
Optimisation en fluage et fatigue-fluage d'aciers martensitiques à 9%Cr par traitement thermo-mécanique

S. Hollner^a, B. Fournier^a, J. Le Pendu^a, C. Caes^a, I. Tournié^a, A. Pineau^b

^a CEA Saclay, DEN/DANS/DMN/SRMA, 91191 Gif-sur-Yvette Cedex, France

^b ENSMP, Centre des Matériaux Mines Paris Tech, UMR CNRS 7633, BP 87, 91003 Evry Cedex, France

RESUME:

L'utilisation des aciers martensitiques à 9-12%Cr est envisagée dans les futurs réacteurs nucléaires de génération IV. En service, ils seront soumis à du fluage à haute température ainsi qu'à des sollicitations de fatigue-fluage. Or de récents travaux sur l'acier commercial P91 ont montré que des sollicitations cycliques de fatigue combinées au fluage conduisent à un adoucissement rapide du matériau, lié à un grossissement de sa microstructure. Des traitements thermomécaniques ont donc été réalisés dans le but d'affiner et de stabiliser la microstructure de cet acier. Le traitement thermomécanique présenté ici conduit à une martensite plus fine, émaillée de nombreux et fins précipités de type MX. Le P91 optimisé montre un net gain en termes de propriétés mécaniques par rapport à l'acier P91 à réception : sa dureté est plus élevée de 100 Hv, sa limite d'élasticité conventionnelle est supérieure de 430 MPa à 20 °C et de 220 MPa à 550 °C, sa durée de vie en fluage à 650 °C est 20 fois supérieure et son adoucissement à 650 °C est légèrement moins rapide.

MOTS-CLES : *acier martensitique, traitement thermo-mécanique, austénoformage, microstructure, fatigue*

INTRODUCTION

Les aciers de la famille des ferrito-martensitiques à 9-12%Cr sont envisagés pour des applications dans le domaine de la production d'énergie nucléaire, en remplacement des aciers austénitiques inoxydables. Ils présentent en effet une combinaison de propriétés thermiques et mécaniques intéressantes, un faible gonflement sous irradiation neutronique, et un coût plus faible que les aciers austénitiques [1,2]. Ce sont par exemple de bons candidats pour des utilisations dans les générateurs de vapeur, les échangeurs intermédiaires, le circuit secondaire.

Ces aciers sont utilisés depuis les années 1980 dans des centrales thermiques à flamme. Leur composition chimique a déjà fait l'objet d'optimisations pour améliorer leur tenue en fluage jusqu'à 600 °C [3]; mais dans le cas du nucléaire, des sollicitations cycliques sont à prévoir (arrêts et redémarrages de tranches, maintenance, suivi de réseau). Des données sur leur comportement en fatigue et en fatigue-fluage au-delà de 550 °C sont alors nécessaires.

L'acier commercial P91 a justement fait l'objet d'études approfondies sur son comportement en fatigue-fluage. Il s'avère que les sollicitations cycliques de fatigue induisent un adoucissement rapide et prononcé du matériau, ce qui nuit fortement à ses propriétés mécaniques, notamment sa tenue en fluage [4-6]. L'adoucissement cyclique des aciers à 9-12% Cr a pu être corrélé à un grossissement de leur microstructure martensitique [7-10].

Le but du présent travail est d'optimiser l'acier P91 par un affinement de sa microstructure et l'obtention d'un meilleur état de précipitation. A cette fin, un traitement thermo-mécanique (TTM), basé sur le principe de l'austénoformage [11-14] et sur le traitement breveté par Klueh [15,16], est mis en place. Après une ré-austénitisation, l'acier est laminé à chaud en phase austénitique métastable avant d'être trempé puis revenu. Les paramètres du TTM ont été en partie choisis à l'aide de simulations par le logiciel MatCalc développé à Graz par E. Kozeschnik [17,18].

L'acier une fois optimisé est étudié en termes de microstructure et de propriétés mécaniques, et comparé à l'acier à l'état de réception (noté AR).

METHODES ET TECHNIQUES D'ETUDE

Le matériau étudié est l'acier commercial nommé P91, dont la composition est rappelée au Tableau 1. Il est utilisé sous la forme de pavés de dimensions 100 x 40 x 30 (mm), eux-mêmes prélevés dans une tôle de dimensions 2000 x 1000 x 30 (mm).

Dans l'état dit "à réception" (AR), le P91 a subi un traitement thermique composé :

- d'une austénitisation 30 mn à 1050 °C,
- d'une trempe à l'air pendant laquelle la martensite se forme,
- d'un revenu d'une heure à 780 °C qui permet l'accommodation des contraintes internes, la formation des sous-grains et sous-joints martensitiques et la précipitation des carbures et des nitrures.

Cette histoire thermique détermine la microstructure du P91, dans laquelle on retrouve plusieurs échelles microstructurales imbriquées (Figure 1), allant de l'ex-grain austénitique, jusqu'à la latte de martensite elle-même subdivisée en sous-grains.

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

Tableau 1 : Composition massique de l'acier commercial P91 (%).

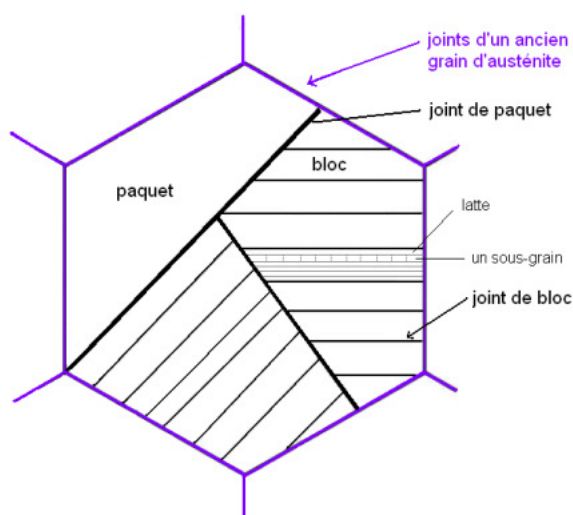


Figure 1 : Schéma de la microstructure martensitique des aciers à 9-12%Cr.

