

Amélioration de la stabilité mécanique de l'austénite dans un  
acier inoxydable 13Cr-4Ni lors de déformations monotones et  
oligo-cycliques

par

Fateh SLAMANI

THÈSE PRÉSENTÉE À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE  
COMME EXIGENCE PARTIELLE À L'OBTENTION DU  
DOCTORAT EN GÉNIE  
Ph.D.

MONTREAL, LE 07 MARS 2024

ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE  
UNIVERSITÉ DU QUÉBEC



Fateh SLAMANI, 2024



Cette licence [Creative Commons](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/) signifie qu'il est permis de diffuser, d'imprimer ou de sauvegarder sur un autre support une partie ou la totalité de cette œuvre à condition de mentionner l'auteur, que ces utilisations soient faites à des fins non commerciales et que le contenu de l'œuvre n'ait pas été modifié.

**PRÉSENTATION DU JURY**

CETTE THÈSE A ÉTÉ ÉVALUÉE

PAR UN JURY COMPOSÉ DE :

M. Philippe BOCHER, directeur de thèse  
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

M. Denis Thibault, codirecteur de thèse  
Expertise mécanique, métallurgie et civil  
Institut de recherche d'Hydro-Québec (IREQ)

Mme Ruxandra Botez, présidente du jury  
Département de génie des systèmes à l'École de technologie supérieure

M. Vincent Demers, membre du jury  
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

M. Jean-Michel Bergheau, examinateur externe  
École Centrale de Lyon à l'université de Lyon, France

ELLE A FAIT L'OBJET D'UNE SOUTENANCE DEVANT JURY ET PUBLIC

LE 08 / 02 / 2024

À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE



## REMERCIEMENTS

J'aimerais tout d'abord remercier infiniment le professeur Philippe Bocher de m'avoir proposé ce sujet pertinent et accepté de m'encadrer lors de la réalisation de ce projet. Ses conseils techniques et personnels judicieux m'ont permis d'aboutir aux objectifs ciblés. Je remercie Denis Thibault d'avoir accepté la codirection de ma thèse, et qui était un soutien indispensable et continu par ses contributions particulières, dont l'assurance et la facilité des travaux expérimentaux nécessaires au sein de l'Institut de Recherche d'Hydro-Québec et ses orientations et conseils constructifs. Je dois aussi remercier Yves Verreman pour avoir assuré la codirection et pour leurs commentaires toujours précieux et utiles.

La mise en place de ce projet n'aurait pas été possible sans le soutien technique de plusieurs personnes que je n'arrive pas à énumérer exhaustivement. J'aimerais remercier Hossein Monajati, Yasser Zedan, Jianqiang Chen, Radu Romanica et Serge Plamondon du département de génie mécanique de l'ÉTS. J'aimerais aussi remercier Alexandre Lapointe, Étienne Dallaire, Manon Provencher et Carlo Baillargeon de l'Institut de Recherche d'Hydro-Québec de m'avoir gracieusement formé et laisser utiliser certains équipements ainsi pour leur précieuse collaboration.

Je veux également souligner mes reconnaissances envers tous les membres du jury qui ont accepté de passer de leurs précieux temps pour réviser et évaluer mon travail.

Mes sincères reconnaissances vont également à l'Institut de recherche d'Hydro-Québec (IREQ), à ALSTOM et à l'École de technologie supérieure (ÉTS) pour leur soutien financier qui m'a permis de concrétiser ce travail.

Pour finir, j'adresse mes gratitude à ma famille, sans leur appui inconditionnel, rien de tout cela n'aurait été possible. J'ai l'honneur de rester infiniment reconnaissant envers mes parents, Ahmed et Omsaad qui m'ont fourni tout ce dont j'avais besoin pour bien grandir, et qui ont fait d'énormes sacrifices pour m'assurer la meilleure éducation possible. Je ne saurais

## VI

suffisamment remercier ma femme, ma compagne de vie, Fatima-Zohra et mes fortement aimables enfants: Hamed, Lojaine et Anas pour leur soutien moral, patience et compréhension de mon manque de disponibilités tous au long des années de réalisation surtout lors de la rédaction de ce manuscrit.

Je remercie tous ceux qui ont contribué de près ou de loin dans la mise en place de ce projet de recherche.

# **Amélioration de la stabilité mécanique de l'austénite dans un acier inoxydable 13Cr-4Ni lors de déformations monotones et oligo-cycliques**

Fateh SLAMANI

## **RÉSUMÉ**

L'objectif fondamental de ce projet est d'optimiser les facteurs microstructuraux de l'austénite reformée de l'acier inoxydable martensitique 13Cr-4Ni, à savoir sa taille et sa morphologie, pour améliorer sa stabilité mécanique. Après austénitisation et revenu inter-critique, la microstructure de ces aciers consiste en une matrice martensitique revenue, des carbures et une quantité d'austénite reformée dont la quantité et la morphologie varient en fonction des paramètres choisis. La transformation induite par plasticité (TRIP) de l'austénite est un bon candidat pour ralentir la propagation des fissures générées par fatigue, car elle est accompagnée d'une augmentation de volume capable de générer des contraintes de compression pouvant refermer le fond de fissure. Pour cela, il faut que l'austénite soit suffisamment stable mécaniquement (résistant à la transformation complète lors de faibles déformations appliquées). Des traitements thermiques ont été faits afin de produire la même quantité d'austénites à des températures différentes. Un volume de 10% a été produit pour les conditions de revenu inter-critique de 620°C, 1h ; 600°C, 4h et 580°C, 10h. Une nouvelle morphologie d'austénite a été découverte pour 580°C avec un contraste de composition tel que l'austénite semble entourer une région ayant la même composition que la phase martensitique qui constitue la matrice. De plus, la taille de ces particules est bien inférieure de celles produites aux autres températures. Les essais mécaniques sur des échantillons traités à 620°C et 580°C ayant 14% d'austénite ont montré des différences notables en termes de stabilité mécanique de l'austénite. Les tests de traction comme ceux de fatigue oligo-cyclique ont montré une amélioration considérable de la stabilité mécanique de l'austénite formée à 580°C. L'objectif de l'étude est ainsi bien et bel atteint et il est recommandé de cibler de basses températures de revenu inter-critique en prolongeant le temps de maintien pour produire une austénite plus stable mécaniquement.

**Mots-clés :** acier 13Cr-4Ni, austénite, revenu inter-critique, stabilité mécanique, propagation de fissure



## **Amélioration de la stabilité mécanique de l'austénite dans un acier inoxydable 13Cr-4Ni lors de déformations monotones et oligo-cycliques**

Fateh SLAMANI

### **ABSTRACT**

The fundamental objective of this project is to optimize the microstructural factors of the reformed austenite of 13Cr-4Ni martensitic stainless steel, namely its size and morphology, to improve its mechanical stability. After austenitization and intercritical tempering, the microstructure of these steels consists of a tempered martensitic matrix, carbides and a quantity of reformed austenite, the quantity and morphology of which varies according to the chosen parameters. The transformation induced plasticity (TRIP) of austenite is a good candidate to slow down the propagation of cracks generated by fatigue because it is accompanied by an increase in volume, capable of generating compressive stresses, which can close the crack tip. For this, the austenite must be sufficiently mechanically stable (resistant to complete transformation during small applied deformations). Heat treatments were carried out in order to produce the same quantity of austenite at different temperatures. A volume of 10% was produced for the intercritical tempering conditions of 620°C, 1h; 600°C, 4h and 580°C, 10h. A new austenite morphology has been discovered for 580°C with a contrast in composition such that the austenite seems to surround a region having the same composition as the martensitic phase that constitutes the matrix. Moreover, the size of these particles is much smaller than those produced at other temperatures. Mechanical tests on samples treated at 620°C and 580°C with 14% austenite showed notable differences in terms of mechanical stability of austenite as both, tensile and low cycle fatigue tests, showed a considerable improvement in the mechanical stability of the austenite formed at 580°C. The objective of the study is thus well and truly achieved and it is recommended to target low inter-critical tempering temperatures by extending the holding time to produce a more mechanically stable austenite.

**Keywords:** 13Cr-4Ni steel, austenite, inter-critical tempering, mechanical stability, crack propagation



## TABLE DES MATIÈRES

	Page
INTRODUCTION .....	1
CHAPITRE 1 REVUE DE LA LITTÉRATURE .....	7
1.1 Roue de turbine .....	7
1.2 Les aciers inoxydables .....	8
1.3 Les aciers inoxydables martensitiques 13Cr-4Ni .....	9
1.3.1 Diagramme d'équilibre des alliages 13Cr-4Ni .....	9
1.3.2 Effet des éléments gammagènes sur le diagramme de phase .....	11
1.3.3 Précipitation des carbures dans les aciers inoxydables .....	12
1.3.4 Transformation martensitique .....	13
1.3.5 Les transformations produites lors d'un revenu d'un acier inoxydable martensitique 13Cr-4Ni .....	16
1.3.6 Influence des éléments d'alliage sur la stabilité thermique de l' $A_{ref}$ .....	17
1.3.7 Variation du volume d' $A_{ref}$ en fonction des paramètres de traitement .....	18
1.3.8 Formation de l'austénite par un double revenu .....	21
1.4 TRIP de l'austénite .....	23
1.4.1 TRIP d' $A_{ref}$ lorsque soumise à de la fatigue .....	25
1.5 Généralités sur la fatigue .....	26
1.5.1 Informations liées à la fatigue .....	26
1.5.2 Domaines de fatigue .....	28
1.5.3 Généralités sur la propagation de fissure .....	29
1.5.4 Zones plastiques formées lors de la propagation de fissure .....	32
1.5.5 Phénomène de fermeture de fissures de fatigue .....	34
1.6 Amélioration de la stabilité mécanique de l'austénite .....	37
1.6.1 Enrichissement en éléments stabilisateurs .....	37
1.6.2 Effet de la phase avoisinante .....	41
1.6.3 Effet de la taille de l'austénite .....	41
1.7 Conclusion .....	41
CHAPITRE 2 MÉTHODOLOGIE .....	43
2.1 Matériau expérimental et traitements thermiques .....	43
2.2 Mesures du volume d' $A_{ref}$ .....	45
2.3 Microscopie et analyse chimique .....	46
2.4 Mesure de micro-dureté .....	47
2.5 Mesure de la stabilité mécanique de l' $A_{ref}$ .....	48
2.5.1 Essais de traction .....	48
2.5.2 Essais de fatigue Oligo-cyclique .....	49
CHAPITRE 3 RÉSULTATS ET ANALYSE .....	51
3.1 Conditions de traitements thermiques produisant le même volume d' $A_{ref}$ à 10% .....	51
3.2 Mesures de dureté .....	52
3.3 Analyse chimique de l'Austénite .....	53

3.4	Analyse de la taille d'austénite et sa morphologie.....	55
3.5	Préparation des éprouvettes des tests mécaniques.....	58
3.6	Évaluation de la stabilité mécanique de l'austénite en déformation monotone et son influence sur les propriétés de traction.....	59
3.7	Évaluation de la stabilité mécanique de l'austénite en déformations cycliques et son influence sur le comportement du matériau.....	63
3.8	Conclusions.....	65
CHAPITRE 4 DISCUSSION DES RÉSULTATS.....		67
4.1	Étude microstructurale comparative de l' $A_{ref}$ obtenue à différentes conditions de traitement thermique.....	67
4.2	Argumentation de la différence en fraction volumique d' $A_{ref}$ par rapport à la taille d'échantillon.....	70
4.3	Effet des différentes $A_{ref}$ obtenues sur les propriétés de traction de AISI 415.....	70
4.4	Effet des différentes austénites reformées obtenues sur le comportement de AISI 415 en fatigue oligo-cyclique.....	71
4.5	Amélioration de la stabilité mécanique de l' $A_{ref}$ sous des déformations monotones et oligo-cycliques dans l'acier AISI 415.....	71
CONCLUSIONS.....		73
RECOMMANDATIONS ET PERSPECTIVES.....		75
ANNEXE I	SCHÉMAS ET DIMENSIONS DES ÉPROUVETTES.....	77
ANNEXE II	ÉQUIPEMENTS DES TESTS DE TRACTION ET DE FATIGUE.....	79
ANNEXE III	ÉXEMPLE D'UN PROFIL DE SPECTROSCOPIE XRD ET SON AFFINEMENT PAR LA MÉTHODE RIETVELD.....	81
ANNEXE IV	COURBES ET PROPRIÉTÉS DE TRACTION DE AISI415.....	83
ANNEXE V	COURBES DES TESTS DE FATIGUE OLIGO-CYCLIQUE.....	87
LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....		89

## LISTE DES TABLEAUX

	Page
Tableau 2.1	Composition chimique de l'acier étudié AISI415 en % poids .....43
Tableau 3.1	Composition chimique locale des particules d' $A_{ref}$ et de martensite pour les deux éléments gammagènes et les trois conditions de traitements inter-critiques, les quantités nominales de Ni et Mn sont 3,8 % et 0,7 %, respectivement, 3 mesures par condition, intervalle de précision $\pm 1$ .....54
Tableau 3.2	Épaisseur moyenne de l' $A_{ref}$ pour les trois conditions de revenu fournissant 10 % $A_{ref}$ Tableau 3.1 Composition chimique locale des particules d' $A_{ref}$ et de martensite pour les deux éléments gammagènes et les trois conditions de traitements inter-critiques, les quantités nominales de Ni et Mn sont 3,8 % et 0,7 %, respectivement, 3 mesures par condition, intervalle de précision $\pm 1$ .....54
Tableau 3.2	Épaisseur moyenne de l' $A_{ref}$ pour les trois conditions de revenu fournissant 10 % $A_{ref}$ .....55
Tableau 3.3	Propriétés de traction de AISI 415 pour deux différentes conditions de traitement thermique produisant le même taux d' $A_{ref}$ .....61



## LISTE DES FIGURES

		Page
Figure 1.1	Roue de turbine Francis.....	7
Figure 1.2	Diagramme de constitution des aciers inoxydables en fonction des équivalents de chrome et de nickel selon Schneider .....	9
Figure 1.3	Diagramme de phase du ternaire Fe-Cr-Ni pour un rapport Cr/Ni = 3/1. Le vertical en tirets réfère à l'alliage 13Cr-4Ni .....	10
Figure 1.4	Coupes du diagramme Fe-Cr-C pour des teneurs croissantes en carbone .....	11
Figure 1.5	Coupes du diagramme Fe-Cr-C pour des teneurs croissantes en Ni montrant combien la zone austénitique est influencée par le Ni .....	12
Figure 1.6	Image MET pour le carbure $M_{23}C_6$ dans un acier inoxydable martensitique 13Cr-4Ni, $\alpha'$ martensite .....	13
Figure 1.7	Représentation schématique du déplacement des atomes lors de la formation de la martensite.....	14
Figure 1.8	Déformation de l'octaèdre austénitique en octaèdre martensitique .....	15
Figure 1.9	Variation du volume de l'austénite en fonction de température de revenu et temps de maintien dans le four.....	17
Figure 1.10	% $A_{ref}$ en fonction de la température de revenu dans les aciers inoxydables 13Cr-6Ni et 13Cr-6Ni.....	19
Figure 1.11	Volume de l'austénite réformée après un revenu à 620°C en fonction du temps de maintien dans un acier 13Cr-4Ni .....	20
Figure 1.12	Micrographie de 29 % d' $A_{ref}$ entre les lattes de martensite obtenue par un double revenu d'un acier 13Cr-NiMo, 950°C/1h/air + 670°C/2h/air + 600°C/8h/air, $\gamma$ est l' $A_{ref}$ en lamelles grises .....	21
Figure 1.13	Schéma de structure due à un double revenu de 13Cr-NiMo : (a) 950°C/1h/air, (b) 950°C/1h/air + 670°C/durant le chauffage, (c) 950°C/1h/air + 670°C/2h/air (après refroidissement), (d) 950°C/1h/air + 670°C/2h/air + 600°C/8h/air, dont, M1 : lattes martensitiques, Tm: martensite revenue et $\gamma$ : austénite.....	22
Figure 1.14	Présentation schématique de la stabilité thermodynamique de l'austénite et la martensite .....	24

Figure 1.15	Pourcentage d'austénite résiduelle mesurée par diffraction X en fonction du nombre de cycles à 2 % de déformation pour un acier AISI 415 contenant initialement 11 % d' $A_{ref}$ , La ligne rouge en traits réfère à l'objectif ciblé dans cette étude du comportement de l' $A_{ref}$ après l'amélioration de sa stabilité mécanique .....	26
Figure 1.16	Chargement cyclique à amplitude constante pour $R = 0$ .....	27
Figure 1.17	Durée de vie en fatigue et la somme des stades d'amorçage et de propagation de fissure, les indices $p$ et $i$ réfèrent à la propagation et l'amorçage .....	28
Figure 1.18	Les trois modes basiques de rupture. (a) ouverture de traction (mode I), (b) glissement en plan (mode II), (c) déchirure (mode III).....	29
Figure 1.19	Variation de la vitesse de fissure $da/dN$ en fonction de la variation du facteur d'intensité de contrainte $\Delta K$ .....	31
Figure 1.20	Présentation schématique de fissuration par mécanisme de glissement (a) simple, (b) duplex.....	32
Figure 1.21	Zones de déformations plastiques monotone et cyclique d'une fissure de fatigue propagée .....	33
Figure 1.22	Présentation schématique de la variation de l'ouverture de fissure $\delta$ avec le cycle de chargement présentant $\Delta K_{eff}$ .....	34
Figure 1.23	Effet TRIP sur la fermeture de fissure courte. (a) map de phase EBSD, Austénite en rouge et martensite en vert; (b) vitesse de fissure versus longueur de fissure .....	35
Figure 1.24	Spectres DRX de AISI415 à $\Delta K=52 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$ sans $A_{ref}$ après test de propagation de fissure, volume initial d' $A_{ref}$ est 17% .....	36
Figure 1.25	Représentation schématique du volume formé à la température de réversion $VT\gamma$ , la stabilité $fTS$ et le volume retenu à l'ambient $VRT\gamma$ de l'austénite versus la température de réversion adoptée dans un acier 13Cr-7Ni .....	38
Figure 1.26	Morphologie d' $A_{ref}$ : <b>a</b> 13Cr-4Ni, 630°C ; <b>b</b> 13Cr-6Ni, 570°C ; <b>c</b> 13Cr-6Ni, 630°C. Temps de maintien de 1h et refroidissement à l'air pour toutes les conditions fournissant des volumes d' $A_{ref}$ 8%, 9% et 29%, respectivement. .	39
Figure 1.27	Volume d' $A_{ref}$ en fonction du nombre de cycles en fatigue oligo-cyclique $\varepsilon/2 = 2\%$ , $f = 0.1 \text{ s}^{-1}$ et $R = -1$ .....	40
Figure 2.1	Montage des thermocouples sur un bloc d'acier d'une épaisseur de 2 pouces qui a été homogénéisé en phase $\gamma$ puis trempé.....	44

Figure 2.2	Machine d'électro-polissage utilisée dans cette étude pour préparer les échantillons de MEB .....	47
Figure 2.3	Montage d'éprouvette de traction sur la machine de test MTS 810.....	49
Figure 3.1	Évolution du volume d' $A_{ref}$ en fonction du temps de maintien pour des traitements inter-critiques à 620°C, 600°C et 580°C. Les barres représentent la déviation standard.....	51
Figure 3.2	Dureté HV pour les trois conditions de traitement inter-critiques (620°C, 1h ; 600°C, 4 h et 580°C, 10 h). Les barres représentent la déviation standard.....	52
Figure 3.3	Images MET des trois microstructures contenant 10 % $A_{ref}$ produites par revenu à : (a) 620°C, 1 h ; (b) 600°C, 4 h et (c) 580°C, 10 h. A et M représentent $A_{ref}$ et martensite, respectivement. Les distributions chimiques correspondantes sont montrées sur (d), (e) et (f), respectivement. L'analyse chimique locale est faite dans les rectangles blancs.....	54
Figure 3.4	Images MEB présentant les microstructures des trois conditions de traitement : (a) 620°C, 1 h; (b) 600°C, 4 h et (c) 580°C, 10 h. (d), (e) et (f) sont des grossissements de (a), (b) et (c), respectivement. (c) présente les particules d' $A_{ref}$ trouées. A et M correspondent à l' $A_{ref}$ et la martensite. C correspond aux carbures.....	56
Figure 3.5	Analyse chimique linéaire EDS-MEB traversant la particule d' $A_{ref}$ trouée du même échantillon de figure 3.4 (f). (a) localisation de la région analysée, où la flèche blanche, (b) données collectées, les flèches noires pointent aux pics du Ni.....	57
Figure 3.6	Vitesses de refroidissement à l'air d'un revenu pour un bloc d'une épaisseur de 2 pouces et un échantillon d'une épaisseur de 10 mm .....	59
Figure 3.7	Comportement en traction de l'acier AISI 415 dans deux différentes conditions de revenu inter-critique.....	60
Figure 3.8	Variation du volume d' $A_{ref}$ résiduel dans AISI 415 en fonction de la déformation en traction pour deux différentes conditions de revenu inter-critique. Les rectangles comportent les équations des droites de tendance .....	60
Figure 3.9	Courbes logarithmique $\ln \sigma - \ln \epsilon$ de l'AISI 415 pour différentes conditions de revenu inter-critique. Les lignes en traits représentent les droites de tendance associées avec leurs équations et $R^2$ .....	62
Figure 3.10	Contrainte maximale en tension et compression en fonction du nombre de cycles en fatigue oligo-cyclique de AISI 415 ( $\Delta\epsilon / 2 = 1\%$ , $R = -1$ ). Le rectangle en haut comporte l'équation de la droite de tendance .....	64

Figure 3.11 Variation du volume d' $A_{ref}$  résiduel dans AISI 415 en fonction du nombre de cycles en fatigue oligo-cyclique ( $\Delta\varepsilon / 2 = 1\%$ ,  $R = -1$ ). Les lignes horizontales en traits réfèrent aux volumes d' $A_{ref}$  initiaux .....64

## LISTE DES ABRÉVIATIONS, SIGLES ET ACRONYMES

Ac1	Température de début de formation de l'austénite en chauffage
Ac3	Température de fin de formation de l'austénite en chauffage
AISI	American iron and steel institute
A <sub>rév</sub>	Austénite de réversion
A <sub>ref</sub>	Austénite reformée
ASTM	American society for testing and material
DRX	Diffraction des rayons X
EDX	Energy dispersive X-ray Analyse
ÉTS	École de technologie supérieure
FIB	Focused ion beam
HV	Micro-dureté Vickers
IREQ	Institut de recherche d'Hydro-Québec
M	Martensite
M <sub>s</sub>	Température de début de transformation de l'austénite en martensite en refroidissement
M <sub>f</sub>	Température de fin de transformation de l'austénite en martensite en refroidissement
MEB	Microscope électronique à balayage
MET	Microscope électronique à transmission
TRIP	Transformation induite par plasticité
$\gamma$	Austénite
$\sigma$	Contrainte
$\Delta\sigma$	Variation de contrainte

## XX

$\sigma_{\max}, \sigma_{\min}$	Valeurs maximale et minimale de contrainte
$\sigma_m$	Contrainte moyenne
$\sigma_a$	Amplitude de contrainte
$\sigma_{\text{nom}}$	Contrainte nominale
$\varepsilon$	Déformation
$\Delta\varepsilon$	Variation de déformation
R	Rapport de chargement en fatigue
N	Nombre de cycles en fatigue
$a$	Longueur de fissure
$da/dN$	Vitesse de propagation de fissure en fatigue
K	Facteur d'intensité de contrainte
$K_{\min}$	Facteur d'intensité de contrainte minimal
$K_{\max}$	Facteur d'intensité de contrainte maximal
$\Delta K$	Variation d'intensité de contrainte
$\Delta K_{\text{th}}$	Seuil de propagation de fissure
$K_c$	Valeur critique du facteur d'intensité de contrainte
$r_y$	Rayon de la zone plastique au fond de fissure
S	Contrainte appliquée à l'infini

## INTRODUCTION

Hydro-Québec est l'un des plus grands producteurs d'hydroélectricité au monde. Il produit la quasi-totalité de son énergie électrique en basant sur la force d'eau, une énergie propre et renouvelable qui n'émet que très peu d'émission de gaz à effet de serre et aucun rejet toxique, sauf à la construction des barrages. Il exploite des turbines hydrauliques dans ce processus. Il existe trois types de turbines : Kaplan, hélice et Francis. Leur rôle commun est de transformer l'énergie hydraulique en énergie mécanique à exploiter pour tourner la génératrice d'électricité. La roue de turbine est constituée de trois composants principaux, la couronne, la ceinture et les pales. Ces organes sont assemblés par soudage.

Pour répondre aux exigences difficiles de l'environnement de travail: oxydation, corrosion, cavitation, érosion, sollicitations hydrauliques et mécaniques, etc., ces turbines sont fabriquées principalement des aciers inoxydables. Depuis les années 60, l'acier inoxydable martensitique à faible teneur de carbone 13Cr-4Ni est une bonne alternative dans l'ingénierie des turbines hydroélectriques, grâce à ses meilleurs avantages métallurgiques et économiques. Il y a trois versions utilisées : coulée CA6NM, laminée à chaud AISI415 et le métal d'apport pour les travaux de soudage. Dans l'ordre de limiter d'éventuelles disparités des résultats causées par l'influence des porosités et microfissures de soudage et retassures de fonderie, le matériau utilisé dans cette étude de recherche est l'acier AISI415.

La turbine hydraulique passe la majorité de sa durée de vie en propageant des fissures survenant des petits défauts jusqu'à une longueur critique au-delà de laquelle une intervention pour des réparations est nécessaire. Le producteur d'électricité espère une longue durée d'exploitation et minimiser les arrêts de maintenance pour réparer les fissures (Gagnon et al., 2010).

Après austénitisation et trempe à la température ambiante, la microstructure de l'acier 13Cr-4Ni consiste en une matrice presque totalement martensitique et une dispersion des nanocarbures, et parfois la phase  $\delta$ . Mais grâce à la présence d'éléments gammagènes tels que

Ni et Mn, l'application d'un traitement thermique approprié peut retenir à l'ambiante une quantité d'austénite non négligeable dite austénite reformée ( $A_{ref}$ ). Loin d'être un défaut, cette phase qui se trouve souvent dans les interfaces ; les joints de grains austénitiques mères, interlattes et blocs martensitiques donne à l'acier 13Cr-4Ni des propriétés intéressantes. Le traitement thermique est dit inter-critique, car il est entre les températures  $A_{c1}$  et  $A_{c2}$ , début et fin de transformation austénitique, respectivement. Ce traitement donne aux éléments gammagènes la possibilité de diffuser dans la phase d'austénite de réversion, austénite formée à la température du traitement inter-critique ( $A_{rév}$ ). Ce qui contribue à renforcer sa stabilité thermique. La fraction d'austénite retenue dans l'acier varie en fonction des conditions du traitement thermique adoptées. Pour un temps de maintien donné, l'évolution de la fraction d' $A_{ref}$  avec la température de revenu présente une courbe de forme en cloche. L'austénite retenue à la température de chambre est métastable mécaniquement, elle peut se transformer en martensite sous des déformations mécaniques.

Parmi les mécanismes utiles pour le ralentissement de fissure de faible taille, la transformation de la phase austénitique en martensite peut être efficace. Quand l'austénite résiduelle ou reformée se transforme près du fond de fissure, elle peut générer des contraintes de compression locales dues à l'expansion du volume de la maille microstructurale lors de ce changement de phase (elle passe d'une structure cubique à face centrée à une structure tétragonale centrée de la martensite permettant une augmentation de volume de quelques %). Ce phénomène peut ralentir la vitesse de fissure dans l'alliage en la refermant.

En fait, des zones de déformations plastiques se forment au fond de fissure. Ces déformations sont susceptibles de déclencher le mécanisme de transformation martensitique de l'austénite reformée.

Comment améliorer la stabilité mécanique de l' $A_{ref}$  dans l'acier martensitique à faible teneur en carbone dans l'ordre d'assurer une transformation induite par plasticité (TRIP) le plus proche possible du fond de fissure ? Si la transformation de l' $A_{ref}$  se déroule loin du fond de fissure, dans les premiers cycles de son interaction avec la zone plastique, l'effet TRIP ne

ferme pas la fissure et l'austénite ne sera plus utile dans la propagation, elle peut même être néfaste par la formation d'une martensite fraîche fragile.

La stabilité mécanique de l' $A_{ref}$  dans les aciers inoxydables est influencée par différents facteurs : l'enrichissement en éléments stabilisateurs gammagènes, morphologie, taille et dureté de la phase avoisinante. Les éléments stabilisateurs gammagènes affectent la force motrice chimique pour la transformation. L'augmentation de leur quantité diminue la température du début de transformation martensitique lors du refroidissement ( $M_s$ ). Par la même occasion, cela augmente la contribution de l'énergie mécanique additionnelle nécessaire pour déclencher la transformation de l'austénite en martensite lors de l'effet TRIP. La morphologie de l'austénite peut aussi influencer sa transformation, où les grains austénitiques en blocs se transforment en martensite plus facilement que ceux de forme lamellaire ou petites particules. Ainsi, ils nécessitent moins d'énergie additionnelle pour déclencher le TRIP. La phase avoisinante peut accélérer ou retarder la transformation martensitique. Plus celle-ci est dure, plus elle atténue les contraintes ou déformations supportées par l' $A_{ref}$  et retarde sa transformation lors des sollicitations.

Des études précédentes prévoient que des traitements inter-critiques procédés aux basses températures en prolongeant le temps de maintien pourraient produire une quantité d' $A_{ref}$  significative et entourée par une phase martensitique plus dure. Ces conditions de traitement pourraient aussi produire une  $A_{ref}$  plus enrichie en éléments gammagènes stabilisateurs, une seconde raison pour améliorer sa stabilité mécanique dans cet alliage.

Des études sont menées pour la mise en place d'une recette assurant une  $A_{ref}$  plus stable mécaniquement dans l'acier 13Cr-4Ni soumis à des déformations monotones et particulièrement oligo-cycliques. Suite à l'interaction de plusieurs facteurs, elles ne permettent pas de proposer clairement une méthode de traitements thermiques réalisant l'objectif.

