HAL open science

Propriétés mécaniques d'un acier inoxydable nanostructuré

Thierry Roland, Delphine Retraint, Ke Lu, Jian Lu

▶ **To cite this version:**

Thierry Roland, Delphine Retraint, Ke Lu, Jian Lu. Propriétés mécaniques d'un acier inoxydable nanostructuré. 17e congrès français de mécanique, Sep 2005, Troyes, France. hal-02887296

HAL Id: hal-02887296

https://utt.hal.science/hal-02887296v1

Submitted on 26 Apr 2023

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Distributed under a Creative Commons Attribution 4.0 International License

Propriétés mécaniques d'un acier inoxydable nanostructuré

T. Roland[1], D. Retraint[1], K. Lu[2], J. Lu[1]

[1]LASMIS, Université de Technologie de Troyes, 10000, Troyes, France
[2]Institut de recherche en métallurgie, Shenyang, Académie des Sciences de Chine, 110015 Shenyang, Chine

Résumé :

Au moyen d'un traitement de nanocristallisation superficielle (NCS) récemment développé, une couche composée de grains nanométriques peut être formée à la surface d'un matériau métallique massif. En accord avec la relation de Hall-Petch, cette couche nanostructurée a une forte résistance qui contribue à l'augmentation de l'ensemble des propriétés mécaniques du matériau nanostructuré.

Abstract :

Dans le présent article, les propriétés mécaniques d'un acier inoxydable nanostructuré à l'aide d'une technique d'attrition mécanique ont été étudiées. Elles montrent qu'avec une taille de grains très petite, de l'ordre de 10 nm en surface, l'acier inoxydable 316L nanostructuré possède une très forte résistance mécanique combinée à une bonne ductilité. Ainsi des applications structurales prometteuses pourraient être envisagées avec un tel matériau. Dans le même temps, la stabilité thermique de ce matériau nanostructuré a été étudiée pour une gamme de température allant de 100 à 800^{0}C. Elle semble démontrer que la structure à l'échelle nanométrique est conservée jusqu'à une température d'au moins 500^{0}C et même qu'un traitement contrôlé de recuit peut mener à la fois à l'augmentation de la résistance mais aussi de la ductilité du matériau étudié. Toutes ces propriétés ont été obtenues au travers de tests de traction, de mesures de dureté par nanoindentation, d'expériences de diffraction des rayons X ainsi que d'observations de microscopie à transmission.

Mots clefs :

Nanostructures; Résistance Mécanique; Ductilité.

1 Introduction

Du fait de son excellente résistance à la corrosion dans bon nombre d'environnements et de sa biocompatibilité l'acier inoxydable de type 316L est utilisé dans de nombreux secteurs industriels tels que la chimie, la pétrochimie, le nucléaire et l'industrie alimentaire [1]. Toutefois, il est reconnu que les propriétés mécaniques de ces aciers inoxydables ne peuvent être modifiées que par l'intermédiaire de mécanismes de déformation induisant un phénomène d'écrouissage ce qui s'accompagne souvent d'une perte de leur bonne ductilité naturelle. En regard de ceci, il est évident qu'un fort affinement de la taille de grains de ces matériaux peut mener à des caractéristiques de résistance supplémentaire du fait de la loi de Hall-Pecth [2]. Ainsi, le procédé de NanoCristallisation Superficielle (NCS-SMAT) [3] tout récemment développé, faisant intervenir un traitement d'attrition mécanique apparaît comme un moyen efficace pour générer une structure de taille nanométrique (taille de grain inférieure à 100 nm) en surface de ce matériau. A ce jour, ce traitement a été appliqué avec succès sur de nombreux matériaux, que ce soit sur des métaux purs ou bien des alliages. Les mécanismes de génération de ces nanostructures ont été investigués en détail [4,5,6,7,8]. Toutefois peu d'informations sont disponibles sur les propriétés mécaniques de ces matériaux nanostructurés et plus particulièrement sur leurs performances en traction.

