

# Fragilité des aciers inoxydables ferritiques Fe-18Cr-2Mo

**L. Jacquet<sup>a,b</sup>, M. Braccini<sup>a</sup>, N. Meyer<sup>b</sup>, R. Estevez<sup>a</sup>, M. Mantel<sup>a,b</sup>**

a. Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, SIMaP, 38000 Grenoble, France

b. Centre de Recherches Ugitech, 73400 Ugine, France

[lucie.jacquet@ugitech.com](mailto:lucie.jacquet@ugitech.com)

**Mots clés :** aciers inoxydables ferritiques, fragilité, mécanique de la rupture, microstructures

## Résumé

*La fragilité des aciers inoxydables ferritiques étudiés dépend de leur microstructure, de la taille des précipités intragranulaires pour les coulées stabilisées Ti et/ou Nb ou de leur localisation, aux joints de grains, pour la coulée non stabilisée. Le niveau de fragilité des différentes coulées a été évalué par des courbes de transition en résilience : la coulée non stabilisée présente la température de transition ductile/fragile (DBTT) la plus élevée à 160°C, suivie par la coulée bistabilisée au Ti et Nb autour de 100°C. La coulée monostabilisée au Nb présente la DBTT la plus basse, proche de la température ambiante. Ce classement est en partie interprété par les différences de contrainte d'écoulement entre les nuances stabilisées d'une part et la nuance non stabilisée d'autre part. Pour compléter l'interprétation, et expliquer la différence de comportement entre les deux modes de stabilisation, des essais de traction sur éprouvettes entaillées à température ambiante ont été effectués, dans le but de quantifier la contrainte de clivage des différentes nuances. De premiers résultats ont été obtenus sur une coulée bistabilisée contenant du Ti et du Nb, et montrent le changement de mode de rupture lorsque le rayon d'entaille diminue. L'analyse fractographique met clairement en évidence le rôle des précipités TiN dans l'amorçage de la rupture ductile ou fragile. Les perspectives d'étude sont d'étendre ces caractérisations à l'ensemble des nuances étudiées et de déterminer la contrainte de clivage par des calculs par éléments finis pour quantifier le rôle de la microstructure dans la fragilité de cette famille de nuances.*

## 1. Introduction

Les aciers inoxydables ferritiques monophasés contenant 18% de Cr et 2% de Mo sont caractérisés par leur température de transition ductile-fragile (DBTT) proche de la température ambiante, qui limite leur fabrication et leurs utilisations. La DBTT dépend intrinsèquement de la composition chimique de la matrice, de la microstructure, de la taille des grains et de la précipitation. Une diminution des teneurs en carbone et azote augmente notablement la ductilité [1] ; toutefois cette solution reste limitée par les techniques industrielles actuelles d'élaboration. L'ajout d'éléments ayant une forte affinité avec ces interstitiels comme le titane et le niobium est un autre moyen d'augmenter la ductilité de l'alliage en remplaçant la précipitation des carbures et nitrures de chrome par une précipitation stable à la température du traitement thermique. Le travail de thèse a pour ambition d'étudier les mécanismes de la rupture fragile de ces aciers pour les corrélés aux facteurs microstructuraux. Pour cela nous avons élaboré trois coulées laboratoire qui diffèrent uniquement par leur mode de stabilisation (additions éventuelles en Ti ou Nb) ; tous les autres éléments étant identiques. Nous comparons les courbes de transition obtenues par des essais de flexion par choc sur éprouvettes entaillées sur ces trois coulées. Pour comprendre et mieux interpréter les différences observées, nous nous basons sur l'approche de Davidenkov dans laquelle

la compétition entre les deux modes de rupture fragile ou ductile dépend des niveaux de la contrainte d'écoulement et de la contrainte de clivage. La contrainte d'écoulement a été identifiée à l'aide d'essais de traction. La contrainte de clivage fait l'objet d'une détermination par des essais de traction sur éprouvettes entaillées de façon à promouvoir une rupture fragile dans des conditions de contrainte et déformation accessibles, moyennant un calcul par éléments finis. L'analyse fractographique est par ailleurs nécessaire pour identifier les éléments microstructuraux qui contrôlent l'amorçage et la propagation de la rupture. Sur ce point nous avons effectué des fractographies post-mortem, mais également des essais in-situ sous microscope électronique à balayage (MEB) qui nous ont permis de préciser le scénario de rupture pour une des coulées.

