

Rupture différée dans l'acier austénitique 301LN

M.R. Berrahmoune¹, S. Berveiller¹, K. Inal², E. Patoor¹

1: LPMM, UMR CNRS 7554-ENSAM : 4 rue Augustin Fresnel 57078 Metz, Cedex 03, France

2 : MECASURF, ENSAM : 2 cours des arts et métiers 13617 Aix en Provence, Cedex 01, France

Email : reda.berrahmoune@metz.ensam.fr

Résumé :

L'objectif de ce travail est l'étude multi-échelles du phénomène de rupture différée associé à la transformation martensitique dans l'acier austénitique instable 301LN. L'observation et l'étude de la rupture différée sont réalisées sur des emboutis cylindriques à fond plat. L'identification des éléments microstructuraux à l'origine des fissures est réalisée par observation au Microscope Electronique à Balayage (MEB) des zones de rupture. La distribution des contraintes résiduelles dans chaque phase, a été déterminée par Diffraction des Rayons X (DRX), et associée à l'évolution de la fraction volumique de martensite pour différentes conditions d'emboutissage. Nous établissons un lien direct entre l'apparition de la rupture différée, l'état de contrainte dans la martensite, et les fractions de martensite formée dans les godets emboutis.

Abstract :

The aim of this work is to study the delayed cracking phenomenon related to the martensitic transformation in the 301LN unstable austenitic stainless steel using deep drawing tests. The identification of microstructural parameters responsible for crack initiation is realised by Scanning Electrons Microscopy (SEM). For different conditions of drawing, residual stress distribution between phases are determined and associated to the martensite content in the cups. We establish a relation between stress state in the martensite, volume fraction of formed martensite, and the delayed cracking phenomenon.

Mots-clefs :

Aciers austénitiques instables ; rupture différée ; contraintes résiduelles

1 Introduction

Dans un contexte de réduction de masse dans l'industrie automobile, les aciers austénitiques instables, peuvent apporter des solutions en termes d'allègement et de sécurité. En effet, ils possèdent des propriétés mécaniques très bien adaptées à ce genre d'utilisation, notamment de par leur bonne absorption d'énergie lors d'un choc, leur résistance à la corrosion, et leurs excellentes propriétés en emboutissage. Ces aciers présentent un très bon compromis résistance-ductilité. En effet, suivant leur composition chimique et les traitements thermomécaniques préalables qu'ils subissent, la résistance mécanique de ces aciers varie entre 800MPa et plus de 1200 MPa. L'allongement à rupture varie entre 35 et 50%.

Cependant, et sous certaines conditions de mise en forme, ces aciers peuvent présenter des problèmes de rupture différée. Il se caractérise par l'apparition d'une ou plusieurs fissures tout au long de la jupe du godet et ce, après un certain temps d'incubation allant de quelques heures à quelques jours. Cela constitue un frein sérieux à leur utilisation comme pièce de structure.

Il est établi que l'apparition du phénomène de rupture différée dans une pièce après sa mise en forme est directement liée à la transformation martensitique induite par la déformation plastique de l'austénite, la présence de l'hydrogène dans le matériau qui est introduit soit au cours de l'élaboration ou lors de la mise en forme des tôles et qui a un effet fragilisant, et l'hétérogénéité de l'état des contraintes dans la pièce [Sumitomo (1978)]. Cet état des contraintes est complexe du fait de la diversité des origines : d'une part, les contraintes induites par le mode de déformation complexe de la pièce, d'autre part, les contraintes induites par la transformation martensitique [Hedström (2006)].

L'objectif de ce travail est donc de répondre à une problématique industrielle qui est l'étude et la compréhension du phénomène de rupture différée dans les aciers austénitiques instables, à travers l'identification des paramètres influençant l'apparition de ce phénomène.

