

Étude de la microplasticité dans l'acier inoxydable 304 L

P. Vaucheret, A. Galtier
(USINOR R&D-IRSID, Maizières-lès-Metz)

Les discontinuités de la microstructure des aciers provoquent des concentrations de contraintes. La microplasticité est la plasticité qui existe localement en ces concentrations de contraintes, alors que le reste du matériau est dans le domaine élastique. Le seuil de microplasticité est la contrainte nominale en sollicitation uniaxiale à partir de laquelle la microplasticité existe. Lors d'essais de fatigue, ce seuil a été déterminé sur l'acier inoxydable 304 L par des mesures d'échauffement, des mesures d'aires de boucles d'hystérésis, des observations de la microstructure en surface d'éprouvettes polies. Le seuil de microplasticité du matériau étudié se situe entre 60 et 75 MPa.

■ INTRODUCTION

Le comportement des aciers en fatigue est lié à leurs microstructures. Dans le domaine de la fatigue à grand nombre de cycles, les contraintes appliquées sont généralement inférieures à la limite d'élasticité macroscopique du matériau. Cependant, de la microplasticité est développée à l'échelle du grain, à partir d'une contrainte inférieure à la limite d'endurance. Nous noterons cette contrainte σ_{rev} , car la plasticité est un phénomène irréversible (1).

L'amorçage des fissures de fatigue est en priorité localisé aux endroits où existe de la microplasticité. L'étude de la microplasticité participe ainsi à la compréhension des phénomènes microstructuraux menant aux ruptures par fatigue en l'absence de défauts importants.

On peut mettre en évidence le seuil de microplasticité cyclique par différentes techniques :

- des mesures d'échauffement,
- des mesures d'aires de boucles d'hystérésis,
- des observations de microstructure en surface d'éprouvettes polies.

Une étude de la microplasticité, mettant en œuvre ces trois méthodes, a ainsi été menée sur l'acier inoxydable AISI 304 L.

Ce travail a été réalisé conjointement à l'IRSID (Usinor R&D), et au Laboratoire de Mécanique de l'École Centrale de Lille.

■ LE MATÉRIAU ÉTUDIÉ

Le matériau étudié est l'acier inoxydable AISI 304 L. Cet acier, austénitique, a une taille de grains de 20 μm .

Des essais de traction monotone donnent un module d'élasticité E de 188 000 MPa et une limite d'élasticité à 0,2 % de déformation plastique rémanente $R_{p\ 0,2\ \%}$ de 318 MPa.

La détermination de la limite d'endurance à 200 000 cycles, par la méthode de l'escalier sur 13 éprouvettes, donne une limite d'endurance $\sigma_{D\ 200\ 000\ c.}$ égale à 230 MPa.

Notons qu'à 200 000 cycles, l'asymptote de la courbe de Wöhler est atteinte – à quelques MPa près – pour ce type de matériau.

Study of microplasticity in 304L stainless steel

P. Vaucheret, A. Galtier
(USINOR R&D-IRSID, Maizières-lès-Metz)

Discontinuities of microstructure in steels induce stress concentrations. Microplasticity is the plasticity which exists locally in the locations of these stress concentrations, whereas the remainder of the material is in the elastic range. The initiation of fatigue cracks thus takes place in the areas where there is some microplasticity. The microplasticity threshold is the nominal stress in uniaxial symmetric loading from which microplasticity exists.

Experimental methods

The material for which microplasticity has been studied is the AISI 304L stainless steel (austenitic), with a grain size of 20 μm , an elasticity modulus of 188,000 MPa, an elastic limit at 0.2 % residual plastic strain of 318 MPa, and an endurance limit at 200,000 cycles of 230 MPa.

Using fatigue tests, the microplasticity threshold of this steel has been determined by temperature variation measurements, hysteresis loop areas measurements and observations of the surface microstructure of polished specimens.

Results

Applying uniaxial symmetric stress varying stepwise, temperature steps are observed for high enough frequencies. Reporting these temperature steps versus the stress amplitude, the curve obtained presents a break of its slope around 75 MPa. By considerations of dislocation displacements, this stress is the microplasticity threshold. This threshold has also been identified by studying the slopes of the previous graph.

