

MECHANICAL BEHAVIOUR OF PHASES IN AUSTENITIC-FERRITIC STAINLESS STEEL UNDER HARD USING CONDITIONS

COMPORTEMENT MÉCANIQUE DES PHASES D'UN ACIER INOXYDABLE AUSTÉNO-FERRITIQUE SOUS SOLLICITATIONS SÉVÈRES

C. Braham, R. Dakhlaoui et J. Lédion

**Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers (ENSAM)
LIM-UMR CNRS 8006 - 151, boulevard de l'Hôpital
F 75013 PARIS
France.**

ABSTRACT

Duplex stainless steels are well known for their high corrosion resistance. However, their good mechanical behaviour is much less known by the users. Indeed, macroscopic behaviour of multiphase polycrystalline materials, such as austenitic-ferritic stainless steels, depends on their constitutive phases. The number of phases, their respective fractions and their intrinsic properties depend on the manufacturing conditions (moulded, forged, rolled ...) and on the thermal-mechanical treatments (annealing, recrystallization, ageing...). The determination of the behaviour of each phase allows to describe correctly the material macroscopic behaviour and to optimize the microstructure by the control of processes and treatments. This is also necessary to establish reliable and useful criteria of the resistance of components submitted to hard service conditions or accidental mechanical loading.

In this paper, a methodology allowing the experimental study of the stress distribution in each phase of austenitic-ferritic stainless steels (DUPLEX) by X-Ray diffraction method (XRD) is shown. A modelling of the elastoplastic deformation is used in order to interpret XRD data and to identify critical resolved shear stresses and strain hardening parameters of each phase. These parameters are strongly influenced by the manufacturing conditions. Initial residual stresses and cristallographic texture were taken into account in calculations. Solid solution hardening is analyzed by comparing the parameters of plasticity of each phase for three austenitic-ferritic stainless steels having different chemical compositions. Also, the effect of a surface work hardening on the behaviour of each phase is analyzed.

Keywords: Austenitic-ferritic stainless steel, Phase stresses, X-ray diffraction.

RÉSUMÉ:

Les aciers inoxydables austéno-ferritiques sont connus pour leur excellente résistance à la corrosion. En revanche, leur bon comportement mécanique est bien moins connu des utilisateurs. En effet, le comportement macroscopique des matériaux polycristallins multiphasés, cas des aciers inoxydables austéno-ferritiques, est conditionné par celui de leurs phases constitutives. Le nombre de phases, leurs fractions respectives et leurs propriétés intrinsèques dépendent à la fois des modes d'élaboration (moulés, forgés, laminés...) et des traitements thermomécaniques ultérieurs (recuit, recristallisation, vieillissement,...). L'identification du comportement de chaque phase permet de décrire correctement le comportement macroscopique du matériau et d'optimiser la microstructure par le contrôle des procédés d'élaboration et de traitements. Ceci est également nécessaire pour établir des critères fiables et opérationnels pour la tenue des installations soumises à des sollicitations mécaniques sévères ou accidentelles.

Dans cette étude, on montre comment la répartition des contraintes dans chacune des phases d'un acier inoxydable austéno-ferritique (DUPLEX) est étudiée expérimentalement par la technique de diffraction des rayons X (DRX). Une modélisation de la déformation élastoplastique est utilisée afin d'interpréter les résultats de DRX et d'identifier les cisssions critiques et les paramètres d'écrouissage de chacune des phases. Ces paramètres sont fortement influencés par les conditions de mise en œuvre. Les contraintes résiduelles initiales et la texture cristallographique ont été considérées dans les calculs. Le durcissement par solution solide de l'acier est analysé en comparant les paramètres de la plasticité de chacune des phases pour trois nuances d'aciers austéno-ferritiques ayant différentes compositions chimiques. Aussi, l'effet d'un écrouissage superficiel sur le comportement de chacune des phases est analysé.

MOTS-CLES : Acier inoxydable austéno-ferritique, Contraintes dans les phases, Diffraction des rayons X.