## 2. Matériaux et méthodes

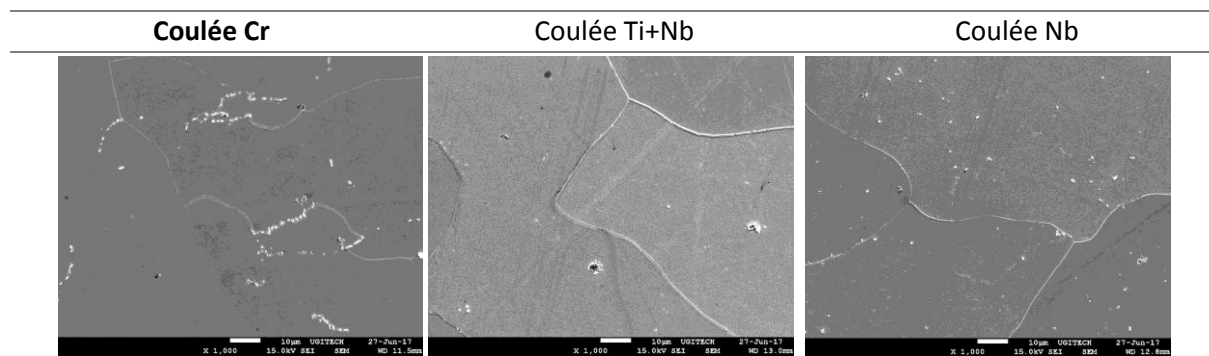
### 2.1 Composition chimique

Elements	Cr	Mo	Mn	Si	C	N	S	Ti	Nb
Cr	18	2,0	0,51	0,47	0,011	0,017	0,015	x	x
Nb	18	2,0	0,55	0,48	0,016	0,017	0,011	x	0,26
Ti+Nb	18	2,0	0,54	0,50	0,015	0,017	0,014	0,18	0,27
AISI 444	18	2,0	0,4	0,5	0,020	0,016	0,014	0,11	0,36

**Table 1 :** Composition des trois coulées d'essais et de la coulée industrielle AISI 444

Le travail présenté repose sur trois coulées de 25 kg élaborées dans l'aciérie laboratoire du centre de recherches d'Ugitech. La coulée nommée Cr est non stabilisée alors que les Nb et Ti+Nb sont respectivement monostabilisée au Nb et bistabilisée au Ti et au Nb. Pour le développement de la méthodologie sur les éprouvettes entaillées, partie 4.1., nous avons considéré, pour disposer de suffisamment de métal, la coulée industrielle AISI 444 dont l'analyse chimique est voisine de la coulée laboratoire Ti+Nb. Les teneurs en interstitiels sont proches pour les quatre coulées (Table 1).

### 2.2 Microstructures



**Figure 1 :** Clichés MEB des coulées laboratoires après un traitement thermique de 1000°C/5min/TE

Les microstructuraux de chaque coulée d'essai sont présentés Figure 1 après un traitement de mise en solution partielle à 1000°C pendant 5 min suivi d'une trempe à l'eau. La taille des grains pour les trois coulées d'essais est d'environ 120 µm. La coulée non stabilisée présente des chapelets de carbures de Cr globulaires aux joints de grains indiquant une remise en solution incomplète. La coulée stabilisée Nb présente une précipitation intragranulaire et uniforme de carbonitrides de Nb relativement fins (1 µm). Les coulées bistabilisées Ti+Nb présentent une double population de

précipités : une précipitation intragranulaire fine de type (Nb,Ti)C similaire à la coulée précédente, ainsi qu’une précipitation grossière faite d’amas dans lesquels on trouve, au centre, un précipité de type TiN autour duquel s’agglomèrent des précipités contenant du Nb (probablement des carbures de Nb) et parfois également du S (probablement carbosulfures de Ti et Nb).

## 2.3 Essais mécaniques

Les essais de flexion par choc sur éprouvettes entaillées en V ont été effectués à des températures comprises entre -50°C et 300°C avec un mouton pendule de 500 J non instrumenté afin de comparer les coulées d’essais suivant leur température de transition ductile/fragile. Cette première approche comparative a été complétée par des essais de traction sur éprouvettes lisses et entaillées dans le but de déterminer la contrainte d’écoulement et la contrainte de clivage. Les essais de traction sur éprouvettes lisses sont réalisés dans une enceinte climatique à des températures comprises entre -70°C à 50°C dans le but de quantifier la dépendance en température de la loi de comportement. L’allongement est mesuré à partir du déplacement de la traverse corrigé de la raideur de la machine. De plus, pour provoquer une rupture fragile afin de déterminer la contrainte de clivage, nous réalisons des essais de traction avec des éprouvettes entaillées AE4 et AE10 à température ambiante [2]. La mesure du déplacement radial s’effectue par analyse d’images prises au cours de l’essai. Enfin, un premier essai de traction in-situ MEB est réalisé avec une éprouvette plate (épaisseur 1 mm) et lisse (largeur utile 2 mm) pendant lequel nous observons la déformation en surface et la rupture de l’éprouvette. L’essai est rendu possible grâce à une platine de traction Microtest Deben de 2 kN dans un MEB-FEG Gemini 500.