Still applying uniaxial symmetric stress varying stepwise, some small hysteresis loops are observed under the elastic limit. The area of these loops corresponds to dissipated energy per unit volume of steel, and would hence be characteristic of microplasticity. When measurable, the graph of these hysteresis loop areas versus the stress amplitudes has the same aspect as the temperature variations graph. The slope break occurs around 60 MPa, which would be another measurement of the microplasticity threshold.

The microplasticity threshold can also be determined by direct observations of the microstructure at the surface during fatigue tests. Indeed, after at least 2,000,000 cycles, the polished surfaces in the middle of specimens present discontinuities (at low magnification) or slip lines (at higher magnification) only for an applied uniaxial symmetric stress above or equal to 65 or 70 MPa. This gives a third measurement of the microplasticity threshold.

In all the above measurements, no progressive cyclic hardening or softening of the steel is taken into account.

Finally, the elastic limits, the endurance limits and the microplasticity thresholds of several steels are compared. No apparent relationship has been found. This relationship should in addition depend of the microstructure of the material.

■ DÉTERMINATION DU SEUIL DE MICROPLASTICITÉ PAR DES MESURES D'ÉCHAUFFEMENT

Mise en évidence de la microplasticité

L'équation de la chaleur, appliquée au cas d'une sollicitation uniaxiale sur un matériau isotrope élastique (2) (3), donne les résultats suivants :

- en traction monotone : une variation linéaire et décroissante de la température en fonction de la déformation ;
- en fatigue alternée symétrique : une variation sinusoïdale de la température, en opposition de phase avec la sollicitation, et d'amplitude proportionnelle à l'amplitude de contrainte.

Les observations expérimentales de l'échauffement d'éprouvettes lors d'essais de fatigue sont cependant différentes de ces résultats fondés sur l'élasticité linéaire.

En effet, pour des fréquences suffisamment élevées (10 Hz par exemple), deux cas sont possibles. L'échauffement moyen par cycle peut présenter au cours du cyclage :

- soit une augmentation rapide lors des premiers cycles, un long palier, puis une seconde augmentation juste avant la rupture finale (fig. 1),
- soit une courbe en cloche.

Ce deuxième cas se produit pour des aciers subissant un durcissement cyclique.

Pour les aciers présentant une saturation de la température, l'échauffement seuil, noté θ_s (stabilisé), varie faiblement et

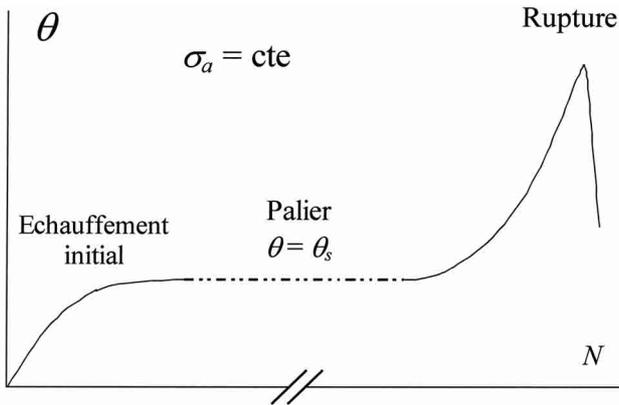


Fig. 1 – Echauffement en fonction du nombre de cycles, au cours d'un essai de fatigue à fréquence élevée.

Fig. 1 – Specimen temperature versus the number of cycles during a fatigue test at high frequency.

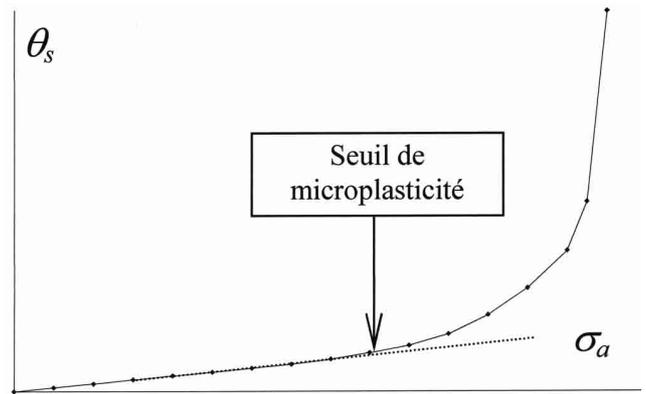


Fig. 2 – Echauffement stabilisé en fonction de l'amplitude de contrainte.