INTRODUCTION :

L'acier inoxydable austéno-ferritique (dit : Duplex) est un acier commercialisé de manière significative depuis de nombreuses années. Il allie de bonnes propriétés mécaniques et une grande résistance à la corrosion. Puisque les phases de l'acier austéno-ferritique ont des comportements mécaniques différents, une déformation plastique, homogène ou hétérogène, va introduire une distribution interne de contraintes. Cette distribution de contraintes peut être déterminée par les techniques de diffraction qui sont les seules techniques capables de mesurer les déformations élastiques dans chacune des phases dans un matériau cristallin. La principale évolution dans leur composition chimique a été, certainement, l'augmentation graduelle de leur teneur en azote. En effet, le nickel, élément coûteux, peut être avantageusement remplacé, en partie, par l'azote tout en

conservant les mêmes proportions austénite-ferrite. Il est maintenant bien connu que l'ajout d'azote jusqu'à 0,3 % en poids dans ces matériaux conduit à une amélioration considérable de la limite d'élasticité macroscopique, la résistance à la corrosion et la soudabilité [1-2]. L'azote est donc l'un des constituants les plus importants dans les aciers duplex austéno-ferritiques laminés. Il joue le rôle de stabilisateur de l'austénite. Son ajout peut modifier la ductilité de l'acier et la dureté de chaque phase [3]. Une augmentation des teneurs en chrome, molybdène ou cuivre confère à l'alliage un durcissement par solution solide supplémentaire. Ce durcissement concerne simultanément les deux phases de l'alliage [4].

Le comportement macroscopique de ces alliages, comme celui de tous les matériaux polycristallins multiphasés, est conditionné par celui de leurs phases constitutives. Le nombre de phases, leurs fractions respectives et leurs propriétés intrinsèques dépendent à la fois des modes d'élaboration (moulés, forgés, laminés...) et des traitements thermomécaniques ultérieurs (recuit, recristallisation, vieillissement, ...). L'identification du comportement de chaque phase, dans des conditions de chargement (monotone simple, complexe ou cyclique) et d'environnement (neutre ou corrosif) permet de décrire correctement le comportement macroscopique du matériau (loi de comportement) et d'optimiser la microstructure par le contrôle des procédés d'élaboration et de traitements.

Au cours des dernières décennies, le développement des nouvelles méthodes expérimentales et des modèles théoriques de la déformation dans les matériaux hétérogènes a encouragé plusieurs chercheurs à s'investir dans la compréhension des origines de l'anisotropie des déformations des constituants des matériaux multiphasés en tirant profit des développements acquis que ce soit en équipements de mesures ou en développement de nouvelles approches capables de décrire correctement les structures désordonnées [5-12].

L'objectif de ce travail est d'analyser l'influence de l'écrouissage et de la composition chimique sur le comportement élastoplastique des différentes phases d'un acier duplex austéno-ferritique en utilisant la DRX et la modélisation autocohérente. Pour cela, le comportement mécanique des phases sera analysé en étudiant différentes coulées ayant différentes compositions chimiques et différents modes de préparations de surface.

1- MATÉRIAUX ET MÉTHODES EXPÉRIMENTALES :

Les matériaux étudiés sont des aciers inoxydables austéno-ferritiques contenant environ 50% d'austénite(γ), de structure cubique à faces centrées, et 50% de ferrite(α) de structure cubique centrée. La composition chimique en pourcentage massique et les caractéristiques mécaniques sont données dans les tableaux 1 et 2. Ces trois nuances sont très utilisées et diffèrent principalement par leur teneur en azote, élément gammagène, en chrome et molybdène qui sont des éléments alphas. Ces alliages sont obtenus par coulée continue, puis laminage à chaud de tôles jusqu'à 15mm d'épaisseur. Ils sont fournis à l'état hypereutecté (1050°C), afin d'éviter la précipitation de phases secondaires.

Euronorm /Désignation commerciale	C	Mn	Cr	Ni	Mo	Cu	S	N	Fe
X2 Cr Ni 23.4 (UR35N)	0,016	1,44	22,79	4,58	0,17	0,19	0,001	0,094	Bal.
X2 Cr Ni Mo 22.5.3 (UR45N)	0,015	1,6	22,4	5,4	2,9	0,12	0,001	0,17	Bal.
X2 Cr Ni Mo Cu N 25.6.3 (UR52N+)	0,016	1,02	25,18	6,46	3,78	1,61	0,0005	0,251	Bal.

