

# Dépendance de la courbe cyclique et effet d'un pré-écrouissage sur la fatigue d'un acier inoxydable 304L sous traction-compression à température ambiante

A. BELATTAR<sup>a</sup>, L. TALEB<sup>a</sup>, A. HAUET<sup>a</sup>, S. TAHERI<sup>b</sup>

*a GPM, INSA de Rouen, BP 08 avenue de l'université, 76800 St Etienne du Rouvray, France*

*b LaMSID EDF-CNRS 2832, 1 Avenue du Général de Gaulle, 92141 Clamart Cedex, France*

## Résumé:

*Des essais séquentiels de traction-compression à déformation croissante/décroissante ont été réalisés sur une même éprouvette. La courbe cyclique obtenue n'est pas unique, sa dépendance aux séquences appliquées est confirmée. Sur ces mêmes éprouvettes, des essais de fatigue ont été réalisés; la durée de vie a été sensiblement réduite pour les éprouvettes pré-écrouies par rapport aux vierges. L'observation microstructurale indique que la diminution de la durée de vie serait associée à la formation, dès le pré-écrouissage, de structures fragiles dans lesquelles des fissures peuvent s'amorcer.*

## Abstract:

*Tension-compression step tests under strain control were carried out with increasing/decreasing amplitude on the same specimen. The results show that the cyclic curve is not unique as it depends on the loading sequence. The same pre-deformed specimens have been subjected to fatigue tests. It is shown that the fatigue life is significantly reduced by the previous loading history. Microstructural analyses show that the decrease in fatigue life is associated with the formation, from the pre-loading, of fragile structures, where cracks can be initiated.*

**Mots clefs :** Comportement cyclique, acier inoxydable 304L, pré-écrouissage, écrouissage cinématique, écrouissage isotrope.

## 1 Introduction

Un pré-écrouissage dû aux processus de fabrication, aux traitements thermiques effectués ou aux conditions de service peut avoir un effet considérable sur le comportement cyclique et en fatigue du matériau. L'amplitude et la direction du pré-écrouissage déterminent dans quelle mesure le comportement du matériau sera affecté. Cet effet a fait l'objet de plusieurs travaux de recherches particulièrement sur l'acier 316 [1-2], le cuivre [3] et sur le 304L, l'aluminium et l'acier ferritique A42 dans [4]. Selon leurs réponses au pré-écrouissage, différents types de matériaux peuvent être définis. En utilisant une seule éprouvette on peut obtenir une courbe d'écrouissage cyclique avec des essais à paliers croissants après avoir stabilisé le cycle à chaque amplitude. Une fois arrivé à une amplitude maximale on fait le chemin inverse avec des essais à paliers décroissants. Pour l'acier inoxydable 316L, on ne retrouve pas la courbe initiale si l'amplitude du pré-chargement est importante [1]. Néanmoins, si l'amplitude du pré-écrouissage est faible (inférieure de 0.4%), les deux courbes sont superposées [1, 5]. Pour d'autres matériaux, comme des aciers ferritiques ou des alliages d'aluminium, cet effet de pré-chargement est beaucoup plus faible. Cette différence entre les réponses de divers matériaux peut être liée à la différence entre leur énergie de fautes d'empilement (SFE). L'effet du pré-écrouissage sur la durée de vie du 304L a été étudié sous chargement à contrainte ou à déformation imposée [4, 6]. Les résultats ont montré que sous un pré-chargement cyclique de traction-compression à déformation imposée, une augmentation de la durée de vie en fatigue du matériau est observable en fatigue à contrainte imposée contrairement au cas à déformation imposée.

Dans la première partie du travail, on présente les résultats des essais séquentiels, une comparaison des courbes cycliques obtenues est faite. Les effets de ces cycles sur la durée de vie en fatigue seront présentés, les durées de vie seront comparées à celles obtenues sur l'éprouvette de référence. Ensuite une évaluation de la

contribution des parties isotrope et cinématique de l'érouissage sera réalisée. En ce qui concerne la deuxième partie du travail, une analyse microstructurale sera faite pour comprendre les mécanismes physiques responsables et leurs effets sur la durée de vie.