Fig. 2 – Stabilized temperature versus the stress amplitude.

approximativement linéairement en fonction de l'amplitude de contrainte jusqu'au seuil de microplasticité, puis augmente plus fortement (fig. 2).

En faisant varier l'amplitude de contrainte σ_a par paliers suffisamment longs (fig. 3), des échauffements stabilisés sont observés pour chaque valeur de σ_a . Ceci permet de déterminer la courbe (θ_s, σ_a) avec une seule éprouvette. Dans ce cas, on fait l'hypothèse que l'histoire de l'éprouvette n'influence pas la mesure en cours. Ce point a été vérifié sur plusieurs nuances d'aciers.

Ces écarts entre les résultats de l'élasticité linéaire et les observations expérimentales peuvent être interprétés en considérant qu'ils ont lieu quand la contrainte dépasse le seuil de microplasticité du matériau.

En effet, l'effet thermoélastique peut être décrit par des modifications des distances interatomiques. La température diminue quand les atomes s'éloignent (traction), et augmente quand les atomes se rapprochent (compression). Ceci est analogue à ce qui est observé pour un gaz pendant une transformation adiabatique.

En plus de cet effet thermoélastique, des déplacements de dislocations ont lieu :

- Pour une contrainte $\sigma < \sigma_{rev}$, des dislocations peuvent se déplacer sous l'action des contraintes. Elles reviennent à leurs positions initiales, à la décharge de la sollicitation. Des frottements ont lieu lors de ces déplacements, provoquant un dégagement de chaleur.

En fatigue, ces frottements ont lieu à chaque cycle. Le dégagement de chaleur peut devenir non négligeable lorsque la fréquence est élevée (> 10 Hz). Ceci explique que l'échauffement moyen sur un cycle puisse être non nul. Cet échauffement atteint alors un palier quand les fuites thermiques deviennent égales à la chaleur produite. La linéarité approximative de la courbe (θ_s, σ_a) pour $\sigma_a < \sigma_{rev}$ s'expliquerait en

considérant que l'amplitude de déplacement des dislocations est proportionnelle à l'amplitude de contrainte.

- Pour une contrainte $\sigma > \sigma_{rev}$, les dislocations peuvent toujours subir le même type de déplacement que pour $\sigma < \sigma_{rev}$.

De plus, aux discontinuités de la microstructure du matériau (inclusions, précipités, joints de grains...), elles effectuent des déplacements non réversibles et de nouvelles dislocations apparaissent. Localement, il y a microplasticité.

En fatigue, l'échauffement dû aux déplacements de dislocations et à la création de nouvelles dislocations est plus important que celui observé pour $\sigma < \sigma_{rev}$. Ceci se traduit par une rupture de pente de la courbe (θ_s, σ_a) pour $\sigma_a = \sigma_{rev}$.

Les échauffements plus importants observés pour $\sigma > \sigma_{rev}$ traduisent donc la création de dislocations, qui existe aussi bien dans le cas d'une contrainte supérieure à la limite de fatigue σ_D , que dans le cas d'une contrainte inférieure à σ_D .

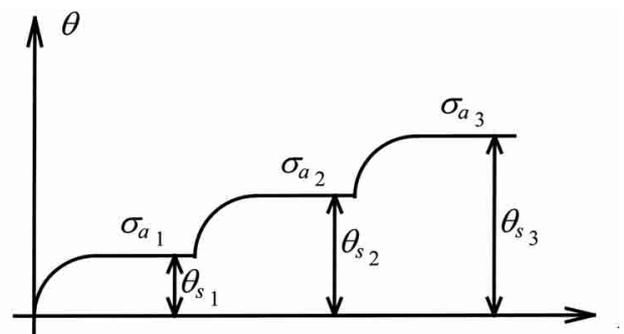


Fig. 3 – Échauffement en fonction du nombre de cycles, au cours d'un essai où l'amplitude de contrainte varie par paliers.