## 3. Transitions en résilience

### 3.1 Résultats des essais de flexion par choc

L’évolution de l’énergie de rupture en fonction de la température est présentée en Figure 2 pour les trois coulées laboratoire considérées après un traitement thermique à 1000°C pendant 5 minutes suivi d’une trempe eau (TE).

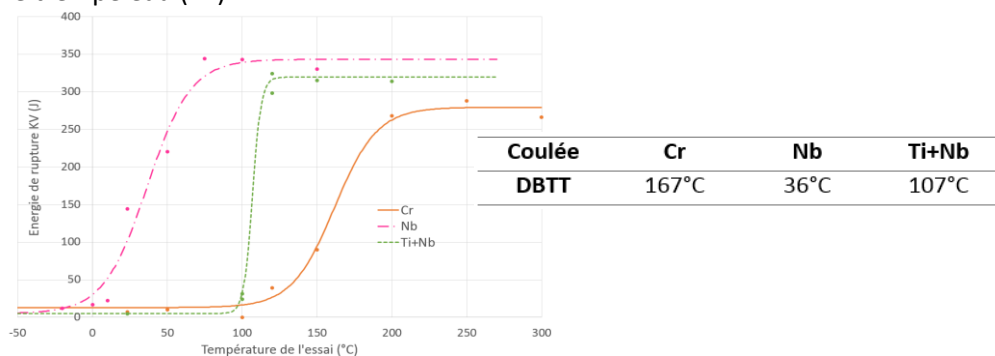
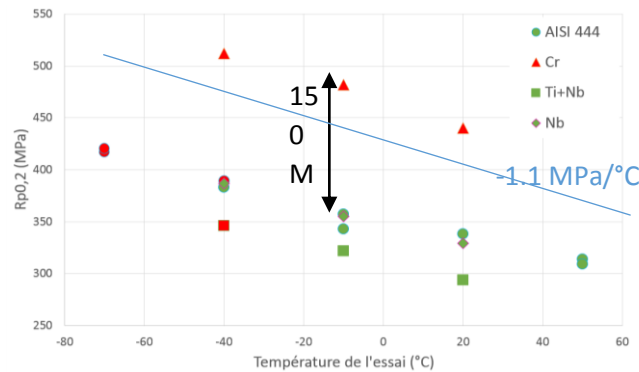


Figure 2 : Courbes de transition ductile/fragile des trois coulées d’essais en résilience après 1000°C/5min/TE

La nuance non stabilisée est très clairement la nuance la plus fragile. La stabilisation permet de diminuer la température de transition aux alentours de 100°C pour la coulée bistabilisée et aux alentours de la température ambiante pour la coulée monostabilisée Nb. Pour interpréter ce résultat, nous avons déterminé les niveaux de contrainte d’écoulement des différentes nuances.

### 3.2 Contrainte d’écoulement en fonction de la température

L'influence de la température sur la limite d'élasticité apparente à 0.2% des trois coulées laboratoire et de la coulée industrielle est donnée Figure 3.



**Figure 3 :** Limite d'élasticité apparente en fonction de la température pour les coulées d'essais et la coulée industrielle bistabilisée. Les formes remplies en vert représentent une rupture ductile, les formes remplies en rouge représentent un faciès de rupture fragile.

Globalement toutes les coulées suivent la même évolution en fonction de la température : la limite d'élasticité augmente lorsque la température diminue, de façon plutôt linéaire dans l'intervalle considéré. Cette évolution est liée au caractère thermiquement activé du glissement plastique.

On constate par contre une différence de limite d'élasticité très notable, de l'ordre de 150 MPa, entre la coulée non stabilisée d'une part, et l'ensemble des coulées stabilisées d'autre part. Ce durcissement s'explique par la remise en solution partielle des éléments interstitiels C et N à la température de traitement thermique (1000°C) dans le cas de la coulée non stabilisée, ce qui provoque un durcissement de solution solide de la part de ces atomes ou un durcissement par précipitation, selon qu'ils aient ou non le temps de précipiter lors du refroidissement par trempe eau (le comportement des interstitiels lors de la trempe reste un point à éclaircir).