## 2 Procédure expérimentale

Sur une machine servo-hydraulique MTS axial-torsion, des essais de traction-compression à déformation imposée ont été réalisés. Des éprouvettes cylindriques pleines en acier inoxydable austénitique 304L ont été utilisées. Elles ont 8 mm en diamètre et 12 mm en longueur dans la zone utile (extensomètre). La vitesse de déformation appliquée est d'environ  $0,001 \text{ s}^{-1}$ .

L'histoire du chargement appliqué pour les essais séquentiels est représentée dans la Fig.1. La déformation totale imposée pendant la première et la deuxième séquence est indiquée dans le cas de l'essai à amplitude maximale de 1,5%. Le tableau 1 résume l'ordre des amplitudes avec nombre de cycles appliqués.

Tableau1. Histoire de chargement appliquée dans les deux essais.

Test	Séquence (Sq)	Amplitude de déformation % (N cycles)					
CA-1,5%	1 et 3	$\pm 0,2$ (50)	$\pm 0,3$ (40)	$\pm 0,4$ (30)	$\pm 0,5$ (20)	$\pm 1$ (20)	$\pm 1,5$ (10)
	2 et 4	$\pm 1$ (20)	$\pm 0,5$ (20)	$\pm 0,4$ (30)	$\pm 0,3$ (40)	$\pm 0,2$ (50)	x
CA-1%	1 et 3	$\pm 0,2$ (50)	$\pm 0,3$ (40)	$\pm 0,4$ (30)	$\pm 0,5$ (20)	$\pm 1$ (21)	x
	2 et 4	$\pm 0,5$ (20)	$\pm 0,4$ (30)	$\pm 0,3$ (40)	$\pm 0,2$ (50)	x	x

Afin d'évaluer l'effet de l'histoire de chargement sur la durée de vie en fatigue de l'acier 304L, des essais de fatigue en traction-compression sont effectuées sur des éprouvettes ayant subi le pré-érouissage décrit ci-dessus avec une amplitude de 0,226% et une fréquence de 5 Hz. Les durées de vie obtenues sont comparées à celle obtenue sur une éprouvette de référence (sans pré-chargement).

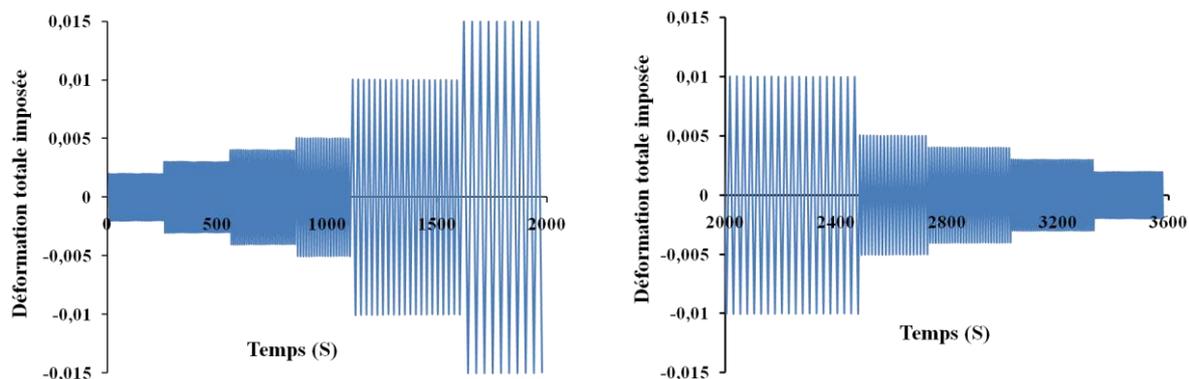


FIG.1- Histoire de chargement appliqué dans le cas de l'essai à 1,5%: (a) 1<sup>ère</sup> Sq, (b) 2<sup>ème</sup> Sq.