Fig. 3 – Heating versus the number of cycles, for a test during which the stress amplitude varies by step.

La différence entre ces deux cas est que la création de dislocations ne mène à des fissures pouvant se propager et causer des ruptures que pour $\sigma > \sigma_D$, σ_D étant en fait une limite de propagation de défauts, et non un seuil de création de défauts.

Ainsi, l'existence de microplasticité explique correctement les observations expérimentales. Néanmoins, cette explication a l'inconvénient de considérer qu'en fait l'énergie anélastique n'est jamais nulle. En effet, même pour $\sigma < \sigma_{rev}$, la chaleur dégagée par les déplacements des dislocations n'est pas récupérable. L'énergie correspondant à cette quantité de chaleur n'est donc pas d'origine élastique, alors qu'en termes de contrainte et de déformation, le matériau a bien un comportement élastique, même localement. D'un point de vue thermodynamique, ce phénomène est non réversible.

Mesure expérimentale du seuil de microplasticité

Afin de déterminer le seuil de microplasticité de l'acier 304 L étudié, un essai de fatigue alternée symétrique est effectué à une fréquence de 10 Hz, en faisant varier l'amplitude de contrainte par paliers croissants, tous les 10 000 cycles.

L'effet d'un éventuel durcissement ou adoucissement cyclique progressif n'est pas pris en compte.

La courbe représentant l'échauffement stabilisé en fonction de l'amplitude de contrainte appliquée est donnée dans la figure 4. Les paliers de contrainte sont de 20 MPa.

Les taux de variations $\Delta\theta_s / \Delta\sigma_a$ (fig. 5) permettent également de visualiser l'amplitude de contrainte pour laquelle a lieu la rupture de pente sur la courbe (θ_s, σ_a). Cette rupture de pente se produit à un seuil proche de 80 MPa

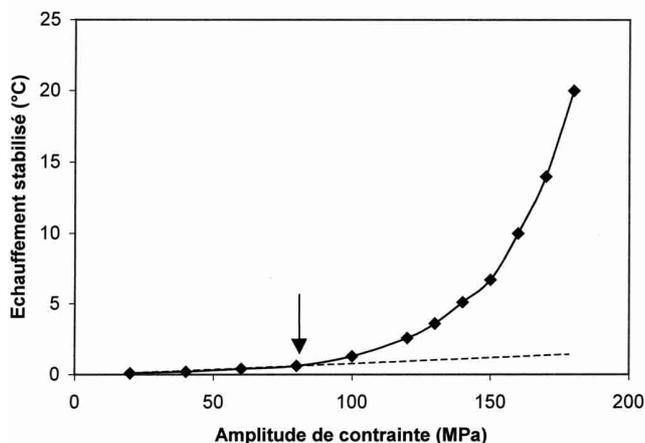


Fig. 4 – Echauffement stabilisé en fonction de l'amplitude de contrainte.

Fig. 4 – Stabilized temperature increase versus the stress amplitude.

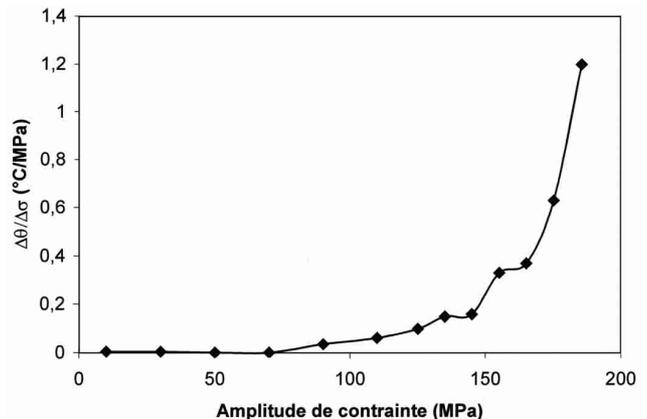


Fig. 5 – Taux de variation de l'échauffement stabilisé par rapport à l'amplitude de contrainte.