Dans un tel contexte, l'objectif principal de ce travail de recherche est de développer une recette de traitement thermique permettant d'améliorer la stabilité mécanique de l' $A_{ref}$  dans

l'acier 13Cr-4Ni lors des sollicitations monotones et oligo-cyclique. Cette amélioration devrait permettre de contribuer au ralentissement de la vitesse de fissures dans les turbines par l'effet TRIP de l' $A_{ref}$ .

Les objectifs secondaires sont : (1) produire un volume d'austénite d'environ 10% à des températures de traitement inter-critique plus basses qu'à l'ordinaire en augmentant la durée du traitement ; (2) Faire une étude comparative des caractéristiques des  $A_{ref}$  formées dans différentes conditions de traitements thermiques en termes d'enrichissement en éléments stabilisateurs, dureté de la phase avoisinante, taille et morphologie ; (3) Quantifier la stabilité mécanique des différentes  $A_{ref}$  en déformations monotones et oligo-cyclique afin de déterminer les conditions de traitement thermique qui permettent l'amélioration de la stabilité mécanique de l' $A_{ref}$ .

Ce document est divisé en quatre chapitres :

Le premier chapitre présente une revue de littérature sur les types de microstructure des aciers inoxydables, particulièrement les aciers martensitiques à faible teneur en carbone 13Cr-4Ni. Les traitements thermiques et les éléments d'alliage stabilisateurs permettant la formation de l'austénite dans ce genre d'acier à la température ambiante seront détaillés, et le processus de formation de l'austénite sera présenté. Succinctement, l'effet de transformation induite par plasticité (TRIP) de l'austénite, la stabilité mécanique de l'austénite reformée et son utilité dans le phénomène de propagation de fissure et les facteurs structuraux qui l'améliorent seront aussi détaillés. Il permet de mettre la lumière sur la provenance de la problématique de recherche à traiter, de localiser l'étude de recherche menée dans le cadre de cette thèse par rapport aux études de la littérature déjà existantes.

Le deuxième chapitre parle sur les procédures expérimentales suivies dans ce projet. Il expose les protocoles adoptés dans la réalisation d'échantillons de l'acier 13Cr-Ni ayant le même taux d'austénite, mais produits à des températures et durées de maintien différentes. Les techniques de révélation et de mesure du volume de l'austénite reformée seront détaillées. Il présente

aussi la méthodologie suivie pour faire une étude microstructurale comparative des différentes austénites obtenues. Les conditions expérimentales, la géométrie d'éprouvettes et les normes utilisées dans les essais de traction et fatigue oligo-cyclique pour évaluer la stabilité mécanique sont aussi précisées.

Le troisième chapitre est consacré aux résultats de microscopie et de l'analyse chimique obtenus à l'aide de microscope électronique à balayage (MEB), microscope électronique à transmission (MET), diffraction des rayons X (DRX) et mesures de microdureté. Les résultats des caractérisations mécaniques sous des sollicitations monotones et oligo-cycliques sont également présentés.

Le chapitre quatre sera consacré à la discussion des différents résultats collectés dans le cadre de ce doctorat. Une recette de recommandations sera prescrite pour les procédures de production et réparation des turbines Hydro-électriques.

Finalement, des conclusions seront présentées suivies des annexes détaillant certains éléments. Les formes et dimensions des éprouvettes utilisées dans cette étude de recherche sont présentées en schémas.

Ce travail de recherche a été fait dans les laboratoires de l'École de Technologie Supérieure (ÉTS) et l'Institut de Recherche d'Hydro-Québec (IREQ). Cela dans le cadre du projet CREFARRE (Consortium de recherche en fabrication et réparation de roues d'eau) en collaboration avec le producteur d'électricité Hydro-Québec et le fabricant des turbines ALSTOM.



## CHAPITRE 1

### REVUE DE LA LITTÉRATURE

Ce chapitre est consacré à la revue de littérature relative au travail que traite cette thèse. Il présente les connaissances fondamentales en relation avec le sujet du projet : les aciers martensitiques 13Cr-4Ni ; les paramètres affectant la précipitation de l'austénite et sa stabilité thermique et mécanique ; l'effet de la transformation induite par plasticité (TRIP, transformation induced plasticity) de l'austénite et son potentiel à ralentir la propagation de fissure en fatigue ; et la relation entre la stabilité de l'austénite et ses propriétés chimiques et physiques.

#### 1.1 Roue de turbine

La figure 1.1 présente une turbine hydraulique de type Francis. La turbine peut subir des endommagements causés par les phénomènes de cavitation, érosion, corrosion et propagation de fissure suite aux chargements cycliques qu'elle supporte.

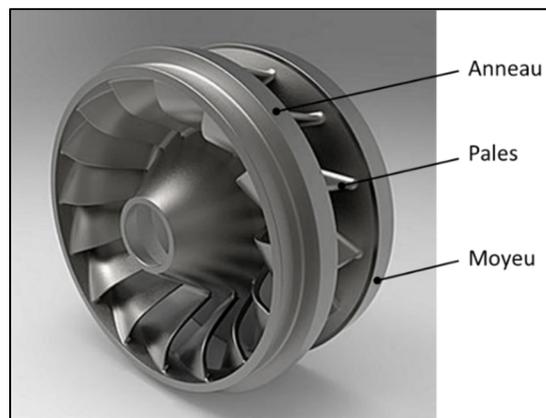


Figure 1.1 Roue de turbine Francis  
Adapté de Addiprint (2021)

Le matériau utilisé dans la conception des turbines doit avoir des caractéristiques susceptibles de minimiser leurs endommagements. Les organes des turbines hydrauliques sont fabriqués

des aciers inoxydables caractérisés, entre autres, par une bonne résistance à la corrosion, à l'oxydation et à la fatigue (ASTMInternational, 2003; Kou, 2003).

## 1.2 Les aciers inoxydables

Les aciers inoxydables sont des alliages métalliques à base de fer-carbone qui doivent comporter une quantité de chrome, au moins 10,5%. La quantité de chrome contenue dans l'acier inoxydable assure sa bonne résistance à la corrosion, grâce à la formation d'un film passif protecteur en surface (Nakagawa et Miyazaki, 1999). Selon les teneurs d'éléments d'alliage, la structure des aciers peut varier.

La distinction de la nature de la structure à la température ambiante des aciers inoxydables se base sur le calcul des équivalents de chrome et de nickel. Ces équivalents peuvent être déterminés au moyen des formules en fonction du pourcentage des quantités des autres éléments d'alliage. Les formules sont données comme suite :

$$Ni_{eq} = Ni + Co + 0,5Mn + 0,3Cu + 25N + 30C \quad (1.1)$$

$$Cr_{eq} = Cr + 2Si + 1,5Mo + 5V + 5,5Al + 1,75Nb + 1,5Ti + 0,75W \quad (1.2)$$

Avec le calcul des équivalents, il est possible à l'aide du diagramme de Schneider montré sur la figure 1.2 de définir la structure des phases présentes pour un refroidissement typique de soudage. Les aciers inoxydables peuvent être des aciers inoxydables martensitiques, austénitiques, ferritiques ou leurs combinaisons (Lacombe, Baroux et Béranger, 1991; Lippold J. C. et Kotecki D. J., 2005).

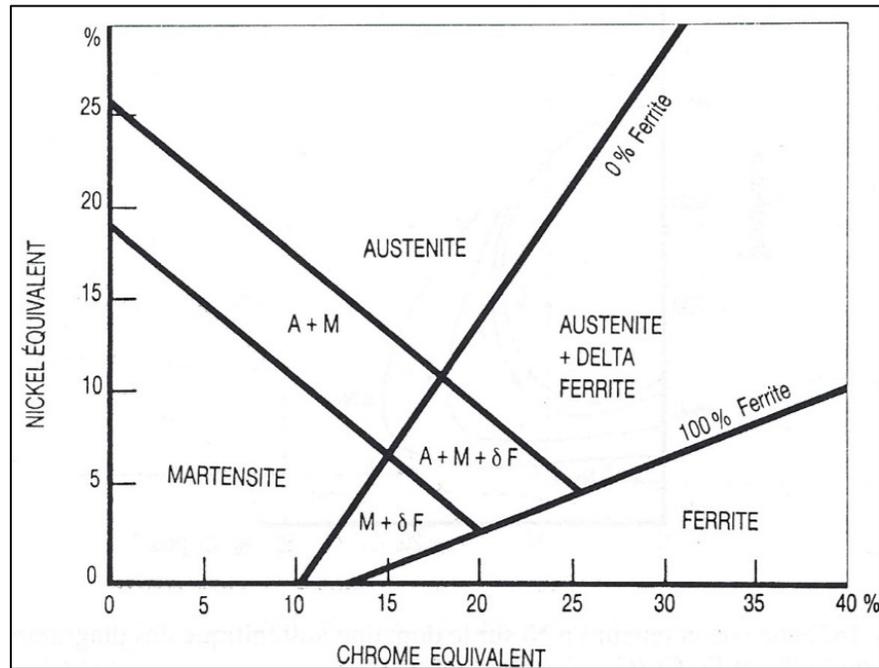


Figure 1.2 Diagramme de constitution des aciers inoxydables en fonction des équivalents de chrome et de nickel selon Schneider  
Tiré de Lacombe, Baroux et Béranger (1991, p. 500)

### 1.3 Les aciers inoxydables martensitiques 13Cr-4Ni

Les aciers inoxydables 13Cr-4Ni représentent une bonne alternative dans la manufacture des organes des turbines hydrauliques depuis les années 60s (Iwabuchi, 2003; Lacombe, Baroux et Béranger, 1991; Meimandi et al., 2017; Robichaud, 2007; Thibault, 2010), car ils possèdent une bonne résistance mécanique, ténacité, résistance à la corrosion et l'érosion ainsi que le coût moins cher par rapport aux autres aciers fortement alliés. Ces alliages seront traités en plus de détails dans les sections suivantes.

#### 1.3.1 Diagramme d'équilibre des alliages 13Cr-4Ni

Le diagramme d'équilibre d'un système ternaire Fe-Cr-Ni (figure 1.3) présente les différentes phases d'équilibre formées selon le niveau de température. Il est utile d'éviter la formation de

la phase  $\sigma$  dans les aciers inoxydables, car elle est dure et fragile. Elle est d'une maille tétragonale et se forme à basses températures, par conséquent, la cinématique de formation est longue et nécessite des temps de maintien prolongés. (Lippold J. C. et Kotecki D. J., 2005).

Pour un alliage de 13Cr-4Ni (présenté par le vertical rouge en tirets sur la figure 1.3), la structure à des températures inférieures à 610°C est ferritique. Le début de la formation de la phase austénitique en chauffage commence envers  $A_{c1} = 610^\circ\text{C}$ . La structure devient totalement austénitique à partir de la température  $A_{c3} = 710^\circ\text{C}$ . La structure à la température ambiante peut être modifiée selon la composition chimique et le processus de traitement adopté. Un traitement inter-critique entre  $A_{c1}$  et  $A_{c3}$  par exemple, permettrait de garder un certain volume de la phase austénitique à la température de chambre. Cette phase qui peut être stable thermiquement par l'enrichissement en Ni est métastable mécaniquement et peut être exploitée dans l'effet TRIP.

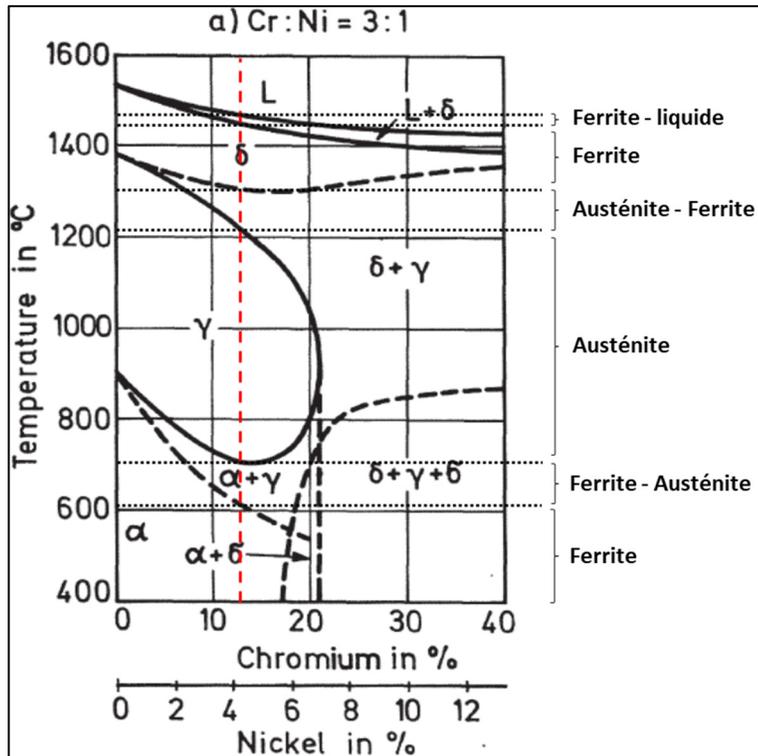


Figure 1.3 Diagramme de phase du ternaire Fe-Cr-Ni pour un rapport Cr/Ni = 3/1. Le vertical en tirets réfère à l'alliage 13Cr-4Ni

Adapté de Folkhard (1988, p. 10)

Il est aussi important de souligner que les températures de transformation de phases présentées sur la figure 1.3 peuvent aussi se varier si la composition chimique de l'alliage change. Plus de détail sera présenté dans les prochaines sections de ce manuscrit.

### 1.3.2 Effet des éléments gammagènes sur le diagramme de phase

Les éléments gammagènes jouent un rôle important dans la formation des aciers inoxydables martensitiques. Ces derniers sont essentiellement de base Fe-Cr-C. Ils contiennent un pourcentage du Cr entre 11,5 et 18%. Comme le pourcentage du Cr augmente, le C doit augmenter aussi pour élargir le domaine d'austénite (voir figure 1.4). Le domaine austénitique dans le diagramme de phases est essentiel pour former les aciers inoxydables martensitiques ; à partir duquel la martensite se forme lors du refroidissement.

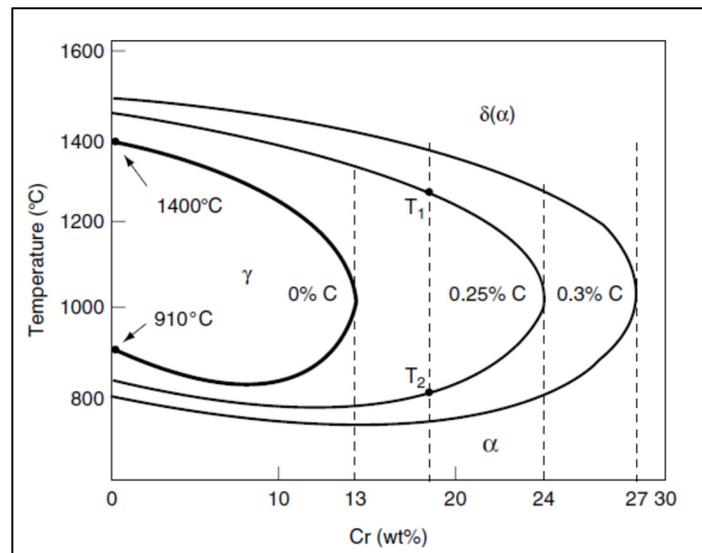


Figure 1.4 Coupes du diagramme Fe-Cr-C pour des teneurs croissantes en carbone  
Tiré de Goerge E. Totten (2007, p. 725)

L'augmentation du C dans l'acier inoxydable nuit à trois caractéristiques nécessaires : la ténacité, la résistance à la corrosion et la soudabilité du matériau. Comme palliatif à ce problème, l'utilisation d'autres éléments gammagènes tels que le Ni permet d'utiliser de faibles teneurs en C et récompense la stabilisation du domaine austénitique comme il est présenté sur

la figure 1.5 (Bailon et Dorlot, 2000; Goerge E. Totten, 2007; Lacombe, Baroux et Béranger, 1991).

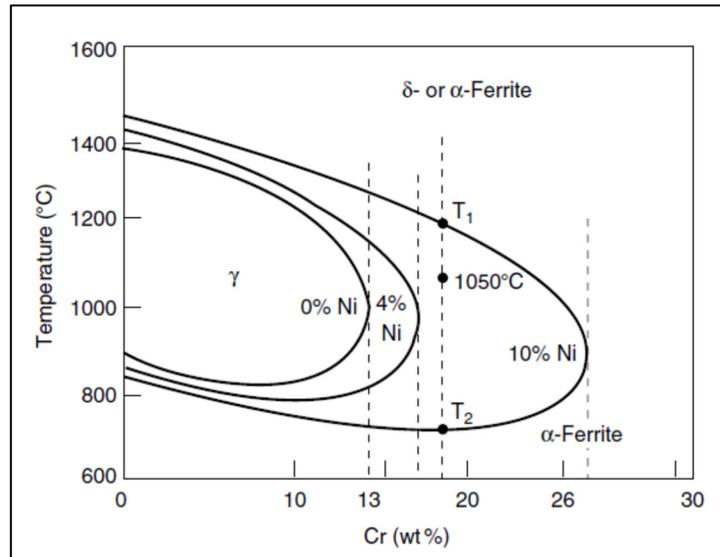


Figure 1.5 Coupes du diagramme Fe-Cr-C pour des teneurs croissantes en Ni montrant combien la zone austénitique est influencée par le Ni  
Tiré de Goerge E. Totten (2007, p. 726)

### 1.3.3 Précipitation des carbures dans les aciers inoxydables

Parmi les carbures couramment précipités dans les aciers inoxydables, le  $M_{23}C_6$  où M représente  $Fe_{0,2-0,3} Cr_{0,8-0,7}$ . Il est à noter que la précipitation en excès des gros carbures dans l'acier inoxydable consomme le chrome de la matrice et conséquemment affaiblit sa résistance à la corrosion. Il est important de souligner que les carbures peuvent précipiter tant en martensite qu'en austénite (Godin et al., 2020; Zhang et al., 2015). La figure 1.6 expose un exemple des carbures  $M_{23}C_6$  dispersés dans un acier inoxydable martensitique à faible teneur en carbone observés au moyen d'un microscope électronique à transmission. Ce genre de carbure se forme lors d'un maintien plus ou moins prolongé dans un intervalle de température appelé le domaine de sensibilisation. Le maintien dans ce domaine peut être rencontré :

- 1) D'une chauffe locale ; une partie de la pièce atteint ce domaine de température, conséquemment elle sera un siège de précipitation de ces carbures ;

- 2) D'un refroidissement trop lent après un traitement d'homogénéisation en phase  $\gamma$  ;
- 3) D'un pourcentage de carbone trop élevé ;
- 4) D'une température de fonctionnement trop élevée.

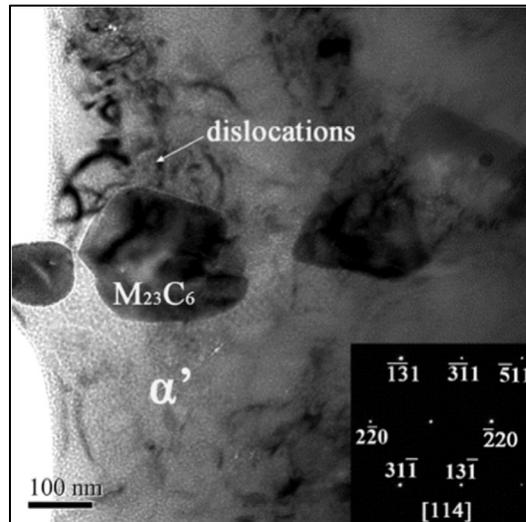


Figure 1.6 Image MET pour le carbure  $M_{23}C_6$  dans un acier inoxydable martensitique 13Cr-4Ni,  $\alpha'$  martensite  
Tiré de Zhang et al. (2015, p. 9)

Pour éviter l'affectation de la performance des aciers inoxydables martensitiques causée par les carbures, il faut tenir compte que la précipitation des carbures commence à partir de 300°C et devient plus intense envers 500°C. Un maintien au-dessus de 700°C peut restaurer la tenue à la corrosion (Lacombe, Baroux et Béranger, 1991).

#### 1.3.4 Transformation martensitique

Lors d'un refroidissement à une vitesse rapide de l'austénite, le mécanisme de transformation martensitique se fait d'une manière displacive et non diffusive. La transformation se fait par un mouvement collectif des atomes à des distances inférieures à celles interatomiques comme montré dans la figure 1.7. En d'autres mots, les phénomènes de diffusion à l'origine de

transformation de phases ne peuvent pas se produire. La diffusion des atomes du carbone nécessaire pour atteindre un état d'équilibre n'aura pas la chance de se faire et va produire un constituant hors équilibre qui ne figure pas sur le diagramme de phase (Askeland et Wright, 2016; Callister et Rethwisch, 2014).

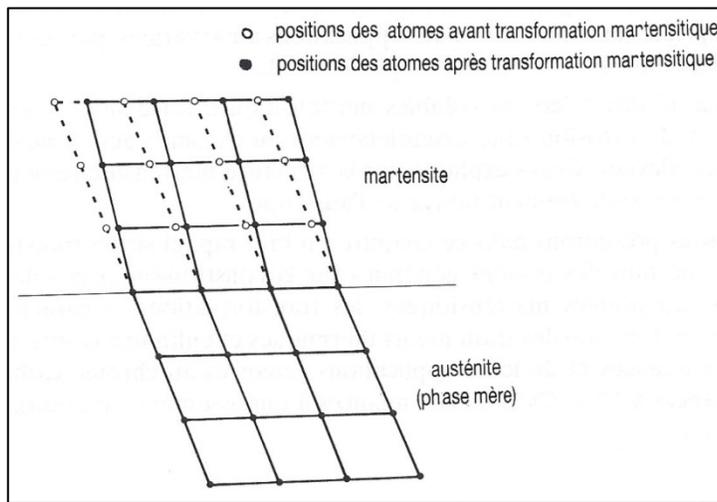


Figure 1.7 Représentation schématique du déplacement des atomes lors de la formation de la martensite  
Tiré de Lacombe, Baroux et Béranger (1991, p. 494)

La transformation martensitique dépend de la température et non du temps ; elle commence à la température du début de transformation ( $M_s$ ) pour se terminer à la température de fin de transformation ( $M_f$ ).

La maille cubique à faces centrées se transforme en maille tétraogonale voisine d'une maille cubique centrée.

La martensite comporte aussi la même teneur en carbone que l'austénite mère dont il provient. Dans l'austénite mère, les atomes de carbone se situent dans les interstices octaédriques du réseau cubique à faces centrées du fer gamma. Dans l'austénite, chaque atome de carbone est entouré par six atomes du fer pour former un octaèdre régulier. De même pour la martensite,

mais l'octaèdre est fortement aplati parallèlement à l'axe quaternaire (Figure 1.8). Conséquemment, il n'y aurait pas de place suffisante pour loger un atome de carbone. Comme le diamètre de l'atome du carbone est de l'ordre de  $1,54 \text{ \AA}$ , des forces de compression se produisent (Lacombe, Baroux et Béranger, 1991; McGuire, 2008). La martensite prend plus de place que l'austénite et si cette transformation se produit dans un matériau, l'augmentation de volume créerait des contraintes de compression sur la phase avoisinante.

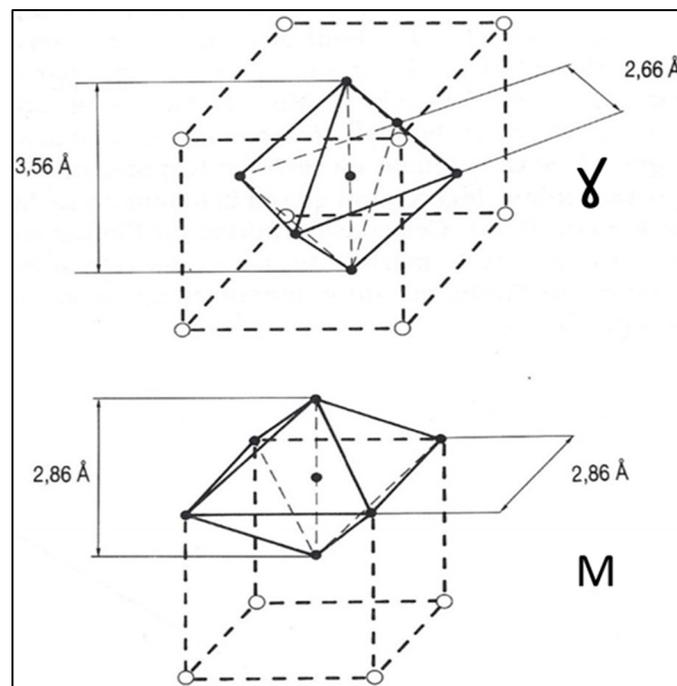


Figure 1.8 Déformation de l'octaèdre austénitique en octaèdre martensitique

Tiré de Lacombe, Baroux et Béranger (1991, p. 495)

La martensite fraîche présente une fragilité causée par des contraintes résiduelles internes. Elle se distingue aussi d'une faible ductilité due à la grande densité de dislocations. C'est pour cela, l'acier martensitique ne peut pas être utilisé tel quel après une austénitisation ou un soudage. Certains traitements thermiques, tels que le revenu, doivent être effectués pour améliorer sa ténacité et ductilité (Askeland et Wright, 2016).

### 1.3.5 Les transformations produites lors d'un revenu d'un acier inoxydable martensitique 13Cr-4Ni

La solidification de la coulée ou du cordon de soudure d'un acier martensitique forme à la température ambiante une microstructure presque totalement martensitique avec des carbures  $M_{23}C_6$  et résidus de ferrite delta et austénite (Bilmes, Solari et Llorente, 2001). Un chauffage jusqu'au domaine d'austénitisation peut homogénéiser la structure et éliminer la phase de ferrite delta (Lacombe, Baroux et Béranger, 1991). Mais à cause des inconvénients cités dans la section précédente, la martensite fraîche formée suite au refroidissement nécessite un traitement de revenu pour améliorer les caractéristiques du matériau et même pour obtenir d'excellentes propriétés mécaniques (Godin et al., 2020; Mokhtabad Amrei et al., 2015; Thibault et al., 2011).

Le revenu des aciers martensitiques 13Cr-4Ni à des températures inférieures à  $A_{c1}$  réduit la densité de dislocations et permet la précipitation des carbures  $M_{23}C_6$  (Baïlon et Dorlot, 2000). Il sera utile de cibler le domaine de températures inter-critiques entre  $A_{c1}$  et  $A_{c3}$  dans le domaine biphasé (figure 1.3, section 1.3.1) pour viser une bonne corrélation des propriétés. Le maintien à la température de revenu conduit à la transformation d'une partie de la martensite fraîche pour respecter les conditions thermodynamiques. L'austénite ainsi formée s'appelle L'austénite de réversion ( $A_{rév}$ ).

Dans le domaine inter-critique, la formation de l'austénite se déroule par un mécanisme diffusif, et la température et le temps sont les facteurs contrôlant l'activation du mécanisme (Askeland et Wright, 2016; Callister et Rethwisch, 2014; Porter, Easterling et Sherif, 2009). Des études ont été menées sur l'influence de la température et du temps de maintien des traitements thermiques sur la fraction de l' $A_{rév}$  dans l'acier inoxydable 13Cr-4Ni-Mo (Song Y. et al., 2011; Zou et al., 2010). La figure 1.9 expose les résultats obtenus. Elle présente la variation du volume d' $A_{rév}$  en fonction de la température du revenu pour deux temps de maintien au four, 5 min et 30 min. Pour une température entre 560°C et 680°C, c'est la diffusion du Ni qui permet la formation de l'austénite et un temps suffisant est nécessaire pour sa diffusion. Si la température est supérieure à 680°, la force motrice générée par l'énergie

thermique est suffisante pour que le déplacement des atomes soit rapide et le temps de maintien n'influence pas le pourcentage de l'austénite.

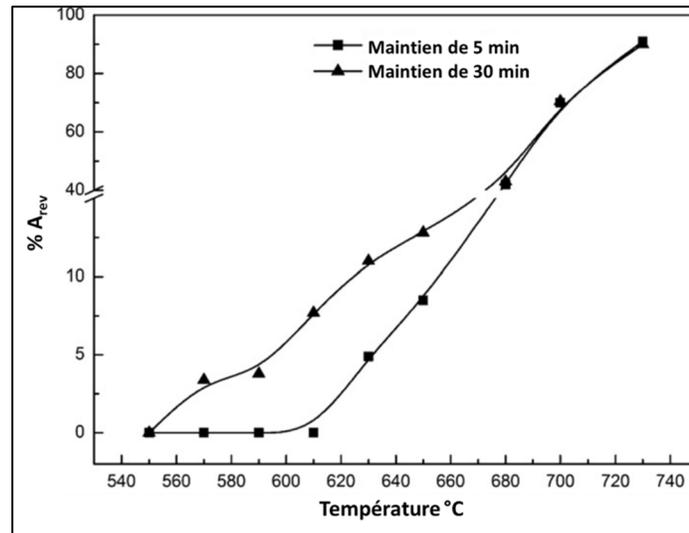


Figure 1.9 Variation du volume de l'austénite en fonction de température de revenu et temps de maintien dans le four  
Tiré de Song Y. et al. (2011, p. 2)

### 1.3.6 Influence des éléments d'alliage sur la stabilité thermique de l'A<sub>rev</sub>

Une fois une partie de l'austénite de réversion est formée dans le domaine inter-critique, les éléments gammagènes jouent un rôle important dans la détermination de sa stabilité thermique. Parce que la solubilité des éléments gammagènes dans l'austénite est plus grande que dans la martensite (Lacombe, Baroux et Béranger, 1991; Porter, Easterling et Sherif, 2009), le maintien à la température inter-critique donne l'occasion aux éléments gammagènes de diffuser dans l'A<sub>rev</sub>. Par conséquent, la stabilité thermique de l'austénite s'améliore par l'abaissement de son M<sub>s</sub>.

