

Revue de Métallurgie **108**, 75–81 (2011)  
© EDP Sciences, 2011  
DOI: [10.1051/metal/2011020](https://doi.org/10.1051/metal/2011020)  
[www.revue-metallurgie.org](http://www.revue-metallurgie.org)

Revue de  
Métallurgie

# Influence de traitements thermo-mécaniques sur les performances en fluage et en fatigue d'aciers martensitiques à 9 %Cr<sup>★</sup>

S. Hollner<sup>1</sup>, B. Fournier<sup>1</sup>, J. Le Pendu<sup>1</sup>, C. Caes<sup>1</sup>, I. Tournie<sup>1</sup> et A. Pineau<sup>2</sup>

<sup>1</sup> CEA Saclay, DEN/DANS/DMN/SRMA, 91191 Gif-sur-Yvette Cedex, France  
e-mail : [stephanie.hollner@cea.fr](mailto:stephanie.hollner@cea.fr)

<sup>2</sup> ENSMP, Centre des Matériaux Mines Paris Tech, UMR CNRS 7633, BP 87, 91003 Evry Cedex, France

## Mots-clés :

Aciers martensitiques ; fluage ;  
fatigue ; microstructure ;  
adoucissement cyclique ;  
traitement thermo-mécanique

## Key words:

Martensitic steels; creep; fatigue;  
microstructure; cyclic softening;  
thermo-mechanical treatment

**Résumé** – Le développement des réacteurs nucléaires de génération IV et des réacteurs à fusion nucléaire requiert l'utilisation de matériaux possédant de bonnes propriétés mécaniques au-delà de 550 °C. En service, ces matériaux seront soumis à du fluage à haute température couplé à des sollicitations cycliques de fatigue. Les aciers martensitiques à 9–12 % Cr sont pressentis pour ces applications ; cependant leur comportement en fatigue et fatigue-fluage à haute température est encore insuffisant : la microstructure martensitique grossit et l'acier s'adoucit rapidement. Afin de stabiliser sa microstructure, l'acier commercial P91 a subi un traitement thermo-mécanique incluant du laminage à 600 °C suivi d'un revenu d'une heure à 700 °C. Les observations microstructurales confirment que le traitement thermo-mécanique a conduit à une martensite plus fine, émaillée de nombreux et fins précipités de type MX. Les divers essais mécaniques réalisés prouvent que ces changements ont un effet positif sur les propriétés de l'acier : sa dureté est plus élevée de 100 Hv par rapport à l'acier P91 à réception, et sa limite d'élasticité conventionnelle est supérieure de 430 MPa à 20 °C et de 220 MPa à 550 °C. La durée de vie du P91 optimisé en fluage à 650 °C sous 120 MPa est plus de 14 fois supérieure à celle du P91 ; et l'essai de fatigue à 650 °C et 0,7 % de déformation totale montre un adoucissement légèrement moins rapide.

**Abstract – Effect of thermo-mechanical treatments on creep and fatigue properties of 9%Cr martensitic steels.** In the framework of the development of Generation IV nuclear reactors and fusion nuclear reactors, materials with high mechanical properties up to 550 °C are required. In service the materials will be subjected to high-temperature creep and cyclic loadings. 9–12%Cr martensitic steels are candidate materials for these applications; however, they show a pronounced cyclic softening effect under cyclic loadings. This softening effect is linked to the coarsening of the martensitic microstructure. In order to refine its microstructure and its precipitation state, the commercial P91 steel has been submitted to a thermo-mechanical treatment including warm-rolling at 600 °C and a tempering stage at 700 °C. Microstructural observations confirm that this thermo-mechanical treatment led to a finer martensite with smaller MX-type precipitates. This evolution has an effect on the high-temperature mechanical properties: the optimized P91 steel is 100 Hv harder than the as-received P91, and its yield strength is 430 MPa higher at 20 °C and 220 MPa higher at 550 °C. Its lifetime under creep (at 650 °C under 120 MPa) is at least 14 times longer; and the fatigue test at 650 °C under 0.7% strain shows a slightly slower cyclic softening effect for the optimized P91.

Reçu le 14 septembre 2010  
Accepté le 17 mai 2011

Dans le cadre des recherches sur les réacteurs nucléaires de Génération IV et les réacteurs à fusion nucléaire, les aciers martensitiques à 9–12 %Cr sont en-

visagés pour des applications en tant que matériaux de structure, grâce à une combinaison de propriétés thermiques et mécaniques intéressantes et un faible gonflement sous irradiation [1].

