

INTERET DE LA MICRODURETE INSTRUMENTEE POUR
SUIVRE LE VIEILLISSEMENT THERMIQUE DES ACIERS
INOXYDABLES AUSTENO-FERRITIQUES

*APPLICATION OF INSTRUMENTED MICROHARDNESS
METHOD TO FOLLOW THE THERMAL AGEING OF CAST
DUPLEX STAINLESS STEEL*

EDF

Direction des Etudes et Recherches

A 13
J4D

**Electricité
de France**

SERVICE RÉACTEURS NUCLÉAIRES ET ÉCHANGEURS
Département Etude des Matériaux

Mars 1993

REZAKHANLOU R.
MASSOUD J. P.

**INTERET DE LA MICRODURETE
INSTRUMENTEE POUR SUIVRE LE
VIEILLISSEMENT THERMIQUE DES ACIERS
INOXYDABLES AUSTENO-FERRITIQUES**

***APPLICATION OF INSTRUMENTED
MICROHARDNESS METHOD TO FOLLOW THE
THERMAL AGEING OF CAST DUPLEX
STAINLESS STEEL***

Pages : 22

93NB00129

Diffusion : **J.-M. Leccouvre**
EDF-DER
Service IPN. Département SID
1, avenue du Général-de-Gaule
92141 Clamart Cedex

© Copyright EDF 1993

ISSN 1161-0611

SYNTHÈSE :

Le vieillissement thermique des aciers austéno-ferritiques se traduit par une forte augmentation de la dureté de la phase ferritique. La mesure de la dureté peut donc constituer une méthode de suivi du degré de vieillissement. Il faut pour cela que les charges imposées soient suffisamment faibles pour que la mesure soit bien représentative de la dureté de chacune des phases.

Nous avons utilisé le test de microdureté instrumentée (MDI) qui consiste à mesurer de façon continue la charge et la profondeur de pénétration de l'indenteur dans la surface durant l'essai. L'analyse de la courbe d'indentation ainsi obtenue permet d'accéder à la dureté et au module d'Young du matériau indenté pour des charges aussi faibles que 2 g.

Les résultats sont conformes à ceux obtenus en microdureté sous faible charge (50 g) c.à.d. une forte augmentation de la dureté de la ferrite ($\times 2,3$ par rapport à l'état de référence) pour l'état le plus vieilli. Toutefois, la MDI présente l'avantage de fournir des résultats totalement indépendants de l'opérateur.

3/4

EXECUTIVE SUMMARY :

During the thermal ageing of cast duplex stainless steel the ferrite hardness largely increases. The measurement of the ferrite phase hardness can give us an indication of the level of the ageing process. But in order to have a representative value of the ferrite hardness, the applied load must be low enough.

For this reason, we have used the instrumented microhardness (IMH) test which consist to measure continuously the applied load and the indentation depth during the operation. The mechanical analysis of the so called indentation curve allows us to calculate the hardness and the young modulus of the indented material for loads as low as 2 g.

The results confirm the Vickers microhardness measurement under 50 g loads *i.e.* a sharp increase of the ferrite hardness ($\times 2,3$ as compared to the as received state) for the highly aged sample. It should be noted that the results obtained with the IMH are completely independent of the operator.

INTERET DE LA MICRODURETE INSTRUMENTEE POUR SUIVRE LE VIEILLISSEMENT THERMIQUE DES ACIERS INOXYDABLES AUSTENO-FERRITIQUES

1 - OBJET

Les produits moulés austéno-ferritiques du circuit primaire des REP sont susceptibles de se fragiliser lors de maintiens de longues durées aux températures de service. Cette fragilisation résulte d'une évolution microstructurale qui durcit la ferrite [1].

Afin de justifier la tenue mécanique des produits austéno-ferritiques installés, il est nécessaire de connaître leur degré de fragilisation. Il n'est cependant pas envisageable d'effectuer des prélèvements importants sur ces produits. On cherche donc à valider des indicateurs non destructifs ou nécessitant de très petits prélèvements pour suivre le vieillissement en service. Des essais préliminaires en laboratoire ont montré que la mesure de la dureté pouvait constituer une méthode appropriée pour cette application [2].

Le test de microdureté apparaît comme un indicateur très sensible au vieillissement de la phase ferritique ; il lui est, cependant, reproché d'être fortement tributaire de l'expérimentateur. La dureté Equotip [3] fournit une valeur macroscopique moins sensible au vieillissement de la ferrite, mais présente l'avantage de la facilité de mise en oeuvre. Il a été décidé de l'utiliser pour faire une campagne de mesures sur sites. Les résultats de cette campagne obtenus par le Service Contrôle des Matériaux Irradiés (SCMI) du Service de la Production Thermique [3] ont montré qu'elle est trop dispersive pour évaluer avec précision l'état de fragilité des coudes en service.

Une nouvelle étude est entreprise par le Département afin d'examiner si des essais de microdureté instrumentés (MDI) pourraient permettre d'apprécier avec d'avantage de précision le vieillissement des produits et d'apporter des renseignements sur les caractéristiques mécaniques de chacune des deux phases.

La présente note rend compte des premiers essais de MDI effectués par le Département au Centre Suisse d'Electronique et de Microtechnique (CSEM) sur un acier austéno-ferritique à l'état de réception et après différents stades de vieillissement entre 300 et 400°C. Les résultats sont comparés aux mesures de dureté effectuées par ailleurs sur le même matériau avec d'autres méthodes.

2 - L'ULTRA-MICRODURETE

2.1 - Historique et moyens de mesure

La MDI est une technique développée au début des années 1980 pour les besoins spécifiques de la recherche sur les dépôts de faibles épaisseurs (50 nm à 10 μm) [4 -7].