Folkhard, E (Folkhard, 1988) a cité que Kulmburg, So Ikner, Korntheuer et Schmid ont fourni la formule (1.3) pour la détermination de la température M<sub>s</sub> en °C de l'austénite en basant sur des études menées sur une gamme de plusieurs types d'acier inoxydable contenant 12 à 18 %

de Cr. Elle relie le  $M_s$  de l'austénite avec sa composition chimique en carbone, manganèse, chrome et nickel. Il est à noter que la mesure de composition locale de l'austénite peut être procédée par la technique EDS en utilisant le microscope électronique à transmission (Bilmes, Solari et Llorente, 2001). Ils ont confirmé l'efficacité de cette formule sur un acier 13Cr-4Ni.

$$M_s (\text{°C}) = 492 - 125 (\%C) - 65,5 (\%Mn) - 10 (\%Cr) - 29 (\%Ni) \quad (1.3)$$

### 1.3.7 Variation du volume d' $A_{ref}$ en fonction des paramètres de traitement

Le volume d' $A_{rév}$  formée dans le domaine inter-critique se maintient partiellement ou totalement à la température ambiante en  $A_{ref}$ . Le volume de l' $A_{ref}$  varie en fonction de plusieurs paramètres, à savoir la température de revenu et le temps de maintien.

Selon des études faites sur un acier inoxydable martensitique en version soudé (Amrei et al., 2016; Godin et al., 2020), la courbe de variation de la quantité de l' $A_{ref}$  en fonction de la température présente une forme de cloche. Amrei et al. ont mené leur étude sur un acier 13Cr-4Ni en changeant le temps de maintien (1h et 2h) pour voir son influence sur la courbe. Godin et al. ont étudié un acier 13Cr-6Ni pour quantifier l'effet de l'augmentation de l'élément gammagène Ni sur le comportement de l' $A_{ref}$ . Les résultats expérimentaux obtenus sont présentés sur la figure 1.10. Toutes les courbes présentent un aspect général similaire. Le volume d' $A_{ref}$  augmente avec l'augmentation de température de revenu jusqu'il arrive une valeur sommet au-delà de laquelle il diminue graduellement jusqu'il s'annule. Dans la courbe de 13Cr-4Ni revenu pour 1h à titre d'exemple, L' $A_{ref}$  se forme dans l'intervalle de température entre 500°C et 660°C. Le volume maximum est atteint vers 610°C. Grâce au bon enrichissement en éléments gammagènes, l' $A_{rév}$  formée à des températures inférieures à 610°C est stable et reste comme  $A_{ref}$  après refroidissement. Ses températures  $M_s$  et  $M_f$  sont inférieures à la température ambiante. Au-dessus de la température 610°C, une partie de l' $A_{rév}$  formée à la température du revenu est instable et se transformera en martensite fraîche lors du refroidissement. À partir de 670°C, toute l'austénite formée pendant le revenu est instable et se transformera totalement en martensite lors du refroidissement avant d'atteindre la

température ambiante. Les éléments gammagènes ne peuvent pas enrichir la grande quantité d'Austénite formée, donc ses températures  $M_s$  et  $M_f$  restent élevées (Amrei et al., 2016; Godin, 2014; Mokhtabad Amrei, 2016; Robichaud, 2007; Thibault et al., 2011). Cependant, il y a des dissimilarités entre les trois courbes en termes des valeurs.

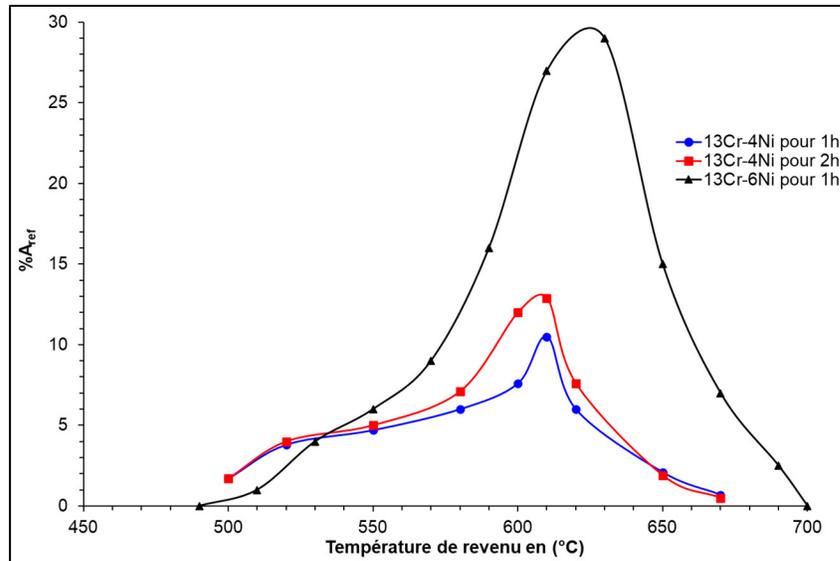


Figure 1.10 %  $A_{ref}$  en fonction de la température de revenu dans les aciers inoxydables 13C-6Ni et 13Cr-6Ni  
Tirée de (Amrei et al., 2016; Godin et al., 2020)

Si le temps de maintien est prolongé dans le cas de 13Cr-4Ni pour 2h, la courbe se lève vers le haut, surtout à des températures autour du sommet. La prolongation de la durée du revenu donne l'occasion aux éléments gammagènes de diffuser dans l'austénite formée à la température ainsi la bien stabiliser thermiquement. Par ailleurs, l'augmentation de la teneur du Ni dans l'acier 13Cr-6Ni influence sur l'allure de la courbe de deux côtés : il élargit l'intervalle d'existence de l' $A_{ref}$  (jusqu'à 700°C au lieu de 670°C dans le cas de 13Cr-4Ni) et augmente amplement le volume d' $A_{ref}$ . Le sommet de la courbe à 630°C est maintenant 29%, environ 3 fois plus grand que celui du 13Cr-4Ni pour le même temps de maintien. L'augmentation de la teneur du Ni dans l'acier favorise à la fois la formation et la stabilisation thermique de l'austénite. En résumé, la courbe de variation du taux d' $A_{ref}$  en fonction de la température de

revenu est d'une forme de cloche et elle est influencée par le temps de maintien et la composition chimique du matériau.

Une cloche est aussi présente si le volume de l' $A_{ref}$  est tracé en fonction du temps de maintien à la température de revenu (Zhang et al., 2015). La figure 1.11 présente l'effet du temps de maintien au revenu sur la variation du volume d' $A_{ref}$  dans un acier 13Cr-4Ni. La prolongation du temps de maintien lors du revenu a le même effet que l'augmentation de la température.

La température appliquée dans l'étude est  $620^{\circ}\text{C}$  qui est à l'entour du sommet de la courbe cloche de ce genre d'aciers (Amrei et al., 2016; Godin et al., 2020; Robichaud, 2007). La prolongation exagérée du temps de maintien à cette température favorise la formation de grande quantité d' $A_{rév}$ . Cette dernière ne sera pas suffisamment stable à cause du motif suscité. L'adoption des températures plus basses devrait être utile. Elle permettrait à la fois de former la quantité d' $A_{ref}$  suffisante et de bien l'enrichir en éléments gammagènes.

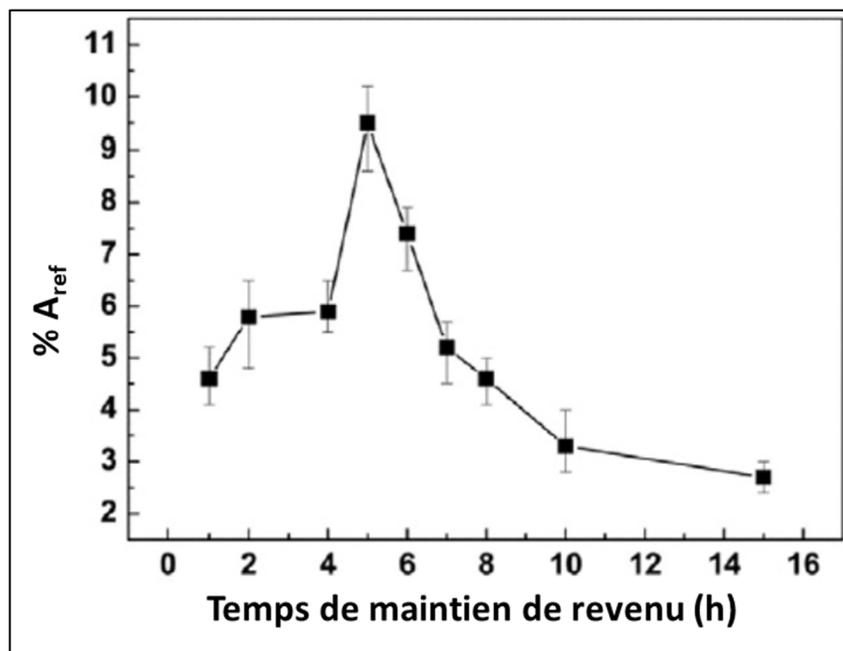


Figure 1.11 Volume de l'austénite réformée après un revenu à  $620^{\circ}\text{C}$  en fonction du temps de maintien dans un acier 13Cr-4Ni  
Tiré de Zhang et al. (2015, p. 3)

### 1.3.8 Formation de l'austénite par un double revenu

Le volume d' $A_{ref}$  dans l'acier martensitique peut être encore augmenté en procédant à un traitement double revenu. Dans le cadre d'une étude sur le métal d'apport 13Cr-NiMo (Bilmes, Solari et Llorente, 2001), le premier traitement a été fait à une température de 670°C pendant 2 heures suivi d'un refroidissement à l'air et le deuxième à une température de 600°C durant 8 heures et un refroidissement à l'air. Ce traitement a permis de produire 29 % d' $A_{ref}$  comme il est montré sur la micrographie de la figure 1.12. Les lamelles d' $A_{ref}$  sont de couleur grise. Les auteurs ont proposé un schéma représentatif du mécanisme de formation de l'austénite par un double revenu (voir figure 1.13). Les étapes présentées sont : (a) après austénitisation à 950°C/1h/air, (b) lors du chauffage à 670°C, (b) après le premier revenu à 670°C/2h/air et (c) après le deuxième revenu à 600°C/8h/air. Les différentes phases présentes sont repérées dans la figure par : M1 : martensite fraîche, Tm : martensite revenue et  $\gamma$  : Austénite.

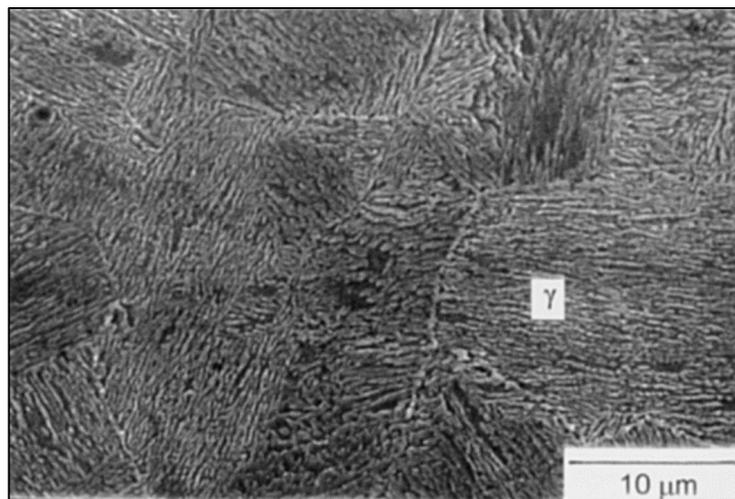
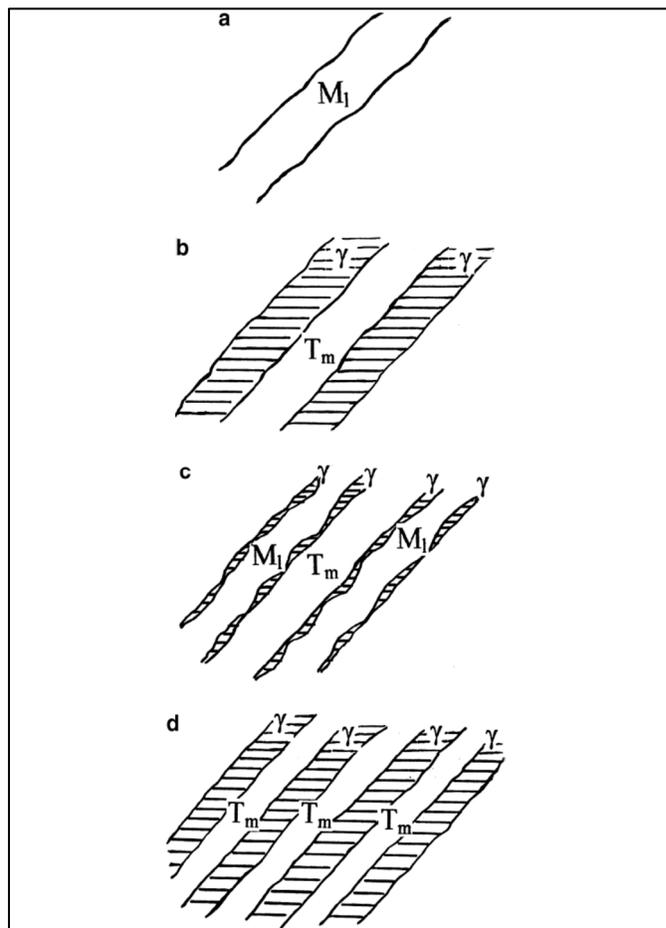


Figure 1.12 Micrographie de 29 % d' $A_{ref}$  entre les lattes de martensite obtenue par un double revenu d'un acier 13Cr-NiMo, 950°C/1h/air + 670°C/2h/air + 600°C/8h/air,  $\gamma$  est l' $A_{ref}$  en lamelles grises  
Tiré de Bilmes, Solari et Llorente (2001, p. 6)

La grande quantité d'austénite produite à la température 670 °C n'est pas suffisamment stable, et une partie se transforme en martensite lors du refroidissement à l'air. Par conséquent, une diminution de la taille de la microstructure. Après le premier revenu, la microstructure est

constituée de martensite revenue, un peu d' $A_{ref}$  et une martensite fraîche. Pendant le deuxième revenu, l'austénite se forme encore dans les interfaces (martensite/austénite). Grâce à la diminution de la taille de la microstructure, la distance à parcourir par les éléments gammagènes en diffusion devient courte. De plus, la durée de maintien du deuxième traitement (8h) est suffisamment longue pour assurer une bonne diffusion. Les deux facteurs favorisent l'augmentation du volume d' $A_{ref}$ .



Tiré de Bilmes, Solari et Llorente (2001, p. 11)

Le traitement double revenu permet de disperser une grande quantité d' $A_{ref}$  dans l'acier avec une distribution uniforme par rapport à un revenu simple (voir figure 1.12) (Bilmes, Solari et Llorente, 2001; Robichaud, 2007).

L'inconvénient de ce type de traitement c'est qu'il produit une austénite avec une faible stabilité mécanique, la résistance à la transformation lors des sollicitations mécaniques contraintes/déformations. De plus, en se référant aux résultats obtenus par (Nakagawa et Miyazaki, 1999; Zou et al., 2010), on trouve que l'augmentation du taux d'austénite conduit à une diminution dans la limite d'élasticité et la résistance à la traction.

#### 1.4 TRIP de l'austénite

Un système est dit en équilibre quand il est à l'état le plus stable, il ne présente pas une tendance à changer. Pour les transformations qui se déroulent à une température et une pression constante, la stabilité relative d'un système fermé (masse et composition fixes) est déterminée par son énergie libre de Gibbs  $G$ . C'est la différence entre son énergie interne  $E$  et le produit de son entropie  $S$  par la température  $T$  et elle s'exprime par la formule suivante :

$$G = E - TS \quad (1.4)$$

Le système devient en équilibre stable si son énergie libre est à la valeur la plus faible possible. Par conséquent, chaque transformation dont il en résulte une diminution de l'énergie libre sera donc possible (Baïlon et Dorlot, 2000; Porter, Easterling et Sherif, 2009).

La figure 1.14 illustre graphiquement la stabilité de l'austénite et de la martensite et les mécanismes possibles de leur transformation. Les lignes  $\gamma$  et  $\alpha$  représentent la variation de l'énergie libre en fonction de la température de l'austénite et de la martensite, respectivement. Le système tend vers l'énergie minimum dont la ligne la plus basse représente la phase la plus stable thermodynamiquement. Si la température est supérieure à la température d'équilibre  $T_0$ , l'austénite qui est stable. En revanche, pour des températures inférieures à  $T_0$ , la phase

martensitique qui prend la priorité d'existence parce qu'elle devient plus stable que la phase austénitique. À cause des énergies barrières telles que l'énergie de friction, élastique et celle d'interface, le début de transformation spontanée de l'austénite en martensite lors du refroidissement ne se produit pas à la température  $T_0$  et se reporte à la température critique  $M_s$  pour terminer à  $M_f$ . À la température  $M_s$ , le gradient de température est susceptible de créer une énergie critique  $\Delta G_{crit}$  qui joue le rôle d'une force motrice à l'évolution du système.

Dans le cas où le système est à une température  $M_d$  supérieure à  $M_s$ , l'austénite ne pourra pas se transformer en martensite que si une énergie additionnelle ( $\Delta G_{mécanique}$ ) est apportée au système. Cela permet de combler une partie de l'énergie nécessaire à la transformation et atteindre la valeur de la force motrice (Porter, Easterling et Sherif, 2009; Robichaud, 2007; Roth et al., 2010).

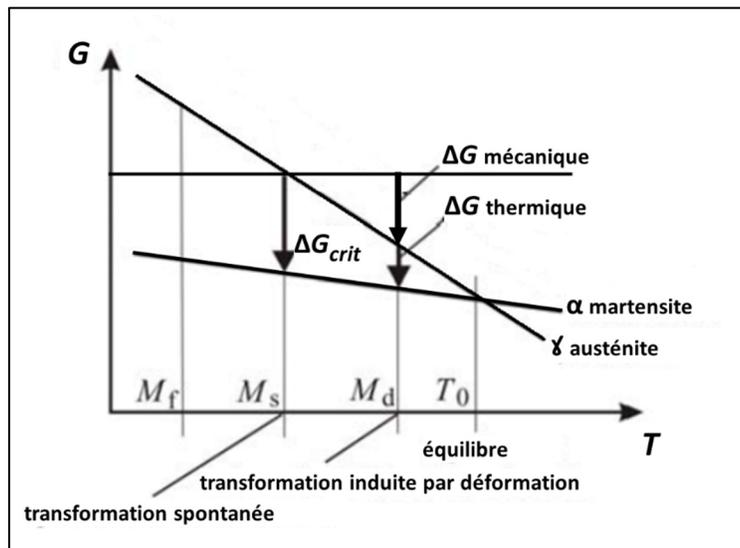


Figure 1.14 Présentation schématique de la stabilité thermodynamique de l'austénite et la martensite  
Tiré de Roth et al. (2010, p. 3)

TRIP de L'austénite s'agit de la transformation de la phase austénitique  $\gamma$ , métastable mécaniquement, en phase martensitique M. Ce changement de structure se fait dans une région de déformations concentrées (Tsuchiyama et al., 2011) à travers un système de transformation

displacive dû aux cisaillements lors des déformations plastiques et s'accompagne d'une augmentation de volume.

#### 1.4.1 TRIP d' $A_{ref}$ lorsque soumise à de la fatigue

L' $A_{ref}$  peut se transformer en martensite lors des tests de fatigue oligo-cyclique et son pourcentage initial diminue graduellement avec les déformations appliquées. Dans ses travaux (Robichaud, 2007), une étude sur la transformation de l'austénite reformée lors des déformations plastiques cycliques a été faite. Un acier AISI 415 contenant initialement 11 % d' $A_{ref}$  a été testé en fatigue oligo-cyclique sous une amplitude de déformation contrôlée 2%, un rapport de chargement -1 et une fréquence de 0.1s. La variation du volume d' $A_{ref}$  retenue en fonction du nombre de cycles appliqués a été surveillée en mesurant le volume à 1/2, 1, 7, 19 et 55 cycles. Les résultats obtenus sont présentés par la courbe bleue continue sur la figure 1.15. Le point rouge de la figure correspond au résultat du test jusqu'à rupture. Le matériau perd la majorité de son austénite durant les premiers 20 cycles. Envers 2 % d' $A_{ref}$  se transforme lors du premier 1/2 cycle. Autre 4% s'épuisent jusqu'à 7 cycles. L'application de 12 autres cycles a transformé 2 %. La transformation d'autre 2% se déroule lentement durant le reste des cycles jusqu'à la rupture.

Si l' $A_{ref}$  se transforme rapidement sous l'influence des déformations mécaniques, son effet TRIP ne sera plus efficace dans la fermeture de fissure pendant un phénomène de fatigue. Il peut même être le contraire, dont l' $A_{ref}$  devient une martensite fraîche favorisant la propagation de fissure. Le but de ce travail de recherche est d'améliorer la résistance de l' $A_{ref}$  à la transformation sous déformations pour obtenir un meilleur effet TRIP. En d'autres termes, on opte pour une courbe de transformation plus élevée, comme présentée par la ligne rouge en traits dans la figure 1.15. Ainsi pour comparer la stabilité mécanique de différentes  $A_{ref}$  obtenues par différentes conditions, il suffit de comparer leurs réactions envers les déformations appliquées.

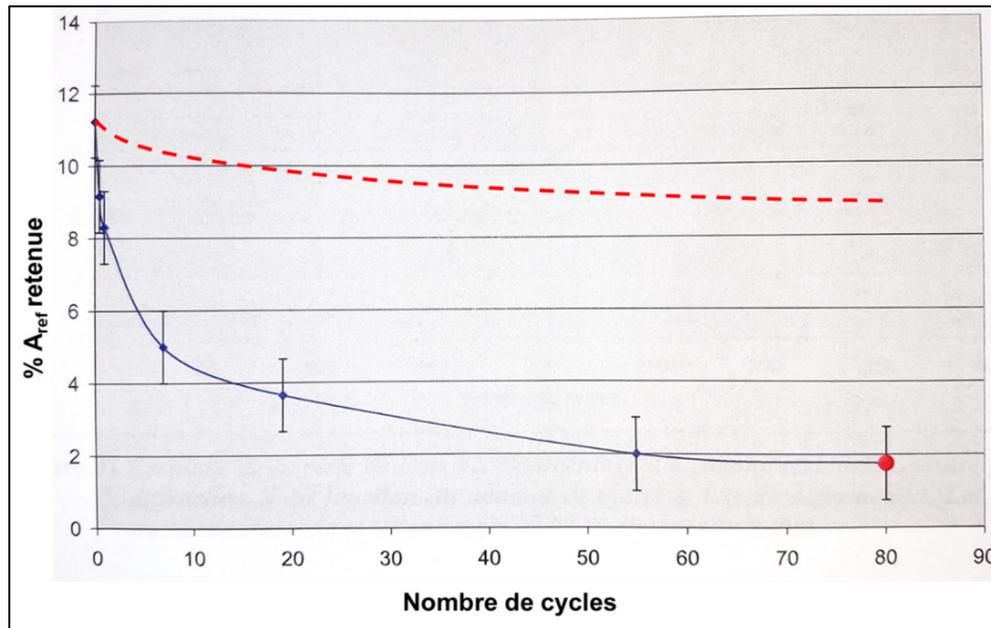


Figure 1.15 Pourcentage d'austénite résiduelle mesurée par diffraction X en fonction du nombre de cycles à 2 % de déformation pour un acier AISI 415 contenant initialement 11 % d'A<sub>ref</sub>. La ligne rouge en traits réfer à l'objectif ciblé dans cette étude du comportement de l'A<sub>ref</sub> par l'amélioration de sa stabilité mécanique

Tiré de Robichaud (2007, p. 62)

## 1.5 Généralités sur la fatigue

### 1.5.1 Informations liées à la fatigue

La fatigue est le processus de changement structural permanent local progressif dans un matériau soumis à des conditions produisant des fluctuations de contraintes ou de déformations. Ces conditions peuvent conduire à des fissures ou même complètes ruptures après un nombre suffisant de fluctuations (ASTMInternational, 2020).

Il est estimé que plus de 70 % des ruptures de pièces ou d'éléments d'une structure rencontrées dans la vie industrielle ont pour origine, ou pour cause principale, le processus de fatigue, à savoir les ailes et le train d'atterrissage d'un avion, les pièces de toutes les machines tournantes, d'un pont, ou de notre ossature même, tous ces éléments subissent des charges d'amplitude variable avec le temps (Baïlon et Dorlot, 2000).

Plusieurs applications et essais de fatigue sur les matériaux impliquent des chargements à amplitudes constantes cycliques tels que représentés à la figure 1.16.

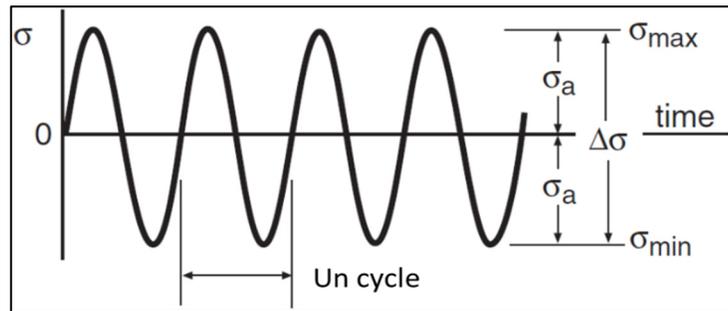


Figure 1.16 Chargement cyclique à amplitude constante  
pour  $R = 0$   
Tiré de Dowling (2007, p. 419)

L'intervalle de contrainte,  $\Delta\sigma = \sigma_{max} - \sigma_{min}$ , est la différence entre les valeurs maximale et minimale de contraintes. La moyenne des valeurs maximale et minimale de contrainte est la contrainte moyenne  $\sigma_m$ . La contrainte moyenne peut être égale à zéro comme dans la figure ci-dessus, mais ce n'est pas souvent le cas. La moitié de l'intervalle de contrainte est l'amplitude de contrainte  $\sigma_a$ , qui est la variation de la contrainte moyenne. Le rapport de la valeur minimale sur celle maximale de contrainte  $R$  s'appelle le rapport de chargement ou le rapport de contrainte. Les expressions mathématiques de ces définitions basiques sont :

$$\sigma_a = \frac{\Delta\sigma}{2} = \frac{\sigma_{max} - \sigma_{min}}{2} \quad (1.5)$$

$$\sigma_m = \frac{\sigma_{max} + \sigma_{min}}{2} \quad (1.6)$$

$$R = \frac{\sigma_{min}}{\sigma_{max}} \quad (1.7)$$

### 1.5.2 Domaines de fatigue

Selon l'amplitude de la contrainte ou de la déformation imposée, deux grands domaines de fatigue peuvent être distingués : (a) la *fatigue-endurance*, où la déformation est faible et reste macroscopiquement élastique. Le nombre de cycles nécessaire pour entraîner la rupture est alors généralement supérieur à  $10^5$ ; et (b) la *fatigue oligo-cyclique*, qui implique de la déformation plastique lors du chargement. En conséquence, la durée de vie de la pièce est beaucoup plus courte, elle est inférieure à  $10^4$  cycles (Baïlon et Dorlot, 2000).

La durée de vie d'une pièce en fatigue passe par trois stades principaux : l'amorçage de microfissures, la propagation de quelques fissures dont la principale qui causera la ruine de la pièce et la rupture finale brutale ou rupture catastrophique du matériau (Baïlon et Dorlot, 2000). Il est d'usage de noter que pour des conditions typiques de chargement en fatigue, le stade de l'amorçage de fissure occupe la majorité de la durée de vie. Si des défauts de fabrication préexistent dans le matériau, le stade de l'amorçage de fissure peut être très faible comme il est montré dans la courbe de fatigue dans la figure 1.17 (François, 2001; Hertzberg, 1996).

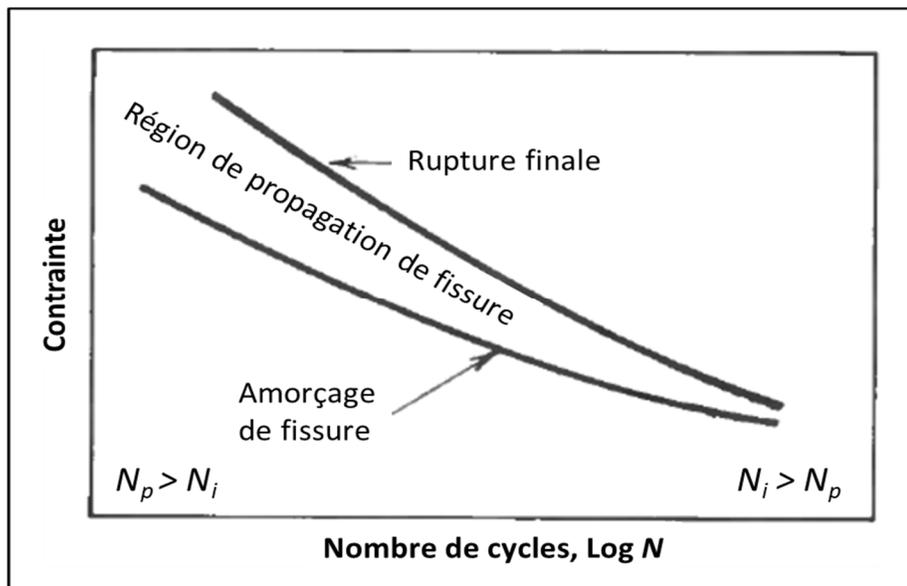


Figure 1.17 Durée de vie en fatigue et la somme des stades d'amorçage et de propagation de fissure, les indices  $p$  et  $i$  réfèrent à la propagation et l'amorçage

Tiré de Hertzberg (1996, p. 527)

### 1.5.3 Généralités sur la propagation de fissure

Dans le domaine de rupture, il y a trois modes de propagation des fissures. La figure 1.18 présente ces différents modes. Le mode I est le mode d'ouverture en traction où les faces de la fissure se séparent dans la direction normale au plan de la fissure. Le mode II est le mode de glissement en plan où les faces de fissure sont mutuellement cisailées dans la direction normale au front de fissure. Le mode III est le mode de déchirure où les faces de fissure sont cisailées parallèlement au front de la fissure. Il est d'usage de souligner que le mode I représente la majorité des cas de rupture dans l'industrie.

La longueur, où profondeur, de la fissure  $a$  croît en fonction du nombre de cycles de chargement appliqué  $N$ . La vitesse de fissure définie par la dérivée  $da/dN$  augmente. C'est pourquoi les ingénieurs dans l'industrie s'intéressent à évaluer la vitesse de propagation de fissure dans les structures soumises à des chargements cycliques. Cela permet de planifier un programme de maintenance afin d'exploiter au maximum leurs structures sans que les fissures n'atteignent la longueur critique à partir de laquelle, une rupture est inévitable.