Au cours de ces 10 dernières années, d'autres techniques ont été développées pour former des matériaux nanocristallins massifs tels que la consolidation de poudres ultrafines [9], la cristallisation de précurseurs amorphes [10], la technique d'électrodéposition [11] et de déformation plastique sévère [12]. Toutefois, pour la plupart de ces techniques, il reste difficile de produire des échantillons sans porosité, ni contamination et là encore, les données sur les propriétés mécaniques de ces nanomatériaux sont quasi inexistantes. Seules les techniques de déformation plastique sévère telles que HPT (High Pressure Torsion) et ECAP (Equal Channel Angular Pressing) [13, 14] qui permettent respectivement la formation de matériaux massifs nanocristallins et submicrocristallins ainsi que la technique d'électrodéposition ont permis d'observer les propriétés exceptionnelles des nanomatériaux telle qu'une superplasticité à température ambiante ou à basse température [15, 16] (provoqué par le glissement et la rotation des grains nanométriques au cours de la déformation) ainsi que des caractéristiques mécaniques très élevées comparées aux matériaux à taille de grains micrométriques [17, 18]. Du fait qu'il est difficile, voire impossible, de fabriquer de larges structures nanocristallines avec ces types de techniques et du fait que, classiquement, les ruptures se font en surface des matériaux, plusieurs techniques alternatives ont été développées pour former des nanostructures en surface des matériaux et ainsi renforcer leurs comportements mécaniques. Parmi ces techniques, nous pouvons citer la technique de nanocristallisation superficielle encore appelée NCS-SMAT. Dans le présent travail, à l'aide de cette technique, une couche superficielle nanostructurée a été obtenue sur un acier inoxydable 316L ce qui a permis de renforcer ses caractéristiques mécaniques de façon importante tout en lui conservant une ductilité raisonnable pour des applications industrielles. Aussi, un traitement de recuit a permis d'optimiser ces caractéristiques lui conférant ainsi des performances équivalentes à certains alliages de titane.

2 Procédure expérimentale

Le matériau étudié ici est un acier inoxydable 316L de composition chimique suivante : (% masse) 0.019C, 17.07Cr, 11.95Ni, 2.04Mo, 1.68Mn, 0.35Si, 0.04Cu et 0.07S et dont la taille de grain initiale est comprise entre 10 et 50µm. Pour les études des caractéristiques mécaniques, des éprouvettes de traction de section égale à 5x1mm² et 5x0.5mm² ont été utilisées. Pour permettre la nanocristallisation surfacique de ces échantillons, le procédé connu sous le nom de SMAT a été utilisé [3]. Un temps de traitement de l'ordre de 15min. a été choisi et des billes de 3 mm de diamètre parfaitement sphériques ont été employées. Les essais de traction sur les échantillons bruts de traitement et après recuit ont été réalisés à température ambiante sur une machine de traction de type INSTRON 4484 et avec l'utilisation d'un extensomètre de la même marque. La microstructure des matériaux à surface nanostructurée a été observée à l'aide d'un microscope électronique à balayage après une attaque électrolytique sous une tension de 2V dans un mélange d'acide nitrique (50%) et d'acide chlorhydrique (50%). Pour démontrer la présence de nanostructures, des observations au microscope électronique à transmission ont été réalisées antérieurement [8]. Les microduretés ont été évaluées à l'aide d'un nanoindenteur.

3 Résultats expérimentaux et discussions

3.1 Microstructure

La microstructure de cet acier inoxydable après avoir été soumis au traitement de SMAT a été caractérisée par microscopie électronique à transmission. Cette étude [8] a révélé la présence d'une nanostructure avec une taille de grain de l'ordre de 10nm sur une épaisseur d'environ 10µm à partir de la surface. Ensuite, les dimensions des grains grossissent progressivement au cours d'une couche de transition, épaisse d'environ 90µm, jusqu'à atteindre une taille de grain classique. La figure 1 montre en vue transverse la microstructure obtenue après un traitement de SMAT. De nombreuses bandes de glissements y sont clairement mises en évidence et semblent indiquer la présence de déformations plastiques importantes. Pour cette condition de traitement, les trois systèmes de déformation, (111) et équivalents, ont été activés au sein de plusieurs grains. Les impacts multidirectionnels subis par le matériau au cours du traitement de SMAT sont l'explication de la mise en activation de l'ensemble de ces systèmes de glissement. Aussi, ces bandes glissements sont très importantes car elles sont entre autres à l'initiative de la génération de la nanostructure de surface [8].