Tableau 1. Composition chimique des aciers duplex en pourcentage massique

Acier Duplex	Rp0,2 (MPa)	Rm (MPa)	Dureté HV2
UR35N	400	600	215 ± 5
UR45N	480	680	240 ± 8
UR52N+	550	770	260 ± 7

Tableau 2. Caractéristiques mécaniques

La microstructure des trois nuances se présente globalement par des îlots d'austénite, allongées selon la direction de laminage, dans une matrice ferritique (Fig 1). La taille des îlots austénitiques est typiquement dans l'intervalle 10-20µm dans la direction normale, 50-100µm dans la direction transverse et 100-500µm dans la direction de laminage. La distance entre les îlots d'austénite est typiquement dans l'intervalle 10-50µm. Aucune phase secondaire n'a été observée par micrographie optique ni dans les diffractogrammes de rayons X.

Afin d'analyser la répartition des contraintes dans les phases de l'acier étudié, des éprouvettes de traction sont usinées par électroérosion à fil, puis polies mécaniquement et éventuellement électropolies, avant de réaliser un chargement de traction uniaxiale selon la direction transverse. Les distances inter-réticulaires de l'austénite (plan réticulaire 311) sont mesurées par DRX en utilisant une anticathode en Manganèse ($\lambda K_{\alpha}(\text{Mn}) = 0,21035 \text{ nm}$) tandis qu'une anticathode en Chrome est utilisée pour la ferrite (plan réticulaire 211) ($\lambda K_{\alpha}(\text{Cr}) = 0,22911 \text{ nm}$). La mesure est effectuée quand la stabilisation de la contrainte appliquée est obtenue après chaque niveau de chargement mécanique [12]. La contrainte macroscopique appliquée est mesurée à l'aide d'un capteur de force. Les contraintes sont déterminées, dans l'austénite et la ferrite, en appliquant une procédure de calcul dans laquelle les constantes d'élasticité radiocristallographiques, calculées par l'approche autocohérente, sont utilisées [12]. L'influence de la texture cristallographique, de l'anisotropie du cristal et de la forme ellipsoïdale des inclusions a été prise en considération dans l'analyse.

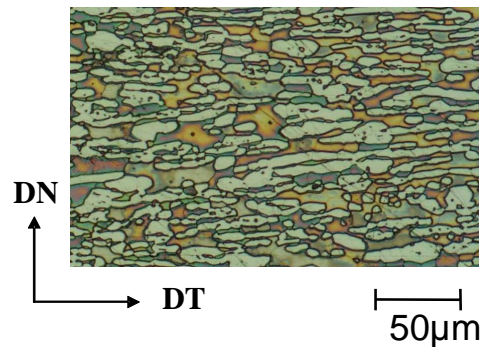


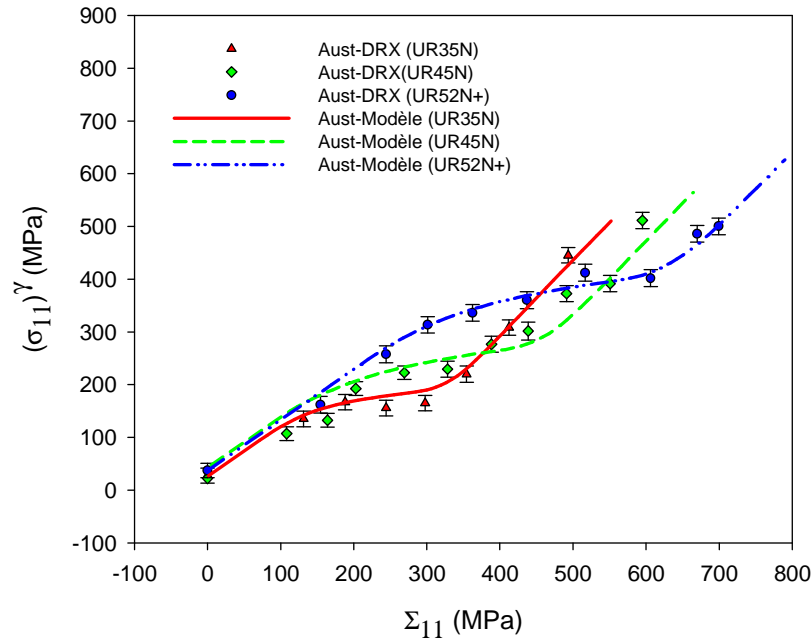
Fig 1. Microstructure typique des aciers inoxydables duplex étudiés (UR45N)