Fig. 5 – Variation rates of the stabilized heating with the stress amplitude.

Un autre essai, réalisé en faisant varier σ_a par pas de 10 MPa, donne $\sigma_{rev} \approx 75$ MPa.

C'est cette valeur qui est retenue comme seuil de microplasticité.

■ DÉTERMINATION DU SEUIL DE MICROPLASTICITÉ PAR DES MESURES D'AIRES DE BOUCLES D'HYSTÉRÉSIS

Mise en évidence de la microplasticité

D'après les équations de l'élasticité linéaire, résolues analytiquement avec des hypothèses simplificatrices d'une part, et par la méthode des différences finies d'autre part, la boucle d'hystérésis $[\sigma = E(\epsilon - \alpha\theta) ; \epsilon]$ est d'aire nulle ou négligeable (ϵ désigne la déformation dans la même direction que σ , α le coefficient de dilatation thermique et θ la variation de température par rapport à l'état initial).

Expérimentalement, on observe néanmoins des boucles d'hystérésis d'aires mesurables dans le domaine élastique macroscopique. Ces boucles d'hystérésis, d'aires négligeables par rapport à celles mesurées dans le domaine plastique, mais non nulles, pourraient être expliquées par un comportement visco-élastique. Elles sont cependant également observées pour des matériaux ne présentant aucune viscosité, et seraient caractéristiques de la microplasticité.

En effet, la courbe représentant l'aire A_h de la boucle d'hystérésis en fonction de l'amplitude de contrainte σ_a a la même forme que la courbe représentant l'échauffement stabilisé θ_s en fonction de l'amplitude de contrainte.

La rupture de pente de cette courbe a également lieu pour $\sigma_a = \sigma_{rev}$.

Il semble que A_h varie avec la fréquence, mais que la rupture de pente se produise toujours pour $\sigma_a = \sigma_{rev}$, quelle que soit la fréquence.

Mesure expérimentale du seuil de microplasticité

Un essai de fatigue alternée symétrique à 5 Hz, effectué en faisant varier l'amplitude de contrainte de 30 à 140 MPa par paliers de 20 cycles et par pas de 10 MPa, donne par exemple les boucles d'hystérésis reproduites dans les figures 6 et 7.

L'utilisation de la cellule de charge à de faibles valeurs explique l'irrégularité des courbes. L'effet d'un éventuel durcissement ou adoucissement cyclique progressif n'est pas pris en compte.

L'aire de la boucle d'hystérésis varie en fonction de l'amplitude de contrainte comme l'indique la courbe de la figure 8.

La rupture de pente de cette courbe a lieu pour $\sigma_a \approx 60$ MPa, ce qui est inférieur au seuil de microplasticité déterminé par des mesures d'échauffement, mais du même ordre de grandeur.

Les contraintes et les déformations considérées sont les moyennes sur les 15 derniers cycles de chaque palier d'amplitude de contrainte.