<sup>★</sup> Cet article est basé sur l'exposé présenté lors des « 29<sup>e</sup> Journées de Printemps 2010 » de la SF2M, Paris, 19–20 mai 2010.

Ces aciers sont largement utilisés dans le domaine de la production d'énergie conventionnelle. Les études d'optimisation ont

**Tableau 1. Composition de l'acier P91 à réception (P91-AR) en % massique.**Table 1. *Composition of the P91 steel in weight percent.*

C	Cr	N	Mn	Mo	Si	Nb	V	Cu	Ni	S	P	Al
0,088	8,91	0,04	0,363	0,917	0,324	0,08	0,198	0,068	0,15	0,001	0,017	0,018

jusqu'à maintenant principalement visé des gains en fluage à haute température. Or, dans le cadre d'une utilisation dans le domaine de l'énergie nucléaire, des sollicitations cycliques sont à prévoir (arrêts et redémarrages de tranches, maintenance, suivi de réseau [2]). Des données sur le comportement des aciers martensitiques à 9–12 %Cr en fatigue et en fatigue-fluage au-delà de 550 °C sont alors nécessaires.

Des études sur ces aciers, par exemple le P91, ont montré que ce type de sollicitations provoque le grossissement des sous-grains et des précipités, et la chute de la densité de dislocations [2,3], ce qui conduit à l'adoucissement cyclique prononcé du matériau et la perte de ses propriétés mécaniques.

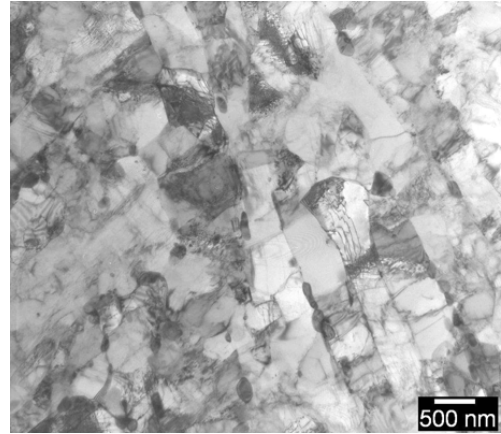
Afin d'améliorer les performances mécaniques à haute température du P91, il apparaît donc nécessaire de stabiliser sa microstructure. Dans ce but, le présent travail s'appuie sur le traitement d'austéniformage (ausforming) [4–7] et les travaux récents de Klueh [8, 9] pour proposer un traitement thermo-mécanique (TTM) du P91, qui vise à affiner sa microstructure et à la stabiliser grâce à une précipitation plus fine, plus dense et plus homogène.

L'acier une fois traité thermo-mécaniquement est testé en dureté, traction, fluage et fatigue, et comparé au matériau à réception (AR). Les effets du TTM sur la microstructure de l'acier sont également étudiés.

## 1 Matériau et procédures expérimentales

Le matériau étudié est un acier commercial d'appellation P91, sous la forme de pavés de dimensions 100×40×30 (mm) prélevés dans une tôle de dimensions 2000×1000×30 (mm). Sa composition massique est donnée tableau 1.

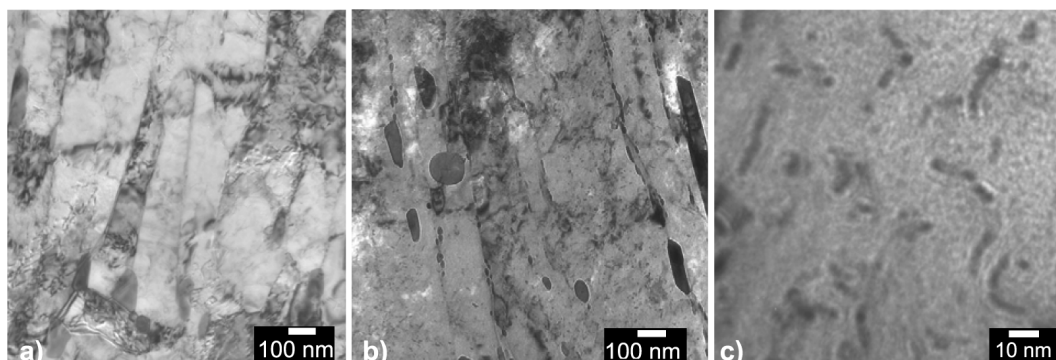
Le P91-AR a subi l'histoire thermique suivante : austénitisation 30 mn à 1050 °C, trempe à l'air, revenu d'une heure à 780 °C. Il présente une microstructure martensitique