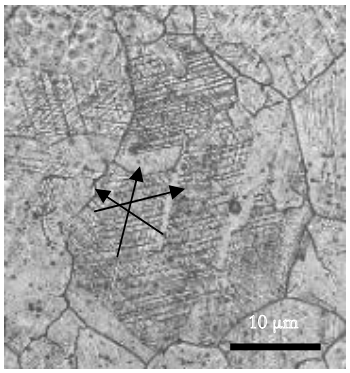

Fig.1. Micrographie optique après SMAT : présence des trois systèmes de glissement dans un grain austénitique (γ)

3.2 Microdureté

La figure 2 montre les microduretés de l'acier inoxydable à surface nanostructurée en fonction de la profondeur pour deux conditions différentes de traitement. La différence entre ces conditions est la puissance utilisée, une première expérience a été réalisée avec une puissance de 50% et une seconde à 100% (la puissance ici correspond à l'amplitude de vibration de la sonotrode, pour plus détails, se référer à [3]). Chaque valeur de microdureté correspond à la moyenne d'au moins 10 mesures. L'écart entre les différentes mesures est représenté sur la figure à l'aide de barres d'incertitude et n'excède pas 5%. La microdureté reste constante avec une valeur très importante sur une épaisseur plus large par rapport à la surface dans le cas où une puissance de 100% a été utilise. Ceci suggère que la couche nanostructurée est aussi plus épaisse dans ce cas, nous verrons alors que les propriétés de traction sont elles aussi nettement améliorées.

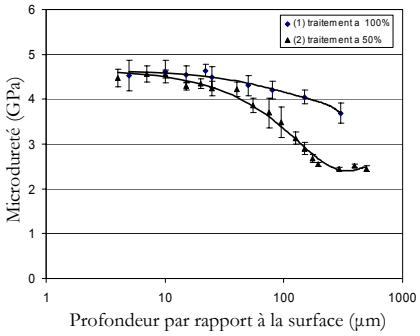

Fig. 2. Microdureté sur la section d'une éprouvette de traction traitée par SMAT sous deux conditions

En considérant la relation de Hall-Petch reliant la dureté à la taille de grain a travers l'équation suivante : $Hv = Ho + Kh/\sqrt{D}$, où Ho et Kh sont des constantes, il est confirmé que la taille de grain est très fine en surface. Aussi, en admettant l'équation empirique reliant cette dureté à la limite d'élasticité du matériau, soit $Hv = 3 \times \sigma y$, ce qui revient à écrire que $\sigma y = \sigma o + Ky/\sqrt{D}$ où σo et Ky sont d'autres constantes, les propriétés de surface du matériau doivent être très performantes et par conséquent permettre la modification de l'ensemble des caractéristiques de l'acier inoxydable ainsi obtenu (voir paragraphe 3.3). Pour vérifier la validité de ces équations, un modèle permettant le calcul des valeurs des caractéristiques mécaniques de surface a été créé. Pour cela nous avons supposé que la surface de l'échantillon (les 150 premiers µm) est composée de deux couches, une couche de surface nanostructurée et une couche de transition au cours de laquelle la taille des grains évolue graduellement. A partir des données de microdureté, l'évolution de la taille de grain en fonction de la profondeur a pu être obtenue et ensuite les différentes limites d'élasticité ont pu être calculées. Le tableau 1 résume les principaux résultats obtenus pour les caractéristiques de résistance des couches.

Limite d'élasticité (MPa)	*Epaisseur de couche*	
1800-1400	*0-30µm*	→ *Domaine nanométrique*
1400-400	*30-150µm*	→ *Domaine submicrométrique*

Table 1. Valeurs estimées des caractéristiques mécaniques des couches surfaciques obtenues après SMAT.