## 3 Effet du pré-chargement sur le comportement cyclique et en fatigue

Les courbes représentant l'évolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles, regroupées dans les Fig.2a-f permettent une nette comparaison entre les niveaux de l'érouissage générés. Pendant les deux premiers paliers  $\pm 0,2\%$  et  $\pm 0,3\%$  de la première séquence (Fig.2 a et b), un léger durcissement limité aux cinq premiers cycles est observé dans les deux cas d'amplitude maximale, suivi par une saturation. Une quasi saturation est observée pour les niveaux  $\pm 0,4\%$  et  $\pm 0,5\%$  (Fig.2 c et d). En revanche, pour les deux paliers à forte amplitude ( $\pm 1\%$  et  $\pm 1,5\%$ ) le matériau manifeste un durcissement continu et sans saturation (Fig.2 e et f). Durant la deuxième séquence, un adoucissement cyclique pour les différents niveaux de déformation est observé pour les premiers cycles suivi par une saturation. L'adoucissement est plutôt continu pour le niveau  $\pm 1\%$  (Fig.2.e). Le niveau de saturation dans le cas de l'essai avec 1% d'amplitude maximale est inférieur à celui enregistré dans le cas de l'essai avec 1,5%. En ce qui concerne la troisième séquence, une évolution stable des amplitudes de contrainte est observée pour les niveaux  $\pm 0,2\%$ ,  $\pm 0,3\%$ ,  $\pm 0,4\%$  et  $\pm 0,5\%$  (Figs.2.a-d). Cependant un durcissement cyclique continu est constaté pour les paliers  $\pm 1\%$  (Figs.2.e) et  $\pm 1,5\%$  (Figs.2.f). Le niveau de saturation dans le cas de l'essai avec 1% d'amplitude maximale est toujours inférieur à celui de l'essai à 1,5%. Pour la dernière séquence, un adoucissement cyclique est démontré pendant les premiers cycles suivi par une saturation, les courbes obtenues se situent au-dessus de celles obtenues durant la seconde séquence.