**Fig. 1. Observation MET en champ clair du P91-AR.***Fig. 1. TEM observation of P91 microstructure.*

en lattes (Fig. 1) dont la largeur moyenne est d'environ 370 nm [2]. La microstructure est émaillée de précipités de type MX (fins carbures et nitrures de niobium ou de vanadium, répartis de manière homogène, de diamètre  $30 \times 50 \text{ nm}^2$  environ) et  $M_{23}C_6$  (d'une centaine de nm, localisés aux joints de la microstructure). Sa densité de dislocations est de 1,1 à  $1,6 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$  [2].

Le P91 a ensuite subi un traitement thermo-mécanique dont les paramètres ont été ajustés par des simulations numériques à l'aide du logiciel MatCalc [10]. Le pavé a été ré-austénitisé 1150 °C, refroidi à l'air jusqu'à 600 °C ( $-1 \text{ °C/s}$ ), laminé avec une réduction d'épaisseur de 25 % à 600 °C puis trempé à l'eau. Dans cet état brut de trempe, il est noté P91-L6-BT (L pour laminé, BT pour brut de trempe). Il a ensuite été revenu une heure à 700 °C pour permettre le relâchement des contraintes internes et la précipitation des différents carbures et nitrures. Il est alors noté P91-L6-R7 (R pour revenu).

L'acier P91-L6-R7 a été testé en traction (à la vitesse de  $7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , à 20 °C, 550 °C et 650 °C), en fluage à 650 °C sous 120 MPa, et en fatigue à 550 °C avec une déformation de  $\pm 0,35 \%$  et une vitesse de déformation de



**Fig. 2. Observations en MET de lames minces de P91-L6-R7 montrant : (a) les lattes de martensite, (b) des carbures M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>, (c) des précipités MX intra-latte.**

*Fig. 2. TEM observations of the optimized “P91-L6-R7” showing: (a) martensite laths, (b) M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> carbides, (c) MX precipitates.*

$2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Les différentes éprouvettes ont été prélevées dans le sens du laminage.

Les microstructures des différents matériaux ont été observées au microscope optique (MO), au MEB-FEG LEO et au MET JEOL-2010FEG. À cette fin, des répliques extractives au carbone ont été préparées, par attaque de la surface polie de l'échantillon (bain composé de 1 % de chlorure de tetraméthylammonium et 10 % d'acétylacétone en solution dans du méthanol), par dépôt de carbone sur la surface attaquée, puis dissolution électrochimique de la matrice sous 1,2 V dans cette même solution.

## 2 Résultats et discussion

### 2.1 Microstructure de l'acier P91 traité thermo-mécaniquement

La microstructure de l'acier P91-L6-R7 est totalement martensitique. Le laminage a permis l'obtention de lattes plus fines (Fig. 2a), de largeur allant de 100 à 320 nm avec une largeur moyenne de 210 nm, alors qu'elle est d'environ 370 nm dans l'acier P91-AR [2].

La microscopie électronique en transmission en champ clair a permis de constater la présence de gros précipités de type M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>, d'une taille de plusieurs centaines de nanomètres, aux joints triples et le long des joints de lattes (Fig. 2b). D'autres précipités M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> de taille intermédiaire (~100 nm) sont visibles aux joints de lattes. Leur taille

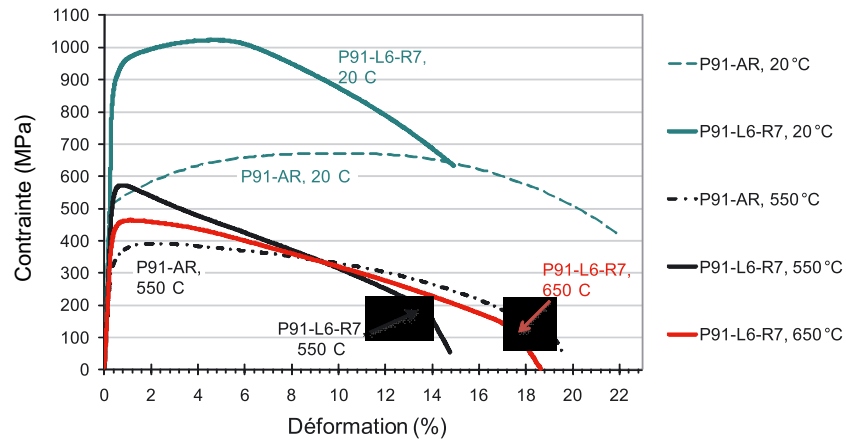
est proche de celles constatées dans l'acier P91-AR.