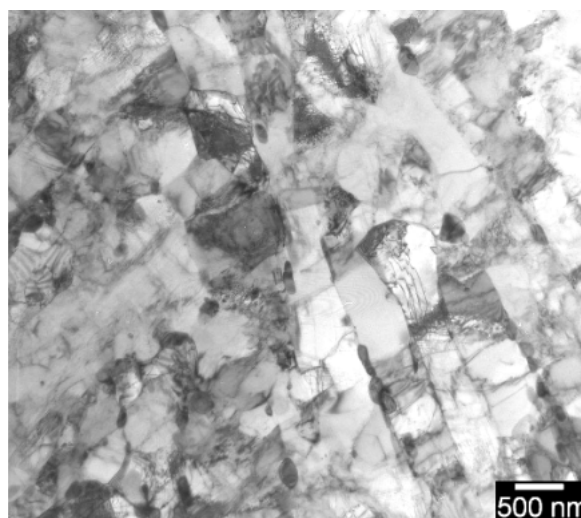


Figure 2 : Image au MET en champ clair du P91.

Dans le P91 à l'état de réception, les ex-grains austénitiques ont un diamètre de 20 à 60 μm , et la largeur moyenne de latte martensitique est de 370 nm [4]. Lors du revenu, deux types de précipités apparaissent :

- les précipités de type MX sont de fins carbures et nitrures de niobium ou de vanadium, répartis de manière homogène, de taille 30 à 50 nm environ [4], très stables en température [19] et ayant un rôle d'épinglage des dislocations [7,8,10,15,19-22],
- les carbures de type $M_{23}C_6$ ont une taille d'une centaine de nm, et sont localisés aux joints de la microstructure (principalement les joints d'ex-grains austénitiques, de paquets et de blocs) [4].

La densité de dislocations du P91 revenu est de 1,1 à $1,6 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ [4].

L'acier a subi un traitement thermo-mécanique dont les différents paramètres sont discutés au paragraphe suivant. La détermination des jeux de paramètres les plus adéquats s'est faite à l'aide du logiciel de simulation MatCalc.

Les différents états de l'acier ont été observés par microscopie optique (MO) après attaque Villela, microscopie électronique à balayage (MEB-FEG LEO couplé à de l'EDS) et microscopie électronique en transmission (MET Jeol 2010-F). Pour cette dernière technique, les matériaux ont été préparés d'une part sous forme de lames minces, d'autre part de répliques extractives au carbone.

Les matériaux ont été testés en termes de microdureté (Vickers, 30s sous 500g); en traction (à la vitesse de 7.10^{-4} s^{-1} , à 20°C, 550°C et 650°C); en fluage à 650°C sous 120MPa; et en fatigue à 550°C avec une déformation de $\pm 0,35\%$ et une vitesse de déformation de 2.10^{-3} s^{-1} . Les différentes éprouvettes ont été prélevées dans le sens du laminage.

SIMULATIONS DE L'ETAT DE PRECIPITATION - CHOIX DES PARAMETRES DU TTM

Le TTM réalisé est représenté schématiquement Figure 3. Les six paramètres du traitement sont les suivants:

- température et durée d'austénitisation,
- température de laminage; taux de réduction d'épaisseur par le laminage,
- température et durée du revenu.

Parmi ces 6 paramètres, les durées d'austénitisation et de revenu sont fixées, vue la faible épaisseur du pavé, respectivement à 30 minutes et 1 heure. Les deux taux de réduction d'épaisseur retenus sont 25 et 50%.

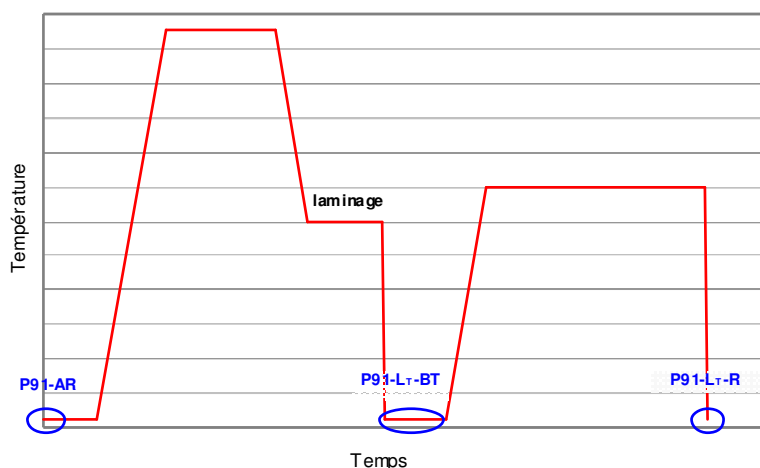


Figure 3 : Schéma du cycle thermique du TTM (AR = à réception, L = laminé, BT = brut de trempe, R = revenu).