L'autre différence notable concerne le mode de rupture des éprouvettes de traction (cf. couleur des symboles Figure 3). Pour la coulée non stabilisée, toutes les éprouvettes présentent un faciès fragile y-compris à température ambiante, alors que pour les coulées stabilisées il faut descendre en dessous de -40°C pour constater ce mode de rupture. Ce constat corrobore les résultats de résilience présentés précédemment.

### 3.3 Interprétation

Le diagramme de Davidenkov est employé pour discuter les résultats précédents. Une augmentation de la contrainte d'écoulement se traduit, à contrainte de clivage donnée, par une augmentation de la température de transition ductile/fragile. Etant donnée la limite d'élasticité plus élevée de 150 MPa pour la coulée non stabilisée et l'évolution en température de la limite d'écoulement (-1.1 MPa/°C), on peut s'attendre à un écart d'environ 140°C sur la température de transition simplement dû à la rhéologie des nuances, ce qui est cohérent avec les températures de transition mesurées en résilience entre la coulée non stabilisée Cr et la coulée monostabilisée Nb. Par contre cet argument n'est pas valable pour expliquer les différences de température de transition entre les coulées stabilisées Nb et Ti+Nb. Pour cela, une évaluation de la contrainte de clivage doit être faite pour ces deux coulées, combinée à une analyse des mécanismes de rupture en interaction avec les deux types de précipités. La partie ci-dessous illustre notre démarche et présente des premiers résultats pour la coulée Ti+Nb.

## 4. Essais de rupture en traction de la coulée Ti+Nb

### 4.1 Eprouvettes entaillées

Des essais de traction ont été effectués à température ambiante sur des éprouvettes AEx avec différents rayons d'entaille. L'indice x est le ratio entre le rayon d'entaille et le diamètre sous entaille, le tout multiplié par 10. Plus cet indice est petit, plus le taux de triaxialité des contraintes au centre de l'éprouvette est grand [2]. Les essais de traction avec les éprouvettes AE4 se finalisent avec une rupture fragile à la différence des essais avec les AE10 qui se prolongent jusqu'à la rupture ductile (Figure 4).

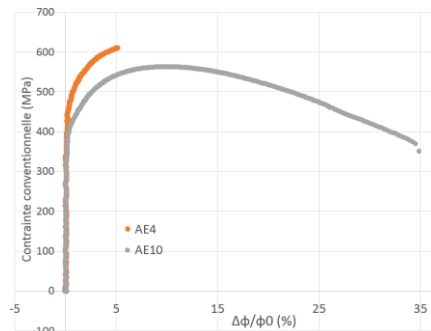


Figure 4 : Evolution de la contrainte en fonction du déplacement radial dans la section minimale

L'observation du faciès de rupture suite à la rupture de l'AE4 révèle deux nitrures de titane, entourés de carbosulfures de niobium au centre de convergence des rivières locales, qui peuvent être les précurseurs de la rupture macroscopique (Figure 5).

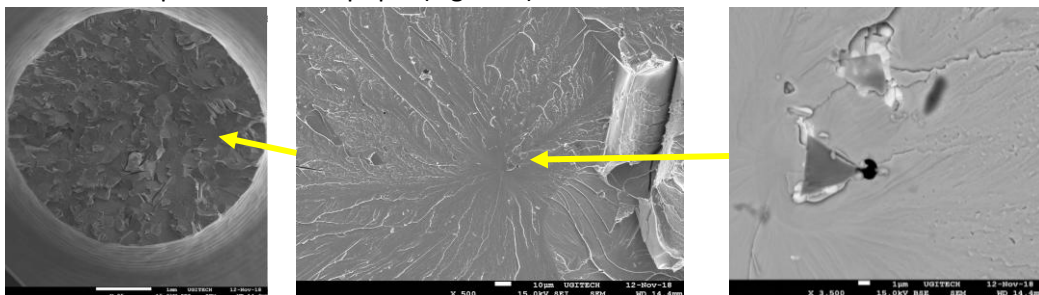
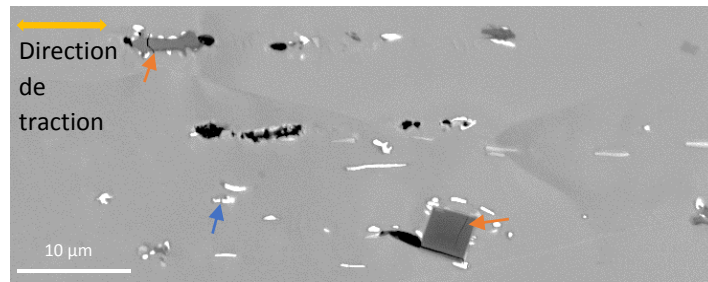


Figure 5 : Faciès de rupture fragile par clivage d'une éprouvette AE4 de la coulée industrielle. Les flèches indiquent la position de la zone repérée.