À l'intérieur des lattes, de petits MX ont précipité. Leur taille, de 5 à 20 nm, est plus réduite que celle des MX du P91-AR (Fig. 2c). Ces MX fins sont particulièrement importants pour la résistance mécanique de l'acier, notamment en épinglant les dislocations et les joints de grains [11–17].

### 2.2 Propriétés mécaniques de l'acier P91 traité thermo-mécaniquement

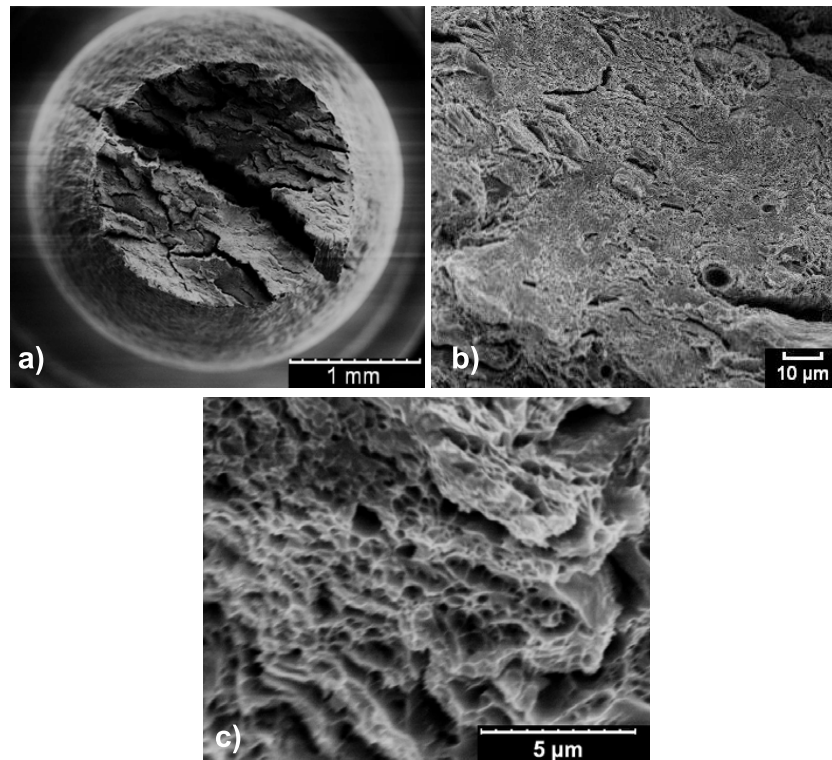
L'acier P91-L6-R7 a une dureté de 320 Hv, alors que le P91-AR a une dureté de 225 Hv. Le gain brut dû à la totalité du traitement est donc de presque 100 Hv. Outre le laminage à chaud, l'autre différence entre le P91-AR et le P91-L6-R7 est leur température d'austénitisation et de revenu. Afin de dissocier l'effet du TTM et celui des différences de températures d'austénitisation et de revenu, la dureté d'un P91 austénitisé à 1160 °C et revenu à 700 °C est relevée dans la littérature, à 290 Hv environ [11]. On note encore un gain de 30 Hv.

Les essais de traction menés sur les matériaux (Fig. 3) montrent un gain en limite d'élasticité conventionnelle de 430 MPa à 20 °C et de 220 MPa à 550 °C. Le matériau est légèrement moins ductile, les allongements à la rupture sont moins élevés de 3 à 6 %. À 550 et 650 °C de la déconsolidation apparaît.