En effet, les profondeurs de pénétration imposées en microdureté conventionnelle sont, en général, trop importantes par rapport à l'épaisseur des revêtements. Il en résulte que la mesure de la dureté du dépôt est fortement perturbée par la présence du substrat. Pour une mesure correcte de cette dureté, il est donc nécessaire de diminuer la profondeur de pénétration et, par conséquent, la charge. Pratiquement, nous pouvons appliquer la règle du dixième due à Bückle [8], qui impose une profondeur de pénétration inférieure au dixième de l'épaisseur de la couche ($h < e/10$) pour rendre la mesure indépendante de la dureté du substrat. Des travaux plus récents [9-12] ont permis d'affiner cette règle et ont montré qu'elle était souvent trop conservatrice.

Néanmoins, la règle de Bückle s'applique relativement bien au cas d'un revêtement dur et mince déposé sur un substrat "mou"; cas qui présente l'intérêt technologique le plus grand. D'après cette règle, la diagonale d'une empreinte Vickers ne devrait pas excéder 3,5 μm sur une couche de 5 μm d'épaisseur. Cette faible dimension d'empreinte rend une mesure par microscopie optique trop imprécise.

La solution adoptée pour mesurer la dureté des revêtements sous faible charge a consisté à instrumenter les microduremètres classiques de capteurs de force et de déplacement (fig. 1). Il est ainsi possible de mesurer simultanément la charge normale imposée et la profondeur de pénétration en continu, de la même manière que l'on mesure la force et l'allongement lors d'un essai de traction. Cette instrumentation permet de tracer une courbe d'indentation, qui représente la variation de la charge, F_n , (en ordonnée) en fonction de profondeur d'indentation, h , (fig. 2).

Les courbes d'indentation se décomposent en deux parties :

- 1 - La courbe de charge représente la somme des enfoncements **élastique** et **plastique** résultant de l'augmentation de la charge.
- 2 - La courbe de décharge correspond au retour **élastique** du matériau.

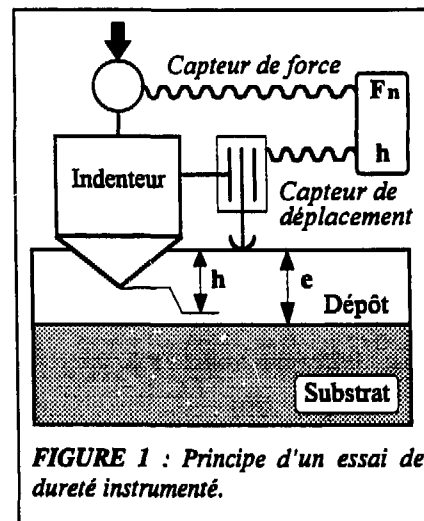
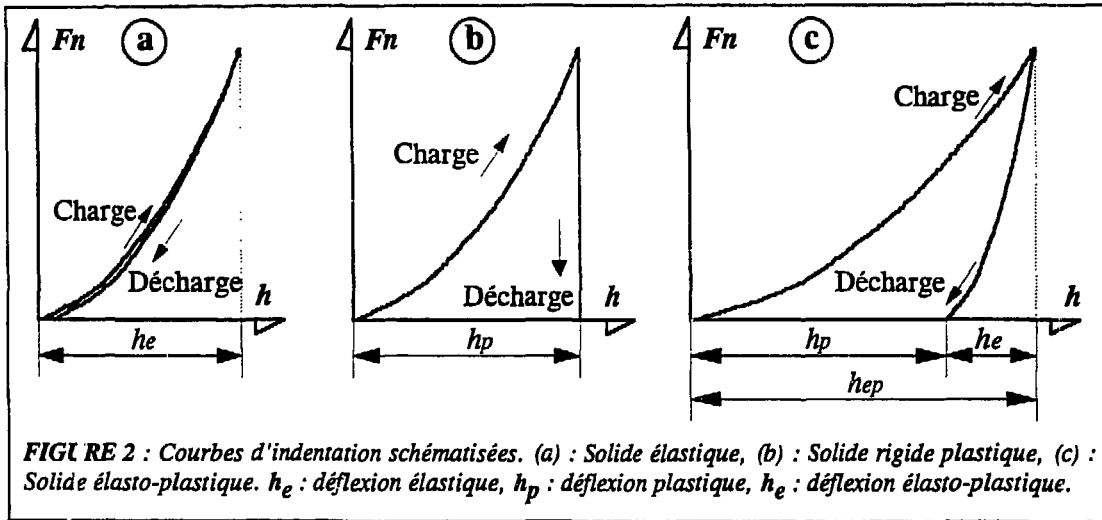


FIGURE 1 : Principe d'un essai de dureté instrumenté.



Trois cas sont alors possibles :

- 1- Le matériau est totalement élastique (par exemple le caoutchouc) : les courbes de charge et de décharge se confondent (fig. 2.a). Le déplacement maximal enregistré par le capteur correspond à une déflexion purement élastique, h_e .
- 2- Le matériau est rigide plastique (par exemple la plasticine) : la courbe de décharge est alors une droite verticale (fig. 2.b). Le déplacement maximal mesuré correspond cette fois à une déflexion totalement plastique, h_p .
- 3- Le matériau est élasto-plastique (fig. 2.c) : la mesure du déplacement pendant la phase de chargement intègre les déflexions élastique et plastique, h_{ep} . La courbe de décharge quant à elle représente le retour élastique du matériau.