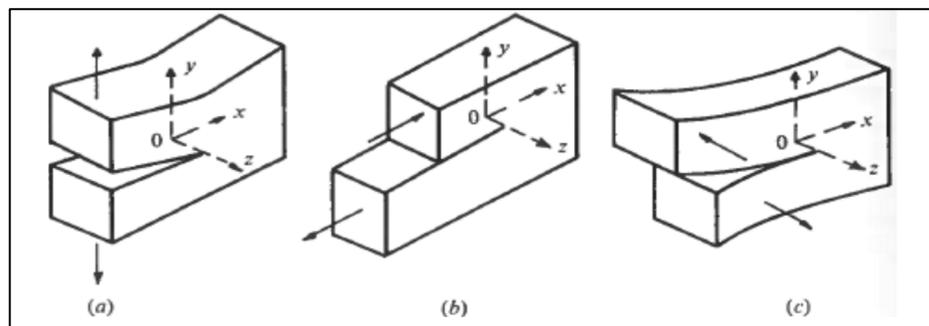


Figure 1.18 Les trois modes basiques de rupture. (a) ouverture de traction (mode I), (b) glissement en plan (mode II), (c) déchirure (mode III)

Tiré de Suresh (2004, p. 288)

Paris et Erdogan proposèrent, en 1960 (Baïlon et Dorlot, 2000), l'hypothèse selon laquelle il existe une relation entre la vitesse de fissure et le facteur d'intensité de contrainte  $K$ , paramètre caractéristique du défaut et donné par la formule suivante :

$$K = \alpha \sigma_{nom} \sqrt{\pi a} \quad (1.8)$$

où  $\alpha$  est un facteur sans dimension qui caractérise la forme de la fissure.

Puisque la contrainte varie dans le chargement en fatigue, on détermine la variation du facteur d'intensité de contrainte  $\Delta K$  avec les relations :

$$\Delta K = (K_{max} - K_{min}) \quad (1.9)$$

$$\Delta K = \alpha \sqrt{\pi a} (\sigma_{max} - \sigma_{min}) \quad (1.10)$$

Sachant que : si  $\sigma_{min} \leq 0$ , il sera considéré alors que  $\Delta K = K_{max}$ , parce que les contraintes de compression ferment la fissure et ne favorisent pas sa propagation.

Sur une échelle logarithmique, la courbe de variation de la vitesse de propagation de fissure  $da/dN$  en fonction de la variation du facteur d'intensité  $\Delta K$  (figure 1.19) présente une partie linéaire qui peut être décrite par la *relation de Paris* :

$$\frac{da}{dN} = C \Delta K^m \quad (1.11)$$

où  $C$  et  $m$  sont des paramètres reliés aux caractéristiques du matériau et conditions d'essai.

Il est d'usage de mentionner que l'équation (1.11) est valide pour les trois modes de rupture présentés dans la figure 1.18, à condition que le mode et le rapport de chargement restent constants (Suresh, 2004).

Si le facteur d'intensité de contrainte démunie (régime I), la vitesse de fissuration démunie et tend vers zéro à une valeur  $\Delta K_{th}$ , dite seuil de propagation. Conséquemment, même si une

fissure existe dans le matériau, celle-ci ne propage pas si la variation du facteur d'intensité est inférieure au seuil de propagation  $\Delta K_{th}$ .

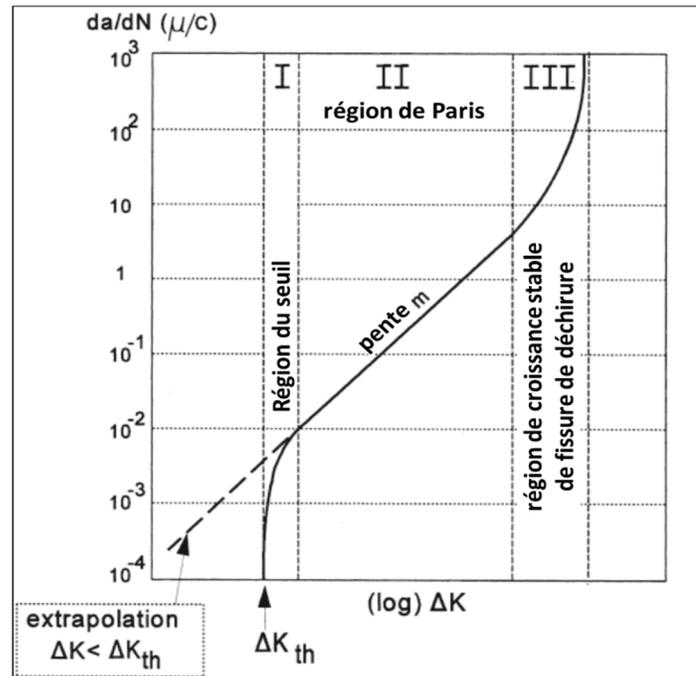


Figure 1.19 Variation de la vitesse de fissure  $da/dN$  en fonction de la variation du facteur d'intensité de contrainte  $\Delta K$   
Tiré de Schijve (2009, p. 218)

Dans le régime II, appelé *régime de Paris*, la vitesse de propagation de fissure suit la relation de Paris. Lorsque la variation du facteur d'intensité de contrainte approche une valeur critique, la vitesse de fissure accélère progressivement jusqu'à la rupture brutale du matériau et ne peut plus être prédite par la relation (1.11).

À l'échelle microstructurale, l'accroissement de la fissure de fatigue est influencé par le mode de glissement du matériau, les dimensions microstructurales, le niveau de contrainte appliquée et l'étendue de la plasticité au fond de fissure. Quand la fissure et la zone plastique à sa tête sont à l'échelle de quelques grains, la fissuration se fait par cisaillement dans la direction du système de glissement primaire. La figure 1.20 (a) illustre ce mécanisme. Cette situation est

associée à de bas niveaux de  $\Delta K$  et crée des faciès de rupture avec un profil dentelé ou multi-faces. Pour des valeurs plus élevées de concentration de contrainte en fond de fissure, la zone plastique à la tête de fissure occupe plusieurs grains. Le processus d'accroissement de fissure implique deux systèmes de glissement simultanés ou en alternance ce qui produit une trajectoire plane (mode I) normale à l'axe de contrainte de tension appliquée (figure 1.20 b). Les faciès de rupture créés par ce mécanisme présentent des stries de fatigue (Suresh, 2004).

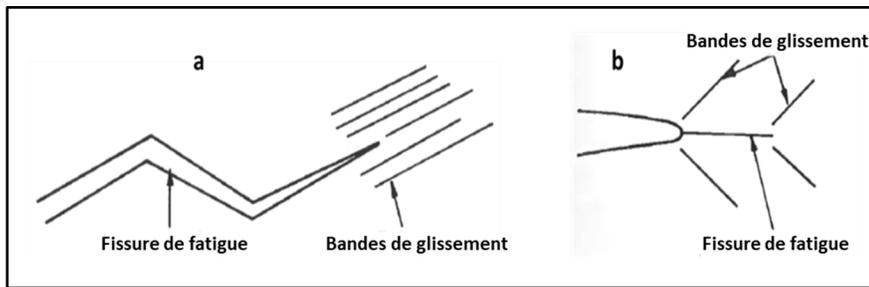


Figure 1.20 Présentation schématique de fissuration par mécanisme de glissement (a) simple, (b) duplex  
Tiré de Suresh (2004, p. 336)

#### 1.5.4 Zones plastiques formées lors de la propagation de fissure

Le champ de contrainte, au fond de fissure, peut dépasser largement la limite d'élasticité et une zone plastique se crée. La taille de la zone plastique à  $\sigma_{max}$  est proportionnelle à  $(K_{max} / \sigma_e)^2$ . Elle peut être caractérisée par son rayon  $r_y$ . La taille de cette zone varie selon les conditions de tri-axialité dans lesquelles se trouve la pièce (déformation plane ou contrainte plane) (Dowling, 2007; Hertzberg, 1996; Schijve, 2009).

Si la pièce se trouve dans des conditions de contrainte plane (CP), le rayon de la zone plastique est donné par la formule suivante :

$$r_y \approx \frac{1}{2\pi} \frac{K^2}{\sigma_e^2} \quad (CP) \quad (1.12)$$

où  $K$  = le facteur de concentration de contrainte maximal  
 $\sigma_e$  = la limite d'élasticité du matériau

Si la pièce se trouve dans des conditions de déformation plane (DP), l'effet de la tri-axialité réduit une partie de la taille de zone plastique, et le rayon de la zone plastique est réduit par un facteur de 3.

$$r_y \approx \frac{1}{6\pi} \frac{K^2}{\sigma_e^2} \quad (DP) \quad (1.13)$$

La zone de déformation est allongée dans la direction du chargement (figure 1.21) et le rayon de la zone plastique change avec l'angle  $\theta$ . Les équations (1.12) et (1.13) sont valables pour  $\theta = 0$ . Lors d'une sollicitation en fatigue reversée, la taille de la zone plastique affectée diminue. La taille de cette zone plastique cyclique est de l'ordre de 1/4 de la zone plastique monotone.

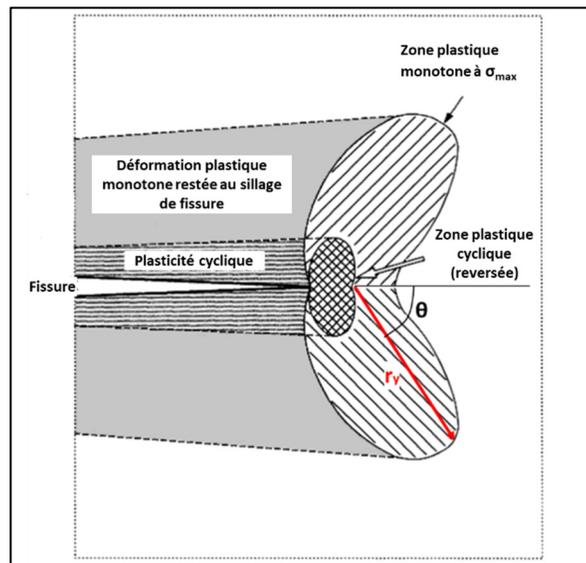


Figure 1.21 Zones de déformations plastiques monotone et cyclique d'une fissure de fatigue propagée  
 Adapté de Schijve (2009, p. 226)

### 1.5.5 Phénomène de fermeture de fissures de fatigue

Une entaille pointue typique se ferme juste à une charge égale à zéro ou une charge de compression. La valeur du facteur d'intensité de contrainte effective au fond de fissure peut être différente de la valeur nominale imposée. Cette différence entre les valeurs apparente et locale de la force motrice de fracture en fatigue peut survenir à cause des champs de contraintes résiduelles générées dans la zone de plasticité cyclique, mais également par des contraintes induites par transformation de phase (TRIP). Ces processus peuvent conduire au ralentissement de la propagation de fissure en fatigue.

La valeur nominale mesurée  $\Delta K$  est généralement plus élevée que celle effective à cause du phénomène de fermeture de fissure. Cette fermeture peut se produire même sous les chargements cycliques de type tension-tension. La figure 1.22 présente cet effet schématiquement en comparant le déplacement d'ouverture de la fissure  $\delta$  avec le chargement durant un cycle typique.  $\Delta K_{eff}$  est la variation du facteur d'intensité effective correspondant à une fissure ouverte.  $K_{clo}$  est la valeur du facteur d'intensité de contrainte correspondant au début de fermeture de fissure.

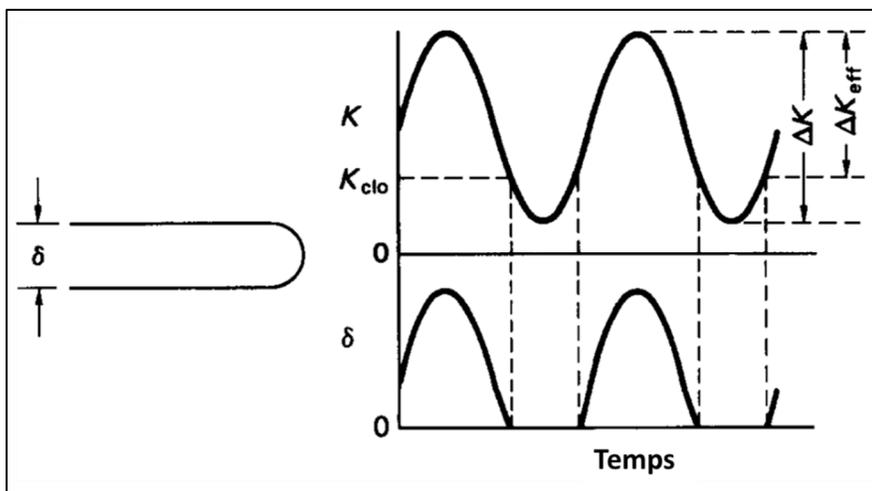


Figure 1.22 Présentation schématique de la variation de l'ouverture de fissure  $\delta$  avec le cycle de chargement présentant  $\Delta K_{eff}$

Tiré de Taylor (1988, p. 3)

Les changements de phases dus à l'effet TRIP résultent en une augmentation de volume dans la région de transformation. Si le matériau gonfle dans la zone de transformation en avant du front de fissure, une réduction de l'ouverture de fissure se fait. Ce qui réduit  $\Delta K_{eff}$ .

Comme il était indiqué dans la section 1.3.4, la transformation de phase, austénite métastable/martensite, conduit à une dilatation locale d'environ 4%. Similaire au cas de fermeture de fissure induite par plasticité, la restriction de la zone élastique environnante sur la région déformée au fond de fissure est nécessaire pour permettre le mécanisme de fermeture. La transformation du matériau dans son ensemble ne produirait pas un effet réel (Suresh, 2004).

Une étude in-situ a été menée sur l'amorçage et l'accroissement de fissure courte dans l'acier inoxydable AISI 304L (Roth et al., 2010) et a montré que l'austénite se transforme bien par plasticité au fond de fissure lors de la propagation. De plus, la vitesse de propagation de la fissure est liée à la transformation de l'austénite comme illustrée à la figure 1.23 : la transformation de l'austénite ralentit la vitesse de la fissure. Dans les zones de trajectoire de la fissure où l'austénite se transforme, la vitesse de fissure chute drastiquement.

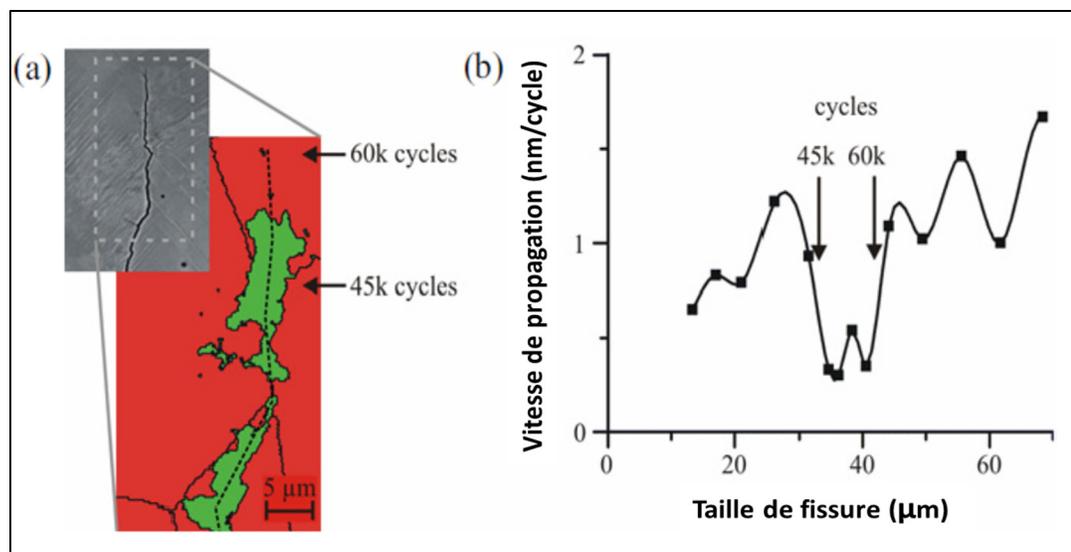


Figure 1.23 Effet TRIP sur la fermeture de fissure courte. (a) map de phase EBSD, Austénite en rouge et martensite en vert; (b) vitesse de fissure versus longueur de fissure

Tiré de Roth et al. (2010, p. 6)

D'autres travaux de recherche ont été menés sur la transformation de l'austénite réformée par différents revenus lors de la propagation de fissure dans un acier inoxydable martensitique 13Cr-4Ni (Thibault et al., 2011). Le volume de l'austénite était mesuré avant et après la propagation de fissure. Les résultats obtenus ont été à la taille de zone plastique durant la propagation. Il a été observé que pour les états métallurgiques considérés toute l'austénite se transforme en martensite dans la zone plastique lors de la propagation, même pour de faibles facteurs d'intensité de contraintes. La figure 1.24 présente les spectres de DRX collectés de AISI415 avant le test et sur la surface de fracture à un facteur de concentration de contrainte  $\Delta K=52 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$ . Aucun pic d' $A_{ref}$  n'a été enregistré après le test de propagation sachant que le matériau comporte initialement 17%  $A_{ref}$ .

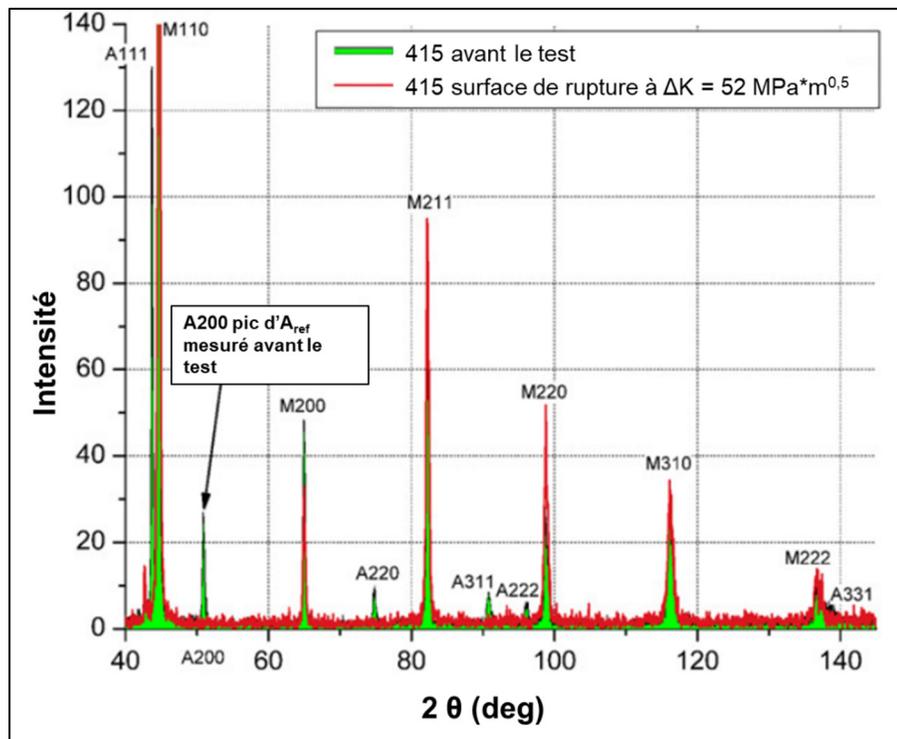


Figure 1.24 Spectres DRX de AISI415 à  $\Delta K=52 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$  sans  $A_{ref}$  après test de propagation de fissure, volume initial d' $A_{ref}$  est 17%  
Tiré de (Amrei et al., 2016; Thibault et al., 2011)

L'étude n'a pas enregistré une différence de vitesse de propagation entre les trois matériaux étudiés même autour du seuil de propagation. Néanmoins une faible différence de niveau des seuils de propagation a été mise en évidence, mais il a été difficile de tirer des conclusions claires parce que les matériaux utilisés dans cette étude sont à l'état tels que reçu et on ne sait pas l'historique de leurs traitements thermiques.

Probablement, il n'y avait pas assez différence dans le comportement TRIP des différentes austénites et l'austénite se transforme trop facilement. Si l'austénite se transforme loin de la pointe de fissure, elle ne participe plus efficacement par son effet TRIP et devient une martensite fragile indésirable lors de la propagation. Pour assurer que l'austénite se transforme proche de la tête de fissure, il faut améliorer sa résistance à la transformation sous les déformations plastiques.

## **1.6 Amélioration de la stabilité mécanique de l'austénite**

Dans le cadre de l'amélioration de la stabilité mécanique de l'austénite reformée pour des fins de meilleur effet TRIP, les facteurs influençant la stabilité mécanique doivent être optimisés. À savoir l'enrichissement en éléments stabilisateurs, la dureté de la phase avoisinante et la taille de l'austénite. Dans ce qui suit, les effets de chacun de ces facteurs sont énoncés.

### **1.6.1 Enrichissement en éléments stabilisateurs**

Plus  $M_s$  de l'austénite est basse, plus stable mécaniquement est l'austénite formée et nécessite plus d'énergie mécanique additionnelle pour se transformer (Folkhard, 1988; Godin et al., 2020; Robichaud, 2007; Szpunar et Li, 2006)

Des chercheurs (Dong-Seok et al., 2001) ont essayé de relier la stabilité ( $f_T^S$ ) de l'austénite retenue à l'ambiante ( $V_{RT}^Y$ ) avec la température utilisée pour le revenu ( $T$ ) et le volume d'austénite formée à la température de revenu ( $V_T^Y$ ). L'étude a été menée sur un acier inoxydable martensitique 13Cr-7Ni à faible teneur de carbone. Le volume d'austénite de

réversion augmente avec la température de revenu, figure 1.25. La stabilité de l'austénite formée diminue avec la température. Le volume d'austénite reformée suit une courbe en cloche, faible à basse température, il augmente jusqu'à un maximum puis diminue.

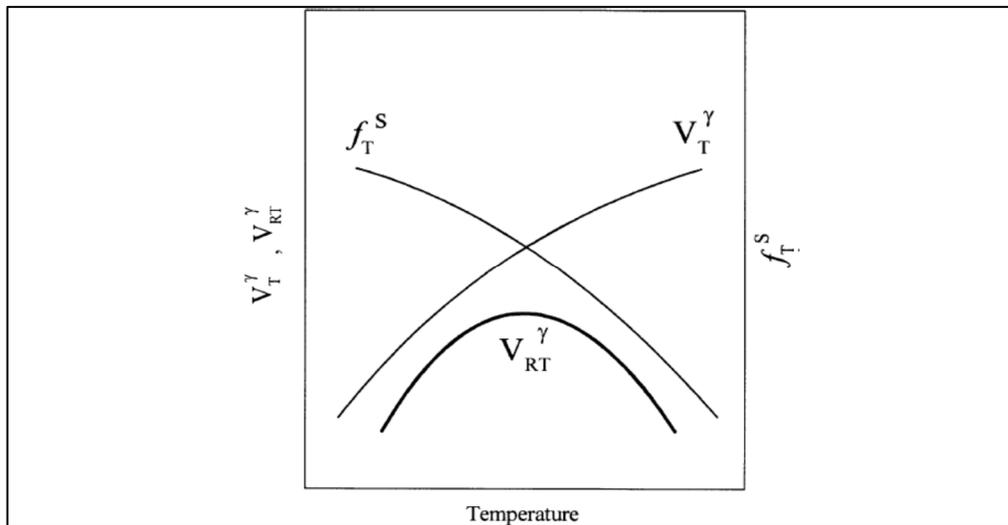


Figure 1.25 Représentation schématique du volume formé à la température de réversion  $V_T^\gamma$ , la stabilité  $f_T^S$  et le volume retenu à l'ambient  $V_{RT}^\gamma$  de l'austénite versus la température de réversion adoptée dans un acier 13Cr-7Ni  
Tiré de Dong-Seok et al. (2001, p. 5)

Les auteurs ont proposé que la quantité de l'austénite reformée est proportionnelle au produit du volume de l'austénite de réversion et sa stabilité qui est formulée comme suite :

$$V_{RT}^\gamma = K V_T^\gamma f_T^S \quad (1.14)$$

Une étude récente (Godin et al., 2020) est menée sur les deux aciers inoxydables martensitiques 13Cr-6Ni et 13Cr-4Ni pour quantifier l'effet de l'enrichissement de l' $A_{ref}$  en éléments gammagènes, Ni et Mn, sur sa stabilité mécanique sous des déformations cycliques. Un test de fatigue oligo-cyclique d'une amplitude de déformation  $\varepsilon/2 = 2\%$ , fréquence  $f = 0.1 \text{ s}^{-1}$  et  $R = -1$  a été adopté pour évaluer la stabilité mécanique de l' $A_{ref}$  des matériaux après traitements thermiques.

Après une austénitisation à une température de 1100°C pendant 2h et trempe à l'air, des traitements intercritiques ont été appliqués sur les deux matériaux. 630°C, 1h pour les deux aciers pour obtenir le maximum d' $A_{ref}$ , 29% dans 13Cr-6Ni et 8% dans 13Cr-4Ni, et 570°C, 1h pour 13Cr-6Ni afin d'obtenir le même volume (9%) que 13Cr-4Ni. Les microstructures obtenues des différentes conditions sont présentées sur la figure 1.26. L' $A_{ref}$  est sous forme de lamelles gris clair dans une matrice martensitique plus foncée dans les trois conditions, mais se différencie en termes de taille d'une condition à une autre. Elle est plus fine au 13Cr-6Ni, 570°C ( $65 \pm 28$  nm) ; plus large au même acier à 630°C ( $215 \pm 69$  nm) et moyenne au 13Cr-4Ni, 630°C ( $132 \pm 36$  nm). Une analyse chimique a aussi été faite sur les trois conditions.

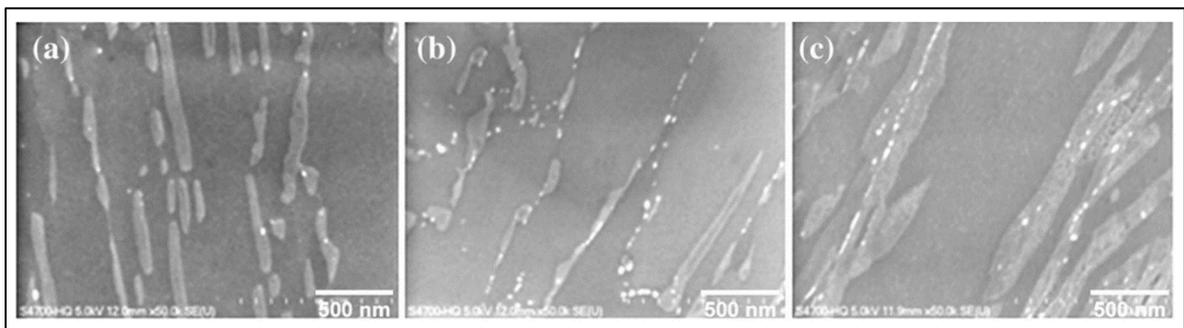


Figure 1.26 Morphologie d' $A_{ref}$ : **a** 13Cr-4Ni, 630°C ; **b** 13Cr-6Ni, 570°C ; **c** 13Cr-6Ni, 630°C. Temps de maintien de 1h et refroidissement à l'air pour toutes les conditions fournissant des volumes d' $A_{ref}$  8%, 9% et 29%, respectivement.

Tiré de (Godin et al., 2020)

En ce qui concerne l'enrichissement de l' $A_{ref}$  en éléments gammagènes pour baisser sa température de début de transformation lors du refroidissement, les  $M_s$  calculées sont -56°C pour 13Cr-4Ni, 630°C, -37°C pour 13Cr-6Ni, 630°C et -129 pour 13Cr-6Ni, 570°C. La stabilité mécanique de l' $A_{ref}$  a été par la suite évaluée.

Les courbes présentant la transformation de l' $A_{ref}$  en fonction des cycles de chargement en fatigue oligo-cyclique ont été tracées. Les résultats sont présentés sur la figure 1.27.

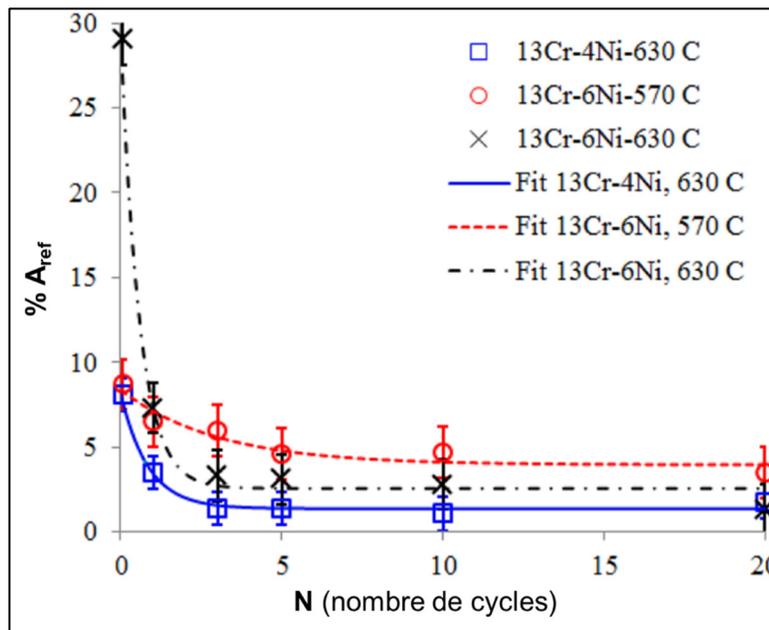


Figure 1.27 Volume d' $A_{ref}$  en fonction du nombre de cycles en fatigue oligo-cyclique  $\varepsilon/2 = 2\%$ ,  $f = 0.1 \text{ s}^{-1}$  et  $R = -1$   
Tiré de (Godin et al., 2020)

La courbe de l'acier traité à la plus basse température, 13Cr-6Ni, 750°C, montre que son  $A_{ref}$  se transforme plus lentement avec les cycles de chargement pour garder la majorité de son volume initial à la fin de test. En d'autres mots, elle possède la stabilité mécanique la plus grande. Les deux autres aciers, par contre, consomment la majorité de leurs volumes initiaux d' $A_{ref}$  au premier cycle de chargement et atteignent leurs plus bas niveaux dès le troisième cycle. Cette étude suggère que le traitement intercritique à basse température produit une  $A_{ref}$  plus enrichie en élément gammagène, par conséquent plus stable mécaniquement, mais des points de grand intérêt à ne pas négliger : l' $A_{ref}$  de 13Cr-6Ni, 570°C présente aussi la taille la plus fine et une morphologie de lamelles plus courtes et particules en comparant avec les autres conditions qui fournissent des lamelles plus longues et larges. De plus, de légères différences en dureté ont été mesurées. Tous ces facteurs influencent la stabilité mécanique de l' $A_{ref}$  et devraient être pris en considérations. Une autre question qui s'impose ; à quelle étendue ces facteurs favorisant la stabilité mécanique de l'austénite existent si le temps de maintien est prolongé à basse température pour avoir plus d' $A_{ref}$  dans le cadre de maximiser l'efficacité de

son effet TRIP ? Surtout en connaissant que dans la même étude, des calculs sur Thermo-Calc confirment que le volume d'austénite à l'équilibre thermodynamique est plus grand que les valeurs obtenues. D'ailleurs des auteurs dans (Godin, 2014; Robichaud, 2007) prévoient que l'utilisation des températures basses avec des temps de maintien prolongés pourrait favoriser l'enrichissement de l'austénite de réversion.