**Fig. 3. Courbes de traction conventionnelles à 20 °C, 550 °C, 650 °C.**

*Fig. 3. Tensile properties at 20 °C, 550 °C, 650 °C.*



**Fig. 4. Observations au MEB du faciès de rupture à 20 °C du P91-L6-R7.**

*Fig. 4. FEG-SEM observations of the tensile fracture surface of optimized “P91-L6-R7” at 20 °C.*

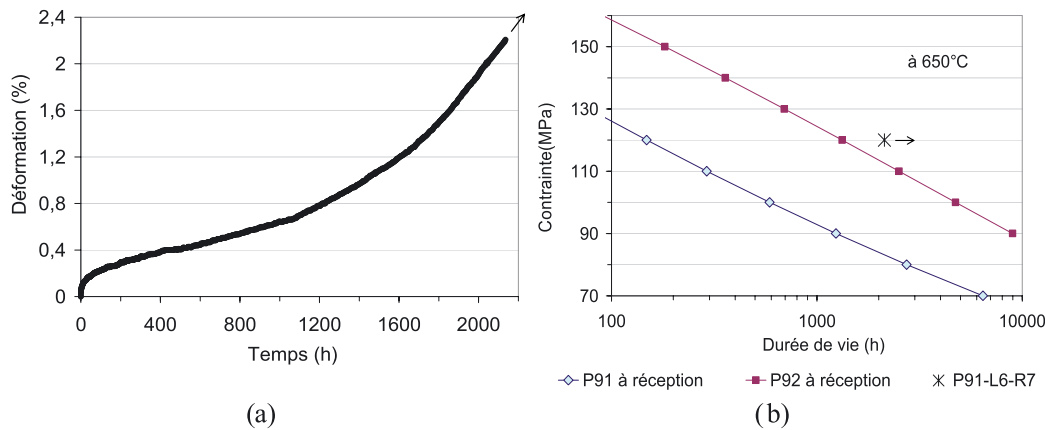
Il faut aussi noter que l’allongement réparti du matériau traité est nettement plus faible.

Le faciès de rupture à 20 °C, observé en MEB (Fig. 4), montre des cupules ductiles, et de la fissuration secondaire.

Des essais de fluage sont en cours sur l’acier P91-L6-R7 (Fig. 5a). La durée de vie du matériau traité est déjà supérieure d’un

facteur 14 à celle du P91-AR, et a dépassé la durée de vie du P92-AR testé dans les mêmes conditions (Fig. 5b). L’essai n’est pas terminé mais le matériau est entré en stade tertiaire de fluage pour une déformation inférieure à 1 %.

Le matériau traité thermo-mécaniquement a également été testé sous sollicitations



**Fig. 5. (a) Essai de fluage en cours du P91-L6-R7 à 650 °C sous 120 MPa ; (b) durée de vie du P91-L6-R7 comparativement à celles du P91-AR et P92-AR.**

*Fig. 5. (a) On-going creep test on optimized “P91-L6-R7” at 650 °C, 120 MPa; (b) “P91-L6-R7” lifetime compared to P91 and P92.*

cycliques de fatigue à  $\pm 0,35$  % de déformation totale, à 550 °C. La comparaison entre l’acier traité P91-L6-R7 ( $\Delta\varepsilon_p(N_{50}/2) = 0,12$  %), et le P91-AR ( $\Delta\varepsilon_p(N_{50}/2) = 0,35$  %) sous la même sollicitation en déformation totale, montre que la contrainte à chaque cycle est plus élevée pour le P91 optimisé que pour le P91-AR. D’autre part, la contrainte maximale à chaque cycle du matériau optimisé décroît moins rapidement avec le nombre de cycles (Fig. 6a).

La contrainte maximale tracée en fonction de la déformation plastique cumulée (Fig. 6b) permet de constater que l’adoucissement du P91-L6-R7 est plus lent que celui du P91-AR dans les mêmes conditions de sollicitation en déformation totale.

Enfin, si l’on compare le P91-L6-R7 sous un essai de fatigue à  $\pm 0,35$  % à 550 °C, au P91-AR sollicité dans des conditions telles que la déformation plastique à  $N_{50}/2$  soit comparable (i.e. 550 °C,  $\pm 0,2$  %;  $\Delta\varepsilon_p(N_{50}/2) = 0,11$  %), on constate que l’adoucissement du P91-L6-R7 en fonction de la déformation plastique cumulée reste légèrement plus lent que celui du P91-AR.