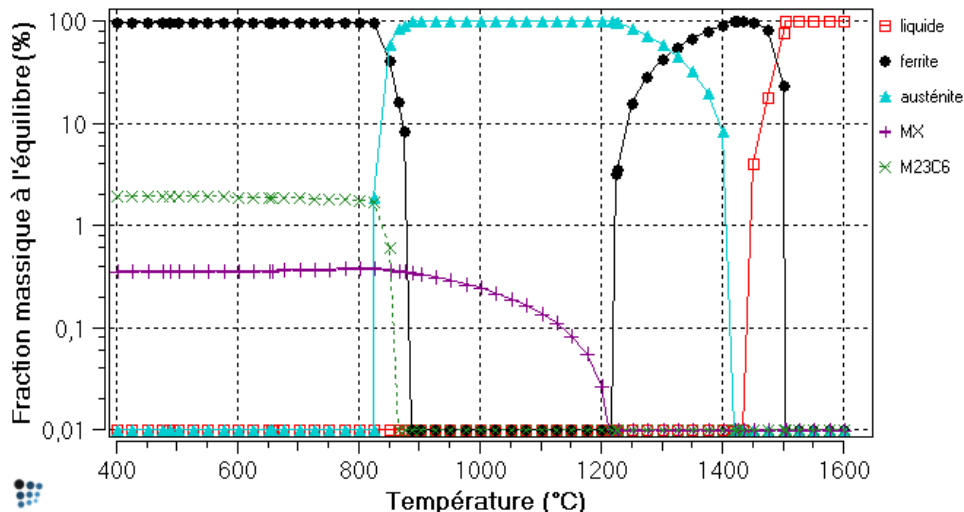


Figure 4 : Diagramme d'équilibre des phases du P91 réalisé à l'aide du logiciel MatCalc.

La température de ré-austénitisation est choisie à l'aide d'un diagramme d'équilibre des phases réalisé avec MatCalc. Ce diagramme (Figure 4) montre que la re-dissolution des précipités de type MX n'est totale qu'au-delà de 1200 °C. Le logiciel ne permet pas de différencier les précipités de vanadium ou de niobium; toutefois, les règles de Klueh et Harries [1] permettent de calculer que les nitrures de vanadium VN se dissolvent vers 1150 °C, et les carbonitrides de niobium Nb(C,N) se dissolvent seulement vers 1200 °C. Cependant, à cette même température, la formation de ferrite delta débute. Les deux températures de ré-austénitisation retenues sont alors 1150 °C et 1200 °C, afin de re-dissoudre la plus grande fraction de précipités possible, sans risquer la formation de ferrite.

Les deux paramètres laissés variables, dont l'effet sur l'état de précipitation a été simulé par des calculs par MatCalc, sont les températures de laminage et de revenu. Le choix final se fait par synthèse entre les résultats des simulations MatCalc, et certaines contraintes liées au laminage ou encore aux diagrammes TTT et TRC du P91.

Ainsi, la température de laminage doit être supérieure à la température de formation de la martensite (Ms), assez faible pour ne pas risquer de phénomène de restauration et l'annihilation des dislocations au fur et à mesure de leur introduction par le laminage, et elle doit éviter le domaine ("nez") de stabilité de la ferrite.

De même, la température de revenu devra répondre à certaines exigences : être au moins aussi élevée que la température de service de l'acier, assez élevée pour permettre un relâchement des contraintes internes et la précipitation de toute la fraction volumique de précipités, mais assez faible pour ne pas risquer de recristallisation, une restauration trop prononcée, ou encore la coalescence des précipités formés. Elle sera donc choisie à la fois en fonction de ces critères, et des résultats des simulations MatCalc.

