

Comportement mécanique d'une structure multicouche obtenue par co-laminage de tôles nanostructurées par SMAT

L. Waltz^{a,*}, D. Retraint^{a,**}, A. Roos^a, P. Olier^b & J. Lu^c

^a Institut Charles Delaunay, FRE CNRS 2848, LASMIS, Université de Technologie de Troyes, 10000 Troyes, France

^b DRT/LITEN/DTNM/LTMEX, Commissariat à l'Energie Atomique de Saclay, 91191 Gif-sur-Yvette, France

^c Department of Mechanical Engineering, the Hong Kong Polytechnic University, Hung Hom, Kowloon, Hong Kong

*laurent.waltz@utt.fr, **delphine.retraint@utt.fr

Résumé :

Le but de cette étude consiste au développement de structures multicouches à hautes caractéristiques mécaniques obtenues par co-laminage de tôles en acier inoxydable 316L préalablement nanostructurées à travers le procédé SMAT (Surface Mechanical Attrition Treatment), puis à la modélisation par éléments finis de ces structures composites. Afin de quantifier l'influence de certains paramètres expérimentaux et d'évaluer la réponse mécanique des structures nanostructurées et co-laminées, un certain nombre d'essais ont été menés. Des mesures de dureté Vickers et de rugosité nous ont permis de caractériser la surface des matériaux traités. De plus, pour pouvoir suivre l'évolution de la microdureté des échantillons et pour pouvoir évaluer la taille de grains, des essais de nanoindentation ont été réalisés sur une section transverse des échantillons. Des essais de traction combinés aux mesures de dureté et microdureté ont permis de remonter aux caractéristiques mécaniques des différentes sous-couches et ainsi de simuler le comportement de la structure multicouche obtenue.

Abstract :

The aim of the present work is to produce a nanostructured multilayer composite structure with enhanced mechanical properties by assembling 316L surface nanostructured stainless steel plates using the co-rolling process. First, the SMA-treatment is used to generate nanocrystalline layers at the surface of the elementary plates so that their mechanical properties are improved. They are then assembled through co-rolling. A finite element model of a composite structure has been developed. Furthermore, in order to quantify the influence of different experimental parameters and the mechanical response of the structure, experimental tests were carried out. Accordingly to this, Vickers hardness and roughness measurements have been performed. To follow the evolution of the microhardness through the thickness direction of the samples, and consequently the evolution of the average grain size, nanoindentation experiments were carried out. In parallel, tensile tests were performed to show the correlation between the microstructure evolution and the global mechanical response of the specimen.

Mots-clefs :

Nanocrystallisation ; co-laminage ; composite ; modélisation

1 Introduction

L'acier inoxydable 316 L est un matériau couramment utilisé dans de nombreux secteurs industriels. L'utilisation massive de ce matériau peut essentiellement s'expliquer par sa très bonne tenue à la corrosion. Toutefois, du fait de sa faible résistance mécanique, l'utilisation de ce matériau reste cantonnée à des applications exploitant ses caractéristiques anticorrosives ou de mise en forme.

Lors de cette dernière décennie, un certain nombre de travaux de recherche portant sur de nouveaux procédés permettant la nanocristallisation de matériaux ont vu le jour. C'est dans ce contexte que Tao *et al* (1999), Roland *et al* (2004), Roland *et al* (2005), Chen *et al* (2005) Roland *et al* (2007) and Lu *et al* (2005) ont montré que le procédé SMAT (Surface Mechanical Attrition Treatment) entraîne, à travers une forte déformation plastique à haute vitesse de déformation, un raffinement considérable de la taille des grains : celle-ci peut en effet atteindre quelques dizaines de nanomètres à l'extrême surface du matériau ainsi traité. D'un point de vue mécanique, il a également été montré qu'après traitement par SMAT, la résistance mécanique est considérablement augmentée, ainsi que la dureté en surface. Ceci a été mis en évidence sur de l'acier inoxydable 316 L par Roland *et al* (2005) et Chen *et al* (2005), études dans lesquelles des éprouvettes de traction d'épaisseur 1mm ont été traitées par SMAT pendant 15 minutes sur chaque face avec des billes de diamètre 3mm. Il a été montré que la limite d'élasticité, initialement de 280 MPa pour le matériau de base, passe à 525 MPa après traitement (augmentation de 90%), et que la microdureté atteint approximativement 4,5 GPa en extrême surface du matériau (augmentation de 125% par rapport au métal non traité).