2. RÉSULTATS ET DISCUSSION :

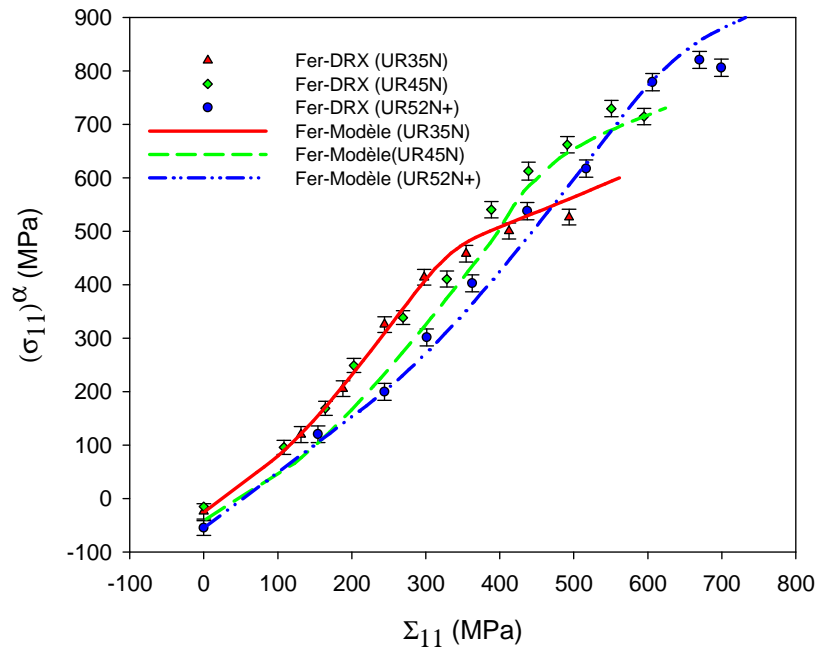
2.1. Influence de la composition chimique sur la répartition des contraintes dans les phases

Si l'on analyse les résultats expérimentaux de la répartition des contraintes dans les phases des deux matériaux étudiés (UR35N, UR45N et UR52N+), après un polissage électrolytique de 200μm, on trouve des contraintes dans la ferrite plus élevées que celles dans l'austénite lors du chargement en traction. L'effet de la composition chimique du matériau sur les limites d'élasticité des deux phases de l'acier duplex est clairement mis en évidence quand on compare les résultats entre les trois nuances étudiées. Le décalage des points caractéristiques Γ et Ω (qui marquent la déviation de la linéarité des courbes) vers les valeurs les plus élevées, indique une augmentation des limites d'élasticité des deux phases en passant de la nuance UR35N à la nuance UR45N et à la nuance UR52N+.

Le modèle autocohérent de la déformation élastoplastique [13-17] est utilisé afin d'analyser les résultats expérimentaux obtenus pour les trois nuances d'acier étudiées afin de déterminer les cisssions critiques initiales et les paramètres d'écrouissage de chacune des phases, pour le chargement de traction uniaxiale. Les contraintes initiales dans les grains sont prises en considération dans ces calculs en affectant à chaque grain les valeurs des contraintes résiduelles déterminées par DRX. Une seule famille de systèmes de glissement est supposée active pour l'austénite ($\langle 110 \rangle \{111\}$) et deux pour la ferrite ($\langle 111 \rangle \{110\}$ et $\langle 111 \rangle \{211\}$). La contrainte normale à la surface irradiée par les rayons X (σ_{33}^{ph}) est supposée nulle. Les cisssions critiques initiales des deux phase ($\tau_c^o(\gamma)$ et $\tau_c^o(\alpha)$) ainsi que les paramètres d'écrouissage ($H(\gamma)$ et $H(\alpha)$) sont donc déterminés (tableau 4). La procédure de comparaison des résultats expérimentaux aux prédictions du modèle autocohérent est détaillée dans [6,7] .