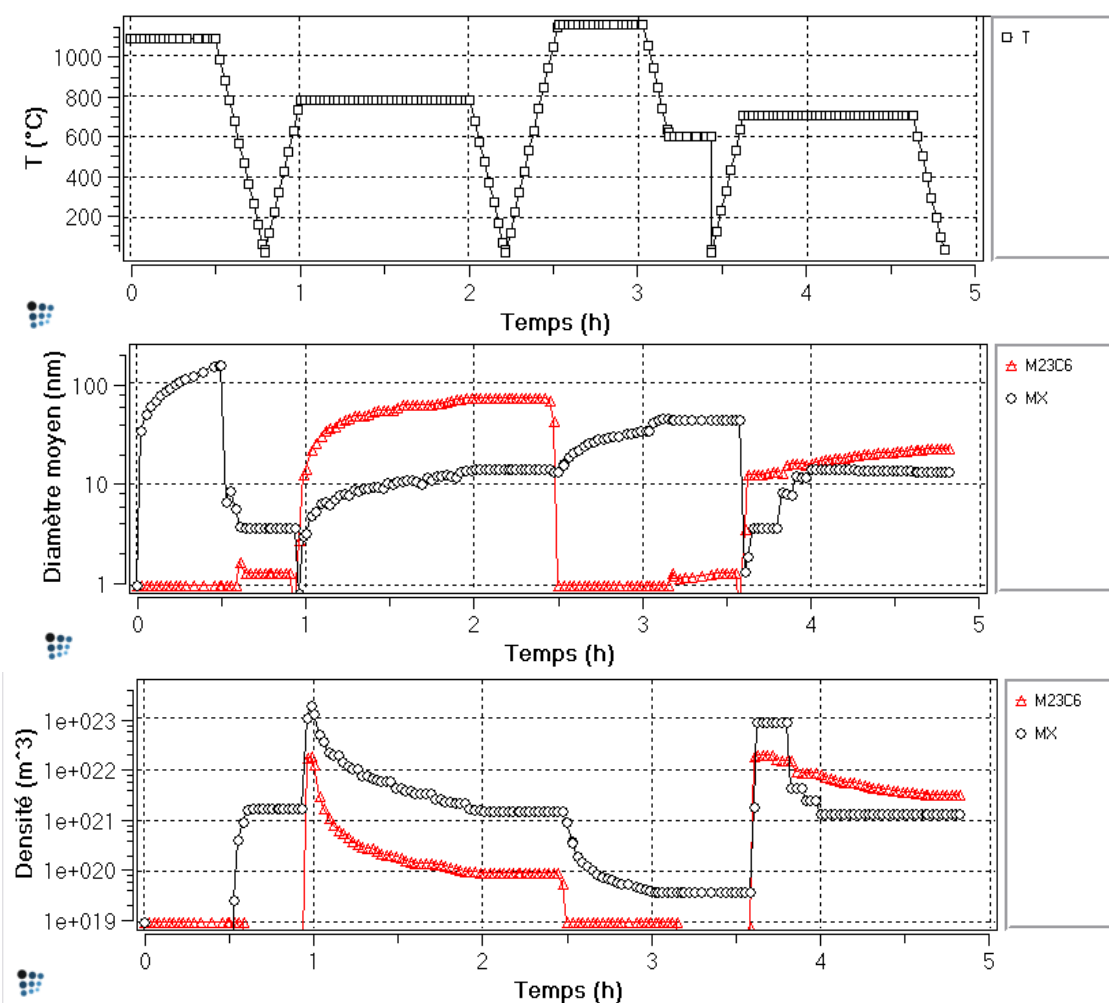


Figure 5 : Simulations par MatCalc de l'évolution des caractéristiques des populations de précipités de type MX et M₂₃C₆ en fonction de la température.

Différents jeux de températures de laminage et de revenu ont été testés dans MatCalc. La Figure 5 présente un exemple de simulation pour un laminage à 600 °C et un revenu à 700 °C. Il est à noter que MatCalc surestime les densités de précipités et sous-estime leur diamètre, comme le montre la comparaison entre les tailles mesurées expérimentalement (resp. 100 et 30-50 nm pour les $M_{23}C_6$ et les MX [4]) et les tailles calculées par MatCalc (resp. 71 et 14nm); et que le logiciel donne des cinétiques de précipitation trop rapides pour être réalistes.

MatCalc est utilisé à titre indicatif pour comparer l'effet de différents TTM entre eux et non dans le but d'obtenir des résultats quantitatifs absolus.

Les deux températures de laminage retenues sont finalement 500 et 600 °C, et les températures de revenu sont 650, 700 et 750 °C.

Seuls les résultats du TTM comportant l'austénitisation à 1150 °C, le laminage à 25%, 600 °C, et le revenu à 700 °C (comme simulé Figure 5) sont donnés dans la suite.

EFFET DES TTM SUR LA MICROSTRUCTURE DE L'ACIER P91

Dans un premier temps, l'acier P91 est étudié après le laminage et la trempe, c'est-à-dire dans son état laminé brut de trempe "P91-L600-BT". Les différentes observations microstructurales (faites par MO, MEB-FEG, EDS et MET-FEG) confirment que la microstructure du P91-L600-BT est purement martensitique de manière homogène sur l'ensemble du pavé. Elles permettent de constater dans le P91-L600-BT une densité de précipités nettement plus faible que dans le P91-AR (Figure 6). Les précipités encore présents sont des carbonitures de niobium (confirmé en EDS, voir Figure 7), ce qui est en adéquation avec les règles de Klueh et Harries énoncées précédemment.

Ces MX ont des diamètres compris entre 10 nm et 150 nm; 90% d'entre eux ont une taille inférieure à 50 nm, ce qui correspond aux tailles de précipités MX du P91-AR [4].

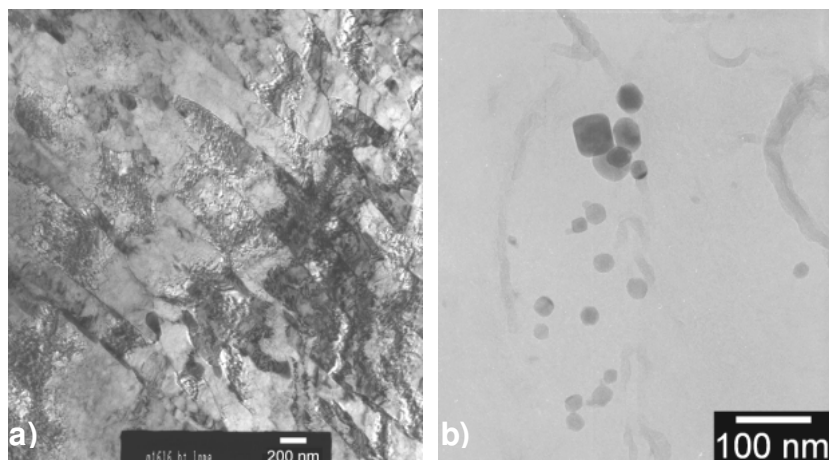


Figure 6 : Observations par MET du P91-L600-BT: a) sur lame mince (montrant les lattes), b) sur réplique extractive au carbone (montrant des précipités).

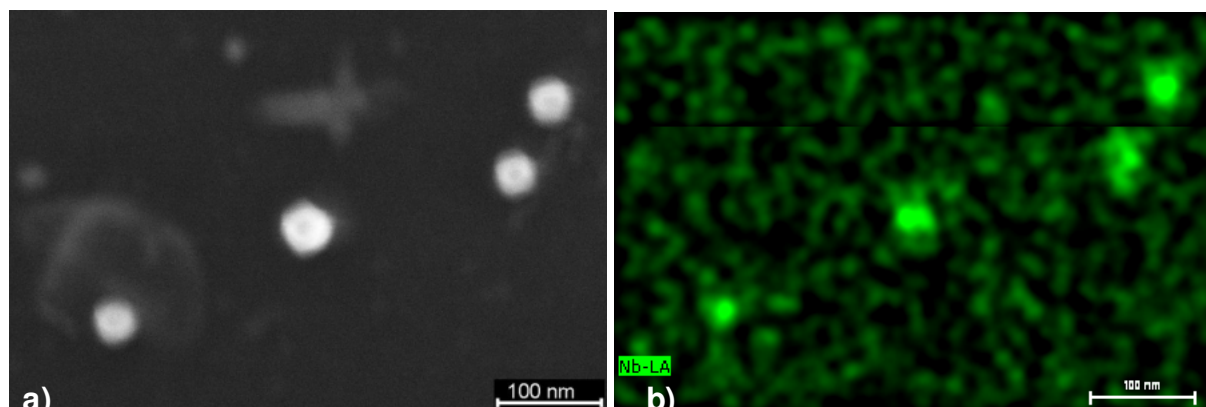


Figure 7: a) Observation au MEB-FEG d'une réplique extractive du P91-L600-BT, b) cartographie EDS du niobium associée à l'image.