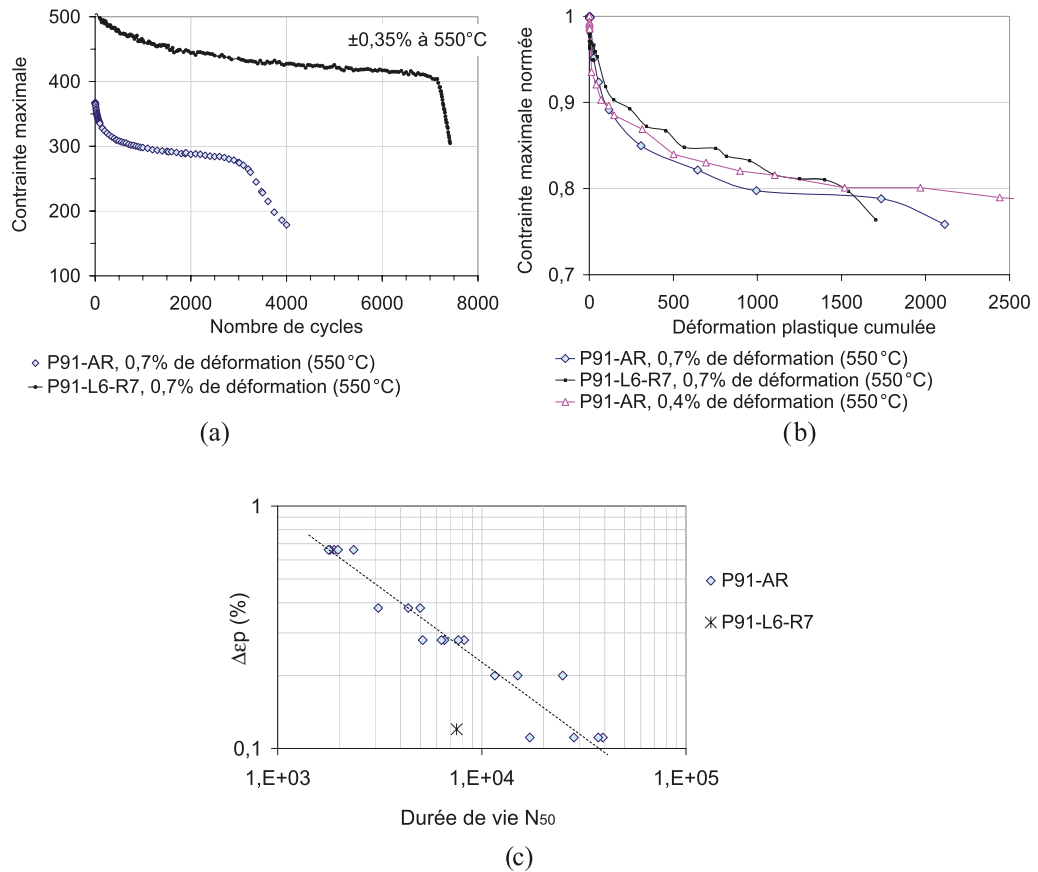
Pour la même déformation totale imposée, la durée de vie en fatigue du P91-L6-R7 est doublée (Fig. 6a); par contre, à déformation plastique équivalente, elle est plus faible que celle du P91-AR (Fig. 6c). Ceci est dû au fait que la contrainte à chaque cycle est plus élevée pour le matériau traité [18].

### 3 Conclusions

Un traitement thermo-mécanique incluant du laminage à chaud en phase austénitique métastable a été appliqué à l’acier commercial P91. L’étude par microscopie de la microstructure de l’acier optimisé P91 laminé à 600 °C et revenu une heure à 700 °C a montré que la structure martensitique est plus fine : les lattes sont moins larges et les précipités de type MX et  $M_{23}C_6$  sont plus petits et plus nombreux. Le laminage à chaud a donc effectivement affiné la microstructure.