Il est a noter que le rôle important joué par les grains de faibles tailles pour l'amélioration des propriétés d'un matériau massif a aussi été révélé par ailleurs pour d'autre type de matériaux [19]. Il s'avère que jusqu'à présent les nanostructures formées par la technique du SMAT sur d'autres matériaux suivent de façon assez précise la relation de Hall-Petch. Il était donc ici fondé d'envisager cette relation pour calculer de manière indirecte les caractéristiques mécaniques de surface de l'acier inoxydable nanostructuré. Aussi ces valeurs ont été récemment retrouvées de manière expérimentale sur un échantillon très fin prélevé en surface d'une éprouvette de traction traitée par SMAT dans les mêmes conditions.

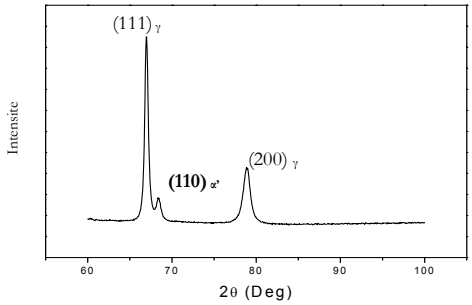

Fig. 3. Diffractogramme de la surface du 316L nanostructurée

Les valeurs de microduretés plutôt très importantes ici sont aussi dues à la présence en surface de l'acier traité d'une phase dure, la martensite. De fait, des mesures en diffraction des rayons X ont révélé la présence d'une phase martensitique en surface de l'acier inoxydable 316L nanostructuré. La figure 3 montre le diffractogramme obtenu lors d'une mesure de DRX effectuée à la surface du matériau nanostructuré. Pour ceci une radiation Cr Kalpha avec une tension de 30kV et un courant de 40mA ont été utilisés. Des pics provenant du système cubique centré y apparaissent nettement. Cette phase inexistante dans le matériau de base est créée au cours du traitement via les déformations subies par le matériau. Il est tout à fait intéressant d'observer que ce type de phase se développe par le traitement SMAT sur un acier inoxydable 316L. D'une façon générale, cet acier, très stable de par la présence du molybdène ne développe pas la formation de martensite. Par exemple, un laminage à froid a montré que ce matériau restait avec sa structure austénitique de départ alors qu'un acier inoxydable de type 304L, moins stable, subissait une transformation martensitique [20]. Il semblerait que le molybdène qui augmente la résistance à la précipitation de carbures ou de nitrures soit la cause de cette différence de comportement entre ces deux aciers inoxydables. Par des polissages électrolytiques successifs, des couches ont été supprimées de la surface du matériau après SMAT et analysées en DRX. Il a ainsi été montré que la phase dure martensitique est présente jusqu'à une profondeur d'environ 150µm par rapport à la surface.

3.3 Propriétés de traction à température ambiante

Pour caractériser les propriétés mécaniques des échantillons après avoir été nanostructurés en surface, des essais de traction ont été réalisés à température ambiante sur des éprouvettes de 5 mm de largeur et de 0.5 mm d'épaisseur. La figure 4 montre les résultats obtenus pour une vitesse de déformation de 2mm.min^{-1}. Au moins cinq essais ont été réalisés pour chaque courbe de façon à obtenir une moyenne exploitable. Pour ces essais, les éprouvettes on été traitées pendant différents temps soit pendant 5, 15 ou 30 minutes. Plus le temps de traitement est important et plus la résistance de l'acier inoxydable nanostructuré l'est aussi, ceci peut s'expliquer par le fait qu'avec une augmentation du temps de traitement la couche nanostructurée est de plus en plus épaisse. On peut relier ce phénomène aux mesures de duretés effectuées précédemment. Il semblerait toutefois qu'à partir d'un certain seuil, le matériau sature et que les modifications structurales se font de plus en plus difficilement. Toutefois, avec un temps de traitement de

30 minutes, la limite d'élasticité devient égale à 725 MPa c'est-à-dire qu'elle a subi une augmentation de 141% par rapport à la limite d'élasticité du matériau de base. Dans ce cas, la ductilité reste elle aussi très bonne (13-18% sur 5 essais) ce qui peut laisser prévoir des applications structurales intéressantes pour ce type de matériau.