MatCalc ne prédit pas de précipitation de MX pendant la phase de laminage, ce qui est une indication supplémentaire que ces précipités sont des MX déjà présents à l'état de réception et non remis en solution pendant l'austénitisation.

Après revenu (1h à 700 °C), la microstructure du P91 optimisé ("P91-L600-R700") est toujours martensitique. Le laminage a permis l'obtention de lattes plus fines (Figure 8a), de largeurs hétérogènes, avec une largeur moyenne d'environ 210 nm, alors qu'elle est d'environ 370 nm dans l'acier P91-AR [4].

La microscopie électronique en transmission en champ clair permet de constater la présence de gros précipités de type $M_{23}C_6$, d'une taille de plusieurs centaines de nanomètres, aux joints triples et le long des joints de lattes (Figure 8 b). D'autres précipités $M_{23}C_6$ de taille intermédiaire (~100 nm) sont visibles aux joints de lattes. Leur taille est proche de celles constatées dans l'acier P91-AR [4].

A l'intérieur des lattes, de petits MX ont précipité (Figure 8 c). Ils sont de forme allongée et de taille moyenne 5 nm x 11 nm, ce qui est nettement plus petit que les tailles moyennes de MX de l'état AR (30 nm - 50 nm). Ces MX fins sont particulièrement importants pour la résistance mécanique de l'acier, notamment en épinglant les dislocations et les joints de grains [7,8,10,15,19-22].

L'austéniformage réalisé semble donc avoir permis d'affiner la microstructure et d'améliorer les caractéristiques des précipités d'intérêt.

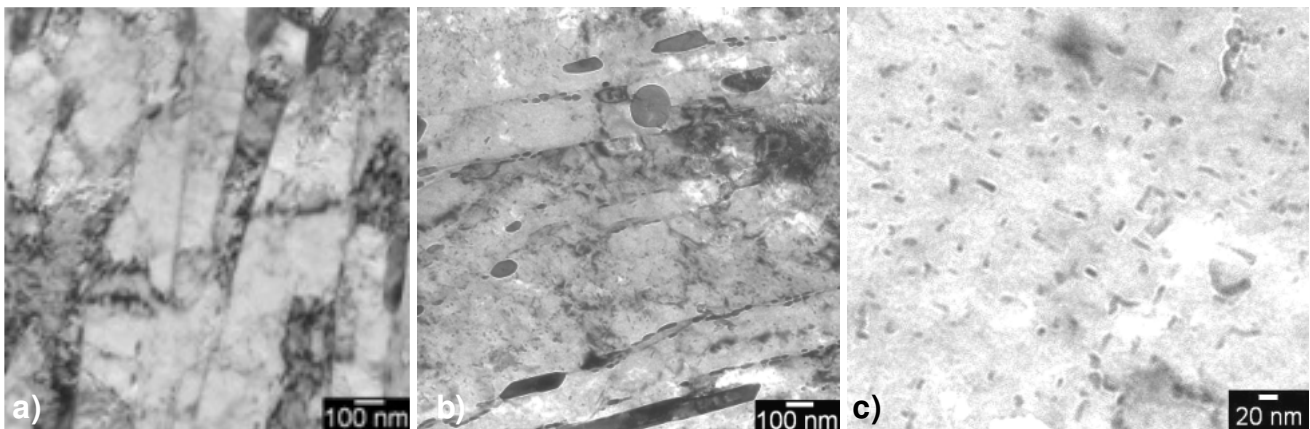


Figure 8 : Observations par MET du P91-L600-R700 (lame mince) montrant: a) les lattes de martensite, b) des carbures $M_{23}C_6$, c) des précipités MX intra-latte.

PROPRIETES MECANIQUES

La dureté du matériau laminé revenu (P91-L600-R700) est homogène tout au long du pavé et vaut 320 Hv. Le P91-AR ayant une valeur de dureté de 225 Hv [4,20], le TTM a permis un gain de presque 100 Hv.

Néanmoins, il peut être intéressant de décorréler l'effet de l'augmentation de la température d'austénitisation (1150 °C dans le TTM, 1050 °C pour l'acier AR) de l'effet de l'austéniformage. A cette fin, la dureté d'un P91 austénitisé à 1160 °C et revenu à 700 °C est relevée dans la littérature, à 290 Hv environ [20]. On note donc encore un gain de 30 Hv apporté uniquement par le laminage à chaud.

Le comportement en traction du P91-L600-R700 a été évalué à 20 °C, 550 °C et 650 °C et comparé à celui du P91-AR (données disponibles à 20 et 550 °C) (Tableau 2). Les courbes de traction (Figure 9) montrent un gain en limite d'élasticité conventionnelle de 430 MPa à 20 °C et de 220 MPa à 550 °C. Le matériau est également légèrement plus ductile, les allongements à la rupture sont plus élevés de 3 à 4%. Cependant, à 550 et 650 °C de la déconsolidation apparaît, et l'allongement réparti est nettement plus faible sur le matériau traité.

Les faciès de rupture à 20 °C et 550 °C, observés en MEB (Figure 10), montrent des cupules ductiles, et de la fissuration secondaire principalement à 20 °C.