### **1.6.2 Effet de la phase avoisinante**

Les caractéristiques mécaniques de la phase dans laquelle se localise l' $A_{ref}$  semblent jouer un effet sur sa stabilité mécanique. Les propriétés mécaniques des phases et leurs interactions entre elles conduisent à des hétérogénéités de déformation à l'intérieur de la matrice (Robichaud, 2007). Dans une étude menée sur un acier TRIP (Chiang et al., 2011; Matsuda et al., 2010), de l'austénite a été produite dans deux types de microstructure, ferritique ductile et l'autre bainitique. La stabilité mécanique de l'austénite a été plus élevée et son effet TRIP a duré sur un long intervalle de déformation dans le cas de la microstructure bainitique. Par sa dureté, la bainite réduit les déformations plastiques imposées à l'austénite; par conséquent, cela retarde sa transformation en martensite. Ainsi l' $A_{ref}$  est exposée à plus ou moins de contraintes/déformations (Szpunar et Li, 2006).

### **1.6.3 Effet de la taille de l'austénite**

La taille de l'austénite peut jouer un rôle important dans la stabilité de la phase. L'austénite de grosse taille est moins stable et se transforme facilement sous déformations par rapport à celle de petite taille, car plus le grain d'austénite est gros, plus il contient de sites potentiels de nucléation de la martensite (Jimenez-Melero et al., 2007; Matsuda et al., 2010; Szpunar et Li, 2006; Timokhina et Hodgson).

## **1.7 Conclusion**

Pour conclure le chapitre de la revue de littérature, il est d'utile de se rappeler les points importants suivants.

L'acier inoxydable 13Cr-4Ni se constitue d'une microstructure presque totalement martensitique après un traitement d'austénitisation. Cependant, il peut contenir une certaine teneur d' $A_{ref}$  si un traitement de revenu inter-critique est procédé. La fraction volumique de l' $A_{ref}$  est influencée par les conditions du traitement thermique, à savoir la température et le temps de maintien.

La courbe présentant la variation du taux d' $A_{ref}$  en fonction du temps de maintien est d'une forme de cloche. Pour disperser de l' $A_{ref}$  dans l'acier 13Cr-4Ni, il est conseillé de cibler des températures situées dans la partie gauche de la courbe pour éviter une fragilisation causée par la formation de la martensite fraîche.

La transformation induite par plasticité (TRIP) dans ce projet est la transformation martensitique de l' $A_{ref}$  à une température supérieure à  $M_s$  en introduisant une énergie mécanique. Cette transformation est accompagnée d'un gonflement de volume, par conséquent, des contraintes de compression sont générées.

La TRIP de l' $A_{ref}$  peut être exploitée pour le ralentissement de la fissure de fatigue. Il doit se faire le plus près au fond de fissure pour être efficace dans la fermeture de fissure. Pour ce faire, l' $A_{ref}$  doit posséder une stabilité mécanique optimisée pour résister aux déformations plastiques devant la fissure.

La stabilité mécanique de l' $A_{ref}$  est influencée par l'enrichissement en éléments gammagènes, la dureté de la phase avoisinante, la taille et la morphologie de l'austénite

Les déformations plastiques monotones et cycliques au fond d'une fissure de fatigue peuvent être simulées par les tests de traction et de fatigue oligo-cyclique.

## CHAPITRE 2

### MÉTHODOLOGIE

#### 2.1 Matériau expérimental et traitements thermiques

Le matériau étudié dans ce projet de doctorat est un acier inoxydable martensitique à faible teneur en carbone version laminée à chaud AISI 415. Sa composition chimique est exposée dans le tableau 2.1 ci-après.

Tableau 2.1 Compositions chimiques de l'acier étudié AISI415 en % poids

Elément	C	Mn	S	P	Cr	Ni	Mo	N	Cu	Fe
AISI 415	0,03	0,7	<0,001	<0,02	12,8	3,8	0,55	0,03	0,08	Balance

Dans le but d'homogénéiser le matériau et éliminer l'effet des traitements subis auparavant, les échantillons ont été austénitisés à la température 1040°C dans un four électrique. La règle 1 heure par pouce est respectée. Faisant que les blocs du matériau d'une épaisseur de 2 pouces ont été traités thermiquement pendant 2 heures. Le matériau est ensuite trempé à l'air pour générer une structure essentiellement martensitique. Pour avoir une lecture précise de la température réelle du matériau, deux thermocouples ont été soudés sur deux côtés (latéral et au-dessus) du bloc d'acier. La figure 2.1 présente le montage en question. Des échantillons de dimensions 10×10×10 mm ont été découpés du bloc trempé à l'aide d'une tronçonneuse semi-automatique. Des traitements de revenu dans le domaine inter-critique ont été appliqués sur les échantillons découpés pour de différents températures et temps de maintien pour documenter le volume d' $A_{ref}$ . Notons que pour chaque condition de traitement thermique, trois échantillons ont été utilisés. Pendant la cuisson, un des échantillons est connecté à un lecteur de thermocouple pour surveiller la température de traitement du matériau. Seule la partie gauche de la courbe cloche  $\%A_{ref}$  – Température a été explorée, car les résultats des travaux expérimentaux faits auparavant sur le même genre d'acier ont été pris en considération (Robichaud, 2007) pour choisir l'intervalle de températures à utiliser. Selon ces travaux, le

maximum est trouvé à 630°C pour 1 h avec un maximum d' $A_{ref}$  égale à 15%. Les températures choisies se situent donc dans l'intervalle qui s'étale entre 513°C ( $A_{c1}$ ) et 630°C. Le refroidissement des échantillons après les traitements inter-critiques se déroule à l'air ambiant (22°C).

Le matériau homogénéisé et trempé a subi différents traitements thermiques inter-critiques permettant de produire des échantillons comportant le même volume d' $A_{ref}$  (10%), mais à différentes températures. Le temps de maintien aux basses températures a été prolongé pour rendre cet objectif possible. Les températures inter-critiques et les temps de maintien choisis sont : 620°C, 1h ; 600°C, 4h, 6h, 8h et 580°C, 4h, 6h, 8h, 10h.

Pour identifier les différences entre les  $A_{ref}$  obtenues dans les différentes conditions de traitements, une étude microstructurale comparative a été menée. Elle traite les caractéristiques des différentes  $A_{ref}$  en termes de : enrichissement en éléments gammagènes, dureté de la phase avoisinante, taille et morphologie ; les facteurs qui influencent la stabilité mécanique de l'austénite.

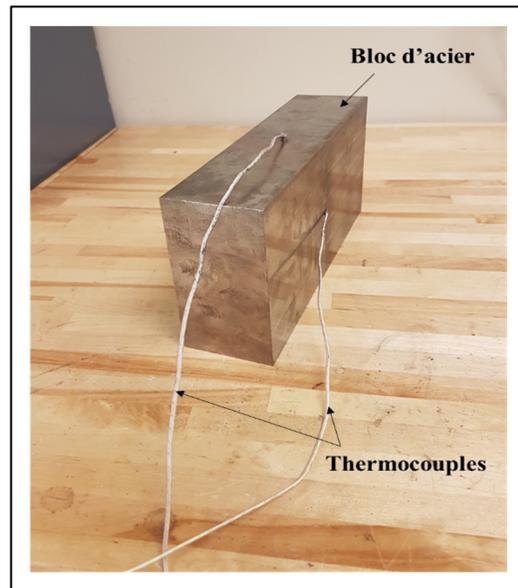


Figure 2.1 Montage des thermocouples sur un bloc d'acier d'une épaisseur de 2 pouces qui a été homogénéisé en phase  $\gamma$  puis trempé

## 2.2 Mesures du volume d' $A_{ref}$

Pour chaque condition de traitement thermique, trois échantillons de dimensions  $2 \times 10 \times 10$  mm sont tronçonnés des échantillons traités thermiquement afin de mesurer leur %  $A_{ref}$ . Les échantillons destinés aux mesures du volume d' $A_{ref}$  sont coupés par une tronçonneuse haute précision automatique STRUERS munie d'un disque de coupe d'une épaisseur de 0.5 mm afin de minimiser l'effet mécanique sur la microstructure de l'échantillon. Les surfaces de coupe sont sablées jusqu'au grade 1200, puis attaquées chimiquement dans une solution (30%  $HNO_3$ , 30%  $HCl$ , et 40%  $H_2O$ ) pendant 10 min et ensuite dans  $HCl$  durant 30 sec. Pour finir, les échantillons sont rincés dans l'Éthanol et séchés. Cela permet d'éliminer la couche surfacique affectée par la procédure de découpage qui pourrait entraîner une transformation partielle de l' $A_{ref}$ .

La technique de la diffraction des rayons X (DRX) est appliquée sur les échantillons pour quantifier les différentes phases constituant le matériau. L'équipement utilisé est le diffractomètre Brucker D8 Advance with Davanci en utilisant les radiations  $Cu K\alpha$ , tension de 25 kV, courant de 20 mA et une fente rectangulaire de dimension  $10 \times 0.6$  mm. Les signaux DRX ont été collectés sur l'intervalle  $40^\circ < 2\theta < 140^\circ$  avec un pas de  $0.05^\circ/4s$  et rotation de l'échantillon pour éviter l'effet de la structure (orientation préférentielle de structure). Les données ont été traitées à l'aide du logiciel *Brucker AXS Topas*, version 5. La méthode de Rietveld (Rietveld, 1969) était adoptée pour mesurer la fraction volumique de l' $A_{ref}$  dans l'échantillon. C'est une méthode efficace pour quantifier le volume des phases dans des matériaux cristallins. La fraction volumique des phases est calculée en utilisant la méthode des moindres carrés pour atteindre l'affinement entre les résultats expérimentaux et les distributions estimées. Pour plus ample détail sur la méthode de Rietveld, le lecteur est référé à (Young, 2002). Trois mesures pour chaque échantillon ont été faites. La moyenne et l'écart type ont été calculés.

### 2.3 Microscopie et analyse chimique

La microstructure de l'acier AISI415 a été révélée par microscopie électronique à balayage (MEB) et microscopie électronique à transmission (MET).

Pour les images MEB, les échantillons sont premièrement enrobés par une matière conductrice à base de cuivre. Ils sont par la suite polis jusqu'à  $1\mu\text{m}$ , puis électropolis dans une solution de 65 ml  $\text{HClO}_4$ , 550 ml ethanol, 70 ml butyl cellusolve et 70 ml  $\text{H}_2\text{O}$  à  $25^\circ\text{C}$ , 25 V pendant 25 sec. Le principe de base de cette méthode de polissage est de faire circuler un courant électrique entre une électrode et l'échantillon en présence d'une solution électrolyte afin de révéler la topographie de la microstructure. Les phases existantes dans le matériau réagissent différemment et la surface de l'échantillon exposée se dissout d'une façon hétérogène, ce qui génère des reliefs permettant l'imagerie. L'équipement utilisé pour l'électro-polissage est un Struers LectroPol-5 (figure 2.2). La morphologie de la microstructure, particulièrement celle de la phase austénitique, est révélée par électrons secondaires (SE, Hitachi SEM SU-8230).

Une analyse chimique de précision a été faite par MET. Des lames minces ont été préparées par la technique FIB (Focused Ion Beam) permettant de réaliser des cartes de distribution de composition chimique et quantifier les éléments chimiques dans les phases, martensite et  $A_{\text{ref}}$ , la spectroscopie de l'énergie dispersive des rayons X (EDX, Hitachi STEM HD-2700) a été utilisée.



Figure 2.2 Machine d'électro-polissage utilisée dans cette étude pour préparer les échantillons de MEB

## 2.4 Mesure de microdureté

La mesure de microdureté des échantillons est faite comme suite : les échantillons sont enrobés par la résine phénolique duroplastique, puis sablés jusqu'au grade 1200. Pour finir, un polissage à la pâte en diamant jusqu'à  $1\mu\text{m}$  est fait afin de rendre la surface de l'échantillon suffisamment plane et convenable à une mesure précise. Une charge de 100 gf est appliquée durant 10 seconds sur une machine CLEMEX automatique pour toutes les mesures. 20 indentations étaient faites pour chaque échantillon. La moyenne et la déviation standard sont calculées pour chaque condition de traitement thermique. La norme (ASTM International, 2011) est respectée dans les mesures de la microdureté du matériau. Il est à noter que la microdureté Vickers est préférée parce qu'elle est capable de documenter des variations de dureté d'une région à l'autre du matériau.

## **2.5 Mesure de la stabilité mécanique de l' $A_{ref}$**

La stabilité mécanique de l' $A_{ref}$  sera mesurée en appliquant des déformations monotones et cycliques. Les tests expérimentaux sont divisés en deux volets : des essais de traction conventionnelle pour évaluer la stabilité mécanique de  $A_{ref}$  à certains niveaux de déformations plastiques et des essais de fatigue oligo-cyclique pour documenter la cinétique de transformation en fonction du nombre de cycles.

### **2.5.1 Essais de traction**

Les tests de traction sont réalisés selon les directives présentées dans la norme (ASTMInternational, 2015). Des éprouvettes de section circulaire ont été fabriquées à partir de certains blocs de matériaux préparés dans la section 2.1. La géométrie et les dimensions des éprouvettes de traction sont présentées dans les schémas de l'annexe A-I. Un polissage jusqu'au grade 1200 est fait sur les éprouvettes avant d'être montées sur la machine de test.

Les tests de traction sont faits sur une machine servohydraulique de type MTS 810 avec une force applicable maximale de 100 kN. Elle est munie de mors à mâchoires contrôlées hydrauliquement. Le montage de l'éprouvette sur la machine est montré sur la figure 2.3. Plus de détails sur la machine de traction utilisée dans cette étude sont présentés dans l'annexe A-II. Les tests de traction conventionnels sont menés à une vitesse de déformation constante égale à  $3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et une fréquence d'acquisition de 1000 points/s. Les déformations ont été mesurées en utilisant l'extensomètre MTS 634.12E-25 (voir annexe A-II) placé sur la partie utile de l'éprouvette.

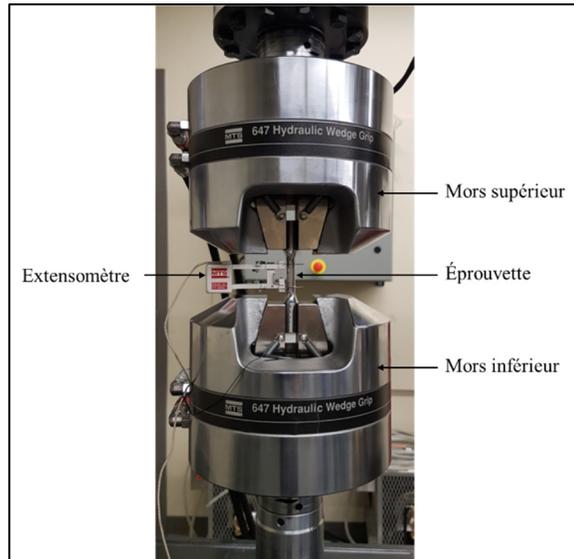


Figure 2.3 Montage d'éprouvette de traction sur la machine de test MTS 810

La transformation de l' $A_{ref}$  en martensite sous les déformations appliquées est documentée en arrêtant l'essai pour démonter l'éprouvette de traction et mesurer le %  $A_{ref}$  par diffraction. Trois échantillons sont utilisés. Les échantillons sont découpés à différents endroits dans la partie utile de l'éprouvette. La mesure du volume d' $A_{ref}$  se fait dans le domaine de déformation uniforme puis après la rupture de l'éprouvette dans la partie uniforme loin de la striction. La moyenne et la déviation standard seront calculées sur trois mesures. L'écroûissage causé par la transformation de l' $A_{ref}$  est documenté en calculant les exposants d'écroûissage des différentes conditions et en traçant les courbes  $Ln \sigma - Ln \epsilon$ . Le test de traction complet jusqu'à la rupture est répété trois fois pour chaque condition de traitement thermique.

### 2.5.2 Essais de fatigue Oligo-cyclique

La norme (ASTM International, 2012) a été respectée dans la réalisation des expériences de fatigue oligo-cyclique. Des éprouvettes de section circulaire ont été fabriquées des mêmes blocs dont les éprouvettes de traction ont été prélevées. Le design et les dimensions des éprouvettes de fatigue sont montrés dans l'annexe A-I. Des préparations de sablage jusqu'au

grade 1200 et polissage à la pâte en diamant 6  $\mu\text{m}$ , 3  $\mu\text{m}$  et 1  $\mu\text{m}$  sont faites sur les éprouvettes avant d'être montées sur la machine de test afin d'éliminer des éventuels concentrateurs de contrainte sur la surface. Les étapes de sablage et polissage sont faites manuellement sur une mini tour à différentes vitesses. La machine qui était utilisée dans le test de traction est utilisée également pour les tests de fatigue oligo-cyclique.

Les tests de fatigue oligo-cyclique sont réalisés à déformation contrôlée d'une amplitude de 1% et un rapport de chargement complètement inversé  $R = -1$ . Le défi rencontré dans le test de fatigue oligo-cyclique consiste à éviter que le phénomène de flambage se produise lors de la sollicitation en compression. Pour ce faire,  $\Delta\varepsilon/2 = 1\%$  a été adoptée. Pour éviter une éventuelle influence de la vitesse de tests sur les résultats à travers l'échauffement du matériau, une fréquence de  $0.1 \text{ s}^{-1}$  a été adoptée. Les déformations ont été mesurées au moyen d'un extensomètre MTS 632.13F-20 (voir annexe II) placé sur la partie utile de l'éprouvette.

Après certains nombres de cycles, la machine sera arrêtée pour démonter l'éprouvette. Trois échantillons seront découpés de chaque éprouvette pour la mesure de la quantité d' $A_{\text{ref}}$  restante dans le matériau. La moyenne et la déviation standard seront calculées. Les échantillons sont découpés dans la partie utile de l'éprouvette. Pour que les résultats de ce travail soient comparables avec ceux des travaux précédents, les mesures sont faites aux cycles 1, 3, 5, 10 et 20. Les courbes illustrant la variation de la fraction volumique d' $A_{\text{ref}}$  dans l'acier en fonction du nombre de cycles et des paramètres de traitement thermique et les courbes d'hystérésis seront établies.

## CHAPITRE 3

### RÉSULTATS ET ANALYSE

Ce chapitre présente les résultats obtenus après la réalisation des expériences et tests décrits dans le chapitre 2. Cela montre les résultats concernant l'étude microstructurale comparative ainsi que l'évaluation de la stabilité mécanique des différentes austénites reformées à différents niveaux de température au revenu inter-critique.

#### 3.1 Conditions de traitements thermiques produisant le même volume d' $A_{ref}$ à 10%

Dans le cadre de faire une étude bien fondée, raisonnable et logique, il faut tout d'abord trouver des échantillons d'étude contenant la même quantité d' $A_{ref}$  pour éviter l'influence de la dissimilarité de volume sur les résultats. L'échantillon de référence était revenu à la température 620°C pour 1 heure en produisant 10 % d' $A_{ref}$ . Afin d'obtenir le même volume d' $A_{ref}$  aux basses températures, le temps de maintien au four a été prolongé. L'évolution de la fraction volumique de l' $A_{ref}$  en fonction du temps de maintien aux températures 600°C et 580°C est présentée sur la figure 3.1 ci-après.

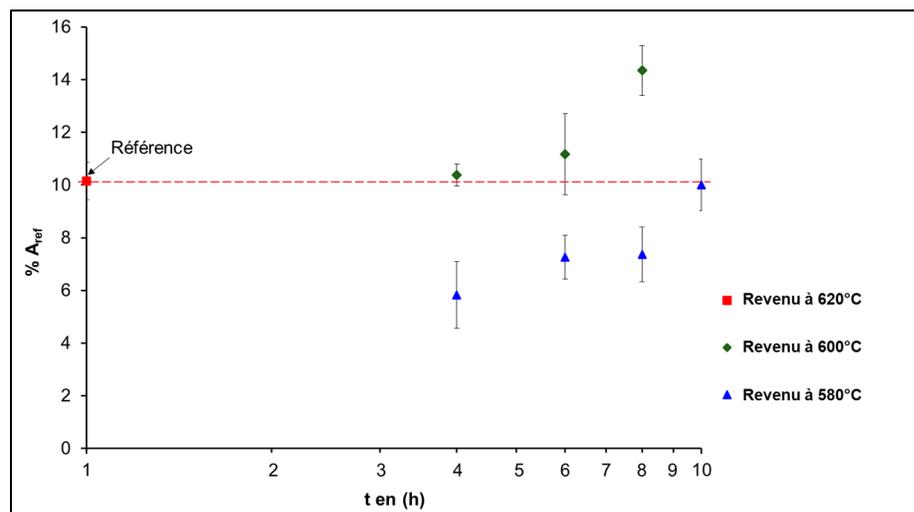


Figure 3.1 Évolution du volume d' $A_{ref}$  en fonction du temps de maintien pour des traitements inter-critiques à 620°C, 600°C et 580°C. Les barres représentent la déviation standard

Un exemple expérimental d'un profil de spectroscopie XRD collectée d'un échantillon contenant la même teneur d' $A_{ref}$  et son affinement par la méthode Rietveld est présenté sur la figure-A III-1 à l'annexe A III.

Pour une température donnée, l'augmentation du temps de maintien augmente le volume d' $A_{ref}$  dans l'acier, plus la température de revenu est basse, plus long est le temps de maintien pour permettre de stabiliser 10% d' $A_{ref}$ . Les trois conditions qui fournissent 10 %  $A_{ref}$  sont sélectionnées (620°C, 1 h ; 600°C, 4 h et 580°C, 10 h).

### 3.2 Mesures de dureté

Pour vérifier s'il y a une variation au niveau de la dureté globale de l'acier, des mesures de microdureté Vickers ont été faites sur les trois différentes conditions de traitements thermiques sélectionnées. La figure 3.2 présente les résultats obtenus. La même valeur moyenne (294 HV) et la déviation standard  $\pm 5$  HV sont enregistrées pour toutes les conditions de traitement.

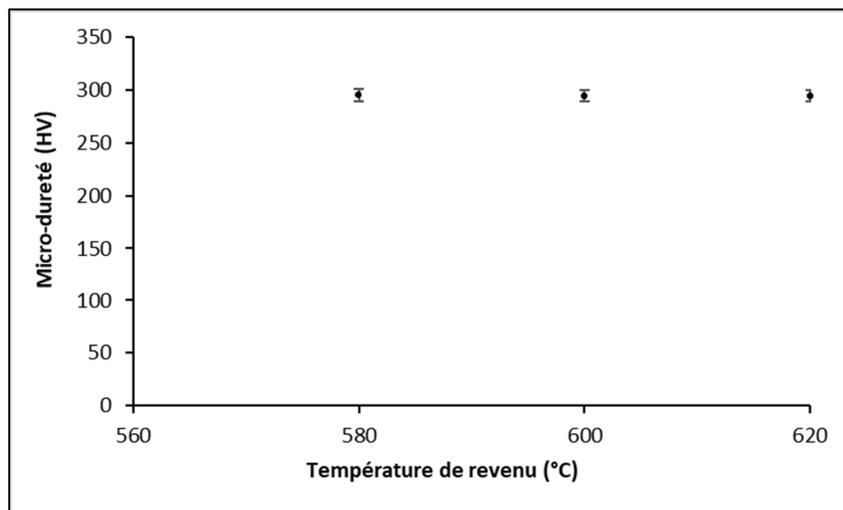


Figure 3.2 Dureté HV pour les trois conditions de traitement inter-critiques (620°C, 1 h ; 600°C, 4 h et 580°C, 10 h). Les barres représentent la déviation standard

### 3.3 Analyse chimique de l'Austénite

Les microstructures obtenues par MET des trois échantillons sélectionnés sont présentées sur les figures 3.3 (a), (b) et (c). Dans toutes les conditions, les lamelles d' $A_{ref}$  foncées (A) peuvent être distinguées de la matrice martensitique claire (M). Les lamelles d' $A_{ref}$  sont localisées aux joints inter-lattes martensitiques. Plus de détail sur les lamelles d' $A_{ref}$  est présenté dans les sections suivantes.

Les distributions des éléments chimiques obtenues dans les mêmes régions sont montrées sur les figures 3.3 (d), (e) et (f). Le Ni en vert est préférentiellement localisé dans l' $A_{ref}$ , tandis que le Cr en bleu et le Fe en rouge sont trouvés dans la matrice. Il y a une ségrégation importante du Ni dans la phase d'austénite. Les mesures moyennes des éléments gammagènes principaux, Ni et Mn, obtenues par l'analyse chimique locale dans quelques particules d' $A_{ref}$  et la matrice martensitique (M) sont exposées sur le tableau 3.1. Ni et Mn se sont diffusés de la phase martensitique à celle d'austénite dans les trois conditions de traitements thermiques inter-critiques. Approximativement, les mêmes quantités de Ni et Mn sont trouvées dans l' $A_{ref}$  obtenue dans les trois conditions. La faible différence peut être dans la marge d'erreurs de la méthode de mesure. Il semble que le même enrichissement d' $A_{ref}$  en éléments gammagènes est atteint dans les différents cas.

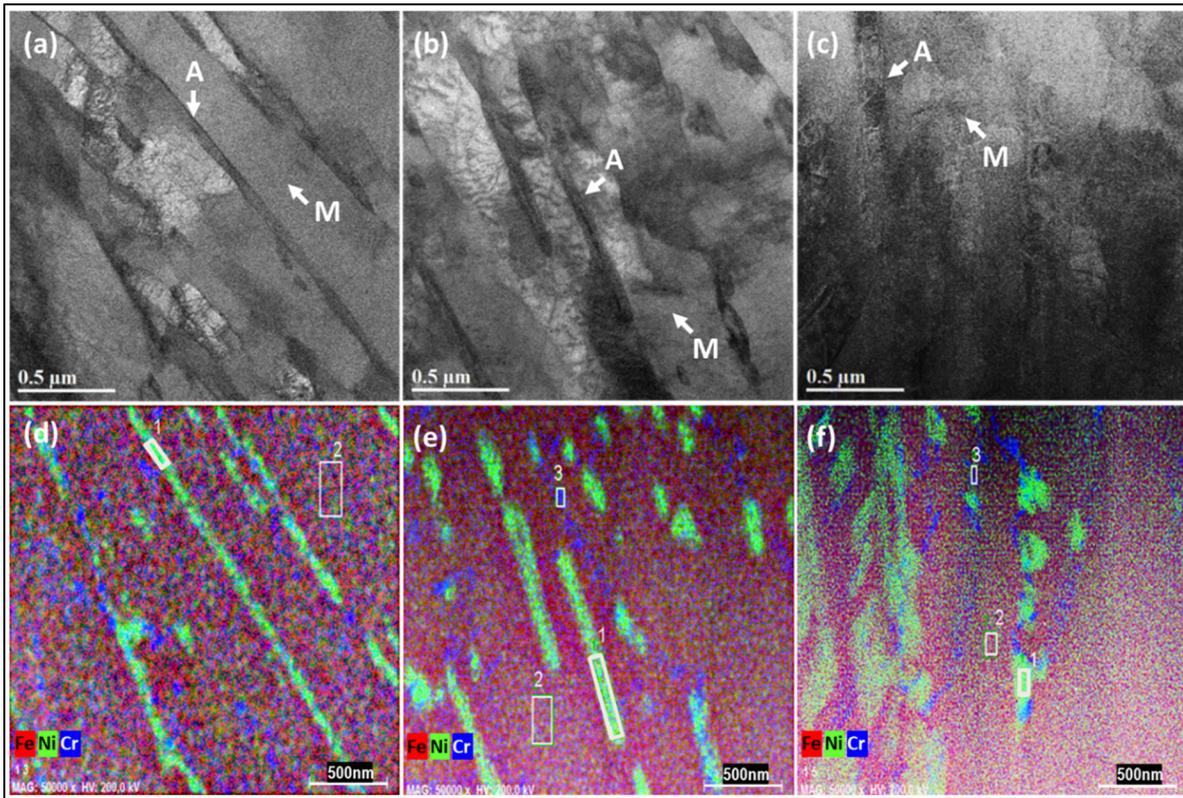


Figure 3.3 Images MET des trois microstructures contenant 10 %  $A_{ref}$  produites par revenu à : (a) 620°C, 1 h ; (b) 600°C, 4 h et (c) 580°C, 10 h. A et M représentent  $A_{ref}$  et martensite, respectivement. Les distributions chimiques correspondantes sont montrées sur (d), (e) et (f), respectivement. L'analyse chimique locale est faite dans les rectangles blancs

Tableau 3.1 Composition chimique locale des particules d' $A_{ref}$  et de martensite pour les deux éléments gammagènes et les trois conditions de traitements inter-critiques, les quantités nominales de Ni et Mn sont 3,8 % et 0,7 %, respectivement, 3 mesures par condition, intervalle de précision  $\pm 1$

Quantité des éléments dans chaque phase	wt %Ni		wt %Mn	
	$A_{ref}$	M	$A_{ref}$	M
620°C, 1h	6.43	2.98	1.08	0.3
600°C, 4h	6.77	3.43	0.86	0.34
580°C, 10h	6.59	2.46	0.8	0.2

### 3.4 Analyse de la taille d'austénite et sa morphologie

Les micrographies obtenues par les images en électrons secondaires sous le MEB fournissent des informations sur la distribution spatiale de la phase d' $A_{ref}$  et sa géométrie. Comme présenté dans la figure 3.4, l' $A_{ref}$  obtenue à la haute température (figure 3.4 a) est plus allongée et continue. Elle devient sous forme de particules globulaires peu allongées et discontinues aux basses températures (figure 3.4 c).