Le traitement réalisé a également permis d’améliorer les propriétés mécaniques de l’acier de manière importante :

- les mesures de dureté montrent un gain de 100 Hv grâce à l’ensemble du traitement thermo-mécanique réalisé (ce qui inclut le choix des températures et des durées de ré-austénitisation et de revenu);
- en traction uniaxiale, l’acier optimisé présente une limite d’élasticité conventionnelle supérieure à celle du P91 à réception de 430 MPa à 20 °C et de 220 MPa à 550 °C. L’acier traité est également légèrement plus ductile;
- en fluage à 650 °C sous 120 MPa, la durée de vie du matériau optimisé thermo-mécaniquement est au moins 14 fois plus élevée que celle du P91 à réception;
- enfin, les résultats de l’essai de fatigue confirment que l’acier optimisé s’adoucit



**Fig. 6. (a) Contrainte maximale en fonction du nombre de cycles, (b) contrainte maximale normalisée en fonction de la déformation plastique cumulée, (c) déformation plastique en fonction de la durée de vie du P91-AR (droite de Manson-Coffin en pointillés) et du P91-L6-R7.**

*Fig. 6. Fatigue test (under 0.7% strain, at 650 °C) of “P91-L6-R7”: (a) maximal stress vs number of cycles; (b) normalized maximal stress vs cumulated plastic strain; (c) plastic strain vs P91 (Manson-Coffin plot) and “P91-L6-R7” lifetimes.*

légèrement moins vite que le P91 à réception.

Néanmoins, en traction de la déconsolidation est observée, et le faciès de rupture présente de la fissuration secondaire et notamment une large et longue fissure dans le sens de la longueur de l'éprouvette, qui est aussi le sens de laminage. Les travaux sur l'amélioration thermo-mécanique des aciers martensitiques à 9–12 %Cr se poursuivent.

### Remerciements

Les auteurs remercient le soutien financier du CEA via le projet TEMAS, Thomas Guibert pour les traitements thermiques, Théodore Cozzika pour les observations par MET et Patrick Bonnaillie pour les observations au MEB-FEG.

### Références

- [1] R.L. Klueh, D.R. Harries, High-chromium ferritic and martensitic steels for nuclear applications, ASTM International, ISBN 0-8031-2090-7
- [2] B. Fournier, Fatigue-fluage des aciers martensitiques à 9–12 %Cr : comportement et endommagement, thèse de l'École des Mines de Paris, 19 septembre 2007
- [3] F. Abe, *Mater. Sci. Eng. A* **387-389** (2004) 565-56
- [4] J.L. Castagné, J. Le Gal, A. Pineau, M. Sindzingre, *Mémoires Scientifiques Rev. Métallurg.* LXIV, N°4, 1967
- [5] R. Cozar, A. Pineau, M. Sindzingre, *HTM Härterei-Techn. Mitt.* **24** (1969) 217-220
- [6] G.T. Eldis, M. Cohen, *Metal. Trans. A* **14A** (1983)
- [7] V.F. Zackay, W.M. Justusson, *High Strength Steels Conference*, Harrogate, 1962, pp. 14-21

- [8] R.L. Klueh, N. Hashimoto, P.J. Maziasz, *J. Nucl. Mater.* **367-370** (2007) 48-53
- [9] R.L. Klueh, N. Hashimoto, P.J. Maziasz, *United States Patent n° US 7, 520, 942 B2*; Apr. 21, 2009
- [10] E. Kozeschnik, *Calphad* **24** (2000) 245-252
- [11] J.-C. Brachet, 9 Cr-1Mo martensitic alloys : effects of the nitrogen, niobium and vanadium additions on the microstructure, phase transformations and mechanical properties, thèse de l'Université Paris-Sud Orsay, 12 juin 1991
- [12] E. Cerri, E. Evangelista, S. Spigarelli, P. Bianchi, *Mater. Sci. Eng.* **A245** (1998) 285-292
- [13] A. Orlova, J. Bursik, K. Kucharova, V. Sklenicka, *Mater. Sci. Eng.* **A245** (1998) 39-48
- [14] H. Chilukuru, et al., *Mater. Sci. Eng.* **510-511** (2009) 81-87
- [15] G. Gupta, G.S. Was, *Metal. Mater. Trans. A* **39A** (2008) 150-164
- [16] A. Kostka, K.-G. Tak, R.J. Hellmig, Y. Estrin, G. Eggeler, *Acta Materialia* **55** (2007) 539-550
- [17] Y.Z. Shen, S.H. Kim, C.H. Han, H.D. Cho, W.S. Ryu, *J. Nucl. Mater.* **384** (2009) 48-55
- [18] B. Fournier, M. Sauzay, C. Caès, M. Noblecourt, M. Mottot, A. Bougault, V. Rabeau, J. Man, O. Gillia, P. Lemoine, A. Pineau, *Int. J. Fatigue* **30** (2008) 1797-1812