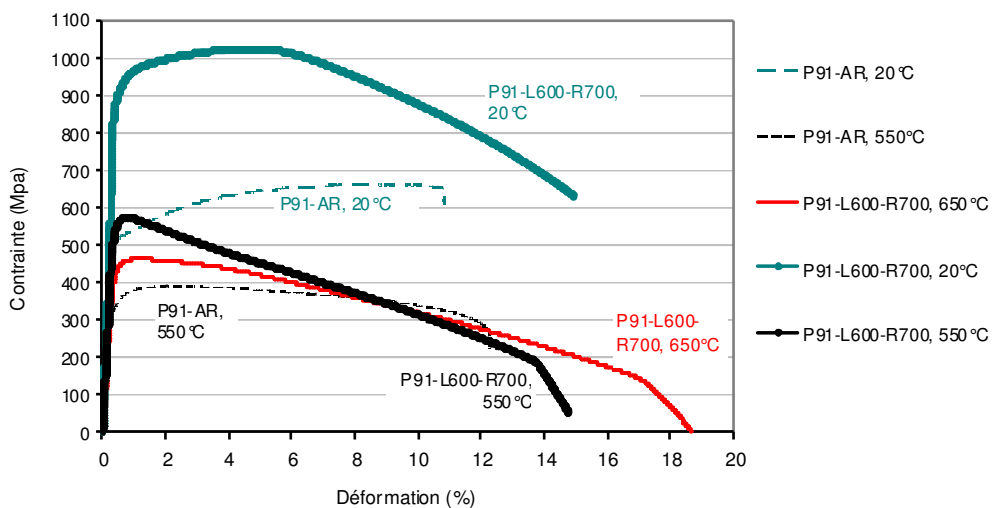


Figure 9 : Courbes de traction conventionnelles à 20 °C, 550 °C, 650 °C.

	P91-AR	P91-AR	P91-L600-R700	P91-L600-R700	P91-L600-R700
Temp.	20 °C	550 °C	20 °C	550 °C	650 °C
R_m (Mpa)	660	390	1023	573	464
R_{p0.2} (Mpa)	520	390	931	564	443
Ar (%)	10	12	14	14,2	17

Tableau 2: Propriétés en traction du P91-L600-R700 comparativement au P91-AR.

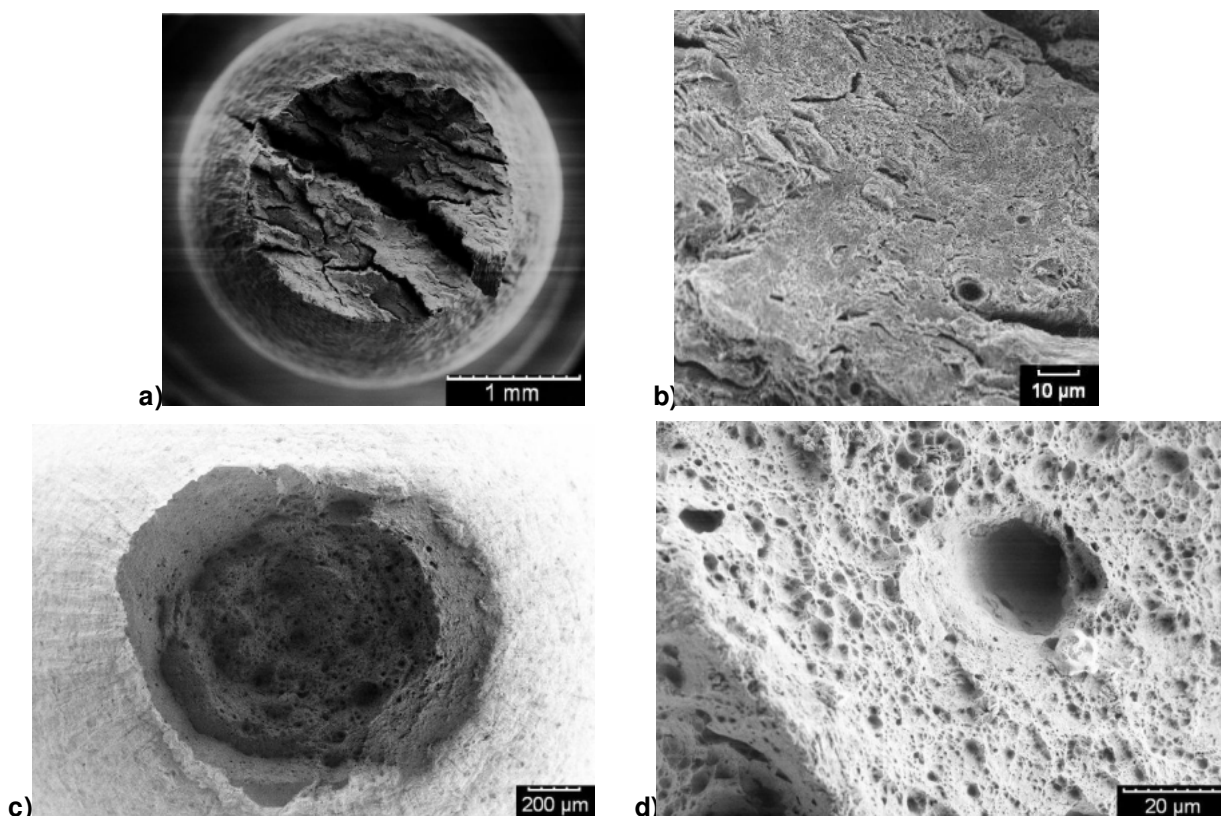


Figure 10: Observations au MEB des faciès de rupture du P91-L600-R700 : à 20 °C (a,b) et 550 °C (c,d).

Des essais de fluage ont été réalisés sur l'acier optimisé P91-L600-R700 (Figure 11 a). La durée de vie du matériau optimisé est supérieure d'un facteur 20 à celle du P91-AR [23]. L'optimisation thermo-mécanique a même permis de dépasser la durée de vie du P92-AR [23] (testé dans les mêmes conditions (Figure 11 b), sachant que le P92 est une version chimiquement optimisée du P91). La courbe de fluage du matériau montre un stade tertiaire très long, puisque le P91-L600-R700 est entré en stade tertiaire de fluage pour une déformation inférieure à 1%.