a)



b)

Fig 2. Comparaison des contraintes dans chacune des phases des aciers duplex UR35N, UR45N et UR52N+ analysées par DRX **(a)** résultats théoriques et expérimentaux de l'austénite; **(b)** résultats théoriques et expérimentaux de la ferrite. Les contraintes résiduelles initiales ont été introduites dans les calculs. Une contrainte $\sigma_{33}^{ph}=0$ est supposée dans les calculs.

Une très bonne adéquation est obtenue en comparant les résultats de prédiction du modèle élastoplastique aux données expérimentales (Fig 2). Des paramètres d'écrouissage similaires sont

obtenus pour les trois nuances d'aciers étudiées (tableau 4). La dureté des phases peut être caractérisée par leurs valeurs des cisssions critiques initiales (voir tableau 3), mais également par leurs limites d'élasticité prédites par le modèle autocohérent pour chaque phase séparément (correspondant aux valeurs de $\tau_c^o(\alpha)$ et $\tau_c^o(\gamma)$ dans le tableau 4). Dans ce dernier cas, les calculs sont exécutés pour chaque phase indépendamment, sans contraintes résiduelles initiales. L'évolution des limites d'élasticités des deux phases en fonction de la nuance de duplex austéno-ferritique étudiée montre que les duretés de l'austénite et de la ferrite augmentent avec les teneurs d'azote, de chrome et de molybdène dans les aciers étudiés (Tableau 4).

Tableau 3. Teneurs relatives des éléments dans la phase ferritique par rapport à celles dans la phase austénitique [4].

Elements	P	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	Cu	C	N
Rapport de répartition $x(\alpha)/x(\gamma)$	2,3 à 2,9	1,2 à 1,3	0,8 à 1	0,7 à 0,9	1,2 à 1,3	1,3 à 1,4	0,75 à 0,9	0,1	0,25

Afin d'établir l'influence des différents éléments d'alliage dans le durcissement des phases, le pourcentage relatif de chaque élément dans la ferrite par rapport à celui dans l'austénite doit être connu. Comme montré dans le tableau 3, l'azote, élément gammagène, est plus présent dans la phase austénitique, cependant on trouve relativement plus de chrome et de molybdène dans la phase ferritique. Ainsi, l'augmentation de la dureté de l'austénite peut être attribué essentiellement à la teneur en azote tandis que le chrome et le molybdène augmentent la dureté des deux phases (principalement la ferrite).

Tableau 4. Paramètres de la déformation plastique, des trois aciers, prédits par le modèle élastoplastique, pour un chargement appliqué selon la direction (DT). Les contraintes résiduelles initiales ont été considérées dans les calculs.

Paramètres de plasticité	UR35N	UR45N	UR52N+
$\tau_c^o(\gamma)$ (MPa)	75	120	150
$\tau_c^o(\alpha)$ (MPa)	190	245	330
$H(\gamma)$ (MPa)	200	200	200
$H(\alpha)$ (MPa)	80	80	80
$\sigma_{0,2\%}^{el}$ prédite pour l'austénite (MPa)	235	370	460
$\sigma_{0,2\%}^{el}$ prédite pour la ferrite (MPa)	455	620	750

2.2. Analyse de l'effet d'un écouissage superficiel:

En raison de l'absorption élevée des rayons X, seule la couche superficielle du matériau est pénétrée par ce rayonnement. De ce fait, en utilisant la diffraction des rayons X, le champ de contrainte est analysé en surface. La présence d'un gradient de contrainte dans la surface d'un échantillon affectée par l'usinage et éventuellement le polissage qui le suit peut créer une incompatibilité mécanique entre le cœur et la surface. Dans cette partie, on s'intéressera à l'effet d'un polissage mécanique sur le comportement des phases de l'acier duplex UR45N et à la répartition des contraintes résiduelles et leur évolution lors d'un chargement de traction uniaxiale.