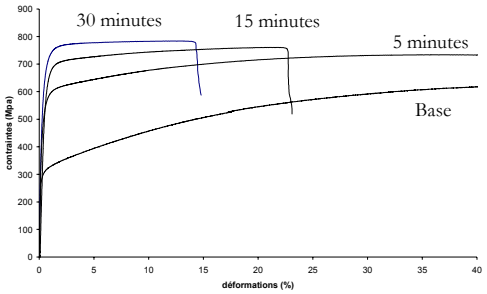

Fig. 4. Propriétés du matériau après nanostructuration superficielle.

3.4 Stabilité thermique

La stabilité thermique des échantillons d'acier inoxydable 316L nanostructuré par le procédé SMAT a été étudiée en mesurant l'évolution de leur propriété mécanique après plusieurs recuits effectués à différentes températures. Tous les échantillons de traction, après avoir subi un traitement de nanostructuration superficielle (SMAT), ont été recuits pendant au moins 10 minutes à des températures allant de 100 à 800^{0}C. La figure 5 montre les contraintes à rupture, les limites d'élasticité ainsi que les allongements à rupture obtenus après les différents recuits. Il est intéressant de noter que ces caractéristiques restent « stables » jusqu'à une température importante de l'ordre de 600^{0}C. La nanostructure semble être maintenue jusqu'à au moins 600^{0}C.

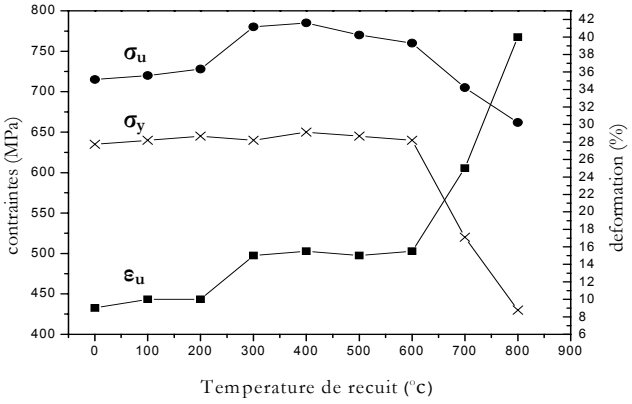

Fig. 5. Evolution des propriétés mécaniques de l'acier 316L traité par SMAT en fonction de la température de recuit

Aussi, un comportement anormal de la résistance mécanique ainsi que de la ductilité peut être observé à partir de 300^{0}C et jusqu'à 600^{0}C. Ces deux caractéristiques augmentent de façon notable et atteignent des valeurs optimales, attribuant au matériau une résistance mécanique et une ductilité supérieures par rapport à son état après nanocristallisation superficielle seule. Ces optima peuvent refléter des caractéristiques de la nanostructure elles aussi très intéressantes. A l'origine de ce phénomène pourrait être associée une restauration. A partir de 300^{0}C, les contraintes internes très importantes (en surface) après le traitement de SMAT sont relaxées et les défauts viennent se mettre au joint de grains conférant ainsi au matériau nanostructuré étudié une meilleure ductilité et une résistance plus importante. Des résultats similaires ont été observés sur des matériaux à grains fin obtenus par la méthode de Valiev (ECAP-HPT) [21,22]. Ensuite, après une diminution significative des contraintes internes, soit à partir de 600^{0}C, un grossissement des grains à lieu et les performances mécaniques chutent de façon notable. Comme le montre

le tableau 2, la taille moyenne des grains de surface obtenue par diffraction des rayons X (méthode de Gauss et de Cauchy) est toujours très nettement dans le domaine nanométrique pour un échantillon nanostructuré puis recuit à 400^{0}C alors que les microdéformations sont elles nulles. Ceci suggère l'apparition d'une restauration et confirme les résultats observés.