Pour remplir cet objectif, une caractérisation multi-échelles de la rupture différée a été réalisée sur des godets emboutis à fond plat. Les faciès de rupture sont caractérisés par microscopie électronique à balayage (MEB) et la caractérisation de la transformation martensitique est réalisée par diffraction des rayons X (DRX).

2 Procédures expérimentales

2.1 Matériau et essais mécaniques

Le matériau étudié est un acier austénitique instable 301LN fourni par la société UGINE et ALZ. Sa composition chimique massique est donnée dans le tableau 1. Le matériau qui se présente sous forme de tôles laminées à froid, de dimension $1000 \times 1350 \text{ mm}^2$ et d'épaisseur 1 mm est à l'état final recuit.

Tableau 1: Composition chimique de l'acier (% massique)

| Acier | C | Ni | Cr | Mn | P | Si | Cu | Mo | Co | N | S |
|-------|-------|-------|------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 301LN | 0,023 | 6,570 | 17,4 | 1,580 | 0,026 | 0,640 | 0,190 | 0,190 | 0,090 | 0,105 | 0,003 |

La microstructure de l'acier à l'état initial est présentée sur la figure 1. Il s'agit, d'un polycristal monphasé (entièrement austénitique) constitué de grains équiaxes de diamètre moyen de $20 \mu\text{m}$. A 10% de déformation, la microstructure change et la martensite α' apparaît à l'intérieur des grains austénitiques sous forme de lattes comme le montre la figure 2.

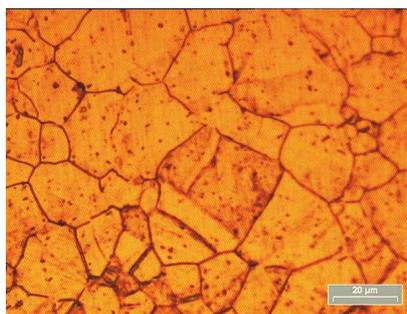


FIG.1 - Microstructure de l'acier 301LN à l'état initial.

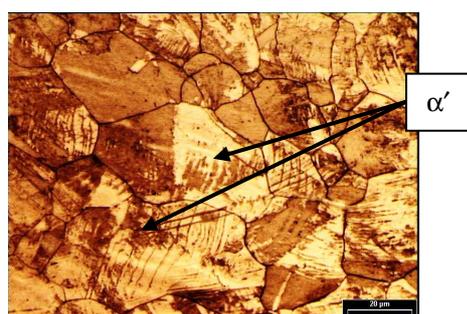


FIG.2 – Microstructure de l'acier 301LN déformé à 10%.

Les essais d'emboutissage ont été réalisés à température ambiante et à 85°C à l'aide d'une presse Roell et Kortaus munie d'un dispositif de chauffage par induction de l'ensemble serre-flan/matrice. Les différents rapports d'emboutissage (DR) réalisés sont donnés sur la figure 3.



FIG.3 – Godets emboutis de l’acier 301LN avec différents rapports d’emboutissage

2.2 Dosage de phase

Pour déterminer l’évolution de la fraction martensitique, la quantité de martensite est mesurée par diffraction des rayons X (DRX), avec une anticathode de Fer ($K_{\alpha} = 1,94 \text{ \AA}$). Le dosage de phase est déduit de la mesure de l’intensité des pics de diffractions de chacune des phases [Zhang (2000)]. Dans notre cas, le matériau possédant une texture cristallographique de laminage, nous utilisons les intensités moyennes déduites des figures de pôles des plans $\{111\}$, $\{200\}$ et $\{220\}$ de l’austénite et des plans $\{110\}$ et $\{211\}$ de la martensite.