Sur une éprouvette, un polissage mécanique très doux est effectué. Il est suivi de polissages électrolytiques successifs, en contrôlant la profondeur enlevée. Pour chaque incrément de polissage, les contraintes axiales et transversales sont déterminées. Un fort gradient de contrainte résiduelle est obtenu en profondeur, que ce soit dans la ferrite ou dans l'austénite, selon la direction axiale et transversale (figure 3). Ce gradient est confirmé par un gradient de largeurs intégrales qui se stabilise à partir d'une profondeur de polissage électrolytique de 50 μm pour les deux phases. Tandis que les contraintes résiduelles dans les deux phases stabilisent à partir d'une profondeur un peu plus élevée (120 μm).

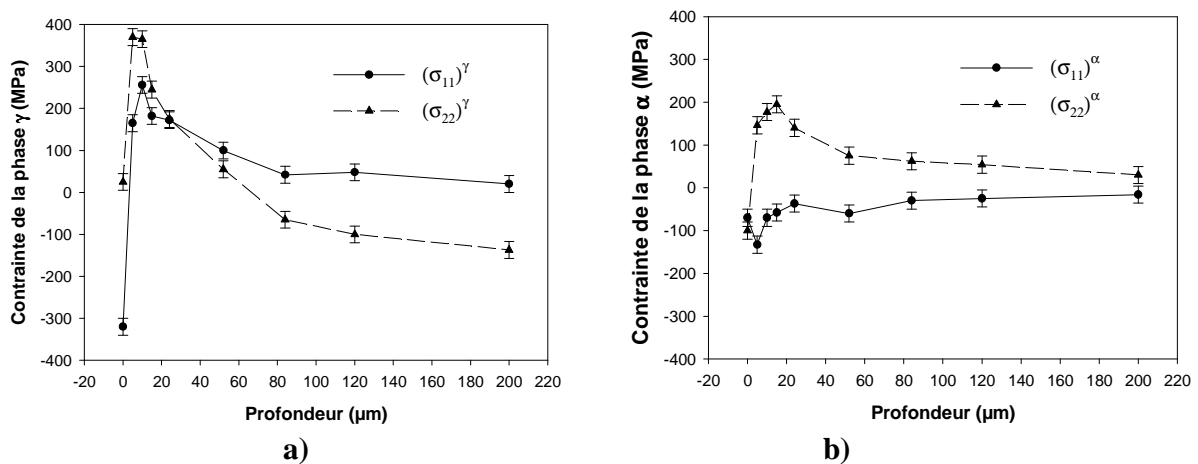


Figure 3. Profils de gradient de contraintes de l'austénite (a) et de la ferrite (b)

Les résultats des essais menés dans ce travail de la répartition des contraintes dans les phases déterminée, lors de l'essai de traction « *in situ* » sous DRX pour un polissage mécanique doux de la surface étudiée et pour un polissage électrolytique en profondeur jusqu'à 50 μm , sont représentées dans la figure 4. En raison des fractions volumiques égales des deux phases, la moyenne arithmétique de leurs contraintes déterminées par DRX, peut être comparée à la contrainte macroscopique appliquée. La bissectrice, correspondant au chargement macroscopique appliquée et l'évolution de la moyenne arithmétique des contraintes dans les deux phases sont représentées également sur la même figure.