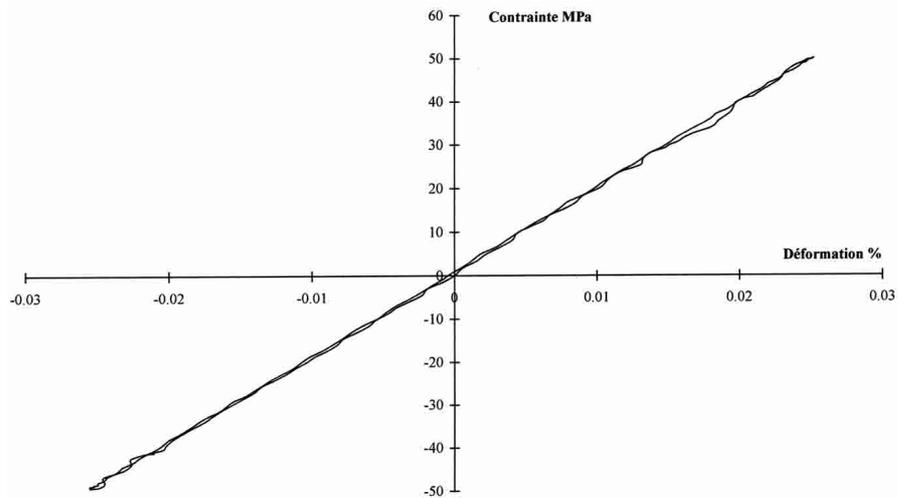


Fig. 6 – Boucle d'hystérésis dans le domaine élastique ($\sigma_a = 50$ MPa).

Fig. 6 – Hysteresis loop in the elastic range ($\sigma_a = 50$ MPa).

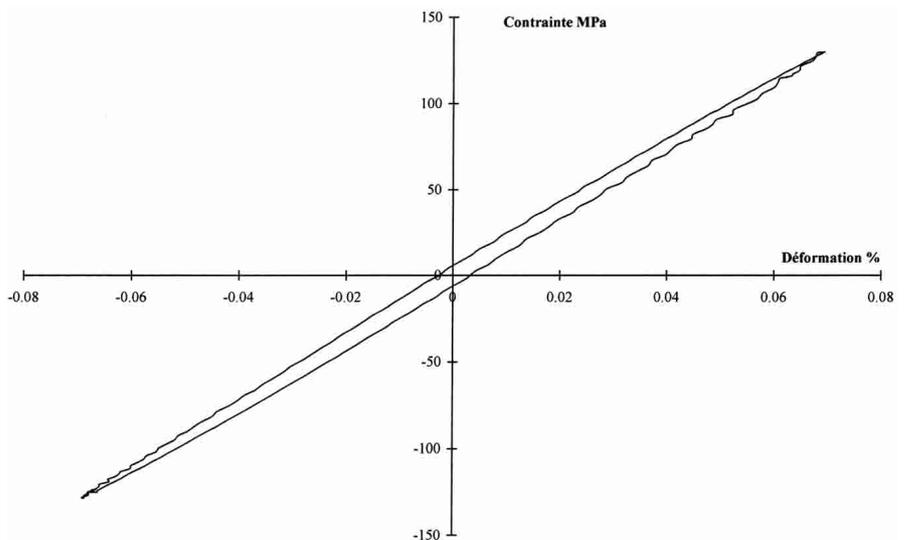


Fig. 7 – Boucle d'hystérésis d'aire non nulle dans le domaine élastique ($\sigma_a = 130$ MPa).

Fig. 7 – Hysteresis loop with a non zero area in the elastic range ($\sigma_a = 130$ MPa).

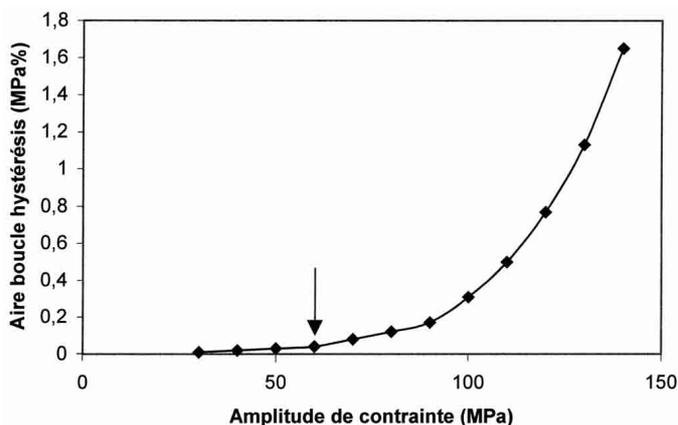


Fig. 8 – Évolution de l'aire de la boucle d'hystérésis avec l'amplitude de contrainte.

Fig. 8 – Evolution of the hysteresis loop area versus the stress amplitude.

■ OBSERVATIONS DE LA MICROSTRUCTURE EN SURFACE LORS D'ESSAIS DE FATIGUE

La microplasticité se manifeste par des bandes de glissement. Par conséquent, le seuil de microplasticité est l'amplitude de contrainte en dessous de laquelle aucune bande de glissement n'est observée, en surface d'éprouvettes sollicitées en fatigue.