2.2 - Analyse mécanique d'une courbe d'indentation

2.2.1 - Phase de chargement

Comme nous l'avons déjà mentionné, pour un matériau élasto-plastique, la courbe de chargement cumule les enfoncements élastique et plastique : la variation de la profondeur de pénétration en fonction de la charge appliquée dépend donc à la fois des propriétés plastiques et élastiques du matériau. A titre d'exemple, nous donnons sur la figure 3 [13], deux courbes d'indentation obtenues avec un indenteur Vickers sur un aluminium et un acier à roulement 100 C 6. Les différences de comportement élasto-plastique entre ces deux matériaux apparaissent assez nettement pendant la phase de chargement. Le matériau le plus dur (100 C 6) conduit, pour une même charge, à une profondeur de pénétration environ 5 fois inférieure à celle constatée pour l'aluminium.

Malheureusement, il n'existe à l'heure actuelle aucune formulation théorique globale permettant, à partir d'une analyse de la courbe de chargement, de calculer les propriétés élastiques et plastiques du matériau (E , $R_{p0,2}$, R_m ...). La seule étude satisfaisante est une analyse semi-empirique proposée par Loubet et al. [13]. Cette analyse dont nous ne donnons pas ici les détails, aboutit aux expressions suivantes pour le calcul de la courbe de chargement :

$$F_n = K_{ep} h_{ep}^2 \quad (1)$$

$$\text{où} \quad K_{ep} = \left[0,92 \frac{1-\nu^2}{E} \sqrt{HV} + \frac{0,194}{\sqrt{HV}} \right]^{-2} \quad (2)$$

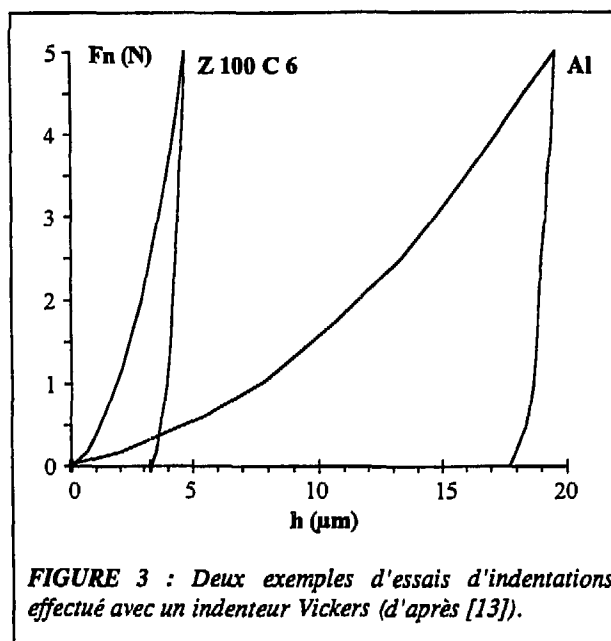
avec F_n : la charge appliquée, h_{ep} : la profondeur de pénétration élasto-plastique, E : le module d'Young, ν : la coefficient de Poisson et HV : la dureté Vickers.

Connaissant les valeurs de dureté Vickers, de module d'Young et de coefficient de Poisson, les expressions (1) et (2) permettent de tracer complètement la courbe de chargement. D'après Loubet et al., la différence entre la courbe déterminée par le calcul et celle obtenue expérimentalement est inférieure à 10%. Inversement, connaissant deux de ces grandeurs (E , ν ou HV) et la courbe de chargement, il est possible de calculer la troisième à partir des expressions (1) et (2). C'est ainsi que la dureté du matériau peut être déterminée à l'aide de la courbe de chargement. Cette démarche relativement lourde n'est cependant pas utilisée par les expérimentateurs qui préfèrent exploiter la courbe de déchargement.

2.2.2 - Phase de déchargement

Durant cette phase, la réponse du matériau est conditionnée par ses seules propriétés élastiques. Il est donc *a priori* possible à partir d'une analyse appropriée de la courbe de décharge de déterminer le module d'Young. Nous pouvons également en mesurant la profondeur de l'empreinte après déchargement accéder à la dureté.

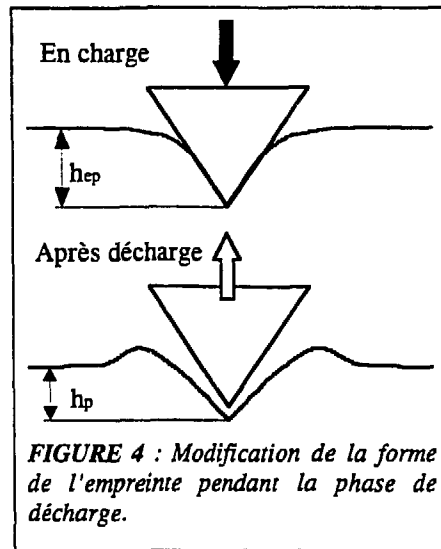
En fait, les phénomènes mis en jeu lors de la décharge sont assez complexes. Comme nous pouvons le remarquer sur la figure 3, la courbe de décharge n'est pas totalement linéaire. Cet écart à la linéarité résulte du fait que la courbe de déchargement intègre deux types de retour élastique, qui peuvent être décomposer de la façon suivante :



1- Le retour élastique de l'ensemble de la matière environnant la zone plastifiée sous l'indenteur. Cette déformation plastique est celle enregistrée pendant la phase de chargement.

2- Le retour élastique de la zone plastifiée sous l'indenteur. Ce retour induit un changement de forme de l'empreinte avec, en général, une ouverture angulaire de cette dernière (fig. 4).

Il est admis que la première contribution suit une loi linéaire. En revanche, le changement de forme de l'empreinte est considéré comme étant à l'origine de la non linéarité de la courbe de déchargement [13].



a - Calcul de la dureté Vickers

La dureté Vickers est définie comme la charge divisée par la surface réelle de contact et est donnée par l'expression suivante :

$$HV = 2 \sin 68^\circ \frac{F_n}{d^2} \quad (3)$$

où d est la diagonale de l'empreinte.