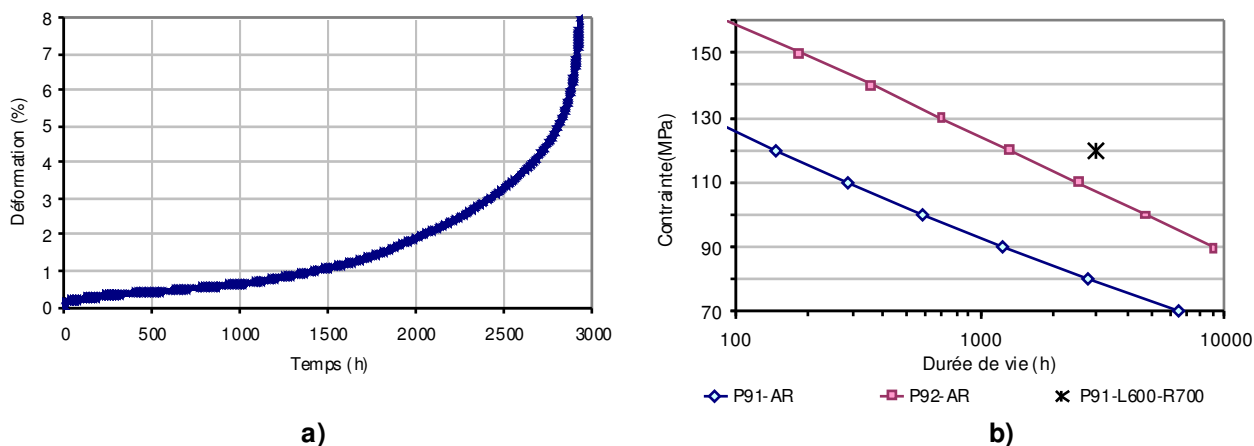


Figure 11: a) Essai de fluage du P91-L600-R700 à 650 °C sous 120 MPa, b) Durée de vie du P91-L600-R700 comparativement à celles du P91-AR et P92-AR [23].

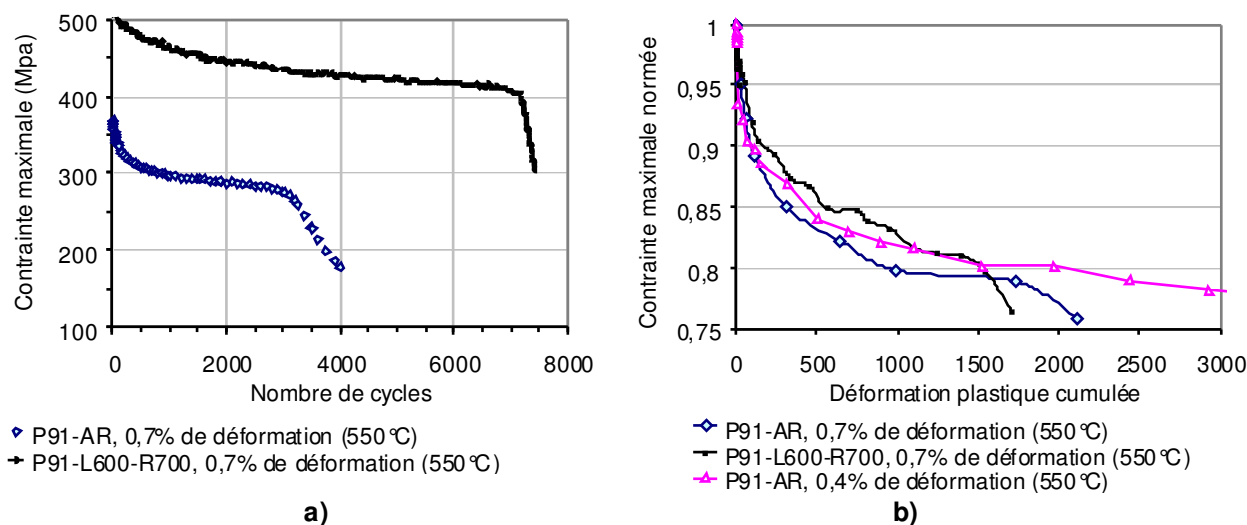


Figure 12: a) contrainte maximale en fonction du nombre de cycles, b) contrainte maximale normée en fonction de la déformation plastique cumulée, c) déformation plastique en fonction de la durée de vie du P91-AR (droite de Manson-Coffin en pointillés) et du P91-L600-R700.

Le P91 traité thermo-mécaniquement a finalement été testé sous sollicitations cycliques de fatigue à $\pm 0,35\%$ de déformation totale, à 550 °C. La comparaison entre le P91-L600-R700 ($\Delta\epsilon_p(N_{50}/2) = 0,12\%$), et le P91-AR ($\Delta\epsilon_p(N_{50}/2)=0,35\%$) pour une même déformation totale de 0,7%, montre que la contrainte maximale à chaque cycle du matériau optimisé décroît moins rapidement que celle du P91-AR avec le nombre de cycles (Figure 12 a). On constate également que la contrainte à chaque cycle est plus élevée pour le P91 optimisé que pour le P91-AR.

La contrainte maximale normée tracée en fonction de la déformation plastique cumulée (Figure 12 b) permet de confirmer que l'adoucissement du P91-L600-R700 est moins rapide que celui du P91-AR pour une même déformation totale imposée.