É

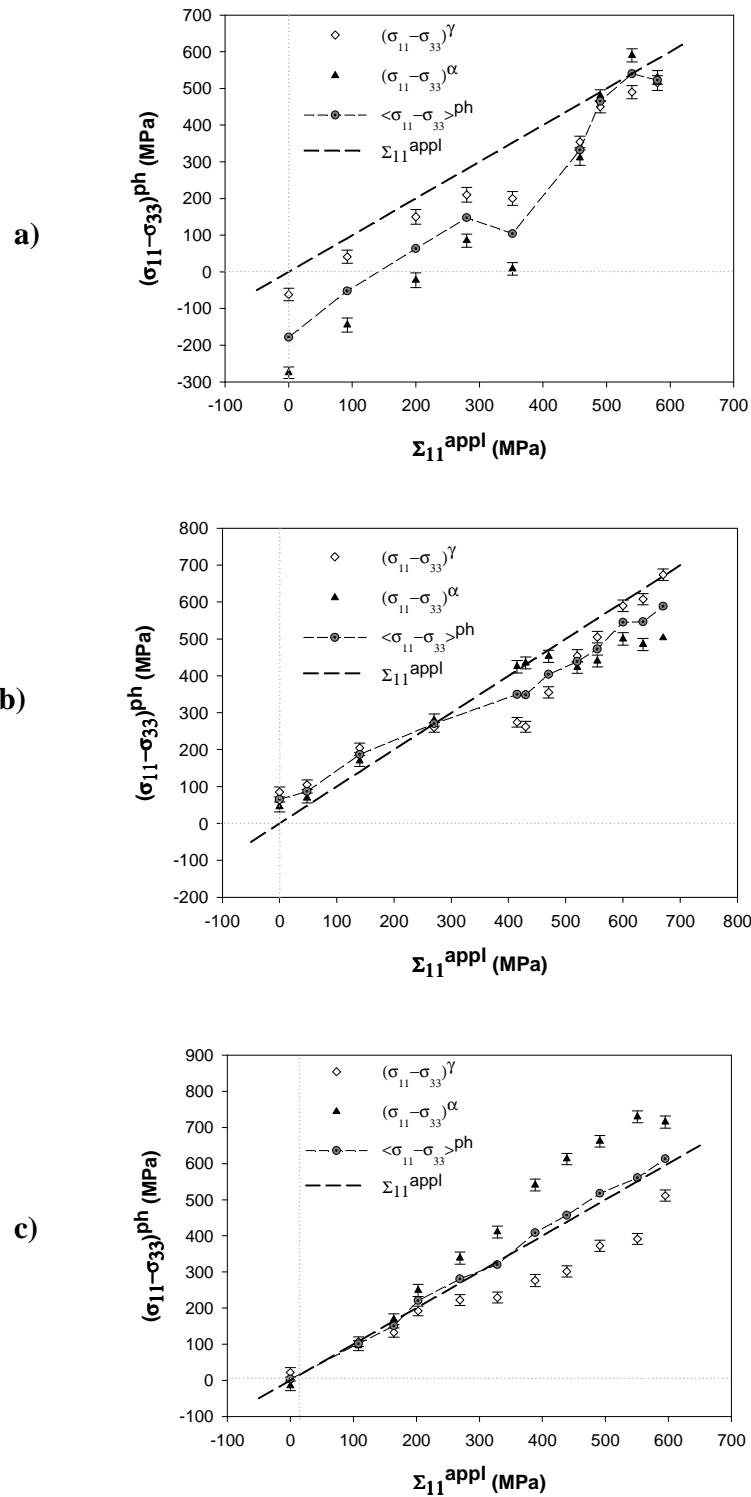


Figure 4. Répartition des contraintes dans l'austénite et la ferrite. La surface étudiée est préparée par (a) un polissage mécanique doux (b) Un polissage électrolytique de 50μm en profondeur (c) Un polissage électrolytique de 200μm en profondeur.

Si l'on analyse le comportement individuel des phases pour un échantillon poli mécaniquement (figure 4.a), on trouve que la contrainte dans l'austénite est généralement supérieure à celle de la ferrite. Cependant, la moyenne arithmétique des contraintes des phases est bien inférieure à celle appliquée. Ceci met, encore, en évidence la forte écrouissabilité de l'austénite et la mise en compression des couches superficielles par le polissage mécanique. Un grand écart des valeurs de contraintes entre les deux phases est présent jusqu'au chargement macroscopique de 400 MPa. Au delà de cette déformation, les contraintes des phases s'égalisent. Le passage respectif à la plasticité de chacune des phases, pour ce mode de préparation de surface, est difficile à identifier. Ce comportement est dû au gradient d'écrouissage introduit par le polissage et aux contraintes résiduelles induites et à leur redistribution dès qu'une phase est plastifiée, en surface ou à cœur [18]. Dans le cas d'un polissage électrolytique de 50µm, on constate des comportements très rapprochés des deux phases (figure 4.b). Ce n'est qu'à partir d'un polissage de 150 µm que l'on obtient une évolution correspondant au comportement à cœur du matériau (figure 4.c).