En appliquant les relations géométriques de la pyramide Vickers (pyramide à base carrée avec un demi-angle entre faces de 68°), nous pouvons exprimer la dureté, non plus en fonction de la taille de la diagonale, d , mais en fonction de la profondeur de pénétration plastique, h_p , après déchargement total :

$$HV = \frac{\cos^2 68^\circ F_n}{4 \sin 68^\circ h_p^2} \quad (4)$$

Mais comme nous l'avons vu précédemment, le changement de forme de l'empreinte ne conserve pas la relation entre la diagonale et la profondeur de pénétration plastique. L'expression (4) ne peut donc pas être utilisée en l'état.

Loubet et al. ont proposé une solution qui permet de déterminer la dureté à partir de l'expression (4). Ces auteurs mesurent la profondeur de pénétration plastique en extrapolant la tangente à la courbe de décharge au point $(F_{n \max}, h_{\max})$ (Rep. 1, figure 5). La dureté Vickers est alors donnée par l'expression (4) en posant $h_p = h_i$. Battacharya et Nix [11,12] ont confirmé, la validité de la solution de Loubet et col. à l'aide d'une modélisation numérique par la méthode des éléments finis.

b - Calcul du module d'Young

La non linéarité de la courbe de déchargement due au changement de forme de l'empreinte pose également problème pour le calcul du module d'Young. Loubet et al. déterminent E à partir de la pente de la tangente au point $(F_n \text{ max}, h_{\text{max}})$. Ceci est facilement compréhensible puisqu'on peut admettre qu'en début de décharge la matière et l'indenteur sont encore en contact donc que l'empreinte n'a pas changé de forme. Le retour élastique est bien alors le retour du seul massif environnant l'empreinte. En appliquant la théorie élastique de Sneddon [14], ils ont déterminé une expression

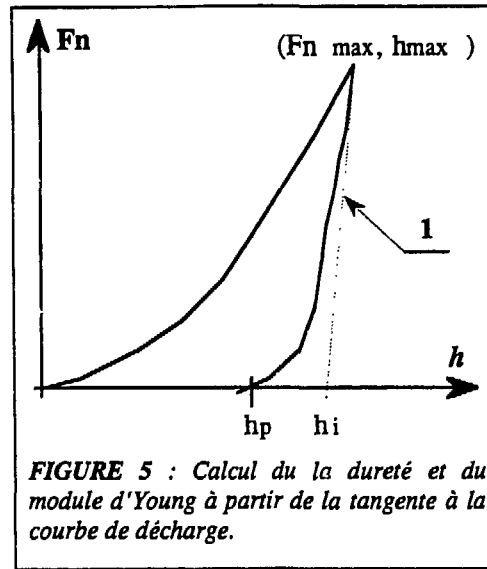


FIGURE 5 : Calcul du la dureté et du module d'Young à partir de la tangente à la courbe de décharge.

reliant E et ν^1 à la profondeur de pénétration plastique et à la pente de la tangente. Nous la présentons sous la forme donnée par Bhattacharya et Nix [11] :

$$\frac{E}{1 - \nu^2} = \frac{1}{2h_p} \sqrt{\frac{p}{24,5}} \frac{dF_n}{dh} \quad (5)$$

h_p étant assimilé à h_i (fig. 5).

2.3 - Intérêt de la MDI

D'après ce qui a été présenté dans le paragraphe précédent, le MDI présente *a minima* les intérêts suivants :

- 1- Les essais sont dépouillés automatiquement et les résultats fournis ne dépendent plus du tout de l'opérateur. L'automatisation complète de la mesure permet de faire également un grand nombre de mesures.
- 2 -La détermination de la dureté ne passe pas par la mesure optique de l'empreinte. La taille de cette dernière ne constitue donc pas la limitation majeure, ce qui permet d'utiliser les très faibles charges (inférieures au gramme) pour analyser de très petites zones.
- 3 -En plus de la dureté, la technique permet d'accéder aux propriétés élastiques.
- 4 -La courbe d'indentation met en évidence les déformations élastiques et plastiques ; les développements théoriques devraient donc permettre d'accéder,

¹ - Notons que la calcul du module d'Young nécessite la connaissance préalable du coefficient de poisson

avec un indenteur sphérique, à la loi de comportement (relation contrainte-déformation du matériau [18]).

Nous tenons à préciser, qu'étant donné les très faibles charges utilisées, la préparation de la surface devra être la plus soignée possible et le recours au polissage électrolytique est fortement recommandé.

3 - ESSAIS EFFECTUES

3.1 - Matériau étudié

Le matériau étudié est issu d'un lingotin de recette d'un coude fabriqué par Manoir Industrie en acier au molybdène à teneurs en chrome et ferrite élevées (Tableau I).

TABLEAU I

Composition chimique et teneur en ferrite du produit étudié (%).

Repère	C	N	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	Ferrite
EKL	0,033	0,057	1,07	0,89	9,70	21,20	2,51	28

A l'état de réception le matériau a subi un traitement d'hypertrempe à 1100°C. Les essais ont été effectués sur le matériau à l'état de réception et après les maintiens en température indiqués dans le Tableau II. La surface des échantillons a été polie mécaniquement à la pâte diamantée 1 μm . Après un tel polissage, la ferrite et l'austénite peuvent être distinguées en microscopie optique sans attaque électrolytique.