2.3 Détermination de l’état de contraintes résiduelles dans la martensite

On utilise la méthode classique des $\sin^2\psi$ [Berrahmoune *et al* (2005)]. Cette méthode est basée sur la mesure de la variation de la distance interréticulaire sous l’effet d’une contrainte. Les mesures sont effectuées avec un diffractomètre Seifert XRD 3003 PTS équipé d’un détecteur linéaire. L’analyse de contrainte est réalisée dans la direction de traction, sur les plans cristallographiques $\{211\}$ de la martensite en utilisant l’anticathode de Fer ($K_{\alpha} = 1,94 \text{ \AA}$). Le pas et le temps de comptage utilisés sont respectivement $0,1^\circ$ et 100s.

3 Résultats et Discussions

3.1 Observation de la rupture différée (Faciès de rupture)

Sur les différents godets emboutis, seul le godet DR = 2,00 embouti à température ambiante, présente une fissure. Cette fissure est apparue au bout d’une journée sur la face externe, et a ensuite évolué à travers l’épaisseur et le long de la jupe jusqu’à atteindre une longueur de 4 mm au bout de 4 semaines. La figure 4 présente le faciès de rupture le long de cette fissure à travers l’épaisseur.

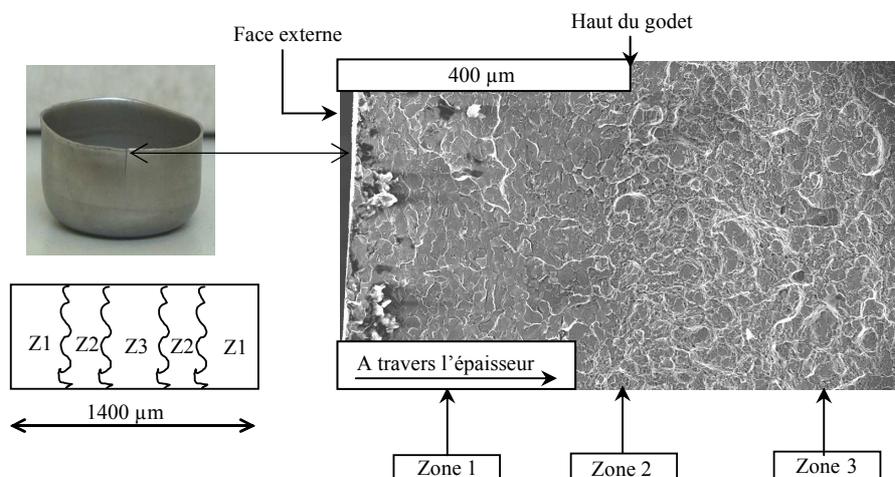


FIG. 4 - Faciès de rupture dans le godet DR = 2,00

La zone de rupture conserve le même aspect sur toute la longueur de la fissure et présente un aspect symétrique à travers l'épaisseur du godet. Elle peut être divisée en trois zones distinctes :

- Zone 1 : elle s'étale depuis l'extérieur du godet (faces externe et interne) jusqu'à une profondeur de 300 μ m. La figure 5 (a) montre que la rupture a lieu aux joints de grains austénitiques mais aussi à l'intérieur de chaque grain austénitique suivant les interfaces austénite/martensite. La rupture dans la zone 1 est donc une rupture intergranulaire et transgranulaire.