CONCLUSION

Dans ce travail, l'effet de la composition chimique des aciers inoxydables austéno-ferritiques sur le comportement mécanique de chacune des phases austénitique et ferritique a été mis en évidence en utilisant la DRX et la modélisation autocohérente. Le comportement mécanique de trois nuances d'aciers inoxydables UR35N, UR45N et UR52N+ qui diffèrent principalement par leurs teneurs en azote, élément gammagène, en chrome et molybdène éléments essentiellement alphagènes, a été analysé et discuté. Il a été montré que les cisssions critiques des phases ne diffèrent pas d'une phase à l'autre seulement à cause de la différence des cisssions critiques initiales ou du niveau des contraintes résiduelles initiales dans les phases, mais elles varient également en fonction de la composition chimique. Aussi, l'effet d'un écrouissage superficiel par polissage mécanique, sur le comportement de chacune des phases de l'acier UR45N, a été clairement mis en évidence.

Références:

- [1] Gavriljuk V.G., Sozinov A.L., Foct J., 1998, Acta Mater. 46, 1157
- [2] Vogt J.-B., Massol K., Foct J., (2002), International Journal of Fatigue. V24, 627.
- [3] Tseng Chuan-Ming, Liou Horng-Yih, Tsai Wen-Ta, 2003, Mat. Science and Eng A. V344, 190.
- [4] Lacombe P, Baroux B, Beranger G, Les aciers inoxydables, Les éditions de physique, Les Ulis Cedex
- [5] Baczmański A., Braham C. and Seiler W., Phil. Mag. V83 (2003) 3225
- [6] Dakhlaoui R., Baczmański A., Braham C., Wroński S., Wierzbowski K. and Oliver E.C., Acta Materialia (2006), 54 (2006) 5027–5039.
- [7] Baczmański A., Braham C., Acta. Metall. V52 (2004) 1133.
- [8] Inal K., Etude de l'hétérogénéité des contraintes résiduelles et appliquées dans un acier austéno-ferritique. Modélisation polycristalline et analyse expérimentale par diffraction des rayons X, Thèse de doctorat de l'université d'Orsay, 1996
- [9] Mcirdi L., Baptiste D., Inal K., Lebrun J.-L., Barbier G., J. Appl. Neutr. Res. (2000), V9 217.
- [10] Inal K., Lebrun J.L., and Belassel M., Metallurgical and materials transactions A, 35A, (2004) 2361.
- [11] Dakhlaoui R., Braham C., Baczmański, Wroński S., A., Wierzbowski K. and Oliver E.C.; Effect of residual stresses on mechanical properties of duplex stainless steel studied by diffraction and self-consistent

modelling. The 7th European Conference on Residual Stresses ECRS7, 13-15 September 2006 Berlin, Germany.

[12] Dakhlaoui R., Braham C., Baczmański A.; Etude des propriétés mécaniques des aciers duplex austéno-ferritiques : diffraction des rayons X et modélisation, 17ème Congrès Français de Mécanique CFM05, CDROM des conférences, articles/861.pdf, Troyes 2005, France.

A, France, (1990).

[13] Eshelby J.D., 1957, Proc. Roy. Soc. Lond. A241. 376-396.

[14] Hill R., 1965, J Mech. Phys. Solids; 13, 89-101.

[15] Kröner E., 1961, Acta Metall. Mater, 9, 155-161.

[16] Lipinski P. and Berveiller M., (1989), Int. J. of Plasticity, V5, 149.

[17] Berveiller M, Zaoui A, 1979, J. Mech. Phys. Solids, V26, 325

[18] Bouzina A., Braham C., Lédion J., 1998, Revue de Métallurgie, vol.95, n°12, 1539-1547.