TABLEAU II

Températures, temps de maintien et résilience des échantillons étudiés

REFERENCE	ETAT	RESILIENCE KCU (daJ/cm^2) à la température ambiante
EKL.ER	Etat de réception	19,0 - 21,0
EKL.B3	Vieilli 2500 h à 325°C	18,4 - 18,8
EKL.D4	Vieilli 10000 heures à 400°C	1,4 - 1,5

La caractérisation complète du produit a fait l'objet d'une note antérieure [16]. Pour illustrer la fragilisation après vieillissement, nous donnons à titre d'exemple dans le Tableau II, leur valeur de résilience KCU à 20 °C.

3.2 - Instrumentation

Les expériences ont été effectuées sur le MDI développé par le CSEM de Neuchâtel dont les caractéristiques principales figurent dans le Tableau III [16]. L'indenteur et son équipage mobile sont solidaires du noyau d'un électro-aimant ; la variation de la tension

dans la bobine permet d'imposer la charge normale. La mesure du déplacement est totalement différentielle et se fait sans contact par un capteur capacitif. L'appareil fonctionne donc à charge imposée et mesure le déplacement résultant. Cet ensemble est monté sur un microscope optique qui permet de sélectionner soigneusement les plages à indenter. De plus, l'échantillon est monté sur une table de déplacement X-Y dont la résolution en déplacement est de 1 micromètre.

Avec les performances mentionnées dans le Tableau III, le calcul nous permet de fixer la valeur de l'incertitude instrumentale moyenne à environ 18 % pour le module d'Young et 5% pour la dureté.

TABLEAU III
Caractéristiques du MDI du CSEM [15].

Résolution en force	Résolution en profondeur	Pas de déplacement	Gamme
40-90 nN (4 -9 μ g)	6 nm	1 μ m	1 mN - 0,4 N

La charge appliquée peut varier du domaine dit de "l'ultra-microdureté" (0,1 g) à celui de la microdureté⁽¹⁾ (40 g). Pour cette première série d'essais, nous avons utilisé une charge relativement faible de 2 g. Une telle charge permet de garder une empreinte bien localisée dans la phase (ferritique ou austénitique) étudiée, donc d'obtenir des résultats bien caractéristiques de cette dernière. Cependant, une réduction de la charge à 2 g peut induire une plus grande dispersion des résultats à cause de légères différences d'état de surface. Nous pouvons également attendre une augmentation des incertitudes relatives dues à l'instrumentation.

Sur tous les échantillons, les filiation de duretés ont été effectuées avec un pas de 10 μ m. Le nombre de points a été choisi de façon à traverser successivement des plages de ferrite et d'austénite.

4 - RESULTATS

4.1 - Présentation des données brutes

Les essais ont été dépouillés à partir de la courbe de décharge selon la méthode de Loubet et al. présentée au paragraphe 2.2.2. Pour le calcul du module d'Young, nous avons

⁽¹⁾ D'après la norme NF A 03-163 (décembre 1983), on parlera de *dureté Vickers* quand les charges d'essais sont comprises entre 5 et 100 kg, de *dureté Vickers sous charge réduite* pour des charges comprises entre 200 g et 5 kg et de *microdureté Vickers* pour des charges inférieures à 200 g. Dans le cas de la microdureté Vickers aucune limite inférieure n'est fixée par la norme, mais nous pouvons admettre comme limite physique et technologique la charge de 10 g.

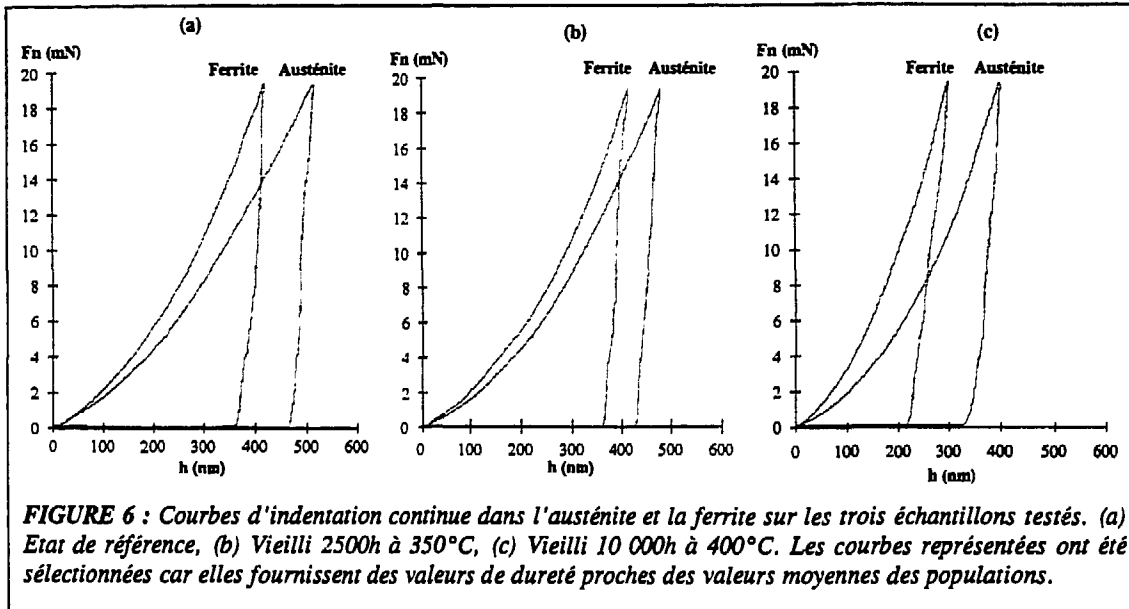
posé $\nu = 0,3$ pour les deux phases. Nous avons regroupé dans le Tableau IV l'ensemble des mesures de dureté et de module d'Young. les valeurs moyennes et les écarts-type sont quant à eux rassemblés dans le Tableau V.

TABLEAU IV

Tableau récapitulatif des duretés et des modules d'Young mesurés par MDI.