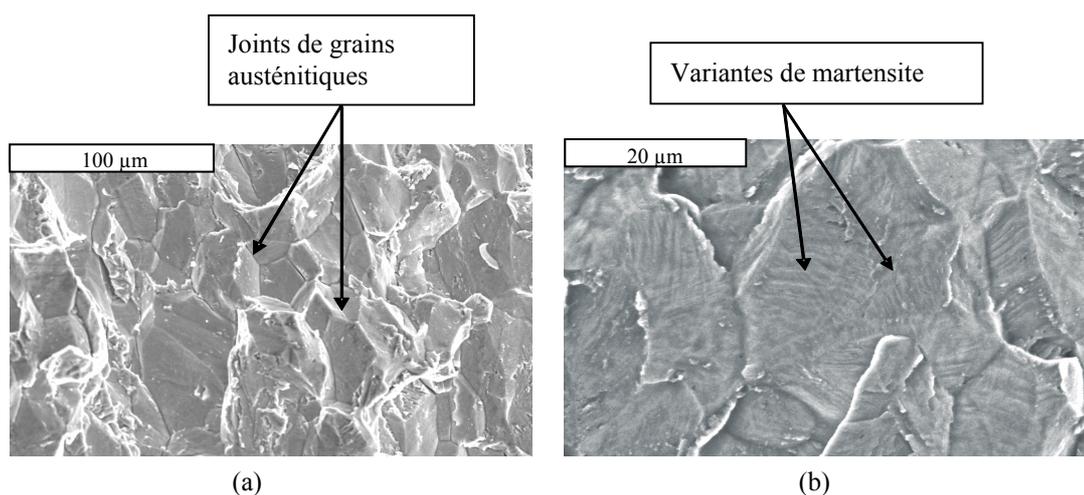


FIG. 5 : Faciès de rupture inter et transgranulaire dans le godet DR = 2,00

(a) : rupture intergranulaire

(b) : rupture transgranulaire

- Zone 2 : c'est une zone de transition qui sépare les zones 1 et 3 et mesure 100 à 200 μ m.

- Zone 3 : elle se localise en milieu de l'épaisseur du godet et mesure environ 400 μ m. Elle présente un aspect essentiellement ductile (cf. figure 6).

Pan (2003) a noté la présence de rupture fragile de type intergranulaire et transgranulaire dans ces aciers, associée à la fragilisation par l'hydrogène.

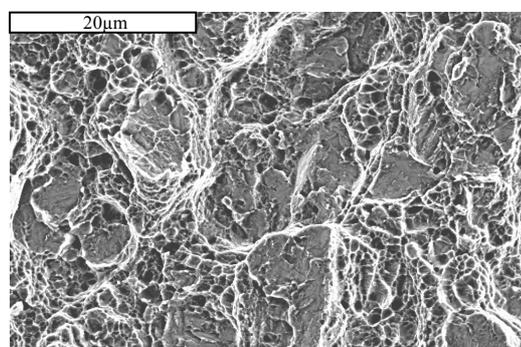


FIG. 6 - Faciès de rupture de la zone 3 dans le godet DR = 2,00

Dans l'acier de l'étude, la teneur en hydrogène est estimée à 3ppm. Présent lors de l'élaboration, l'hydrogène sera piégé dans les interfaces austénite/martensite où il provoquera la fragilisation. En effet, l'hydrogène a une solubilité plus grande dans l'austénite que dans la martensite, mais la diffusion de l'hydrogène se fait plus lentement dans l'austénite. Ceci conduit d'une part au piégeage de l'hydrogène aux joints de grains austénitiques mais aussi aux niveaux des interfaces austénite/martensite ce qui explique que les fissures se propagent en suivant ces chemins préférentiels. Cette fragilisation due à l'hydrogène est plus observée en surface des godets dans les zones 1 et 2. L'effet de l'hydrogène est d'autant plus important que l'état de

contraintes est élevé. En effet, l'hydrogène a tendance à migrer vers les endroits soumis à une contrainte hydrostatique de traction.

Afin d'expliquer ce changement de mode de rupture observé, nous avons déterminé l'évolution de la fraction de martensite ainsi que l'état de contraintes dans cette phase à travers l'épaisseur du godet.

3.2 Evolution de la contrainte à travers l'épaisseur

L'enlèvement de matière a été effectué par polissage électrolytique dans le haut du godet DR = 2,00 loin de la zone où est apparue la fissure. Pour éviter un phénomène de relaxation de contraintes, la surface sur laquelle est effectué le polissage est la plus petite possible (un carré d'arête de 2 mm). La figure 7 montre l'évolution de la contrainte tangentielle dans la martensite en fonction de la profondeur du godet, à partir de la face externe.

