabilization through manganese enrichment». *Scripta Materialia*, vol. 64, p. 185-188.
- [36] Chiang, J., B. Lawrence, J. D. Boyd et A. K. Pilkey. 2011. «Effect of microstructure on retained austenite stability and work hardening of TRIP steels». *Materials Science and Engineering A*, vol. 528, n°13-14, p. 4516-4521.

- [37] Jacques, P. J., J. Ladrière et F. Delannay. 2001. «On the influence of interactions between phases on the mechanical stability of retained austenite in transformation-induced plasticity multiphase steels». *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 32, n°11, p. 2759-2768.
- [38] Furnémont, Q., M. Kempf, P. J. Jacques, M. Göken et F. Delannay. 2002. «On the measurement of the nanohardness of the constitutive phases of TRIP-assisted multiphase steels». *Materials Science & Engineering A (Structural Materials: Properties, Microstructure and Processing)*, vol. 328, n°1, p. 26-32.
- [39] Tsukatani, I., S. Hashimoto et T. Inoue. 1991. «Effects of Silicon and Manganese Addition on Mechanical Properties of High-strength Hot-rolled Sheet Steel Containing Retained Austenite». *The Iron and Steel Institute of Japan*, vol. 31, n°9, p. 992-1000.
- [40] Chatterjee, S. 2006. «Transformations in TRIP-assisted Steels: Microstructure and Properties». Ph.D. Thesis, Cambridge (England), University of Cambridge, 182 p.
- [41] Jimenez-Melero, E., N. H. van Dijk, L. Zhao, J. Sietsma, S. E. Offerman, J. P. Wright et S. van der Zwaag. 2007. «Characterization of individual retained austenite grains and their stability in low-alloyed TRIP steels». *Acta Materialia*, vol. 55, n°20, p. 6713-6723.
- [42] Wang, J. J. et and S. van der Zwaag. 2001. «Stabilization mechanisms of retained austenite in transformation-induced plasticity steel». *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 32, n°6, p. 1527-1539.
- [43] Sugimoto, K., M. Misu, M. Kobayashi et H. Shirasawa. 1993. «Effects of second phase morphology on retained austenite morphology and tensile properties in a TRIP-aided dual-phase steel sheet». *The Iron and Steel Institute of Japan*, vol. 33, n°7, p. 775-782.
- [44] Zhang, S. et K. O. Findley. 2013. «Quantitative assessment of the effects of microstructure on the stability of retained austenite in TRIP steels». *Acta Materialia*, vol. 61, n°6, p. 1895-1903.
- [45] Nakada, N., T. Tsuchiyama, S. Takaki et N. Miyano. 2011. «Temperature Dependence of Austenite Nucleation Behavior from Lath Martensite». *The Iron and Steel Institute of Japan*, vol. 51, n°2, p. 299-304.
- [46] Liu, L., Z. G. Yang et C. Zhang. 2012. «Effect of retained austenite on austenite memory of a 13%Cr-5%Ni martensitic steel». *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 577, n°1, p. 654-660.
- [47] Mortensen, A. 1999. «Déformation et rupture Tome 1». 1^{ère} éd. Lausanne : Polytechnique Fédérale de Lausanne, 180 p.
- [48] Porter, D. A. et and K. A. Easterling. 1992. «*Phase transformations in metals and alloys*». 2nd ed. London: Chapman & Hall, 528 p.

- [49] Maalekian, M. et M. Kozeschnik. 2010. «Modeling the effect of stress and plastic strain on martensite transformation». *Materials Science Forum*, vol. 638-642, January, p. 2634-2639.
- [50] Cheng, X., R. Petrov, L. Zhao et M. Janssen. 2008. «Fatigue crack growth in TRIP steel under positive R-ratios». *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 75, n°3-4, p. 739-749.
- [51] Khan, Z. et M. Ahmed. 1996. «Stress-induced martensitic transformation in metastable austenitic stainless steels: effect on fatigue crack growth rate». *Journal of Materials Engineering and performance*, vol. 5, n°2, p. 201-208.
- [52] Pineau, A. G. et R. M. Pelloux. 1974. «Influence of strain-induced martensitic transformations on fatigue crack growth rates in stainless steels». *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 5, n°5, p. 1103-1112.
- [53] Hu, Z. Z., M. L. Ma, Y. Q. Liu et J. H. Liu. 1997. «The effect of austenite on low cycle fatigue in three-phase steel». *Int. Journal of Fatigue*, vol. 19, n°8-9, p. 641-646.
- [54] Thibault, D. 2010. «Contribution à l'étude du comportement en fatigue des aciers inoxydables 13%Cr-4%Ni : Contraintes résiduelles de soudage et transformation sous contraintes de l'austénite de réversion». Thèse de doctorat en génie, Montréal (Canada), École de Technologie Supérieure, 117 p.
- [55] Glage, A., A. Weidner et H. Biermann. 2010. «Effect of austenite stability on the low cycle fatigue behavior and microstructure of high alloyed metastable austenitic cast TRIP steels». *Procedia Engineering*, vol. 2, n°1, p. 2085-2094.
- [56] Grosse, M., D. Kalkhof, L. Keller et N. Schell. 2004. «Influence parameters of martensitic transformation during low cycle fatigue for steel AISI 321». *Physica B*, vol. 350, n°1-3, p. 102-106.
- [57] Khan, M. S. 1973. «The relative effect of Manganese and Nickel on retained austenite in quenched steels». *Pakistan Journal of Scientific Research*, vol. 25, n°1-2, p. 86-99.
- [58] Klueh, R. L., P. J. Maziasz et E. H. Lee. 1988. «Manganese as an Austenite Stabilizer in Fe-Cr-Mn-C Steels». *Materials Science & Engineering A*, vol. 102, n°1, p. 115-124.
- [59] American Society for Testing and Materials. 2003. «X-ray determination of retained austenite in steel with near random crystallographic orientation». ASTM E975-03. USA: ASTM International, 7 p.
- [60] Young, R. A. 1993. «*The Rietveld method*». 1st ed. USA: Oxford University Press Inc., 298 p.

- [61] Gooch, T. G., P. Woolin et A. G. Haynes. 1999. «Welding metallurgy of low carbon 13% chromium martensitic steels». In *Supermartensitic Stainless Steels '99 Conference proceedings*. (Brussels, Belgium, 27-28 May 1999), p. 185-195. Brussels: Belgian Welding Institute.
- [62] Leslie, W. C. 1981. «The Physical Metallurgy of Steels». New York, USA: McGraw-Hill Inc.
- [63] Krauss, G. 1980. «Principles of heat treatment of steel». Metals Park, Ohio, USA: ASM International, 291 p.
- [64] Ma, X. P., L. J. Wang, C. M. Liu et K. Sugimoto. 2012. «Microstructure and properties of 13Cr5Ni1Mo0.025Nb0.09V0.06N super martensitic stainless steel». *Materials Science & Engineering : A*, vol. 539, p. 271-279.
- [65] Dyson, D. J. et B. Holmes 1970. «Effect of alloying additions on the lattice parameter of austenite». *Journal of the Iron and Steel Institute*, vol. 208, p. 469-474.
- [66] Hertzberg, R. W. 1996. «*Deformation And Fracture Mechanics Of Engineering Materials*». 4th ed. USA: John Wiley & Sons, inc., 786 p.