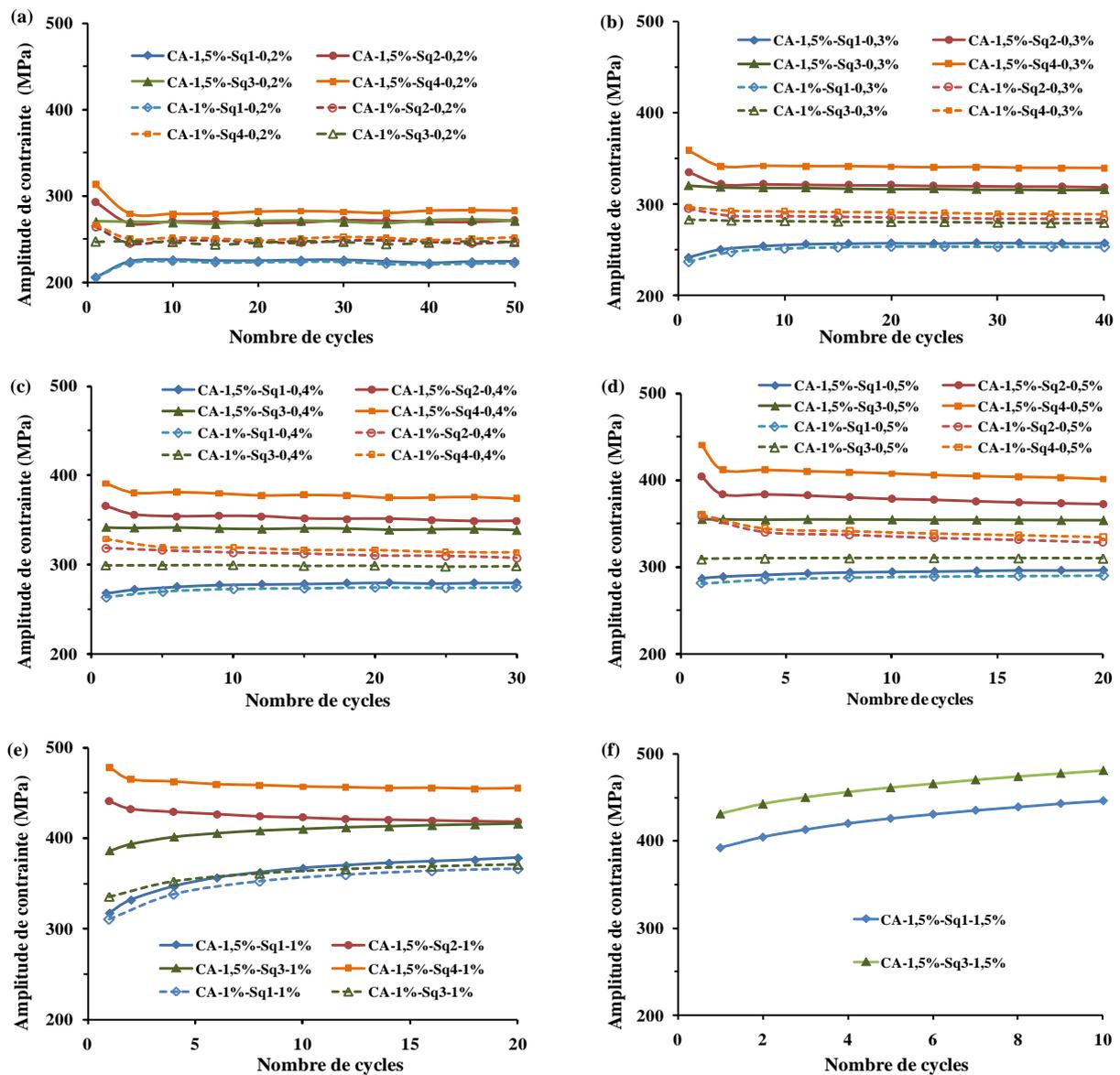


FIG.2- Amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles; comparaison entre les résultats obtenus pour chaque niveau de déformation (a) à 0,2%, (b) à 0,3%, (c) à 0,4%, (d) à 0,5%, (e) 1% et (f) à 1,5%.

La comparaison des courbes cycliques tracées pour chaque séquence de chargement montre qu'après un pré-chargement effectué pendant la première séquence, le matériau présente un durcissement cyclique (Fig.3). Dans les deux cas d'amplitude maximale, la courbe cyclique ne retrouve pas sa position initiale ; la deuxième courbe présente un niveau de saturation plus élevé par rapport à celui enregistré pour la première. Néanmoins, l'écart entre les courbes dans les cas de 1,5% est plus important que celui observé entre les courbes dans le cas de 1%.

L'effet de mémoire de chargement augmente avec l'augmentation de l'amplitude de pré-écrouissage. Cet effet de mémoire peut être expliqué par le fait que le pré-écrouissage généré par l'amplitude de déformation maximale crée un état microstructural approximativement stable. Cela signifie que les amplitudes de déformation inférieures appliquées pendant la deuxième phase de chargement ne peuvent pas changer cette microstructure. Cette stabilité permettra au matériau de trouver le même niveau d'écrouissage pendant la deuxième montée (troisième séquence). La courbe cyclique de la troisième et la quatrième séquence sont pratiquement superposées sur la deuxième. On note que les courbes cycliques obtenues dans l'essai à 1% sont plus proches que celles obtenues à 1,5% ; globalement l'écrouissage généré par les cycles de 1,5% est plus élevé.

Les études effectuées antérieurement sur le 304L, indiquent qu'un pré-écrouissage cyclique a un effet pénalisant sur la durée de vie en déformation contrôlée, contrairement à un chargement à contrainte contrôlée. Le matériau pré-écroui avait des durées de vie plus longues que celles obtenues pour un matériau vierge [4] cyclé sous une contrainte correspondante à l'amplitude de contrainte observée à mi-durée de vie dans un essai à

déformation contrôlée. Les courbes des essais de fatigue réalisés à 0,226% sur les éprouvettes ayant subi le pré-écrouissage en aller/retour et l'éprouvette de référence sont représentées dans la figure 4. L'originalité dans l'application de ce genre de pré-chargement en aller-retour (Fig.1) est de s'approcher d'un état d'équilibre et donc assurer un retour progressif à l'origine (contrainte et déformation nulles). Ce retour à l'origine nous évitera les effets parasites de contrainte ou de déformation moyenne lors des cycles de fatigue.

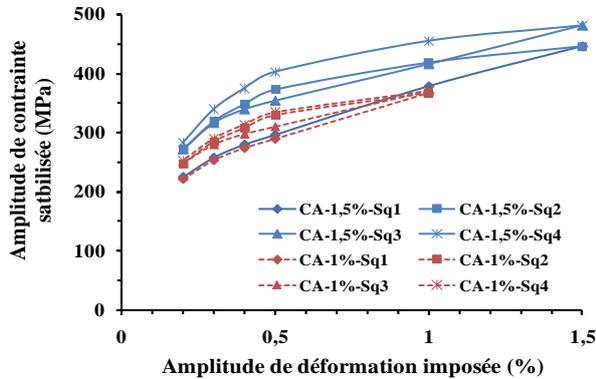


FIG.3- Comparaison entre les courbes cycliques.