Comme le montre un fort grossissement de l' $A_{ref}$  formée à la plus basse température (figure 3.4 f), les particules d' $A_{ref}$  semblent trouées avec une région foncée à leur intérieur de même niveau de gris que la matrice martensitique. Ce n'est pas le cas pour les températures plus élevées pour lesquelles l' $A_{ref}$  est plein avec une couleur grise uniforme plus claire que la martensite avoisinante. Les carbures qui s'apparaissent sous forme des taches blanches sont observés dans toutes les conditions de traitements.

La moyenne épaisseur de l' $A_{ref}$  a été évaluée statistiquement par la mesure de plus de 200 particules pour chaque condition des traitements thermiques. Juste la région en gris plus claire qui était considérée. Les moyennes et déviations standards sont présentées au tableau 3.2. L' $A_{ref}$  obtenue à la température 580°C a une épaisseur 2,3 fois inférieure à celle de 600°C et 3,4 fois inférieure à celle de 620°C.

Tableau 3.4 Épaisseur moyenne de l' $A_{ref}$  pour les trois conditions de revenu fournissant 10 %  $A_{ref}$

Conditions de traitement	Épaisseur moyenne de l'austénite (nm)	Déviations standard (nm)
620°C, 1h	126	35
600°C, 4h	84	32
580°C, 10h	37	12

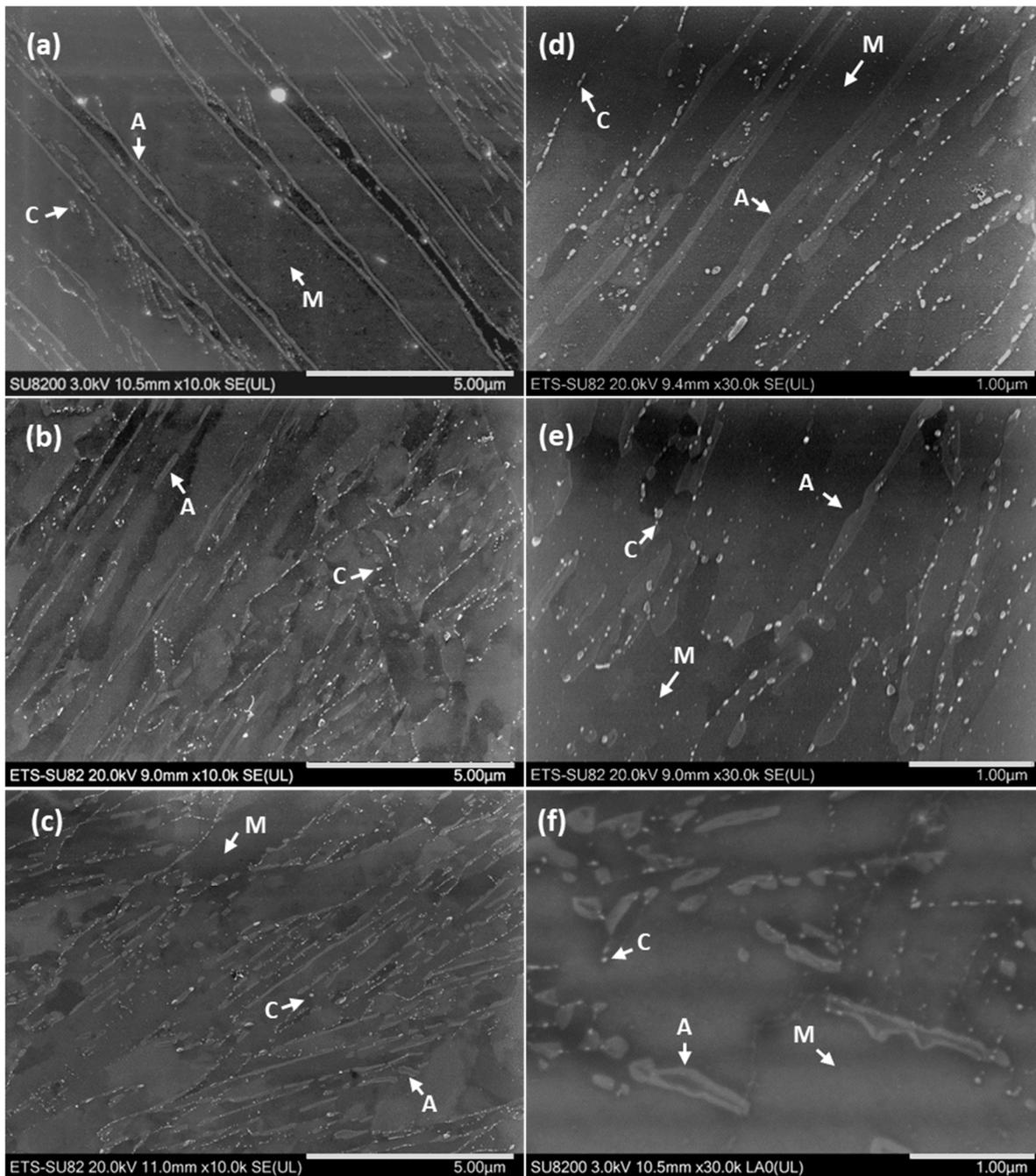


Figure 3.4 Images MEB présentant les microstructures des trois conditions de traitement : (a) 620°C, 1 h; (b) 600°C, 4 h et (c) 580°C, 10 h. (d), (e) et (f) sont des grossissements de (a), (b) et (c), respectivement. (c) présente les particules d'A<sub>ref</sub> trouées. A et M correspondent à l'A<sub>ref</sub> et la martensite. C correspond aux carbures

Une analyse chimique linéaire traversant une particule trouée typique de l'austénite formée à la température 580°C est faite au moyen de la technique EDS sous MEB. Un exemple est exposé dans la figure 3.5. La flèche blanche sur la figure 3.5 (a) représente la ligne selon laquelle l'analyse chimique est réalisée, figure 3.4 (b) qui présente la distribution du nombre de counts le long d'une direction traversant la particule trouée.

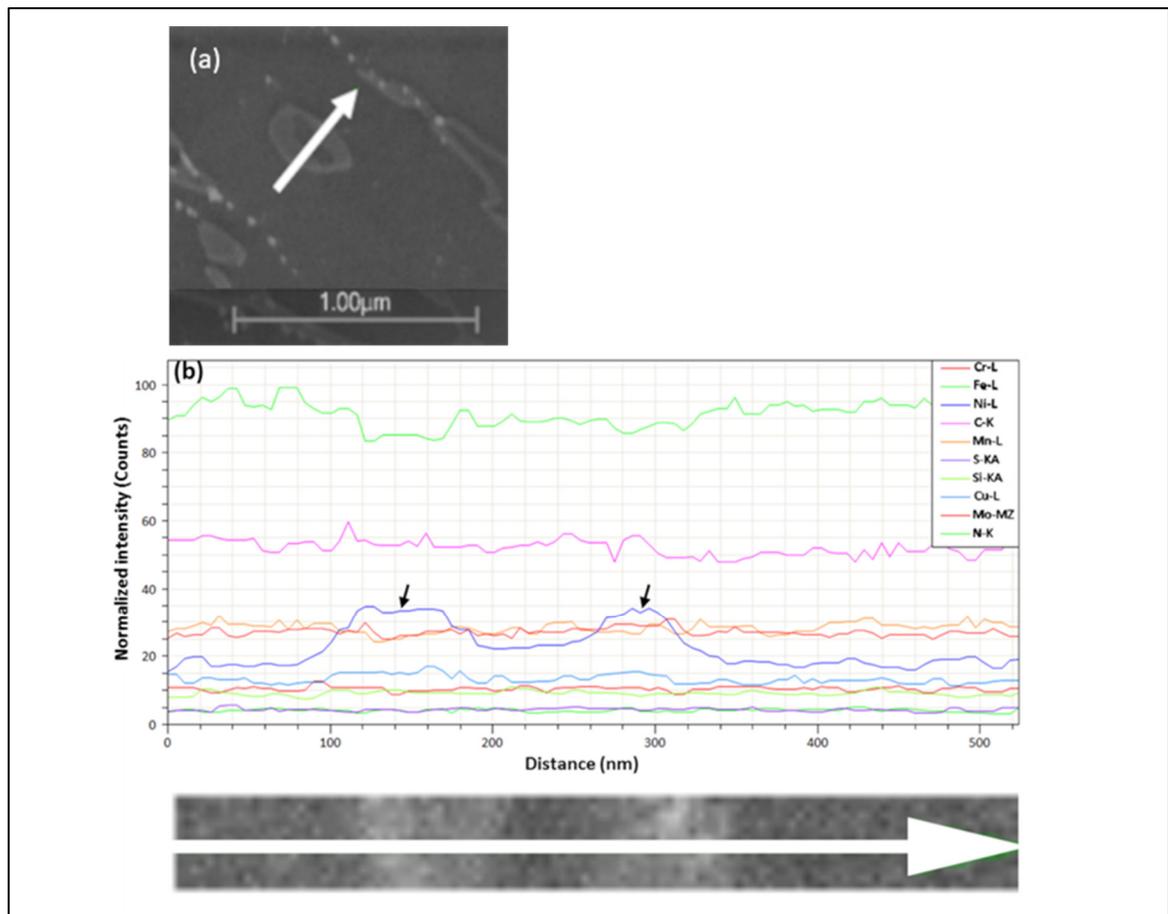


Figure 3.5 Analyse chimique linéaire EDS-MEB traversant la particule d'A<sub>ref</sub> trouée du même échantillon de figure 3.4 (f). (a) localisation de la région analysée, où la flèche blanche, (b) données collectées, les flèches noires pointent aux pics du Ni

Seule la courbe du Ni présente deux pics correspondant aux régions dont la couleur grise la plus claire est observée sur la micrographie du MEB. Le nombre de counts reste constant à un niveau de 33 % pour une distance équivalente à 80 nm, revient à un niveau proche de 22 % au

centre de la particule, une valeur à peine supérieure à celle de la matrice martensitique (environ 18 %). La cohérence spatiale entre les niveaux de la couleur grise observée dans la micrographie MEB et la variation de la quantité du Ni le long de la ligne d'analyse chimique renforce l'idée que la portion interne de la particule d' $A_{ref}$  a la même composition que la matrice martensitique avoisinante. Cela suggère que le cœur de la particule trouée d' $A_{ref}$  est fait de la martensite au lieu d'austénite. Cela devrait affecter considérablement le comportement mécanique de l' $A_{ref}$  obtenue à la température 580°C, tant monotonique qu'en fatigue.

### 3.5 Préparation des éprouvettes des tests mécaniques

Dans le but d'étudier l'influence de la morphologie obtenue à basse température sur la stabilité mécanique d' $A_{ref}$ , deux blocs du même lot de AISI 415 trempé d'une épaisseur de 2 pouces ont été traités; un à la plus haute température (620°C, 1 h) et l'autre à la plus basse (580°C, 10 h). Les traitements ont généré un volume d' $A_{ref}$  de 14 % et 13 %  $\pm$  1 %, respectivement. Les valeurs sont supérieures au 10 % d' $A_{ref}$  trouvé précédemment. Une telle différence peut venir du fait que la vitesse de refroidissement entre le bloc et le petit échantillon diffère comme le montre la figure 3.6, la vitesse de refroidissement du bloc étant bien plus lente que celle des petits échantillons. À titre d'exemple, à la température 620°C la vitesse de refroidissement du petit échantillon est -113°C/min alors que celle du bloc est seulement de -13°C/min. La différence entre les deux vitesses lors du refroidissement augmente avec la diminution de la température. Il est à mentionner que comme dans le cas des petits échantillons contenant 10%  $A_{ref}$ , les deux matériaux des deux blocs ont présenté des duretés HV quasiment égales, 288  $\pm$  5 HV et 289  $\pm$  7 HV, respectivement; dureté légèrement inférieure à celle des petits échantillons.

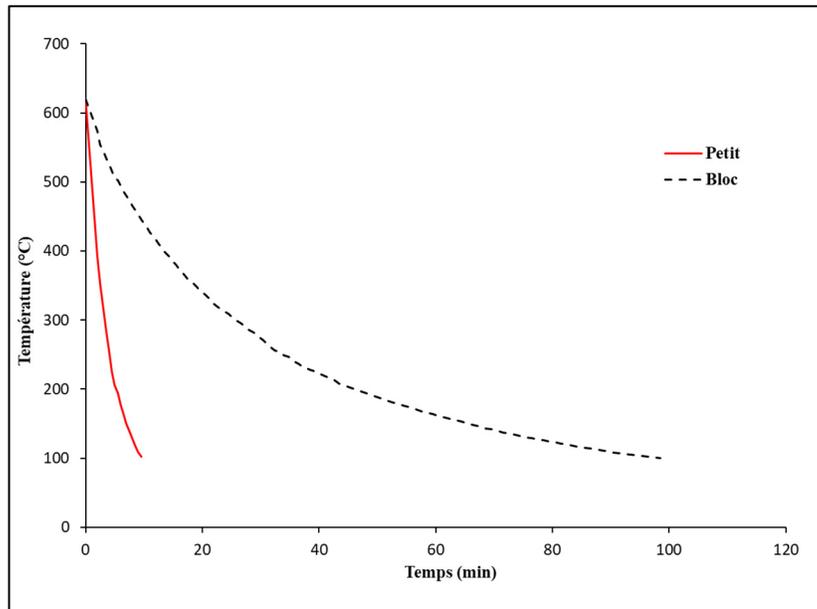


Figure 3.6 Vitesses de refroidissement à l'air d'un revenu pour un bloc d'une épaisseur de 2 pouces et un échantillon d'une épaisseur de 10 mm

### 3.6 Évaluation de la stabilité mécanique de l'austénite en déformation monotone et son influence sur les propriétés de traction

Les courbes typiques de test de traction conventionnelle des deux matériaux traités aux deux différentes conditions : 620°C, 1 h et 580°C, 10 h sont exposées dans la figure 3.7 et toutes les courbes pour les trois éprouvettes à l'annexe A-III. Peu de variations sont observées d'un échantillon à l'autre avant la striction. Les courbes présentant la variation du volume d' $A_{ref}$  résiduel au matériau en fonction de la variation des déformations sont établies et présentées sur la figure 3.8. Le tableau 3.3 présente les valeurs moyennes des propriétés de traction obtenues des tests de traction des deux matériaux. Les deux matériaux présentent la même résistance à la traction, intervalle de déformation uniforme et presque le même allongement à la rupture. Cependant, le matériau revenu à 580°C pour 10h présente une limite d'élasticité  $R_{0,2}$  10% plus grande que celle de 620°C.

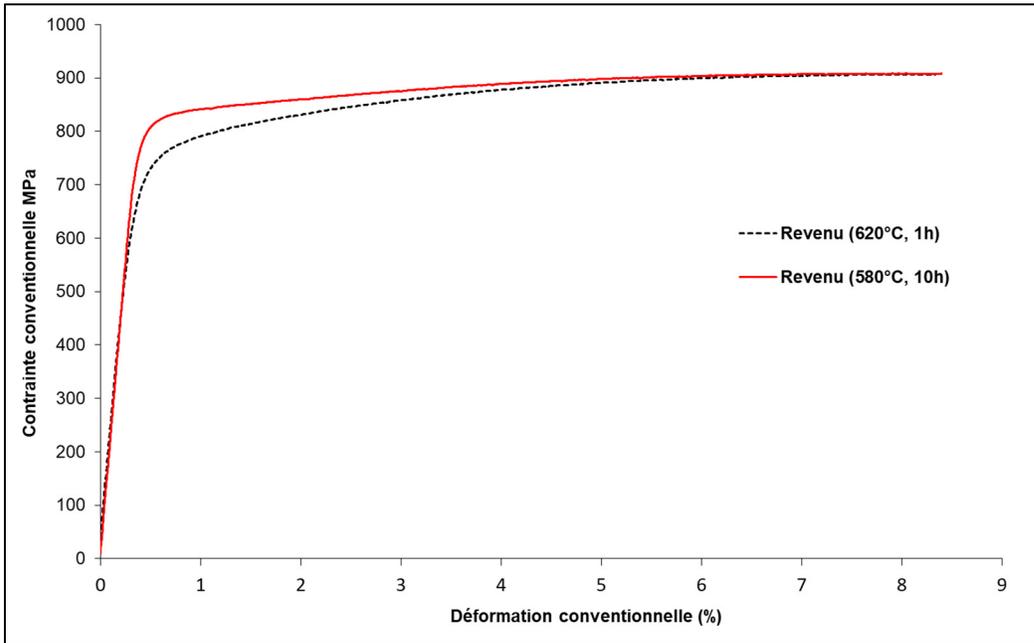


Figure 3.7 Comportement en traction de l'acier AISI 415 dans deux différentes conditions de revenu inter-critique

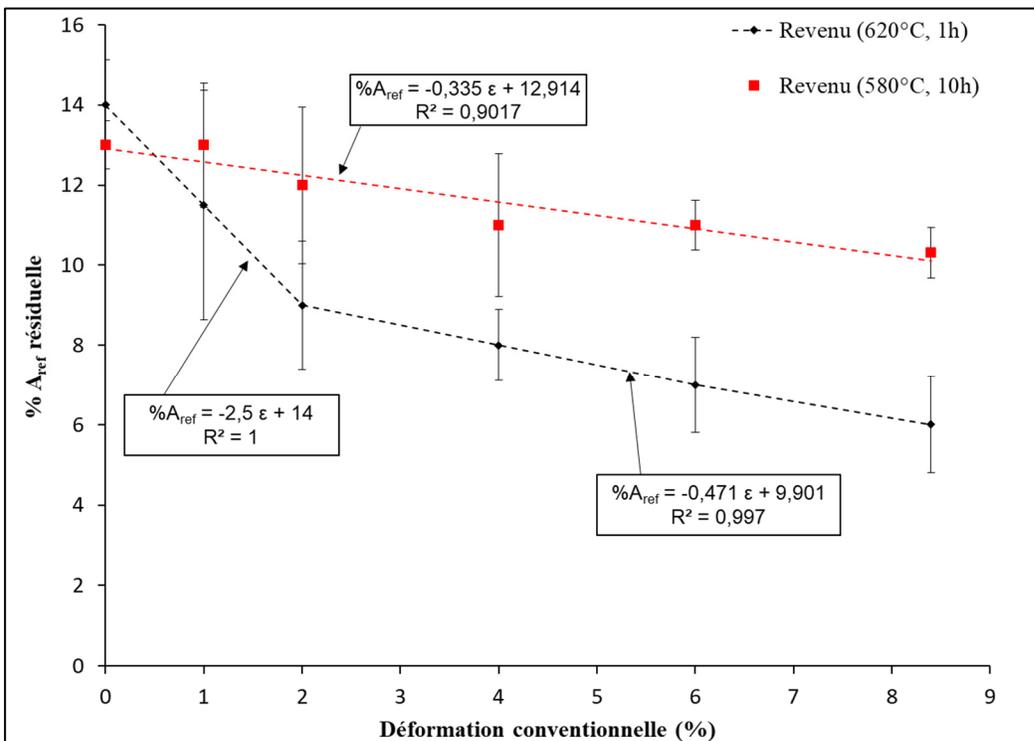


Figure 3.8 Variations du volume d' $A_{ref}$  résiduel dans AISI 415 en fonction de la déformation en traction pour deux différentes conditions de revenu inter-critique. Les rectangles comportent les équations des droites de tendance

Tableau 3.5 Propriétés de traction de AISI 415 pour deux différentes conditions de traitement thermique produisant le même taux d' $A_{ref}$

Conditions du traitement thermique	Module d'élasticité E (GPa)	Limite d'élasticité conventionnelle $R_{0,2}$ (MPa)	Résistance à la traction $R_m$ (MPa)	Allongement à la rupture A (%)	Striction S %
Revenu à 620°C, 1h	215	$746 \pm 3$	$907 \pm 0,5$	$19,7 \pm 1$	$72 \pm 0,5$
Revenu à 580°C, 10h	215	$823 \pm 0,5$	$907 \pm 1$	$20,2 \pm 1$	$72 \pm 0,5$

La transformation de l' $A_{ref}$  en fonction de la déformation (figure 3.8) montre que le volume d' $A_{ref}$  résiduelle chute rapidement dès l'application de faibles déformations monotones dans le matériau revenu à 620°C pour 1h. Elle se transforme d'un rapport de  $2,5\%A_{ref}$  par 1% de déformation (18% de son volume initial). Elle se transforme moins rapidement une fois dépassés les 2% de déformation,  $0,47\%A_{ref}$  par 1% de déformation (3% de son volume initial). Il continue sa décroissance de manière monotone pour atteindre 6% au moment de la striction à 9% de déformation, correspondant à une perte de 57% du volume initiale. Dans le matériau revenu à 580°C pour 10h, le volume d' $A_{ref}$  ne semble pas varier de manière significative pendant les premiers 2% de déformation, vu que les variations mesurées sont de l'ordre de l'erreur de mesure, mais le comportement global jusqu'à la striction à 9% peut être décrit comme linéaire avec un  $R^2 = 9,017$ . C'est une transformation lente de  $0,33\%A_{ref}$  par 1% de déformation (environ 3% de son volume initial). Il reste encore 10% d' $A_{ref}$  à la fin de l'intervalle de déformation uniforme monotone, correspondant seulement à une perte totale de 23% du volume initial, soit deux fois moins que le matériau produit à 620°C.

Une des méthodes utilisées pour comparer le comportement d'écrouissage des matériaux, est de calculer le coefficient d'écrouissage instantané en comparant les pentes des courbes  $\ln \sigma - \ln \epsilon$  dont  $\sigma$  et  $\epsilon$  sont la contrainte et la déformation réelles. Le coefficient d'écrouissage est alors la pente de la courbe et plus la pente est grande, plus élevé est l'écrouissage du matériau. La figure 3.9 montre ces courbes pour les deux matériaux. L'écrouissage est important dès le début de la déformation plastique avec un exposant d'écrouissage  $n = 0,102$  et reste constant

jusqu'à la fin de l'intervalle de déformation uniforme dans le matériau revenu à 620°C, 1h. Dans le cas du matériau revenu à 580°C, 10h, le coefficient est plus faible en début de déformation plastique  $n = 0,045$  au long de la première moitié de l'intervalle, mais, ce coefficient augmente par la suite pour atteindre 0,088 et reste constant jusqu'au moment de la striction.

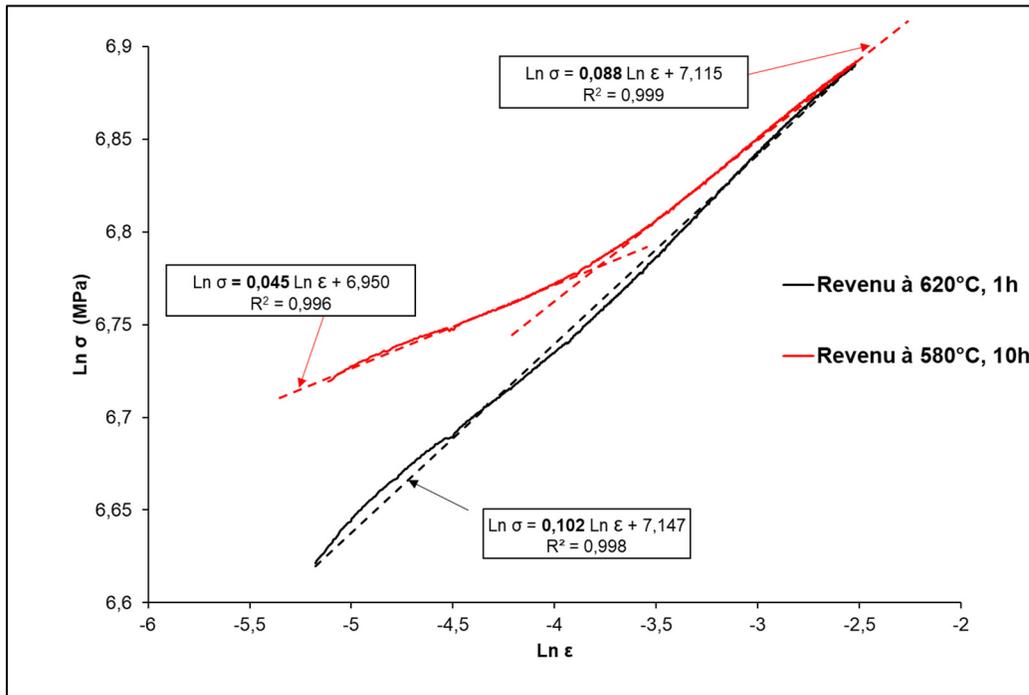


Figure 3.9 Courbes logarithmique  $\text{Ln } \sigma - \text{Ln } \epsilon$  de l'AISI 415 pour différentes conditions de revenu inter-critique. Les lignes en traits représentent les droites de tendance associées à leurs équations et  $R^2$

Un test supplémentaire a été fait sur la zone de striction de traction pour vérifier la probabilité de montrer que cette  $A_{\text{ref}}$  est métastable et peut être transformée mécaniquement. Le test consiste à mesurer le volume d' $A_{\text{ref}}$  résiduelle dans la zone de striction là où les déformations plastiques sont plus sévères. Les échantillons ont été prélevés dans la zone de striction. Les mesures de deux échantillons pour chaque condition ont indiqué que la moyenne du volume d' $A_{\text{ref}}$  résiduelle maintenu dans les deux matériaux pour une striction de  $S = 45\%$  est similaire, soit très proche de l'intervalle de précision de la technique de mesure (1,5%). Le volume d' $A_{\text{ref}}$

résiduelle dans la zone de striction des deux matériaux est beaucoup plus faible que les volumes enregistrés à la fin de déformation uniforme de traction.

### **3.7 Évaluation de la stabilité mécanique de l'austénite en déformations cycliques et son influence sur le comportement du matériau**

Les essais de fatigue oligo-cyclique à déformation contrôlée de  $\Delta\varepsilon/2 = 1\%$  permettent d'avoir l'évolution de la contrainte maximale des cycles et le volume d' $A_{ref}$  résiduelle dans le matériau en fonction du nombre de cycles appliqués pour les matériaux revenus à 620°C, 1h et 580°C, 10h. Les données collectées sont présentées sur les figures 3.10 et 3.11 montrant la variation de la contrainte max pour chaque cycle ainsi que la variation de % $A_{ref}$ .

Une grande distinction peut être remarquée entre les comportements des deux matériaux. Le matériau revenu à 620°C, 1h présente un durcissement au cours des quatre premiers cycles alors qu'un adoucissement monotone est enregistré sur le matériau revenu à 580°C, 10h. La courbe de tendance prouve qu'il s'agit d'un adoucissement linéaire constant de -2 MPa /cycle au long des 20 cycles. Les deux comportements coïncident parfaitement à partir du cinquième cycle et continuent superposés jusqu'au vingtième cycle (fin du test de fatigue oligo-cyclique).

Le comportement de l' $A_{ref}$  (figure 3.11) montre une transformation rapide d' $A_{ref}$  dans le matériau revenu à 620°C, 1h lors des premiers cycles; il a déjà perdu la moitié de son volume initial d' $A_{ref}$  aux trois premiers cycles. Le matériau revenu à 580°C, 10h a consommé juste 15% de son volume initial à ce stade de l'essai de fatigue. À la fin des vingt cycles du test, le matériau revenu à 580°C, 10h consomme juste 23% du volume d'austénite initial alors que le matériau revenu à 620°C, 1h perd la majorité de son austénite (79% de son volume d'austénite initial).