Des essais de fatigue, à 85, 70, 65, 60 et 55 MPa d'amplitude de contrainte, sont réalisés sur des éprouvettes polies à 1 ou 3 μm , et les observations de la microstructure en surface sont effectuées à 2 000 000 de cycles au minimum.

Pour des amplitudes de contrainte de 85 et 70 MPa, des irrégularités sont observées au centre de l'éprouvette (fig. 9). À 65, 60 et 55 MPa d'amplitude de contrainte, la surface de l'éprouvette reste inchangée et aucune bande de glissement n'est observée.

Pour des amplitudes de contrainte de 85 et 70 MPa, des lignes de glissement sont observées au centre de l'éprouvette (fig. 10). À 65, 60 et 55 MPa d'amplitude de contrainte et à 2 000 000 de cycles, aucune ligne de glissement n'est observée, aussi bien près des mors qu'au centre de l'éprouvette.

Ces observations, à faible grossissement et à grossissement plus élevé, donnent un seuil de microplasticité compris

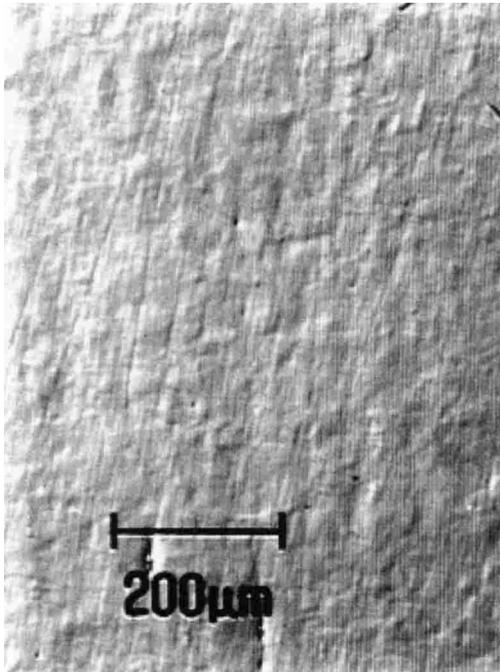


Fig. 9 – Irrégularités dans la partie centrale de l'éprouvette.
 $\sigma_a = 70 \text{ MPa}$, $N = 4\,500\,000$ cycles.

Fig. 9 – Irregularities in the central part of the specimen.
 $\sigma_a = 70 \text{ MPa}$, $N = 4\,500\,000$ cycles.

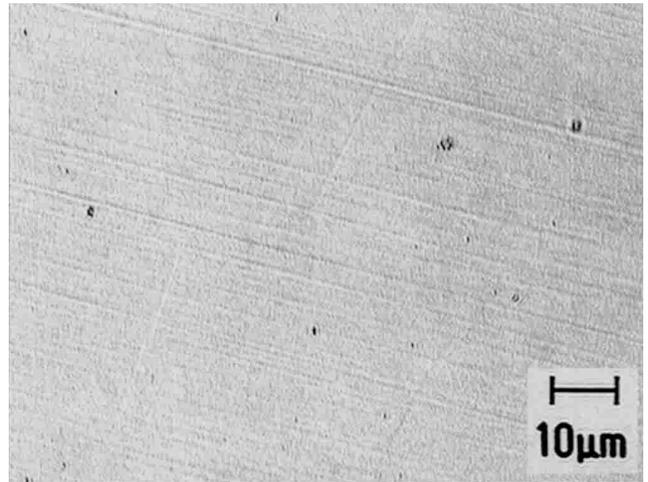


Fig. 10 – Lignes de glissement dans la partie centrale de l'éprouvette. $\sigma_a = 85 \text{ MPa}$, $N = 3\,000\,000$ cycles.