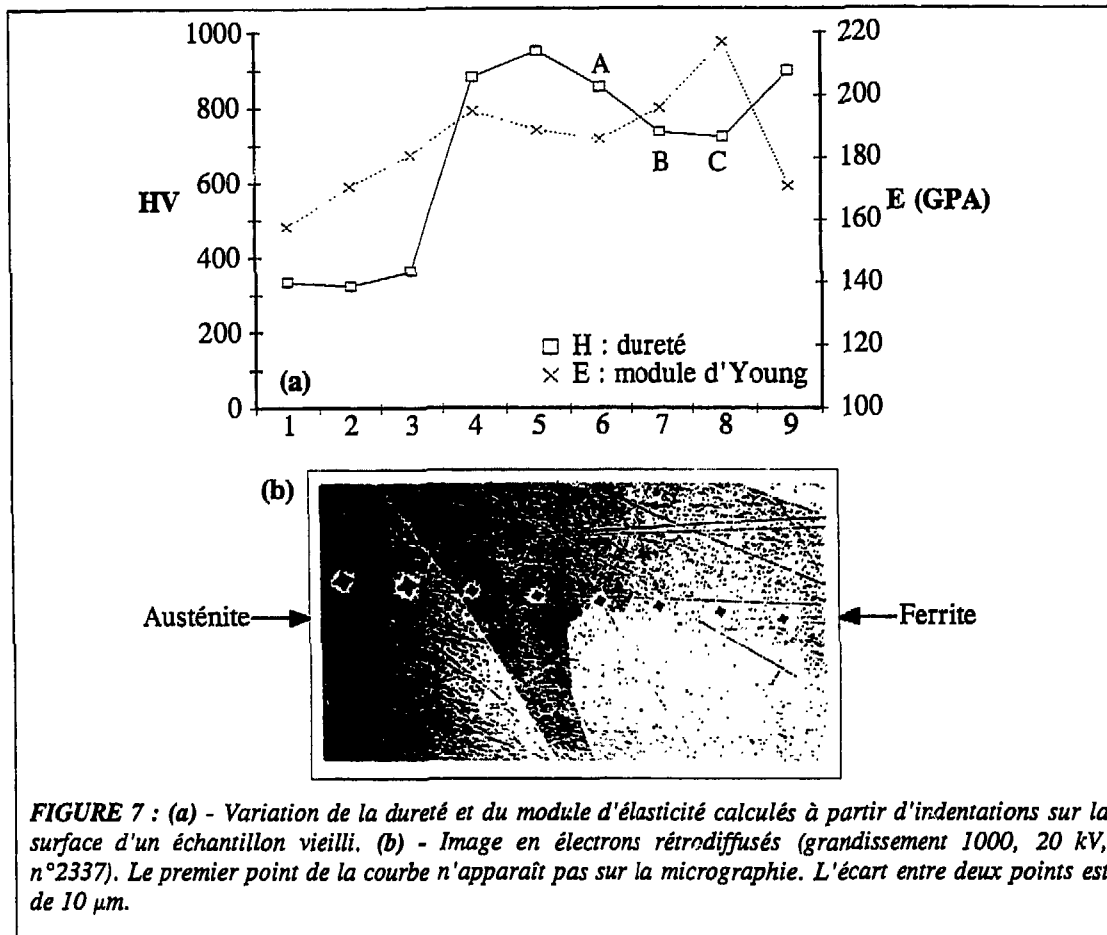
Echantillon EKL.ER Etat de réception			Echantillon EKL.B3 2500 h, 325°C			Echantillon EKL.D4 10000h, 400°C		
n°	HV	E(GPa)	n°	HV	E(GPa)	n°	H	E(GPa)
1	275	150	1	328	191	1	899	171
2	267	157	2	423	171	2	723	217
3	341	211	3	386	182	3	736	196
4	255	168	4	447	167	4	856	186
5	265	211	5	446	150	5	951	189
6	391	183	6	295	177	6	882	195
7	353	217	7	326	170	7	365	181
8	260	169	8	313	139	8	325	171
9	261	197	9	314	167	9	335	158
10	255	217	10	300	173	10	581	174
11	348	173	11	303	177	11	882	205
12	263	139	12	403	172	12	807	187
13	408	175	13	375	159	13	811	220
14	359	181	14	367	144	14	882	205
15	277	131	15	312	204	15	1017	179
16	281	134	16	296	142	16	810	197
17	248	158	17	345	181	17	850	198
18	268	164	18	319	144	18	835	185
19	289	132	19	347	244	19	626	168
20	274	142	20	327	193	20	442	163
21	298	137				21	470	168
22	276	129				22	415	153
23	267	169				23	858	195
24	272	160				24	1021	195
25	275	151				25	1065	169
26	414	145				26	870	181
27	403	184				27	869	238
28	247	179				28	916	201
29	263	146				29	941	213
30	368	201						

Sur fond noir : la ferrite - Sur fond blanc : l'austénite - Sur fond gris : les points proches de l'interface ferrite-austénite. Les doubles barres horizontales séparent les différentes filiations.



A titre d'exemple sont présentées figure 6, les courbes d'indentation dans la ferrite et l'austénite pour les trois échantillons considérés dans cette étude. Les courbes présentées ont été sélectionnées car elles fournissent des résultats de duretés proches des valeurs moyennes (cf. § 4.2). Pour les trois états considérés, les deux phases se distinguent très nettement sur ces courbes.

La figure 7 montre un exemple de filiation de microdureté sur le même échantillon vieilli. Cette figure illustre parfaitement la précision de la technique pour la mesure de la dureté. En effet, celle ci croît de façon importante au passage de l'interface austénite-ferrite, puis décroît légèrement quand les points s'approchent d'une autre interface (points A, B et C), pour croître de nouveau à l'approche du centre du grain ferritique. De même, le module d'Young croît au passage austénite-ferrite.