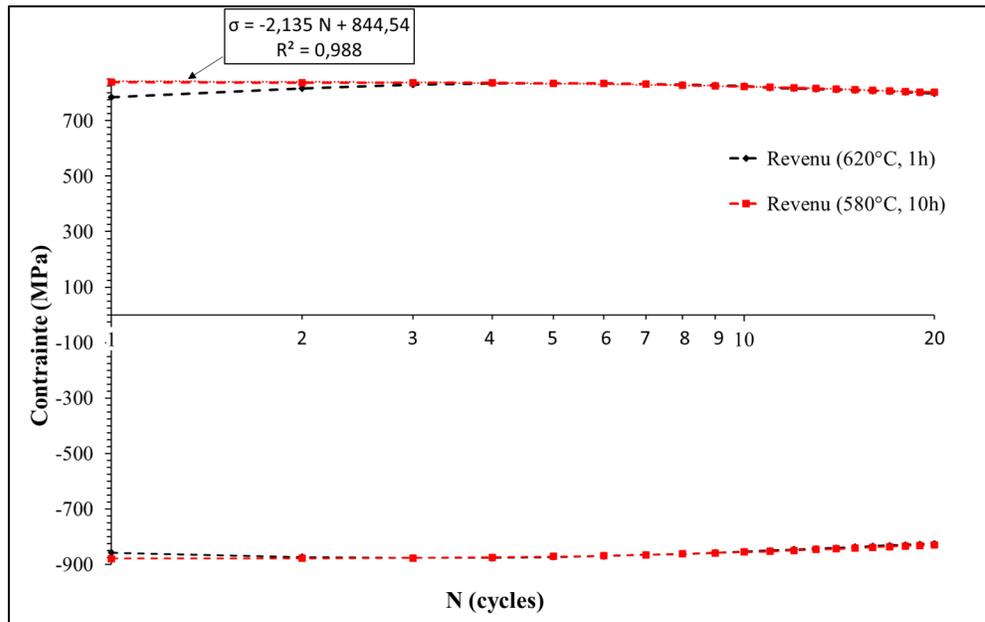


Figure 3.10 Contrainte maximale en tension et compression en fonction du nombre de cycles en fatigue oligo-cyclique de AISI 415 ( $\Delta\varepsilon / 2 = 1\%$ ,  $R = -1$ ).  
Le rectangle en haut comporte l'équation de la droite de tendance

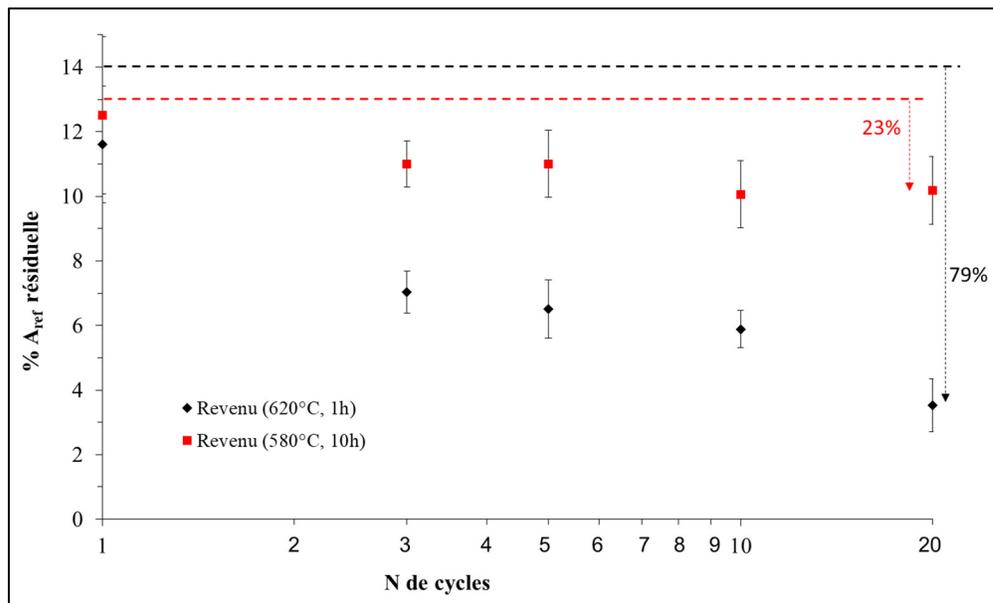


Figure 3.11 Variations du volume d' $A_{ref}$  résiduel dans AISI 415 en fonction du nombre de cycles en fatigue oligo-cyclique ( $\Delta\varepsilon / 2 = 1\%$ ,  $R = -1$ ). Les lignes horizontales en traits réfèrent aux volumes d' $A_{ref}$  initiaux

### 3.8 Conclusions

À l'issue de ce chapitre, ces points peuvent être conclus :

Il est possible de produire le même taux d' $A_{ref}$  dans un acier AISI 415 par l'application de différents revenus inter-critique. Les conditions (a) 620°C, 1 h; (b) 600°C, 4h; (c) 580°C, 10h permettent d'obtenir un taux d'austénite de 10%. Les trois conditions donnent la même dureté au matériau (274 HV). L'analyse chimique indique que les trois conditions de traitement fournissent des austénites reformées de même enrichissement en éléments gammagènes stabilisateurs. D'un point de vue morphologique, plus la température est basse, plus les lamelles d'austénite sont minces et courtes. Des particules de forme non conventionnelle ont été observées pour le traitement le plus bas en température (580°C). L'analyse chimique linéaire traversant cette particule indique qu'il y a un enrichissement en Ni sur les parties externes seulement. Le contraste de couleur en électrons secondaires montre que le centre des particules d' $A_{ref}$  a le même niveau de gris que la phase martensitique avoisinante.

Des éprouvettes de traction et de fatigue ont été fabriquées des blocs du matériau AISI 415 d'une épaisseur de 2 pouces traités dans les conditions extrêmes de traitement inter-critique ; (a) 620°C, 1h et (b) 580°C, 10h qui donnent le même taux d'austénite (environ 14%), mais, supérieur à celui des petits échantillons d'épaisseur de 10 mm prélevés du même lot de matériau et traités aux mêmes conditions (10%). La raison pour une telle différence n'est pas clairement établie.

Dans le matériau revenu à 580°C, 10h, l' $A_{ref}$  se transforme difficilement quand soumise à des déformations monotones de traction. Il maintient à la fin du test de traction 77% de son volume d' $A_{ref}$  initial. Alors que l' $A_{ref}$  du matériau revenu à 680°C, 1h se transforme facilement sous les mêmes conditions de test dont il maintient juste 43% de son volume initial.

Les deux  $A_{ref}$  de haute et basse température se transforment presque totalement dans la zone de striction de l'éprouvette de traction.

Le matériau revenu à 620°C, 1h a présenté un écrouissage plus grand que celui du matériau revenu à 580°C, 10h. Par contre, le matériau traité à 580°C, 10h présente une limite d'élasticité conventionnelle  $R_{0,2}$  10% plus grande que le matériau traité à 620°C, 1h.

Au cours des premiers cycles du test de fatigue oligo-cyclique à  $\Delta\varepsilon/2 = 1\%$ , le matériau revenu à 630°C, 1h a présenté un durcissement, alors que le matériau revenu à 580°C, 10 h présente un adoucissement sur toute la plage de teste.

La même tendance de stabilité mécanique de l' $A_{ref}$  a été enregistrée sous les déformations de fatigue oligo-cycliques. l' $A_{ref}$  du matériau revenu à 580°C, 10h a bien résisté à la transformation et a maintenu 77% de son volume initial après 20 cycles. Par contre, l' $A_{ref}$  du matériau revenu à 620°C, 1h s'est transformée facilement sous les mêmes conditions et n'a maintenu que 21% de son volume initial.

## CHAPITRE 4

### DISCUSSION DES RÉSULTATS

#### 4.1 Étude microstructurale comparative de l' $A_{ref}$ obtenue à différentes conditions de traitement thermique

Toutes les conditions de traitement de revenu inter-critique ont produit des phases austénitiques similaires du point de vue de la fraction volumique et l'enrichissement en éléments gammagènes.

Les valeurs de concentration en éléments gammagènes similaires dans les trois traitements de revenu indiquent qu'il n'y a pas de variation en termes de la stabilité chimique de l' $A_{ref}$  obtenue. Le même résultat était conclu par des calculs thermodynamiques et cinétiques (Hillert et Agren, 2004; Kozeschnik et Vitek, 2000). Par conséquent, la différence principale entre les phases austénitiques obtenues dans ce travail est leurs morphologies.

Les particules d' $A_{ref}$  obtenues aux basses températures (voir figure 3.4 f) sont particulièrement intéressantes et n'ont jamais été rapportées auparavant. Le niveau de contraste de gris lié au contraste en éléments (Z) sur les images de MEB en électrons secondaires entre l'intérieur et les bords de la particule d'austénite obtenue dans cette microstructure suggère une composition différente entre les deux régions (Kirkland, 2010). Cette différence est confirmée au moyen d'une analyse chimique linéaire de nickel faite par EDX (figure. 3.5). L'existence de tel gradient en composition et sa disparition dans les particules d' $A_{ref}$  formée à haute température peut être exprimé par la séquence de précipitation de l'austénite lors du revenu inter-critique. La réversion de l'austénite est une transformation activée thermiquement dans laquelle les stades de germination et de croissance sont contrôlés par diffusion (Niessen et al., 2017). Pour le type d'acier étudié dans ce projet, la germination est fort possiblement le résultat de décomposition des carbures complexe, dans notre cas  $M_{23}C_6$  (Hillert, Nilsson et Toerndahl, 1971; Judd et Paxton, 1968; Speich, Demarest et Miller, 1981; Speich, Szirmae et Richards, 1969). Ces carbures se présentent aux joints inter lattes et blocs martensitiques et les joints des

grains d'austénite parents. Ils permettent la germination de la phase austénitique ( $A_{rév}$ ) grâce à la dissolution totale ou partielle des carbures comme une source de carbone. En effet, la forte présence du carbone favorise la stabilité de l'austénite, car c'est un élément gammagène. Cette phase de nucléation est donc contrôlée par la présence et la diffusion rapide du C, l'élément gammagène interstitiel et non par la diffusion lente d'atomes substitutionnels (comme ce sera le cas dans le stade de croissance décrit ci-après). Cela permet la stabilisation rapide d'une certaine quantité d' $A_{rév}$ , même à basses températures de revenu. Dans cette étape de transformation, la composition de l' $A_{rév}$  sera similaire à celle de la martensite dans laquelle elle précipite, à l'exception de son contenu en carbone.

Durant le stade de croissance, l'austénite croît grâce à la diffusion des éléments gammagènes substitutionnels tels que le Ni, et la vitesse de croissance va être contrôlée par la diffusion des atomes de Ni à travers la phase martensitique revenue. À 580°C, le coefficient de diffusion du Ni dans la martensite est bien plus faible (Hirano, Cohen et Averbach, 1961). La diffusion du Ni à travers la phase martensite tempérée est plus lente pour la plage des températures inter-critiques basses tandis que l'austénite ne peut pas être capable d'homogénéiser sa composition en termes de teneur en nickel. Ainsi, la teneur des éléments gammagènes stabilisateurs dans la portion centrale de l'austénite déjà formée au premier stade de réversion d'austénite se maintiendra proche de sa composition originale alors que sa périphérie s'enrichira en Ni. La composition en éléments gammagène stabilisateurs interstitiels est plus probablement homogène dans l' $A_{rév}$  ce qui mène à réduire le contenu du carbone dans la région centrale des particules comparativement à sa composition au premier stade de germination. Étant donné l'agrandissement de la taille des particules, la teneur moyenne du carbone dans cette particule va diminuer. Le contenu du combiné des éléments stabilisateurs substitutionnels-interstitiels est maintenant plus faible au milieu de la particule d'austénite. Cela augmente la valeur de  $M_s$  de l'austénite au centre de la particule d' $A_{rév}$ . L'intérieur de ces particules peut ne plus être stable à la température ambiante et peut même se retransformer en martensite fraîche lors du refroidissement. Une des conséquences de telle observation est que le volume d'austénite formée lors du traitement inter-critique ( $A_{rév}$ ) est plus grand que le volume mesuré ( $A_{ref}$ ). Bien que la quantification du volume de l' $A_{rév}$  ne soit pas possible, la comparaison des figures 3.4

a, b et c suggère que le volume d' $A_{rév}$  est plus grand dans la microstructure générée à basse température.

Pour un même volume d' $A_{ref}$  (10%), les particules d' $A_{ref}$  sont plus larges et de formes allongées avec la conséquence d'avoir un nombre inférieur des particules. Les particules les plus larges croissent au détriment des particules les plus petites avec comme force motrice la minimisation de l'énergie libre interfaciale totale. Le fait que la morphologie de l' $A_{ref}$  est allongée à haute température peut être expliqué par deux facteurs : l'interface avance le long du joint de grain plus rapidement que latéralement parce que l'énergie de surface associée au joint de grain entre les lattes martensitiques favorise la croissance de phase dans ces régions en minimisant l'énergie libre du système. Les éléments stabilisateurs gammagènes peuvent également diffuser facilement à travers les courts-circuits des joints de grains et ce mécanisme thermiquement activé est d'autant plus efficace que la température reste élevée (Porter, Easterling et Sherif, 2009). Comme résultat global, une faible densité des particules d' $A_{ref}$  et des lamelles plus longues sont observées dès que la croissance peut avoir lieu dans le matériau.

La dispersion des particules d'austénite par revenu inter-critique à basse température a permis de générer une  $A_{ref}$  avec une morphologie trouée particulièrement caractérisée par une couche d'austénite riche en Ni entourant un centre ayant une composition équivalente à celle de la matrice. La composition de l' $A_{rév}$  est donc hétérogène, et juste l'extérieur de la particule est enrichi en éléments gammagènes stabilisateurs lui conférant une  $M_s$  suffisamment basse pour se maintenir comme  $A_{ref}$  après refroidissement. En effet, il est plus probable que l'intérieur de l' $A_{rév}$  a presque la même composition que la matrice martensitique, et qu'après refroidissement, il soit composé d'une martensite fraîche. Conséquemment, les régions de l'austénite qui ont grossi grâce aux éléments gammagènes stabilisateurs au refroidissement sont particulièrement minces et prises entre une martensite fraîche et la matrice en martensite revenue. Cela donne une opportunité pour documenter l'effet d'une telle morphologie sur les propriétés mécaniques, en particulier en termes de la stabilité mécanique pour TRIP.

#### 4.2 Argumentation de la différence en fraction volumique d' $A_{ref}$ par rapport à la taille d'échantillon

Une différence en volume d'austénite reformée a été constatée entre les petits échantillons et les blocs de AISI 415, 10% et 14%, respectivement, malgré que la température et le temps de maintien appliqués sont les mêmes. Il semble que la vitesse de refroidissement après revenu inter-critique peut avoir un effet sur le volume final d' $A_{ref}$  dans le matériau. En respectant les conditions thermodynamiques, la fraction volumique d' $A_{rév}$  à la température de revenu aurait été la même dans les deux cas (petit et bloc) parce que le temps de maintien est le même. En tenant compte de la marge d'erreur des mesures (déviations standard de  $\pm 1\%$ ), il ne reste qu'une différence de 1% pour le traitement de 580°C et 2% pour le traitement de 620°C. C'est une légère différence fort probablement causée par la vitesse de refroidissement rapide au petit échantillon qui renforce la force motrice de transformation de l' $A_{rév}$  en martensite lors du refroidissement (Porter, Easterling et Sherif, 2009). Il en résulte une diminution du taux d' $A_{ref}$  dans le petit échantillon. Le même effet de vitesse de refroidissement a été rapporté dans une étude menée sur le même genre d'acier (Zhang et al., 2015).

#### 4.3 Effet des différentes $A_{ref}$ obtenues sur les propriétés de traction de AISI 415

En observant les courbes de traction de figures 3.7, tableau 3.3 et de l'annexe III, on peut constater que le matériau revenu à basse température (580°C, 10h) a une limite d'élasticité  $R_{0.2}$  10% plus élevée que celui revenu à haute température (620°C, 1h). Cette augmentation peut être expliquée par la morphologie en « trouée » de l' $A_{ref}$  obtenue à 580°C pour 10h dont la mobilité des dislocations est limitée par le grand nombre de joints de grains dispersés dans la microstructure, ce qui retarde la limite d'écoulement plastique du matériau. Un autre facteur qui peut aussi contribuer à cette augmentation, la martensite moins revenue à la basse température devrait avoir une dureté plus grande en comparant avec celle revenue à haute température.

Le matériau revenu à 620°C pour 1h a présenté un écrouissage lors de la déformation plastique uniforme plus grand que celui revenu à 580°C pour 10h. La transformation facile de l' $A_{ref}$  dans

le matériau revenu à 620°C pour 10h lors de la déformation plastique uniforme intensifie son écrouissage en créant une martensite fraîche riche de dislocations. Cela augmente la résistance mécanique pour être similaire à celles du matériau revenu à 580°C pour 10h.

#### **4.4 Effet des différentes austénites reformées obtenues sur le comportement de AISI 415 en fatigue oligo-cyclique**

En fatigue oligo-cyclique, le matériau revenu à 620°C pour 1h a présenté un durcissement jusqu'au cinquième cycle montrant que le matériau génère des dislocations au fur et à mesure des chargements. Au contraire, pour le matériau revenu à 580°C pour 10h, un adoucissement est enregistré dès les premiers cycles, un aspect typique d'une martensite revenue ayant encore une forte structure de dislocations présente au sein du matériau. Le déroulement de ces phénomènes est généralement causé par un changement qui se fait au niveau de l'infrastructure des dislocations dans la microstructure du matériau (Suresh, 2004).

La prédiction de tel phénomène est possible à travers le calcul du coefficient d'écrouissage  $n$ . Si la valeur de  $n$  est supérieure à 0.2, le phénomène de durcissement aura lieu, or si elle est bien inférieure à 0,1, un adoucissement se déroulera. Pour des valeurs entre les deux paliers, la prédiction devient difficile (Hertzberg, 1996). C'est en concordance avec nos résultats. Par application sur notre cas, le coefficient d'écrouissage est égal à 0,07 pour le matériau revenu à 580°C pour 10h et effectivement un adoucissement qui était noté. Par contre, dans le matériau revenu à 620°C pour 1h qui a un coefficient d'écrouissage égal à 0,1, un durcissement s'est déroulé.

#### **4.5 Amélioration de la stabilité mécanique de l' $A_{ref}$ sous des déformations monotones et oligo-cycliques dans l'acier AISI 415**

Malgré le fait qu'à l'état initial, la quantité, l'enrichissement en éléments gammagènes de l'austénite et la dureté globale des deux matériaux étaient similaires, l' $A_{ref}$  produite par un revenu inter-critique à basse température (580°C, 10h) est plus résistante à la transformation martensitique lors d'une déformation monotone ou oligo-cyclique en comparant avec l' $A_{ref}$

produite à haute température (620°C, 1h). Dans les deux conditions de chargement, l' $A_{ref}$  du matériau revenu à 580°C pour 10h a préservé la majorité de son volume initial au moment de la striction ou lors de la stabilisation de la courbe d'hystérisée. Il est possible que la dureté initiale de la matrice martensitique générée à 580°C pour 10h soit supérieure à celle générée à 620°C pour 1h. Cette amélioration considérable sur la stabilité mécanique de l' $A_{ref}$  est sûrement due à la nouvelle morphologie de l' $A_{ref}$ . La forme de l' $A_{ref}$  ainsi formée lui fournit des avantages : la faible taille et la forme « trouée » de l' $A_{ref}$  diminuent les sites potentiels de nucléation de martensite en limitant la mobilité des dislocations; l'existence de phase martensitique avoisinante dure à l'extérieur comme à l'intérieur atténue l'intensité des déformations supportées par l' $A_{ref}$  et par conséquent, retarde le début de sa transformation (Szpunar et Li, 2006).

## CONCLUSIONS

Dans l'espoir de prolonger la durée d'exploitation des turbines hydrauliques et leur rendement par effet TRIP de l'austénite, on opte principalement dans ce projet pour l'élaboration d'une recette de traitement thermique pratique et fiable au profit des partenaires industriels Hydro-Québec et Alstom permettant d'améliorer la stabilité mécanique de l'austénite reformée dans l'acier AISI 415.

À l'issue de cette étude, les conclusions suivantes peuvent être énoncées.

- Le traitement de revenu inter-critique à différentes conditions : (a) 620°C, 1h; (b) 600°C, 4h; (c) 580°C, 10h avec un refroidissement à l'air sur un acier AISI 415 austénitisé et trempé à l'air peut fournir le même taux d'austénite (10%). Les trois conditions donnent aussi des valeurs de dureté globale égales (274 HV) ;
- Contrairement à ce qu'est prévu par des études précédentes, l'abaissement de température du revenu inter-critique et le prolongement du temps de maintien ne fournissent pas une austénite reformée plus enrichie en éléments gammagènes. La composition de l'austénite reste relativement constante et ne peut être source d'une plus grande stabilité de cette phase lorsque soumise à une sollicitation mécanique ;
- La sélection d'une température de revenu basse a différents avantages microstructuraux sur la morphologie de l'austénite reformée. Les particules d'austénite formée à 580°C sont moins épaisses, plus courtes et même « trouées » entourées de l'extérieur par la matrice martensitique et de l'intérieur par de la martensite fraîche. C'est une nouvelle morphologie découverte dans cette étude et n'a jamais été rapportée auparavant. En revanche, l' $A_{ref}$  produite à haute température est plutôt de forme lamellaire continue, longue et large ;
- La vitesse de refroidissement après un traitement de revenu inter-critique semble avoir une influence directe sur le volume final d' $A_{ref}$  dans le matériau, le refroidissement lent permet d'augmenter la fraction volumique d' $A_{ref}$  ;

- Le traitement de revenu inter-critique à 580°C pour 10h fournit à l' $A_{ref}$  une résistance importante à la transformation martensitique sous des déformations plastiques monotones et oligo-cycliques. L' $A_{ref}$  a réussi à garder la majorité de son volume initial. L'amélioration de la stabilité mécanique de l' $A_{ref}$  produite à basse température est due à : la petite taille des particules d'austénite qui diminue les sites potentiels de nucléation de martensite ; l'existence de la phase martensitique avoisinante potentiellement plus dure qui entoure l'austénite de l'extérieur et de l'intérieur en atténuant les charges supportées par l' $A_{ref}$  ;
- Le revenu inter-critique à 580°C pour 10h a permis d'augmenter la limite d'élasticité  $R_{0,2}$  de 10% par rapport à celle du matériau revenu à 620°C pour 1h ;
- Les  $A_{ref}$  produites à haute et à basse température se transforment presque totalement dans la zone de striction de l'éprouvette de traction. Ce qui signifie que les deux types d' $A_{ref}$  sont transformables sous des déformations plastiques très sévères ;
- Le matériau revenu à 620°C pour 1h présente un écrouissage constant lors de la déformation uniforme de traction et plus grand que celui du matériau revenu à 580°C ;
- Le matériau revenu à 620°C pour 1h présente un écrouissage constant au cours des cinq premiers cycles du test de fatigue oligo-cyclique, alors que le matériau revenu à 520°C pour 10h subit un adoucissement pour le même intervalle de cycles.

## RECOMMANDATIONS ET PERSPECTIVES

Cette étude a exploré des pistes de recherche et éléments pertinents qui méritent des études plus avancées.

La présente étude suggère que pour avoir une austénite reformée plus stable mécaniquement sous les déformations plastiques monotones et cycliques, il est suggéré de cibler des températures de revenu inter-critiques suffisamment basses en prolongeant la durée de maintien du traitement pour générer l'austénite « trouée ». Il serait pertinent de chercher la plage de températures et de temps de maintien pour laquelle de telles morphologies sont obtenues ;

Il est très utile de procéder aux tests de propagation de fissure de fatigue pour quantifier l'effet de la nouvelle morphologie sur le ralentissement de sa vitesse.

Puisque cette nouvelle morphologie a rendu l' $A_{ref}$  complètement stable mécaniquement à partir du 10<sup>ème</sup> cycle sous tests de fatigue oligo-cycliques à une amplitude de déformation  $\varepsilon/2=1\%$ , il est important d'évaluer sa stabilité mécanique sous déformations plastiques plus intenses.

La quantification précise de la dureté locale de la phase martensitique avoisinante à l' $A_{ref}$  produite dans cette étude de recherche n'était pas faite à cause des dimensions très fines des phases existantes et de la disponibilité des équipements. Il sera utile de mettre en place une étude approfondie sur l'évolution de la dureté de la phase avoisinante pour la même recette des traitements adoptés, ainsi son influence microstructurale en utilisant une méthode plus précise comme « in-situ synchrotron high energy XRD » par exemple.