Fig. 10 – Slip lines in the middle part of the specimen.
 $\sigma_a = 85 \text{ MPa}$, $N = 3\,000\,000$ cycles.

entre 65 et 70 MPa. Ce seuil est légèrement inférieur à celui donné par des mesures d'échauffement, mais du même ordre de grandeur. Cette conclusion suppose que 2 000 000 de cycles sont suffisants pour mettre en évidence la microplasticité.

■ CONCLUSION

Les hypothèses de l'élasticité linéaire en thermomécanique prévoient :

- une baisse linéaire de la température en fonction de la déformation, en traction monotone,
- un échauffement moyen par cycle nul, en fatigue,
- une boucle d'hystérésis d'aire nulle ou négligeable, en fatigue.

Expérimentalement, dans le domaine élastique macroscopique, sont observés :

- une évolution non linéairement décroissante de la température, en traction monotone,
- une évolution en cloche ou un palier d'échauffement moyen par cycle,
- une boucle d'hystérésis d'aire non nulle, en fatigue.

Ces observations suggèrent l'existence de microplasticité. De plus, les écarts aux courbes théoriques semblent se produire ou s'accroître à partir d'une même contrainte. Cette contrainte serait le seuil de microplasticité.

Trois approches ont permis d'évaluer le seuil de microplasticité, en sollicitation alternée symétrique et dans le sens long, de l'acier 304 L :

TABEAU I : Valeurs de la limite d'élasticité classique ($R_{p0,2}$), de la limite de fatigue (σ_D) et du seuil de microplasticité (σ_{rev}) de différents aciers.

TABLE I : Values of the conventional proof stress ($R_{p0,2}$), the fatigue limite (σ_D) and the microplasticity threshold (σ_{rev}) for different steel grades.

Aciers	$R_{p0,2}$ (MPa)	σ_D (MPa)	σ_{rev} (MPa)
30 NiCrMo 16	980	520	520
Usidur 380	389	265	200
Usistamp 0,3	220	130	115
Usidur 365	405	237	70
Usidur 500	535	275	120
Usiform 55	450	232	170
AISI 304 L	318	230*	≈ 70

* limite d'endurance à 2.10^6 cycles.

- des mesures d'échauffement situent ce seuil aux alentours de 75 MPa ;
- des mesures de l'aire de la boucle d'hystérésis le placent aux environs de 60 MPa ;
- des observations de la microstructure montrent que la microplasticité apparaît, sur des éprouvettes sollicitées à 2 000 000 de cycles au minimum, entre 65 et 70 MPa d'amplitude de contrainte.

Des limites d'élasticité classiques, des limites d'endurance à 2.10^6 cycles et des seuils de microplasticité peuvent être comparés pour différents aciers (*tabl. I*).

Ces données ne permettent pas encore de mettre en évidence de relation simple. Cette relation devrait de plus dépendre des microstructures des matériaux.

Les mesures d'échauffement sont un moyen simple de mesurer la microplasticité cyclique mais ne permettent pas d'accéder à la limite d'endurance du matériau qui résulte d'une non-propagation de fissures.

■ BIBLIOGRAPHIE

- (1) GALTIER (A.) – Contribution à l'étude de l'endommagement des aciers sous sollicitations uni- et multiaxiale. Thèse de Doctorat ENSAM (mai 1993).
- (2) BELMAHJOUR (F.) – Comportement thermomécanique de matériaux métalliques sous divers trajets de chargement uniaxé. Thèse de Doctorat, Université Montpellier II (1990).
- (3) LMAÎTRE (J.), CHABOCHE (J.-L.) – *Mécanique des matériaux solides*, Dunod (1988).

André GALTIER, 38 ans, ingénieur ENSAM, Thèse de Doctorat ENSAM. Après un séjour postdoctoral aux États-Unis, entré à l'Irsid en 1994. Responsable du service Fatigue/rupture de l'Irsid puis d'Usinor R&D depuis 1999.

Pascal VAUCHERET, 26 ans, ingénieur de l'École des Mines de Douai. Après un DEA de Mécanique à l'Irsid en 1998, a travaillé sur un chantier de centrale électrique en Chine, puis dans un bureau d'ingénierie d'EDF à Pékin. Suit actuellement une formation complémentaire en électricité.