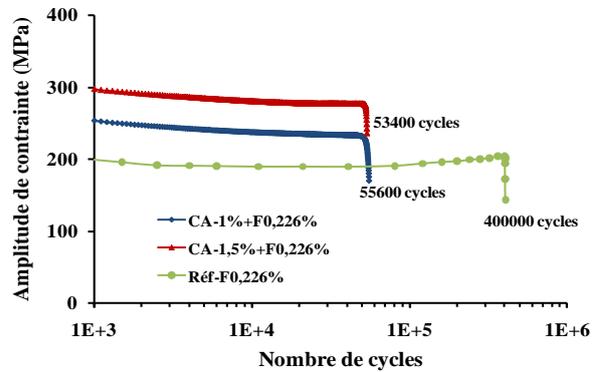


FIG.4-Essai de fatigue sur matériau vierge et pré-écroui à 1% et à 1,5%.

Les résultats montrent que le pré-durcissement réduit considérablement la durée de vie en fatigue du matériau. Celle-ci est égale à environ 400000 cycles sur une éprouvette de référence. On peut remarquer aussi que la durée de vie en fatigue diminue avec l'augmentation de l'amplitude de déformation du pré-écrouissage, la durée de vie enregistrée pour un pré-écrouissage à 1% est 55600 cycles, tandis qu'à un pré-écrouissage à 1,5% la durée de vie enregistrée est de 53400. Les courbes obtenues (Fig.4) montrent aussi que le matériau pré-écroui manifeste un adoucissement cyclique au cours des 10000 premiers cycles en suite une saturation est observée jusqu'à la rupture.

#### 4 Analyse du type d'écrouissage généré

La procédure adoptée pour cette analyse a été décrite dans [7], elle consiste à identifier la partie linéaire (domaine d'élasticité) dans les boucles contrainte-déformation plastique équivalente pour chaque cycle (Fig.5). Une petite déformation plastique offset de 0,0001 est admise,  $\sigma_{offset}$  est la contrainte correspondante à cette déformation plastique obtenue lors du déchargement. On définit  $\sigma_{max}$  comme étant la contrainte maximale atteinte dans le cycle, tandis que  $\sigma_y$  est la limite d'élasticité estimée lors de la partie du chargement du premier cycle. Sa valeur est prise égale à 130 MPa. Les variables d'écrouissage, isotrope (R) et cinématique (X) sont donnés par les relations:

$$R = \frac{\sigma_{max} - \sigma_{offset}}{2} - \sigma_y \quad \text{et} \quad X = \frac{\sigma_{max} + \sigma_{offset}}{2}$$

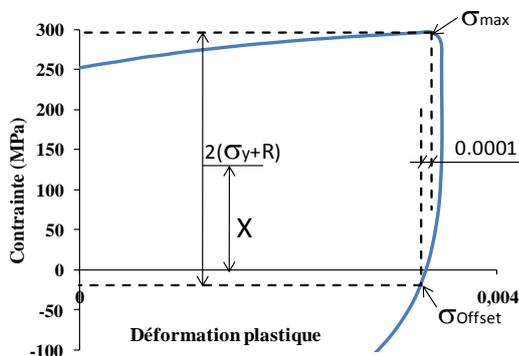


FIG.5- Procédé d'identification des paramètres d'écrouissage R et X.

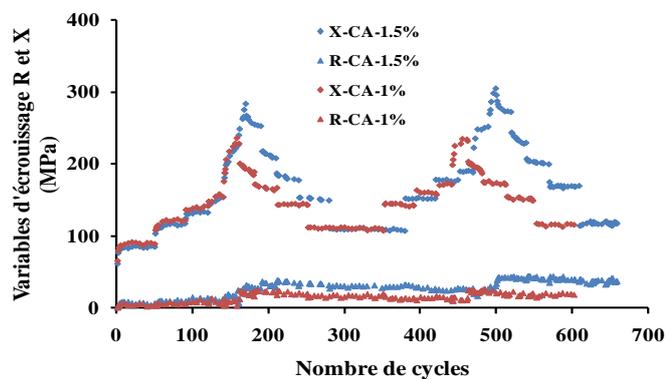


FIG.6- Evolution des paramètres d'écrouissage R et X en fonction du nombre de cycles.