## ANNEXE I

### SCHÉMAS ET DIMENSIONS DES ÉPROUVETTES

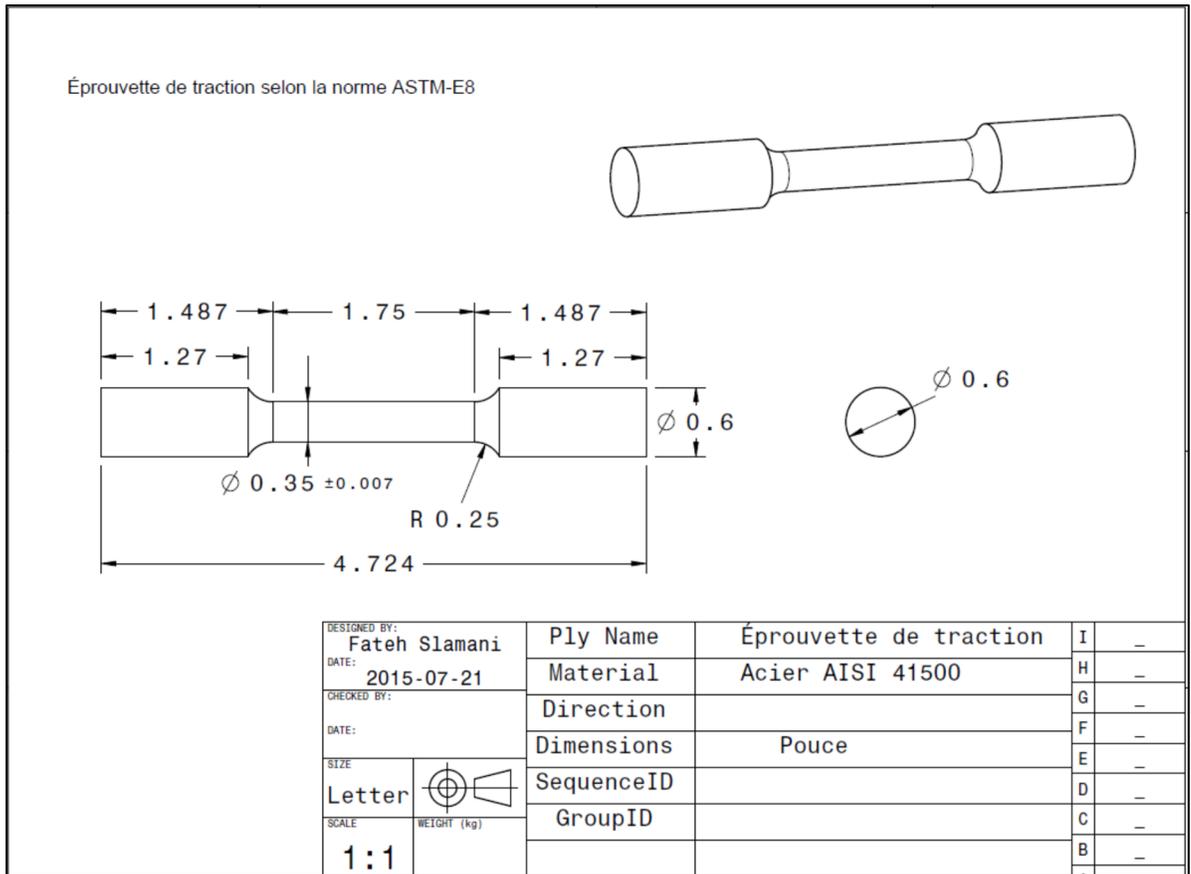


Figure-A I-1 Schéma de l'éprouvette de traction

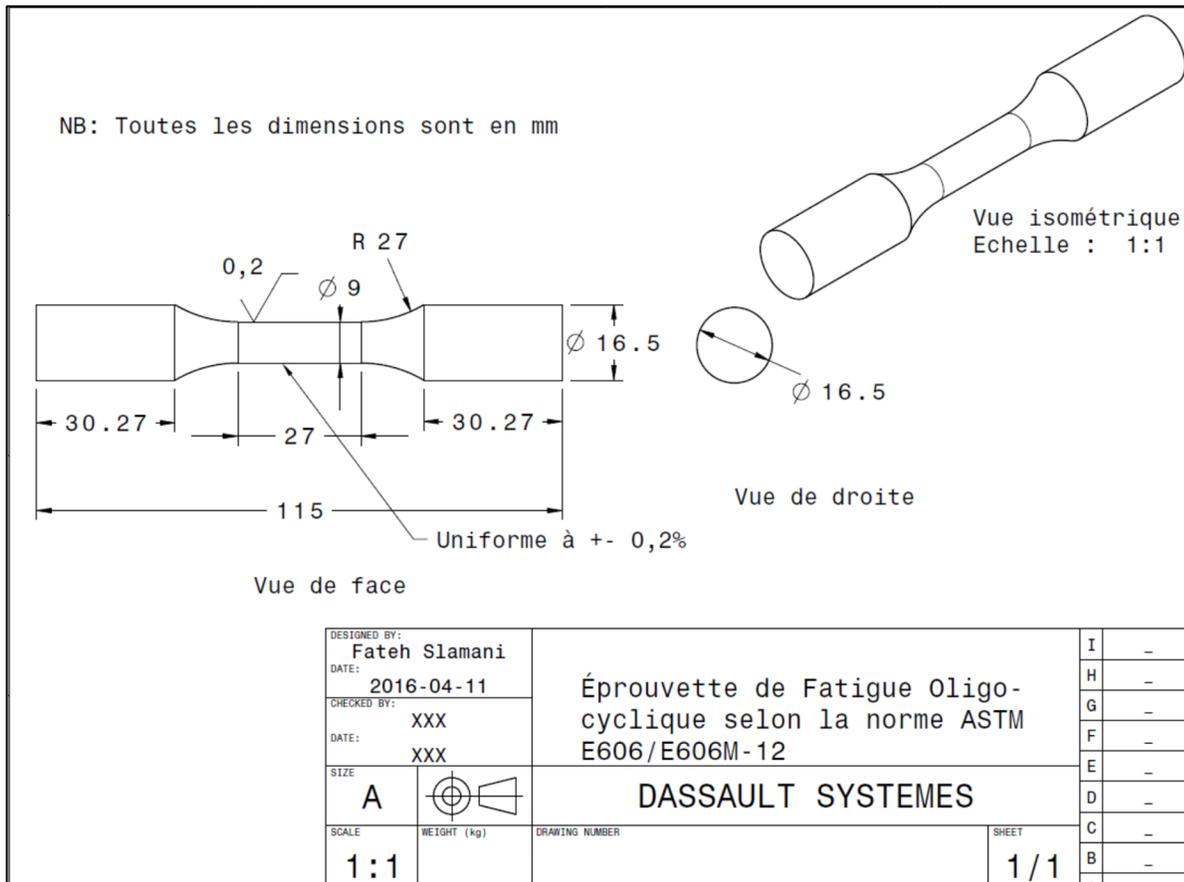


Figure-A I-2 Schéma de l'éprouvette de fatigue oligo-cyclique

## ANNEXE II

### ÉQUIPEMENTS DES TESTS DE TRACTION ET DE FATIGUE

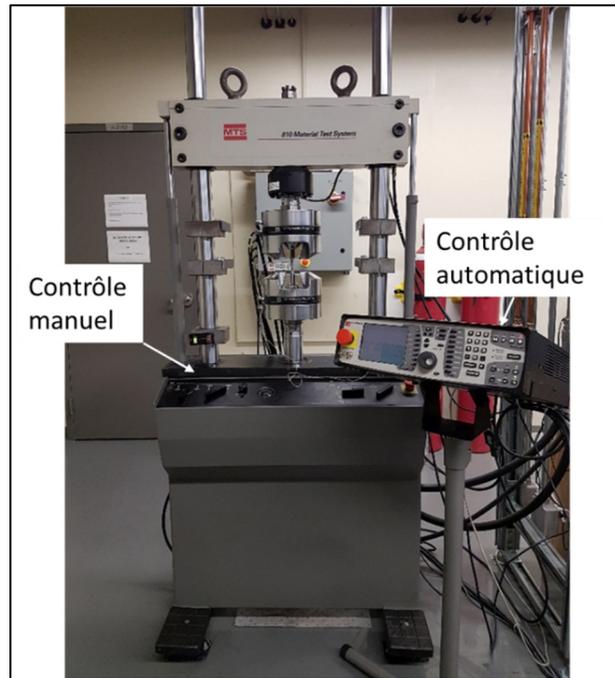


Figure-A II-1 Machine de tests mécaniques  
MTS 810

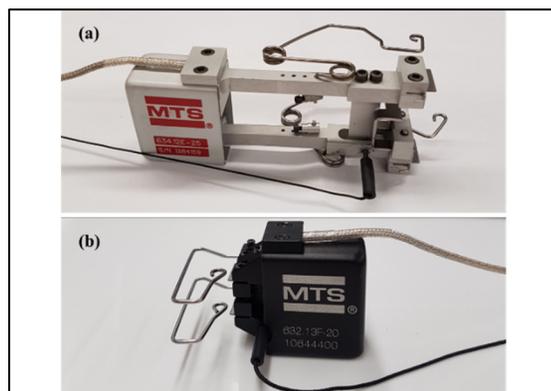


Figure-A II-2 Extensomètres pour : (a)  
traction, (b) fatigue



### ANNEXE III

#### EXEMPLE D'UN PROFIL DE SPECTROSCOPIE XRD ET SON AFFINEMENT PAR LA MÉTHODE RIETVELD

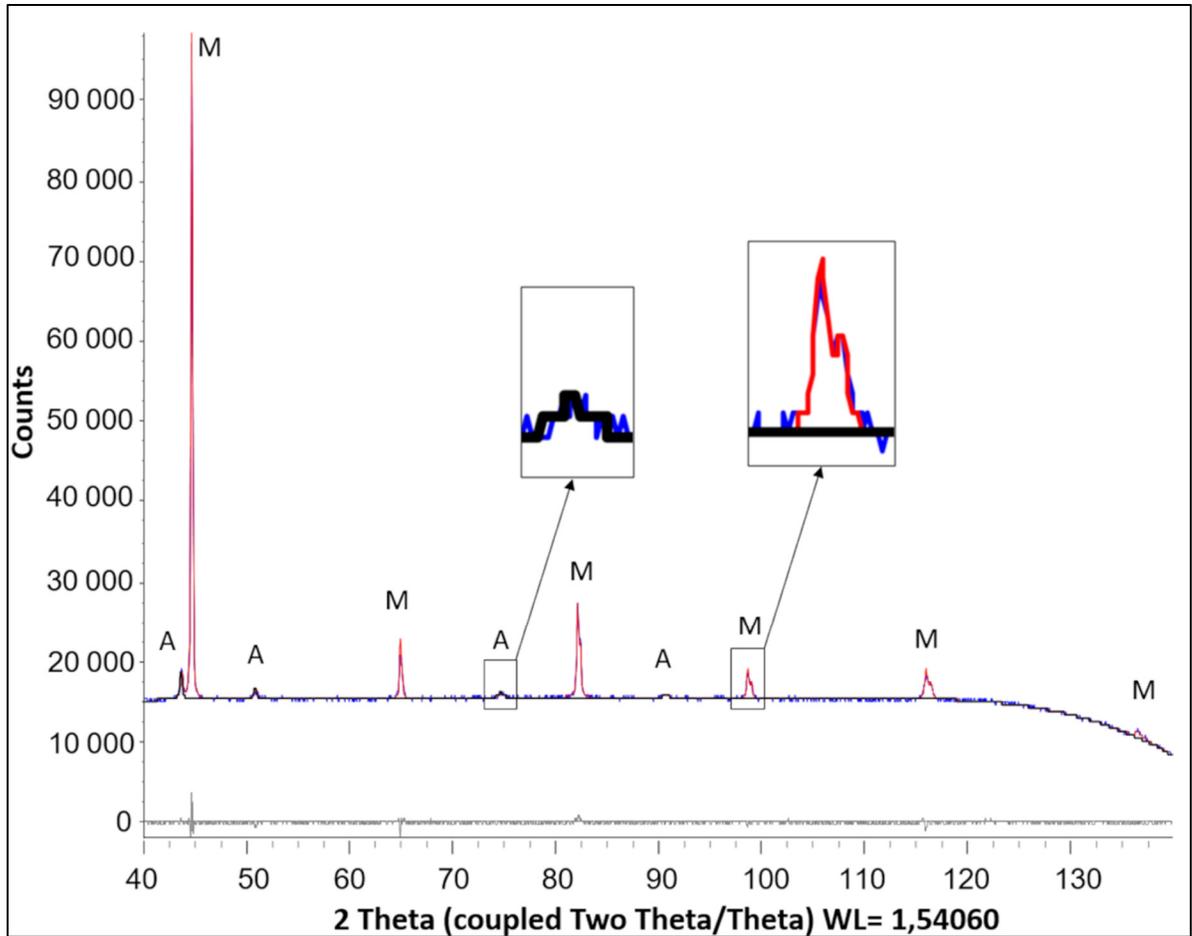


Figure-A III-1 Profil de spectroscopie XRD affiné par méthode Rietveld collecté d'un échantillon revenu à 580°C, 10h contenant 10% d'Aref. Blue représente le profil expérimental, noir et rouge représentent l'affinement de l'austénite A et la martensite M, respectivement



## ANNEXE IV

### COURBES ET PROPRIÉTÉS DE TRACTION DE AISI415

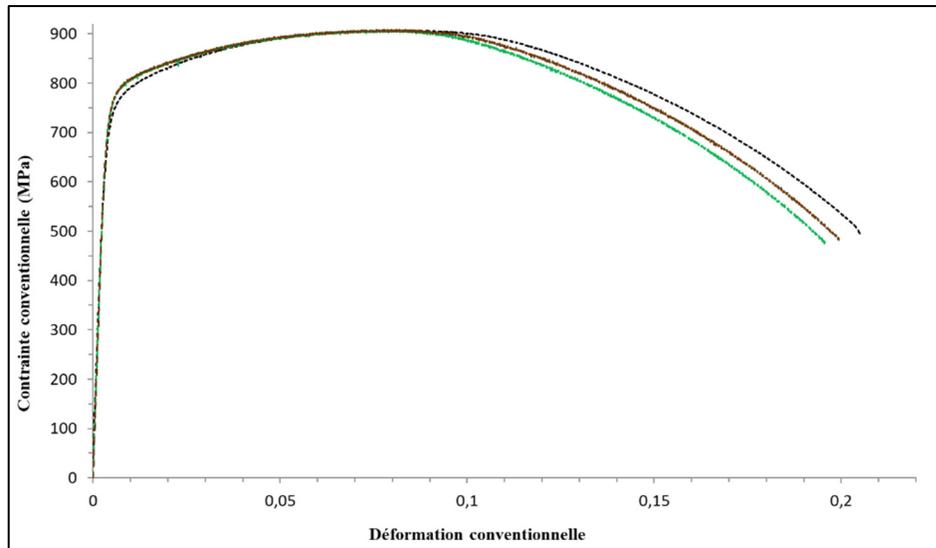


Figure-A VI-1 Courbes de traction conventionnelle de l'acier AISI 415 austénitisé à 1040°C, revenu à 620°C pour 1 h et refroidi à l'air

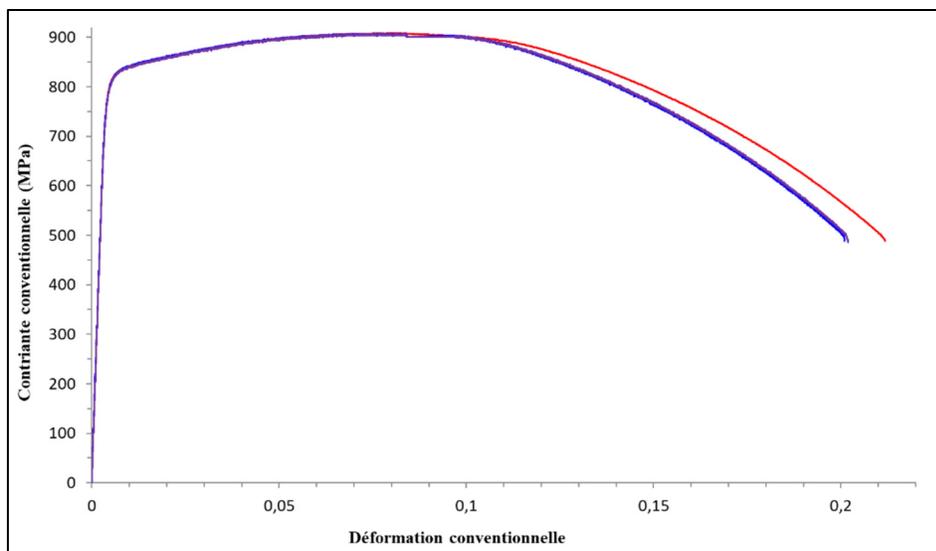


Figure-A VI-2 Courbes de traction conventionnelle de l'acier AISI 415 austénitisé à 1040°C, revenu à 580°C pour 10 h et refroidi à l'air

Tableau-A VI-1 Résultats des trois tests de traction de AISI415 traité à trois différentes conditions

Conditions du traitement thermique	N° du Test	Module d'élasticité E (GPa)	Limite d'élasticité conventionnelle $R_{0,2}$ (MPa)	Résistance à la traction $R_m$ (MPa)	Allongement à la rupture A (%)
Revenu à 620°C, 1h	01	215	743	907	20.3
	02	215	748	907	19.8
	03	215	748	908	18.9
Revenu à 580°C, 10h	01	215	823	908	20,9
	02	215	823	906	19.9
	03	215	823	907	20

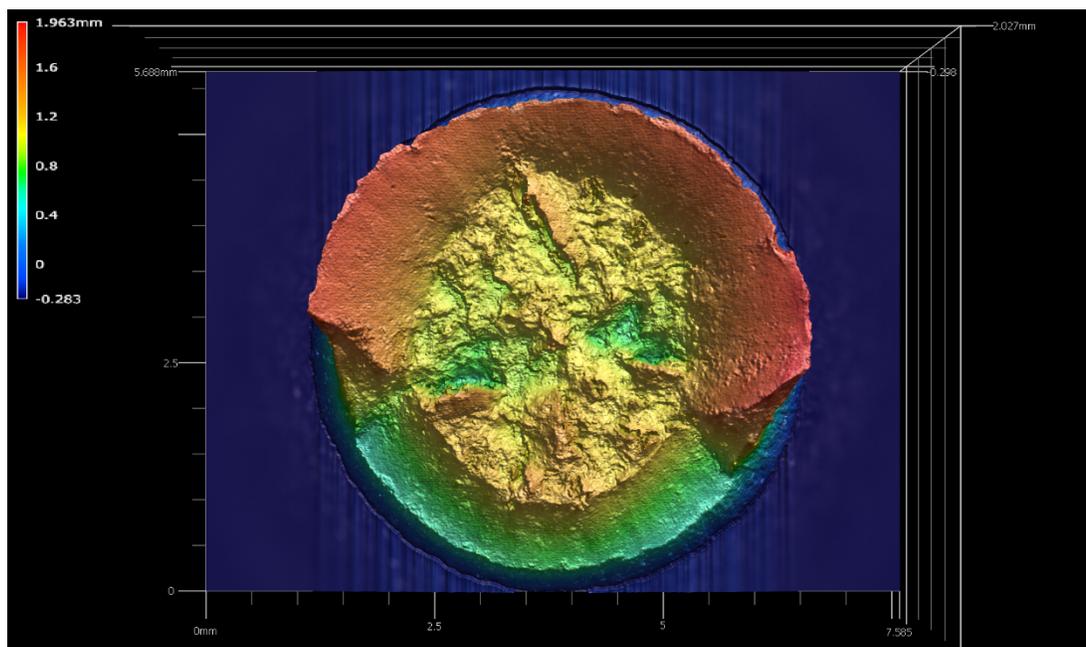


Figure-A IV-3 Faciès de rupture de traction de l'acier AISI 415 austénitisé à 1040°C, revenu à 620°C pour 1 h et refroidi à l'air

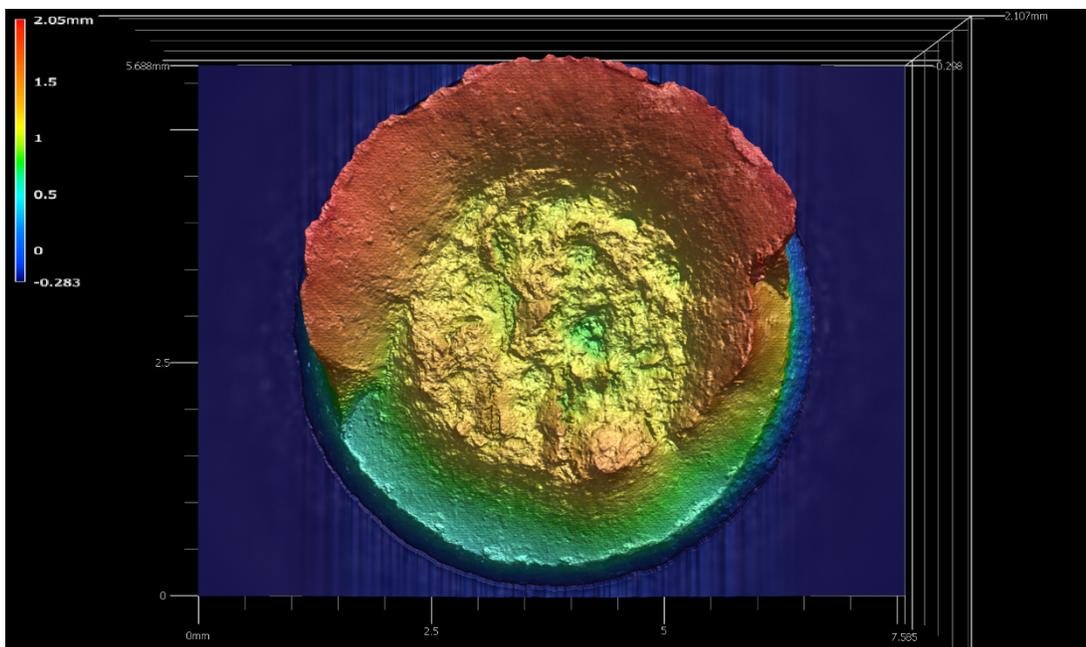


Figure-A IV-4 Faciès de rupture de traction de l'acier AISI 415 austénitisé à 1040°C, revenu à 580°C pour 10 h et refroidi à l'air



## ANNEXE V

### COURBES DES TESTS DE FATIGUE OLIGO-CYCLIQUE

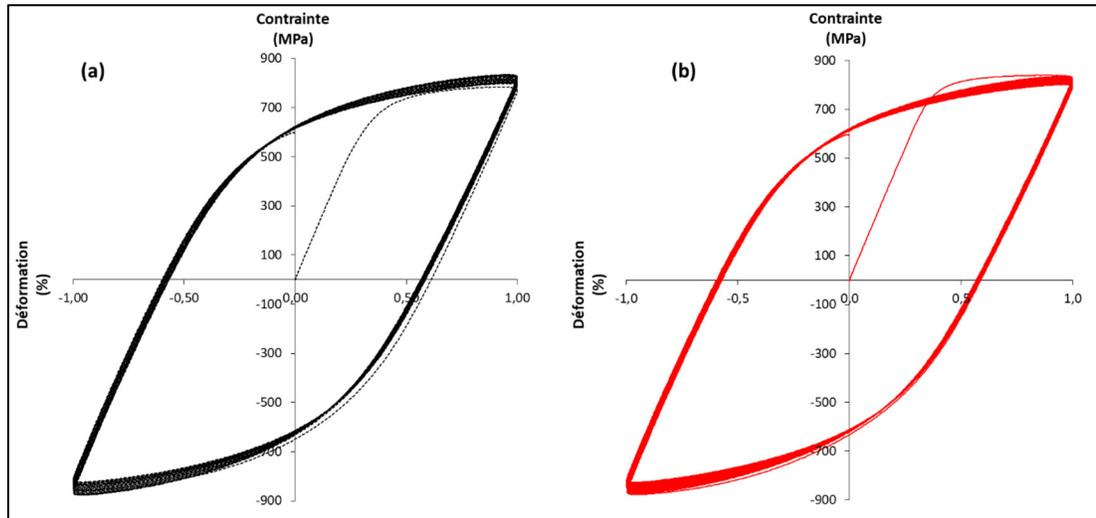


Figure-A V-1 Variation de contrainte en fonction du nombre de cycles en fatigue oligo-cyclique pour AISI 415 revenu à différentes conditions.  $\Delta\varepsilon/2=1\%$

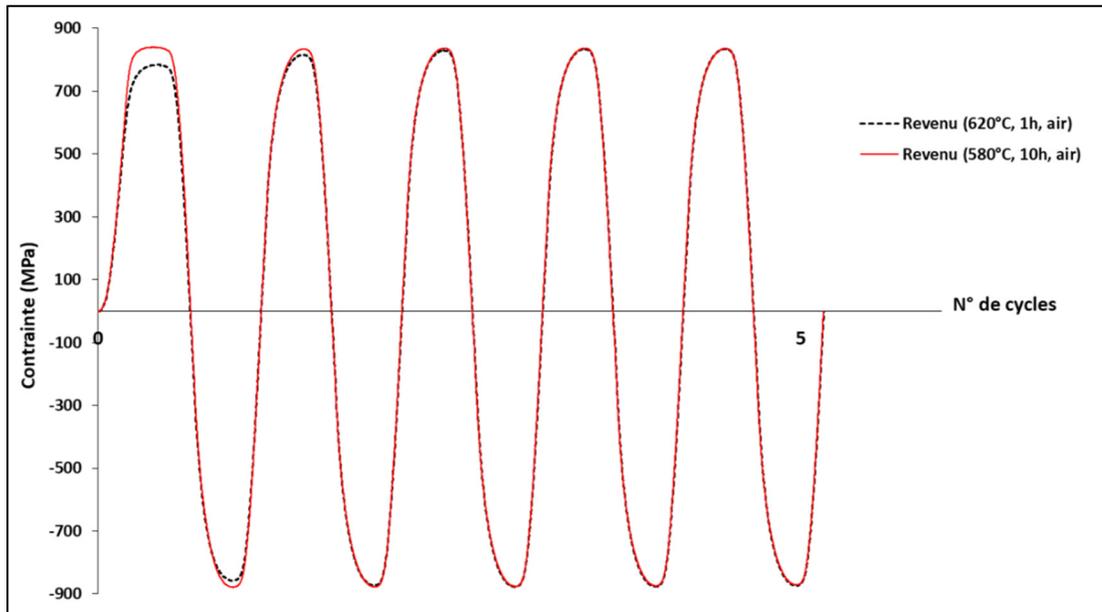


Figure-A V-2 Variation de contrainte en fonction de déformation en fatigue oligo-cyclique pour AISI 415 revenu à : (a) 620°C, 1 h; (b) 580°C, 10 h.  $\Delta\varepsilon/2=1\%$



## LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Addiprint. 2021. « Numérisation 3D, Modélisation, Étude & Rétroconception, Impression 3D ». < <https://www.addiprint.eu> >.
- Amrei, Mohsen, Hossein Monajati, Denis Thibault, Yves Verreman et Philippe Bocher. 2016. « Effects of Various Post-Weld Heat Treatments on Austenite and Carbide Formation in a 13Cr4Ni Steel Multipass Weld ». *Metallography, Microstructure, and Analysis*, vol. 5, n° 1, p. 50-61.
- Askeland, Donald R., et Wendelin J. Wright. 2016. *The science and engineering of materials*, 7th. Boston, MA: Cengage Learning, 870 p.
- ASTMInternational. 2003. *ASTM A743/A743M-03 Standard Specification for Castings, Iron-Chromium, Iron-Chromium-Nickel, Corrosion Resistant, for General Application*.
- ASTMInternational. 2012. *Standard Test Method for Strain-Controlled Fatigue Testing*.
- ASTMInternational. 2015. *E8/E8M-15 Standard test methods for tension testing of metallic materials*.
- ASTMInternational. 2020. *ASTM E1823-20a Standard Terminology Relating to Fatigue and Fracture Testing*. West Conshohocken, PA.
- Baïlon, Jean-Paul, et Jean-Marie Dorlot. 2000. *Des matériaux* (2000), 3. Montréal, québec: Presses internationales Polytechnique, 736 p.
- 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, n° 4, p. 285-296.
- Callister, William D., et David G. Rethwisch. 2014. *Materials science and engineering : an introduction* (2014), 9th. Hoboken, NJ: Wiley, 960 p.
- 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 & Engineering A*, vol. 528, n° 13, p. 4516-4521.
- Dong-Seok, Leem, Lee Yong-Deuk, Jun Joong-Hwan et Choi Chong-Sool. 2001. « Amount of retained austenite at room temperature after reverse transformation of martensite to austenite

in an Fe-13%Cr-7%Ni-3%Si martensitic stainless steel ». *Scripta Materialia*, vol. 45, n° 7, p. 767-72.

Dowling, Norman E. 2007. *Mechanical behavior of materials*, 3rd. Upper Saddle River, N.J.: Pearson/Prentice Hall, 912 p.

Folkhard, Erich. 1988. *Welding metallurgy of stainless steels*. Vienna: Springer, 279 p.

François, Dominique. 2001. *Essais mécaniques et lois de comportement*. Paris: Hermès Science Publications, 356 p. p.

Gagnon, M., S. A. Tahan, P. Bocher et D. Thibault. 2010. « Impact of Startup Scheme on Francis Runner life Expectancy ». In *25th IAHR Symposium on Hydraulic Machinery and Systems, 20-24 Sept. 2010*. (UK) Vol. 12, p. 8. Coll. « IOP Conf. Ser., Earth Environ. Sci. (UK) »: IOP Publishing Ltd.

Godin, Stéphane. 2014. « Effet d'un enrichissement en nickel sur la stabilité mécanique de l'austénite de réversion lorsque soumise à de la fatigue oligocyclique, Master thesis ». Montréal, École de technologie supérieure, 90 p.

Godin, Stéphane, Johann Hamel-Akré, Denis Thibault, Alessandra-Maria Serventi et Philippe Bocher. 2020. « Ni and Mn enrichment effects on reformed austenite: thermodynamical and low cycle fatigue stability of 13%Cr-4%Ni and 13%Cr-6%Ni stainless steels ». *SN Applied Sciences*, vol. 2, n° 3, p. 382.

Goerge E. Totten. 2007. *Steel Heat Treatment Metallurgy and Technologies*, second. Portland: Taylor and Francis, 832 p.

Hertzberg, Richard W. 1996. *Deformation and fracture mechanics of engineering materials*, 4th. New York: Wiley, 786 p.

Hillert, M., et J. Agren. 2004. « On the definitions of paraequilibrium and orthoequilibrium ». *Scripta Materialia*, vol. 50, n° 5, p. 697-699.

Hillert, M., K. Nilsson et L. E. Toerndahl. 1971. « Effect of alloying elements on the formation of austenite and dissolution of cementite ». vol. 209, n° 1, p. 49-66.

Hirano, K., M. Cohen et B. L. Averbach. 1961. « Diffusion of nickel into iron ». *Acta Metallurgica*, vol. 9, n° 5, p. 440-445.

- Iwabuchi, Yoshitaka. 2003. « Factors Affecting on Mechanical Properties of Soft Martensitic Stainless Steel Castings ». *JSME International Journal Series A, Solid Mechanics and Material Engineering*, vol. 46, n° 3, p. 441-446.
- 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.
- Judd, R. R., et H. W. Paxton. 1968. « Kinetics of austenite formation from a spheroidized ferrite-carbide aggregate ». *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, vol. 242, n° 2, p. 206-215.
- Kirkland, Earl J. 2010. *Advanced computing in electron microscopy*, 2nd. New York: Springer, 289 p.
- Kou, Sindo. 2003. *Welding metallurgy*, 2nd. Hoboken, N.J.: Wiley-Interscience, 461 p.
- Kozeschnik, Ernst, et John M. Vitek. 2000. « Ortho-equilibrium and para-equilibrium phase diagrams for interstitial / substitutional iron alloys ». *Calphad*, vol. 24, n° 4, p. 495-502.
- Lacombe, P., B. Baroux et Gérard Béranger. 1991. *Les aciers inoxydables*. Les Ulis, France: Les Éditions de physique, 1016 p.
- Lippold J. C., et Kotecki D. J. 2005. *Welding Metallurgy and Weldability of Stainless Steels*. John Wiley & Sons, 357 p.
- Matsuda, Hiroshi, Hisato Noro, Yasunobu Nagataki et Yoshihiro Hosoya. 2010. « Effect of retained austenite stability on mechanical properties of 590MPa grade TRIP sheet steels ». In *6th International Conference on Processing and Manufacturing of Advanced Materials - THERMEC'2009, August 25, 2009 - August 29, 2009*. (Berlin, Germany) Vol. 638-642, p. 3374-3379. Coll. « Materials Science Forum »: Trans Tech Publications Ltd.
- McGuire, Michael F. 2008. *Stainless steels for design engineers*. Materials Park, Ohio: ASM International, 304 p.
- Meimandi, Shilan, Nicolas Vanderesse, Denis Thibault, Philippe Bocher et Martin Viens. 2017. « Macro-defects characterization in cast CA-6NM martensitic stainless steel ». *Materials Characterization*, vol. 124, p. 31-39.
- Mokhtabad Amrei, Mohsen. 2016. « Characterization of microstructure and texture of 13Cr4Ni martensitic stainless steel weld before and after tempering ». Montréal, École de technologie supérieure, 128 p.

- Mokhtabad Amrei, Mohsen, Yves Verreman, Florent Bridier, Denis Thibault et Philippe Bocher. 2015. « Microstructure Characterization of Single and Multipass 13Cr4Ni Steel Welded Joints ». *Metallography, Microstructure, and Analysis*, vol. 4, n° 3, p. 207-218.
- Nakagawa, H., et T. Miyazaki. 1999. « Effect of retained austenite on the microstructure and mechanical properties of martensitic precipitation hardening stainless steel ». *Journal of Materials Science*, vol. 34, n° 16, p. 3901-8.
- Niessen, Frank, Matteo Villa, John Hald et Marcel A. J. Somers. 2017. « Kinetics analysis of two-stage austenitization in supermartensitic stainless steel ». *Materials & Design*, vol. 116, p. 8-15.
- Porter, David A., K. E. Easterling et M. Y. Sherif. 2009. *Phase transformations in metals and alloys*, 3rd. Boca Raton: CRC Press Taylor & Francis Group, 520 p.
- Rietveld, H. M. 1969. « A profile refinement method for nuclear and magnetic structures ». *Journal of Applied Crystallography*, vol. 2, n° 2, p. 65-71.
- Robichaud, P. 2007. « Stabilité de l'austénite résiduelle de l'acier inoxydable 415 soumis à la fatigue oligocyclique, Master thesis ». Montréal, Ecole de technologie supérieure, 171 p.
- Roth, I., M. Kübbeler, U. Krupp, H. J. Christ et C. P. Fritzen. 2010. « Crack initiation and short crack growth in metastable austenitic stainless steel in the high cycle fatigue regime ». *Procedia Engineering*, vol. 2, n° 1, p. 941-948.
- Schijve, Jaap. 2009. *Fatigue of Structures and Materials*. Dordrecht: Springer Netherlands, 615 p.
- Song Y., Li X., Rong L. et Li Y. 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, n° 12, p. 4075-4079.
- Speich, G. R., V. A. Demarest et R. L. Miller. 1981. « Formation of austenite during intercritical annealing of dual-phase steels ». *Metallurgical Transactions A (Physical Metallurgy and Materials Science)*, vol. 12A, n° 8, p. 1419-28.
- Speich, G. R., A. Szirmai et M. J. Richards. 1969. « Formation of austenite from ferrite and ferrite-carbide aggregates ». vol. 245, n° 5, p. 1063-1074.
- Suresh, S. 2004. *Fatigue of materials*, 2. Cambridge: Cambridge university press, 679 p.
- Szpunar, J.A., et H. Li. 2006. *Advanced steels*. Montreal, Québec: Canadian Institute of Metallurgy and Petroleum, 390 p.

- Taylor, D. 1988. « Fatigue thresholds: their applicability to engineering situations ». *International Journal of Fatigue*, vol. 10, n° 2, p. 67-79.
- Thibault, D., P. Bocher, M. Thomas, J. Lanteigne, P. Hovington et P. Robichaud. 2011. « Reformed austenite transformation during fatigue crack propagation of 13%Cr-4%Ni stainless steel ». *Materials Science & Engineering A*, vol. 528, n° 21, p. 6519-26.
- Thibault, Denis. 2010. « Contribution à l'étude du comportement en fatigue des aciers inoxydables 13%Cr-4%Ni: Contraintes résiduelles de soudage et transformation sous contrainte de l'austénite de réversion, PhD thesis ». Montréal, Ecole de technologie supérieure, 117 p.
- Timokhina, I. B., et P. D. Hodgson. « Effect of microstructure on the stability of retained austenite in transformation-induced-plasticity steels ». *Metallurgical and Materials Transactions A-Physical Metallurgy and Material*, vol. 35A, n° 8, p. 2331-2341.
- Tsuchiyama, T., J. Tobata, T. Tao, N. Nakada et S. Takaki. 2011. « Microstructure Control of a Low Carbon Martensitic Stainless Steel by Quenching and Partitioning Heat Treatment ». *Materials Science Forum*, vol. 706-709, p. 2338-41.
- Young, R.A. 2002. *The Rietveld Method* (2002). New York, United States: Oxford University, 298 p.
- Zhang, Shenghua, Pei Wang, Dianzhong Li et Yiyi Li. 2015. « Investigation of the evolution of retained austenite in Fe-13%Cr-4%Ni martensitic stainless steel during intercritical tempering ». *Materials & Design*, vol. 84, n° C, p. 385-394.
- Zou, De-ning, Ying Han, Wei Zhang et Xu-dong 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.