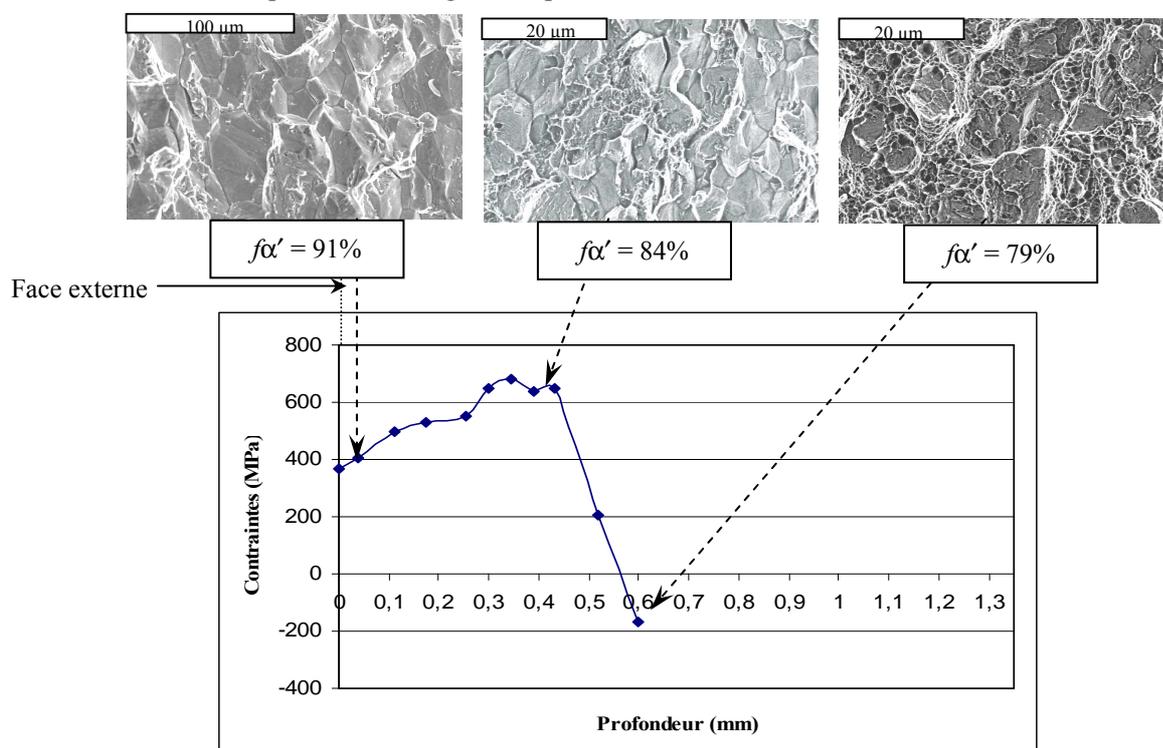


FIG. 7 - Evolution de la contrainte tangentielle dans la martensite en fonction de la profondeur en haut du godet DR = 2,00

De la face externe jusqu'à une profondeur de 400 μm , la contrainte dans la martensite est en traction et augmente considérablement, de 390 MPa à plus de 690 MPa. Au-delà de 400 μm , la contrainte dans la martensite diminue brutalement et devient même une contrainte de compression à 600 μm . A cette profondeur, la valeur de la contrainte est de -180 MPa. On peut noter la correspondance directe entre l'évolution de l'état de contrainte dans la martensite et le changement de mode rupture. En effet, on a observé sur une profondeur d'environ 400 μm que le mode de rupture est inter- et transgranulaire, la contrainte de traction qui existe dans la martensite diminue la contrainte nécessaire à l'amorçage d'une fissure, et la ségrégation de l'hydrogène aux joints de grains et aux interfaces austénite/martensite, favorisent une rupture intergranulaire. Au milieu de l'épaisseur, la rupture est de type ductile et la contrainte dans la martensite diminue beaucoup et devient une contrainte de compression pour une profondeur de 600 μm . Avec cet état de contrainte, la fragilisation de l'acier par l'hydrogène semble beaucoup