L'évolution des paramètres d'écrouissage R et X est représentée dans la Figure 6. Nous pouvons observer que l'écrouissage généré est essentiellement de nature cinématique dans les deux essais. L'évolution de la partie isotrope est quasiment saturée dans les deux cas d'amplitude ; une augmentation est enregistrée pendant les paliers de forte amplitude 1% et 1,5%. L'écrouissage généré par l'essai à 1,5% est plus élevé par rapport à celui généré par l'essai à 1%, sauf durant la première séquence où les courbes sont superposées jusqu'au palier 1%.

## 5 Analyses microstructurales

Des feuilles minces d'environ 100  $\mu\text{m}$  ont été préparées à partir de lamelles de coupe perpendiculaire à l'axe des éprouvettes d'environ 0,3 mm, polies d'abord mécaniquement puis électrolytiquement dans une solution contenant 10% d'acide perchlorique, 45% d'acide acétique et 45% d'éthanol, à un potentiel de 15V et une température de  $-20^{\circ}\text{C}$ . L'étude a été réalisée sur un microscope électronique à transmission JEOL 2000FX.

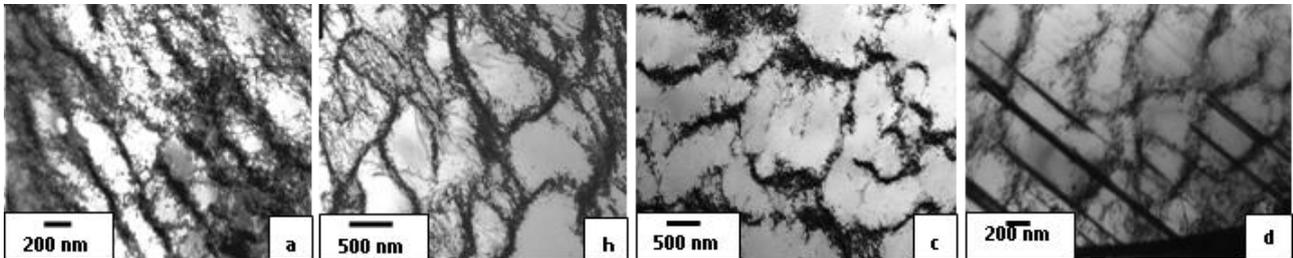


Fig.7-Microstructures CA-1% : (a) veines et murs de dislocations ; (b) : veines et cellules ; (c) cellules et BGIs ; (d) : structures veines/murs et fautes d'empilement à partir d'un joint de grain.

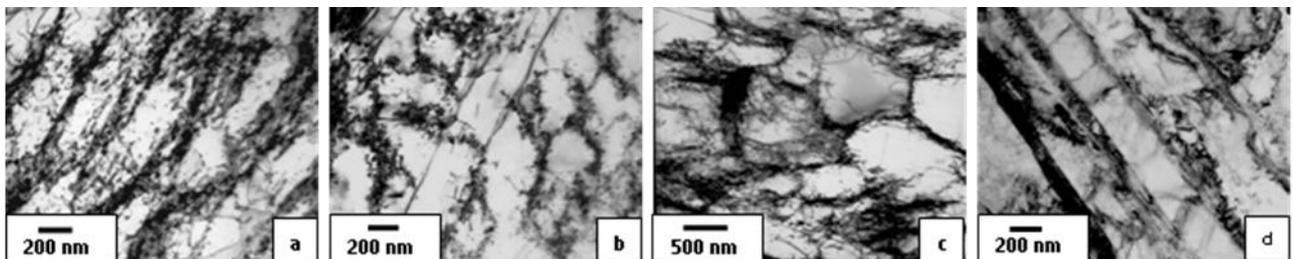


Fig.8-Microstructures CA-1%+FA0.226% : (a) murs et canaux ; (b) BGIs et cellules ; (c): cellules; (d) : fautes d'empilement et macles.