Phase	Taille moyenne des grains	Microdéformations (%)
Austénitique	12.3 nm +/-3nm	0
Martensitique	8.1 nm +/-4nm	0

Table 2. Mesures de diffraction de RX obtenues sur un échantillon nanostructuré puis recuit à 400^{0}C.

4 Conclusions

1- le procédé de génération de nanostructures (SMAT) peut grandement affiner la microstructure de surface d'un acier inoxydable 316L jusqu'à une taille nanométrique. Bien que de faible épaisseur cette couche nanostructurée, de part son excellente résistance mécanique (1500 MPa), améliore l'ensemble des performances de l'acier inoxydable. La dureté atteint alors jusqu'à Hv 4.5GPa sur une profondeur de l'ordre de 40 µm par rapport à la surface. La relation de Hall-Petch est vérifiée par les résultats expérimentaux.

2- la combinaison du traitement SMAT suivi par un bref recuit, dans une tranche de température de 300 à 600^{0}C, permet d'améliorer encore les performances de cet acier nanostructuré. A ceci il faut ajouter que la ductilité est elle aussi alors améliorée, ce qui laisse entrevoir la possibilité d'associer au SMAT un traitement thermique pour constituer un matériau apte à de futures applications industrielles et dans le cas de l'acier inoxydable pour des applications dans le biomédical. Ce phénomène est certainement lié à une restauration qui permet de réduire les contraintes internes de manière importante.

3- la stabilité thermique de la nanostructure est plutôt grande comparée à d'autres nanostructures obtenues via d'autres procédés.

Références

[1] P. Lacombe, B. Baroux, G. Beranger, les aciers inoxydables, les editions de physiques, les Ulis cedex A, France, 1990, p. 663.

[2] H. Gleiter, Prog. Mater. Sci. 33 (1988) 223.

[3] K. Lu, J. Lu, Mater. Sci. Technol. 15 (1999) 193.

[4] X. Wu, N. Tao, Y. Hong, B. Xu, J. Lu, K. Lu, Acta Mater. 50 (2002) 2075.

[5] N. Tao, ZB. Wang, WP. Tong, ML. Sui, J. Lu, K. Lu, Acta Mater. 50 (2002) 4603.

[6] N. Tao, ML. Sui, J. Lu, K. Lu, Nanostruct. Mater. 11 (1999) 433.

[7] HW. Zhang, ZK. Hei, G. Lui, J. Lu, K. Lu, Acta Mater. 51 (2003) 1871.

[8] G. Lui, J. Lu, K. Lu, Mater. Sci. Eng. A 286 (2000) 91.

[9] R. Birringer, H. Gleiter, HP. Klein, P. Marquardt, Phys. Lett. A 102 (1984) 365.

[10] K. Lu, JT. Wang, WD. Wei, J. Appl. Phys. 69 (1991) 522.

[11] U. Erb, AM. El-Sherik, G. Palumbo, KT. Aust, Nanostruct. Mater. 2 (1993) 383.

[12] RZ. Valiev, AV. Kornikov, RR. Mulyukov. Mater. Sci. Eng. A 168 (1993) 141.

[13] RZ. Valiev, RK. Islamgaliev, IV. Alexandrov, Prog. Mater. Sci. 45 (2000) 103.

[14] M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto, TG. Langdon, J. Mater. Sci. 36 (2001) 2835.

[15] L. Lu, ML. Sui, K. Lu, Science 287 (2000) 1463.

[16] RK. Islamgaliev, NF. Yunusova, RZ. Valiev, NK. Tsenev, VN. Perevezentsev, TG. Langdon, Scripta Mater. 49 (2003) 467.

[17] RZ. Valiev, Mater. Sci. Eng. A 234 (1997) 59.

[18] AV. Sergueeva, VV. Stolyarov, RZ. Valiev, AK. Mukherjee, Scripta Mater. 45 (2001) 747.

[19] RK Islamgaliev, NF Yunusova, IN Sabirov, AV Sergueeva, RZ Valiev, Mater. Sci. Eng. A319 (2001) 877.

[20] V. Kain, K. Chandra, KN. Adhe, PK. De, J. Nucl. Mater. 334 (2004) 115.