Enfin, si l'on compare le P91-L600-R700 en 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, $\pm 0,2\%$; $\Delta\epsilon_p(N_{50}/2)=0,11\%$), on constate que l'adoucissement du P91-L600-R700 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-L600-R700 est doublée (Figure 12 a) ; par contre, à déformation plastique équivalente, elle est plus faible que celle du P91-AR (Figure 12 c). Ceci est dû au fait que la contrainte à chaque cycle est plus élevée pour le matériau traité [24].

CONCLUSIONS

Basés sur le principe de l'ausforming, des traitements thermo-mécaniques induisant du laminage à chaud en phase austénitique métastable ont été développés pour l'acier commercial P91 et lui sont appliqués. Le présent article rapporte l'effet sur la microstructure et sur la résistance mécanique du TTM comportant une ré-austénitisation à 1150 °C, un laminage de 25% à 600 °C et un revenu d'une heure à 700 °C.

La microstructure martensitique de l'acier optimisé P91 est plus fine: les lattes ont une largeur moyenne plus faible 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 induit le choix des températures et des durées de ré-austénitisation et de revenu);
- en traction uniaxiale, l'acier optimisé a une limite d'élasticité conventionnelle supérieure à celle du P91-AR de 430 MPa à 20 °C et de 220 MPa à 550 °C et une ductilité légèrement meilleure;
- en fluage à 650 °C, la durée de vie du P91 optimisé thermo-mécaniquement est 20 fois plus élevée que celle du P91 à réception.
- enfin, les résultats de l'essai de fatigue confirment que l'acier optimisé s'adoucit légèrement moins vite que le P91 à réception.

Le problème de l'adoucissement cyclique n'est pas réellement résolu en soi. Cependant, si le matériau a initialement de bien meilleures propriétés en fluage à haute température, et si de plus son adoucissement est légèrement moins rapide, on peut s'attendre à ce qu'un matériau optimisé, adouci par des sollicitations cycliques, sera nettement plus résistant que le matériau à réception soumis aux mêmes sollicitations cycliques.

Les travaux sur l'amélioration thermo-mécanique des aciers martensitiques à 9-12%Cr se poursuivent, notamment par des essais de fatigue-fluage sur P91 optimisé. Les autres traitements thermo-mécaniques testés sur l'acier P91 avec différentes température d'austénitisation/ température de laminage/ température de revenu/ taux de réduction d'épaisseur sont actuellement testés en termes de gain en propriétés mécaniques.

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 Bonnaille pour les observations au MEB-FEG.

REFERENCES

- [1] R.L. Klueh, D.R. Harries, "High-chromium ferritic and martensitic steels for nuclear applications", ASTM International, ISBN 0-8031-2090-7
- [2] R.L. Klueh, A.T. Nelson, *Journal of Nuclear Materials* Vol.371, p.37-52, 2007
- [3] F. Masuyama, T. Yokoyama, "New steels for advanced plant up to 620 °C", E. Metcalfe, EPRI, USA, p. 30-44, 1995
- [4] B. Fournier, "Fatigue-fluage des aciers martensitiques à 9-12%Cr : comportement et endommagement", thèse de l'Ecole des Mines de Paris (19/09/2007)
- [5] B. Fournier, M. Sauzay, C. Caes, M. Noblecourt, M. Mottot, L. Allais, I. Tournié, A. Pineau, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol.40, Issue 2, p.321-329, 2009
- [6] B. Fournier, M. Sauzay, F. Barcelo, E. Rauch, A. Renault, T. Cozzika, L. Dupuy, A. Pineau, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol.40, Issue 2, p.330-341, 2009
- [7] E. Cerri, E. Evangelista, S. Spigarelli, P. Bianchi, *Materials Science and Engineering*, A245, p.285-292, 1998
- [8] A. Orlova, J. Bursik, K. Kucharova, V. Skenicka, *Materials Science and Engineering A245*, p.39-48, 1998
- [9] F. Abe, *Materials Science and Engineering A* 387–389, p.565–569, 2004
- [10] H. Chilukuru, et al, *Materials Science and Engineering A510-511*, p.81-87, 2009
- [11] J.L. Castagné, J. Le Gal, A. Pineau, M. Sindzingre, *Mémoires Scientifiques Rev. Métallurg.* LXIV, N°4, 1967
- [12] R. Cozar, A. Pineau, M. Sindzingre, *HTM Härterei-Techn. Mitt.* 24, 3, p.217-220, 1969
- [13] G.T. Eldis, M. Cohen, *Metallurgical Transactions A*, Vol.14A, June 1983
- [14] V.F. Zackay, W.M. Justusson, *High Strength Steels Conference*, Harrogate 1962, p.14-21
- [15] R.L. Klueh, N. Hashimoto, P.J. Maziasz, *Journal of Nuclear Materials*, 367-370, p.48-53, 2007
- [16] R.L. Klueh, N. Hashimoto, P.J. Maziasz, *United States Patent n °US 7,520,942 B2* ; Apr. 21, 2009
- [17] E. Kozeschnik, *Calphad*, Vol.24, No.3, p.245-252, 2000
- [18] <http://www.matcalc.at/>
- [19] Y.Z. Shen, S.H. Kim, C.H. Han, H.D. Cho, W.S. Ryu, *Journal of Nuclear materials*, Vol.384, p.48-55, 2009
- [20] 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 (12/06/1991)
- [21] G. Gupta, G.S. Was, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol.39A, p.150-164, January 2008
- [22] A. Kostka, K.-G. Tak, R.J. Hellmig, Y. Estrin, G. Eggeler, *Acta Materialia* Vol.55, p.539-550, 2007
- [23] ECCC datasheets 2005, Steel ASTM Grade 91 and 92
- [24] B. Fournier, M. Sauzay, C. Caës, M. Noblecourt, M. Mottot, A. Bougault, V. Rabeau, J. Man, O. Gillia, P. Lemoine, A. Pineau, *International Journal of Fatigue*, Vol.30, Issues 10-11, p.1797-1812, 2008