4.2 - Analyse des valeurs moyennes

Pour chaque échantillon, le Tableau V regroupe les valeurs moyennes de dureté et de module d'Young mesurées sur la ferrite et de l'austénite.

TABLEAU V

Valeurs moyennes et écarts types (entre parenthèses) de dureté et de module d'Young.

		Etat de réception EKL.ER	2500h à 325°C EKL.B3	10000h à 400°C EKL.D4
Ferrite	HV	400 (20)	410 (30)	880 (90)
	E (GPa)	174 (16)	170 (8)	197 (18)
Austénite	HV	270 (11)	310 (12)	400 (70)
	E (GPa)	160 (25)	171(35)	182 (10)

4.2.1 - Dureté

Par rapport à l'austénite, la ferrite apparaît déjà de l'ordre de 50% plus dure dès l'état de réception (Tableau V). La dureté de la ferrite n'a pas évolué après le maintien de 2500h à 325°C ; en revanche, elle s'accroît fortement (d'un facteur 2,3 par rapport à l'état de réception) après celui de 10000h à 400°C.

En ce qui concerne l'austénite, l'évolution de la valeur moyenne des mesures semble indiquer un léger durcissement de cette phase. Cependant, si l'on considère les écarts types, ce durcissement n'apparaît pas significatif. Des essais supplémentaires sont nécessaires pour confirmer un éventuel durcissement de l'austénite.

4.2.2 - Module d'Young

Les valeurs moyennes de module d'Young sont presque toujours plus élevées dans la ferrite que dans l'austénite. Nous constatons également une légère augmentation des valeurs moyennes de module d'Young des deux phases avec le vieillissement. Cependant, compte tenu des écarts types, ces évolutions ne peuvent être considérées comme significatives. D'autres essais sont nécessaires pour les confirmer.

5 - COMPARAISON AVEC D'AUTRES TYPES D'ESSAIS DE DURETE

Des essais de dureté ont été effectués sur les mêmes produits à l'état de réception et après vieillissements. Il s'agit de mesures de microdureté sous une charge de 50 g de la ferrite et de l'austénite et d'essais macroscopiques : dureté Vickers sous 30 kg et dureté par rebondissement de bille (procédé Equotip). Les résultats de ces essais sont reportés et comparés à ceux obtenus par MDI dans le Tableau VI.

TABLEAU VI

Mesures comparatives de dureté sur le lingotin D300 pour différents états.

	Etat de réception			Vieilli 2500 h à 350°C			Vieilli 10000h à 400°C		
	Moy.	ρ	Nb.	Moy.	ρ	Nb.	Moy.	ρ	Nb.
HV₃₀	198	5	10	199	5	10	264	6	10
Equotip	188	12	15	197	7	15	273	11	15
HV_{0,05} Ferrite	375	6	5	391	21	20	912	67	18
Austénite	247	22	20	270	28	8	330	38	5
MDI Ferrite	400	20	5	410	30	20	880	90	18
Austénite	270	11	20	310	12	8	400	70	5

ρ : écart type de la population de mesure, Nb. : nombre de points de mesures.

Les résultats de dureté Equotip et de dureté Vickers sous 30 kg confirment ceux déjà obtenus antérieurement [3], c'est à dire que les duretés macroscopiques sont beaucoup moins sensibles au vieillissement que la microdureté sous 50 g.

Les essais de microdureté sous 50 g et de MDI donnent des résultats comparables. Dans les deux cas, on est extrêmement sensible au vieillissement de la phase ferritique. L'instrumentation développée par le CSEM est par conséquent suffisamment sensible pour rendre compte du vieillissement des produits austéno-ferritiques.

Les remarques supplémentaires suivantes peuvent également être faites :

- Nous constatons que l'écart type de la population des valeurs mesurées par MDI et par microdureté augmente fortement pour l'état vieilli. Avec la faible charge utilisée (2 g), la mesure n'est, à notre avis, pas perturbée par la présence de la phase adjacente. Cette augmentation n'est pas non plus imputable à l'incertitude instrumentale. Nous pouvons donc avancer que l'augmentation d'écart type est reliée au phénomène de vieillissement. Des expériences supplémentaires devront être entreprises afin de préciser exactement l'origine de cette augmentation de la dispersion.
- On admet en général que la microdureté Vickers est extrêmement sensible à l'expérience de l'opérateur. Cet effet n'apparaît pas dans le Tableau VI qui ne rassemble les résultats que d'un seul opérateur. Nous avons entrepris une étude comparative, présentée en annexe A, qui confirme clairement que l'effet "opérateur" peut induire une dispersion importante sur la moyenne et l'écart-type. Un tel effet n'est évidemment pas à craindre avec la microdureté instrumentée.

6 - CONCLUSION

Par rapport aux essais de dureté macroscopique, les essais de MDI présentent les mêmes avantages que les essais de microdureté de la ferrite sous 50 g [17] :

- La mesure n'affecte qu'une des deux phases à la fois, elle peut donc fournir des valeurs significatives de l'état de vieillissement de la ferrite (à l'origine de la fragilisation du produit).
- Les variations de la grandeur mesurée en fonction du vieillissement sont beaucoup plus grandes que dans le cas de la dureté macroscopique.

Par rapport à la méthode conventionnelle de détermination de la dureté (lecture optique), la microdureté instrumentée présente l'avantage de fournir des valeurs indépendantes de l'opérateur. L'instrumentation permet en outre d'accéder au module d'Young et avec quelques développements théoriques vraisemblablement à la loi de comportement de la zone étudiée (relation contrainte-déformation).