moins importante et le mode de rupture devient de type ductile avec apparition de cupules. De plus, la fraction de martensite formée ($f\alpha'$) diminue en fonction de la profondeur, elle passe de 91% sur la face externe à moins de 80% au milieu de l'épaisseur, ce qui explique aussi la diminution de la sensibilité de l'acier à l'hydrogène dans la profondeur.

Ainsi l'amorçage d'une fissure après un certain temps d'incubation est le résultat de la combinaison de plusieurs facteurs à savoir :

- des contraintes tangentielles élevées dans la martensite, dans notre cas supérieures à 400MPa
- des fractions de martensite formée élevées,
- la présence de l'hydrogène dans la pièce. Sa distribution dans le matériau évolue après l'apparition de la martensite.

Après diffusion de l'hydrogène de la martensite vers l'austénite, les atomes d'hydrogène sont piégés aux niveaux des interfaces austénite/martensite et aux niveaux des anciens joints de grains austénitiques. Le nombre d'atomes d'hydrogène piégés aux interfaces est d'autant plus grand que la fraction de martensite formée est élevée. Ces endroits là sont ainsi fragilisés à travers différents mécanismes tel que, la diminution de l'énergie de surface en tête de fissure, mécanisme de décohésion, et la fragilisation à une interaction hydrogène/dislocation [Han (1998)]. La contrainte critique locale nécessaire à l'amorçage d'une fissure diminue quand le nombre d'atomes d'hydrogène piégés aux interfaces augmente jusqu'à ce que cette contrainte soit inférieure aux contraintes résiduelles existantes à cet endroit là, et qui sont générées par la transformation martensitique et par le mode de déformation complexe. Il y a dans ce cas amorçage de fissure. La propagation de la fissure est ensuite favorisée par l'état de contraintes résiduelles dans le godet [Berrahmoune (2006)].

4 Conclusions

Ce travail a permis une meilleure compréhension du phénomène de rupture différée dans les aciers austénitiques instables. L'influence de l'état de contraintes, de la fraction de martensite formée ainsi que la présence de l'hydrogène dans l'acier même sous forme de traces a été mise en évidence. L'apparition de fissures dans un endroit de l'embouti se produit si la fraction de martensite ainsi que l'état de contrainte dans cette phase sont élevés.

Remerciements

Nous tenons à remercier l'ADEME pour le soutien financier apporté à cette étude.

Références

- Sumitomo, H. 1976 Earing and delayed cracking of deep drawn cups of austenitic stainless steel sheets, *Advanced Technology of Plasticity*, Vol 2, 1289-1296.
- Hedström, P. 2006 Evolution of residual stresses in metastable austenitic stainless steels and the accompanying strain induced martensitic transformation, *Mat. Sci. For*, Vol. 524-525, 821-826.
- Zhang, M.X. 2000 *Materials characterization*, Vol 40, 39-49.
- Berrahmoune, M.R., Berveiller, S., Inal, K., Patoor, E., 2005 Caractérisation de la transformation martensitique dans l'acier austénitique 301LN, *Proceeding cfm 2005*.
- Pan, C. 2003 Hydrogen embrittlement induced by atomic hydrogen and hydrogen-induced martensites in type 304L stainless steel, *Material Science and Engineering A*, Vol. A351, pp. 293-298.
- Han, J. 1998 Effect of strain-induced martensite on hydrogen environment embrittlement of sensitized austenitic stainless steels at low temperatures, *Acta Materialia*, 46, 4559-4570.
- Berrahmoune, M.R. 2006 Transformation martensitique et rupture différée dans l'acier austénitique instable 301LN, Thèse de doctorat, ENSAM Metz.