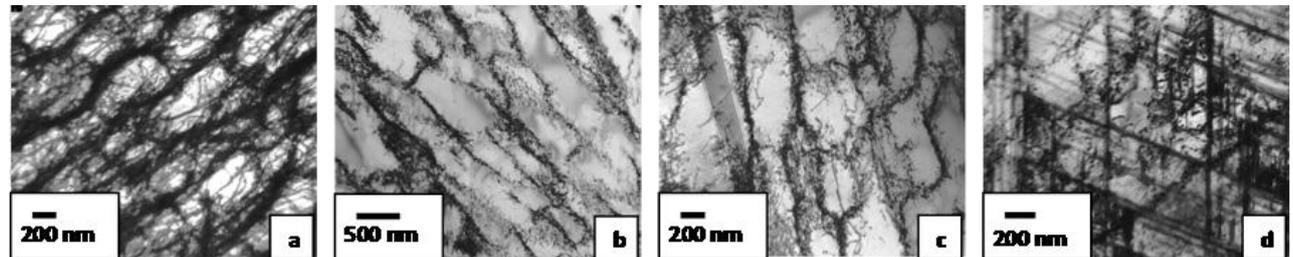


Fig.9-Microstructures CA-1,5% : (a) veines, murs épais, cellules; (b) BGIs et cellules mal dessinées; (c) cellules allongées ; (d) trois systèmes de macles et fautes d'empilement avec  $\alpha'$  aux intersections.

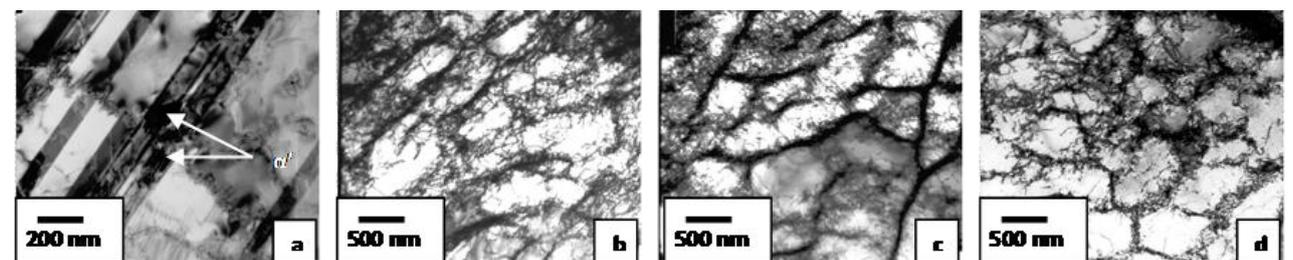


Fig.10- Microstructures CA1,5%+FA0,226% : (a) macles et martensite  $\alpha'$  ; (b) structures intermédiaires entre veines, murs et cellules ; (c) structures intermédiaires entre labyrinthes et cellules; (d) cellules aux parois affinées présentant un contraste d'orientation.

**Eprouvette ayant subi l'essai de référence (FA-0,226%) :** L'étude des microstructures montre [8] que les dislocations forment essentiellement des enchevêtrements, des veines et canaux, des murs qui tendent à évoluer en bandes de glissement intense (BGI), et plus rarement des cellules. En outre, dans certains grains d'orientation favorable on trouve des accumulations de macles et de fautes d'empilement.

**Eprouvette ayant subi un pré-écrouissage seul à 1% (CA-1%) :** on observe essentiellement des structures intermédiaires entre veines et murs (fig. 7a) ; on trouve aussi des cellules souvent allongées, mal dessinées, de tailles très variables (fig.7b), au milieu desquelles on reconnaît les structures en échelles caractéristiques des

BGIs (fig.7c). Dans certains grains on observe aussi des fautes d'empilement, des macles (fig. 7d), et des îlots de martensite.

**Éprouvette ayant subi le pré-écrouissage et la fatigue à 0,226%: (CA-1%+F0,226%) :** Les structures majoritaires sont des murs et canaux (fig.8a). On trouve aussi des zones bi-phasées constituées de structures en échelle (BGIs) et de cellules (fig.8b), et aussi des zones faites de cellules plutôt isotropes dont les parois ont été probablement affinées durant l'essai de fatigue (Fig.8c). On observe peu de labyrinthes, ce qui paraît indiquer que les glissements multiples restent des événements relativement rares. Des fautes d'empilement et des macles sont toujours observées en petite quantité (fig.8d).