La microdureté instrumentée paraît donc être une méthode fructueuse pour suivre le vieillissement en service des aciers austéno-ferritiques. Quelques essais complémentaires sont cependant encore à mener afin de déterminer la charge optimale à utiliser pour cette application.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- 1 - J.P. Massoud et col., "Vieillessement thermique entre 300 et 400°C d'aciers inoxydables austéno-ferritiques moulés", Note HT41 / CCM 1353-A du 30-03-92.
- 2 - J. Bourgoïn, "Contrôle par mesure de la dureté et estimation du vieillissement des coudes moulés en acier inoxydable austéno-ferritique au molybdène pour circuit primaire de réacteurs à eau pressurisée", Note HT41 / PVD 680-A du 27-10-88.
- 3 - F. Cattant, "Centrales à eau sous pression - Coudes moulés en acier inoxydable austéno-ferritique du circuit primaire principal - Evaluation du vieillissement en service par mesure de la dureté sur site - Synthèse des résultats obtenus entre 1987 et 1990". Document D5004/CTT/RC-91-4074.
- 4 - J.B. Pethica, R. Hutchings et W.C. Oliver, "Hardness measurement at penetration depths as small as 20 nm", Philos. Mag. A, 48-4 (1983) 593-606.
- 5 - H.M. Pollock, D. Maugis et M. Barquins, "Characterization of submicrometric surface layers by indentation", Microindentation Techniques in Materials Science and Engineering, ASTM STP 889, P.J. Blau et B.R. Lawn, Philadelphia, 1986, p 47-71.
- 6 - M.F. Doerner et J.M. Nix, "A method for interpreting the data from depth sensing indentation measurements", J. Mater. Res., 4 (1986) 601.
- 7 - A.G. Tangena, G.A.M. Hurkx, "The determination of stress-strain curves of thin layers using indentation tests", J. Eng. Mat. Technol. Trans ASME, 108-3 (1986) 230-232.
- 8 - H. Bückle, "L'essai de microdureté et ses applications", Publications scientifiques et Techniques du Ministère de l'Air, N.T. 90, 1960, Paris.
- 9 - B. Jönsson et S. Hogmark, "Hardness measurements of thin films", Thin Solid Films, 114 (1984) 257-269.
- 10 - P.J. Burnett et D.S. Rickerby, "The mechanical properties of wear resistance coatings : I - Modelling of hardness behaviour", Thin Solid Films, 148 (1987) 41-50.
- 11 - A.K. Bhattacharya et W.D. Nix, "Finite element simulation of indentation experiments", Int. J. Solid Structures, 24-9 (1988) 881-891.
- 12 - A.K. Bhattacharya et W.D. Nix, "Analysis of elastic and plastic deformation associated with indentation testing of thin films on substrates", Int. J. Solid Structures, 24-12 (1988) 1287-1298.
- 13 - J.L. Loubet, J.M. Georges et G. Meille, "Vickers indentation curves of elasto-plastic materials", Microindentation Techniques in Materials Science and Engineering, ASTM STP 889, P.J. Blau et B.R. Lawn, Philadelphia, 1986, p 72-89.
- 14 - I.N. Sneddon, "The relation between load and penetration in the axisymmetric Boussinesq problem for a punch of arbitrary profile", Int. J. Engng. Sci., 3 (1965) p 47-57.

- 15 - **C. Julia-Schmutz et H.E. Hintermann**, *"Méthodes de caractérisation de revêtements minces : Scratch-Test et Microindentation"*, 62^{ème} congrès de la Société Suisse de Chronométrie, 8 et 9 Juin 1990, Yverdon - Saint Imier, p 25-31.
- 16 - **J.P. Massoud**, *"Caractérisation métallurgique à l'état de réception et après vieillissement jusqu'à 2500h d'un coude moulé et de ses liogotins d'essais en acier inoxydable austéno-ferritique au molybdène Z3CND20-09M de fabrication MANOIR Industrie"*, Note HT 41/ NEQ 1185-B du 28-05-1991.
- 17 - **Y. Meyzaud**, *"Mesure de microdureté sur coudes vieillis"*, Note technique Framatome n°EE/S-88-202 du 17-02-88. Annexe 5 au compte rendu n°2 du groupe de travail A : *"Matériau et vieillissement"*, -Ref. E.SCF.MP.88-28.B du 31-05-88.
- 18 - **R. Rezakhanlou**, *"L'essai de dureté : un essai mécanique a part entière ?"*, Note EDF/EMA/ HT.41/NEQ 1465-A, à paraître.

ANNEXE A

INFLUENCE DE L'OPERATEUR SUR LA MESURE EN MICRODURETE

Comme pour la plupart des méthodes de caractérisation basées sur une lecture optique, les valeurs de microdureté sont très sensibles à l'expérience et à l'acuité visuelle de l'opérateur. Pour illustrer cette sensibilité, nous avons effectué une série de mesures avec trois opérateurs différents.

Nous avons choisi de mesurer la seule dureté de la ferrite sur l'échantillon vieilli durant 10000 heures à 400°C. Chacun des dix points d'indentation a été successivement mesuré par chacun des opérateurs. Les résultats sont regroupés dans le Tableau A.I.

TABLEAU A.I

Influence de l'opérateur sur les résultats de microduretés HV0,05 de la ferrite vieillie

Opérateurs	Moyenne	Ecart-type
A	674	90
B	745	86
C	755	64
D	912	67

Les résultats font nettement apparaître une variation importante de la valeur moyenne (environ 11 %) mais surtout de l'écart type (de l'ordre de 40%). Il faut toutefois ajouter que ces fortes variations peuvent être sensiblement diminuées par un "calage" de l'opérateur sur un étalon de dureté.