La contrainte maximale atteinte dans la section, qui s'apparente à la contrainte de clivage sera déterminée lors de la modélisation de l'essai par la méthode des éléments finis avec Abaqus.

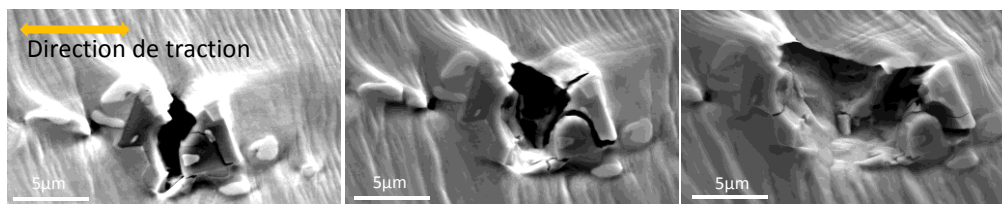
### 4.2 Traction in-situ MEB

Le premier essai de traction in-situ MEB d'une éprouvette plate et lisse de la coulée industrielle AISI 444 met en évidence la rupture précoce des précipités au titane et niobium visibles sur la Figure 6.



**Figure 6 :** Cliché MEB en électrons rétrodiffusés de la surface de l'éprouvette de traction après une déformation de 9%

Puis la matrice se déforme plastiquement, les microfissures s'épaississent, s'épaississent pour former des cavités (Figure 7), caractéristiques du modèle de croissance et coalescence de la rupture ductile [3].



**Figure 7 :** Clichés MEB avec les électrons secondaires, de la surface de l'éprouvette de traction après des déformations de 18%, 29% et 40%, ouverture de la fissure qui partage un nitrure de titane

Nous voudrions ensuite entailler et épaissir l'éprouvette de traction in-situ MEB pour localiser les contraintes et augmenter la contrainte axiale afin de provoquer une rupture fragile.

## 5. Conclusion et perspectives

Les coulées laboratoires monophasées étudiées ne diffèrent que par la présence ou non de stabilisants et leur nature, Ti et/ou Nb. La température de transition plus élevée de la coulée non stabilisée s'explique par une contrainte d'écoulement plus grande due à la présence de carbone et d'azote dans le réseau cubique centré ainsi qu'à leur précipitation fine lors de la trempe eau.

La différence de DBTT entre les deux coulées stabilisées dépend de la précipitation stable formée à haute température. L'évaluation de la contrainte de clivage grâce à la modélisation par méthode aux éléments finis des éprouvettes axisymétriques entaillées ainsi que l'analyse des mécanismes de rupture nous permettront de conclure. Cela nécessite de reproduire le travail effectué avec la coulée bistabilisée aux autres coulées d'intérêt.

L'étude de l'influence de la microstructure sur les mécanismes de rupture sera ensuite étendue en modifiant par exemple la teneur en carbone et azote (rôle attendu sur l'amorçage du clivage) ainsi que la taille des grains (influence probable sur la propagation du clivage). La modélisation de l'essai  $AE_x$  sera complétée ; la rupture fragile sera décrite par une zone cohésive dont les paramètres seront fixés par les essais  $AE_x$  expérimentaux [4] et un modèle type Gurson [5] sera implanté pour modéliser la rupture ductile par croissance et coalescence de cavités.

## Références

- [1] H. J. D. M. Semchyshen A.P. Bond, "Effects of Composition on Ductility and Toughness of Ferritic Stainless Steels," *Toward Improved Ductility Toughness, Climax Molybdenum Development Co.* pp. 239–253, 1972.
- [2] D. François, *Essais mécaniques et lois de comportement.* 2001.

- [3] D. Miannay, "Clivage et rupture ductile," in *Mécanique de la rupture*, 1995, pp. 103–149.
- [4] A. K. Salve and S. N. Jalwadi, "Implementation of Cohesive Zone in ABAQUS to Investigate Fracture Problems," no. November, pp. 60–66, 2011.
- [5] M. Springmann and M. Kuna, "Identification of material parameters of the Gurson-Tvergaard-Needleman model by combined experimental and numerical techniques," *Comput. Mater. Sci.*, vol. 33, pp. 501–509, 2005.