**Éprouvette ayant subi le pré-écrouissage seul à 1,5% (CA-1,5%) :** On peut distinguer 2 types de structures de dislocations : (1) des structures souvent mal définies intermédiaires entre veines, murs et cellules, avec aussi la structure en échelle de BGIs (fig. 9a, b) ; (2) des cellules, aux contours imprécis, allongées entre les murs dont elles semblent issues. Bien qu'entremêlées et souvent seulement ébauchées, ces structures sont toutefois mieux dessinées que dans l'éprouvette (CA-1%). Les glissements multiples ont été largement activés à ce niveau de contrainte. On observe aussi de nombreuses fautes d'empilement et macles regroupées en bandes de défauts. Plusieurs systèmes sont souvent croisés ; à leurs intersections des blocs de martensite  $\alpha'$  se sont formés (fig. 9d).

**Éprouvette ayant subi un pré-écrouissage et les cycles de fatigue (CA1,5%+FA0,226%) :** Les caractéristiques principales sont les fautes d'empilement, macles et martensite  $\alpha'$  d'une part (Fig.10a), et les cellules d'autre part. Même si des veines et des murs demeurent, il apparaît bien que durant les cycles de fatigue, les murs ont été partiellement détruits et les parois des cellules ont été affinées (Fig.10 b et c). La densité de cellules semble plus élevée que dans l'échantillon AC-1.5% ; on peut donc penser que de nouvelles cellules ont été formées. Beaucoup de cellules sont isotropes et un contraste d'orientation apparaît dans certaines, indiquant un début de transformation des parois en sous-joints de grain (Fig.10d).

**Corrélation entre comportement micro et macroscopique :** Le pré-écrouissage détermine les microstructures à la rupture. De nombreuses fautes d'empilement et macles sont observées, alors que, pour une déformation maximum de 1%, on a constaté que la densité de ces fautes reste très faible. Lors des cycles de fatigue, on observe une saturation en contrainte après environ 10000 cycles. On peut penser que les enchevêtrements de structures de dislocations sont des structures solides qui peuvent prévenir l'adoucissement et préserver cet état stationnaire. Les structures de pré-écrouissage, qui sont affinées en fatigue, contiennent des murs et canaux, des BGIs, qui sont des zones d'amorçage des fissures. De plus il est apparu que les bandes de défauts sont également des régions fragiles. On comprend alors que ce pré-écrouissage entraîne une diminution de la durée de vie.

## 6 Conclusion

Dans ce travail, nous avons étudié l'effet de pré-écrouissage sur le comportement cyclique et la durée de vie d'un acier inoxydable 304L, à la température ambiante. La courbe cyclique dépend de l'histoire de chargement, l'effet de mémoire augmente avec l'amplitude appliquée. L'écrouissage obtenu dans les différents cas d'amplitude de pré-chargement est principalement de type cinématique, la partie isotrope présente une évolution saturée qui reste faible.

La durée de vie en fatigue a été sensiblement réduite pour les éprouvettes pré-écrouies par rapport à l'éprouvette de référence; l'augmentation de l'amplitude du pré-chargement augmente l'endommagement du matériau. L'observation des microstructures semble indiquer que la diminution de la durée de vie serait associée à la formation dès le pré-écrouissage de BGIs, de grandes cellules et aussi de défauts rassemblés dans certains grains.

## Références

- [1] Chaboche, J.L., Dang-Van, K., Cordier, G., (1979). In: SMIRT 5, Berlin.
- [2] Lieurade H.P., Ribes A. Bollinger E., (1986). Revue de Métallurgie, Novembre 1986, pp 547-551.
- [3] Lambda H.S., Sidebottom, O.M. (1978). ASME, J. of Eng. Mat. & Tech., 100, p. 96.
- [4] Doquet V., Taheri S. (2000). Bull. Revue Française de Mécanique, N°1.
- [5] Murakami S., Kawai M., Aokik. H., Ohmi Y. (1989). J. of Eng. Mat. & Technology. Vol. 111, pp 32-39.
- [6] Taheri, S. (1996). Multiaxial and Fatigue Design, ESIS 21, Mech. Eng. Pub. London, 283-299.
- [7] Taleb, L., Hauet, A. (2009). Int. J. Plast. 25:1359-1385.
- [8] Hauet, A., Taleb, L., Taheri, S. (2009). Congrès Algérien de mécanique.