Dans ce travail, le procédé de traitement de nanocristallisation superficielle SMAT associé au procédé de co-laminage est présenté. Cette association va permettre d'obtenir des structures massives à haute limite d'élasticité et haute résistance mécanique tout en conservant un allongement à la rupture acceptable. Pour caractériser le nouveau matériau composite ainsi obtenu, un certain nombre d'investigations ont été menées sur les tôles de base ayant été soumises au traitement SMAT, ainsi que sur le co-laminé lui-même. De ce fait, une caractérisation de surface des éprouvettes effectuée en parallèle d'une analyse de dureté locale sera présentée. De plus, une corrélation entre résultats numériques et résultats des essais de traction sera exposée.

2 Procédures expérimentales

La technique utilisée pour la génération de nanostructures superficielles est le SMAT. Les échantillons traités sont des tôles en acier inoxydable 316L de dimensions 120x120x1mm³. La composition chimique est donnée dans le tableau 1.

Eléments	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	N	Cu	B	Co
Masse %	0.025	0.38	1.33	0.027	0.002	16.70	2.09	10.20	0.030	0.40	0.0006	0.07

TAB. 1- Composition chimique de l'acier inoxydable 316L.

Dans son état brut de laminage, l'acier inoxydable 316L présente une structure austénitique et une taille de grains se situant entre 10µm et 50µm. Il a été montré par Roland *et al* (2004) qu'après SMAT pendant 30 minutes avec des billes de 3mm de diamètre et une amplitude de vibration moyenne (25µm), la taille de grains relevée par microscopie électronique à transmission (MET) se situe entre 20 à 50 nm en extrême surface. L'épaisseur de cette couche nanocristalline est approximativement de 30µm.

Les éprouvettes ont été traitées par SMAT avec deux tailles différentes de billes (2mm et 3mm). Le co-laminage a été réalisé sur un laminoir STANAT quarto réversible semi-industriel au Laboratoire des Technologies et Milieux Extrêmes (LTMEX) du Commissariat à l'Energie Atomique de Saclay (CEA). Ce laminoir étant limité à un effort maximal de 3500 kN, et pour favoriser l'adhésion entre les différentes faces du composite, nous avons décidé de mener le laminage à haute température. Ainsi, afin de quantifier l'influence de la température, des cycles de co-laminages à 500°C (essai test), 550°C et à 650°C ont été réalisés. L'influence du taux de réduction imposé et du nombre de passes pour atteindre ce même taux de réduction a également été prise en compte.

Des mesures de dureté Vickers ont été réalisées directement sur la surface des éprouvettes traitées par SMAT à l'aide d'une machine de dureté Mitutoyo. Une charge de 3 kg a été imposée pendant un temps de 15s. Une dureté moyenne a été calculée à partir de six mesures par échantillon.

D'après les études de Tao *et al* (1999), Roland *et al* (2005) et Chen *et al* (2005), les tôles ayant été soumises à un traitement de nanocristallisation superficielle se présentent comme un matériau sandwich composé de plusieurs sous-couches caractérisées chacune par une taille de grains moyenne et un comportement mécanique particulier. Afin de caractériser ces différentes couches, des mesures de dureté locale ont été réalisées sur la coupe transversale d'un certain nombre d'éprouvettes nanostructurées et sur une éprouvette co-laminée. Ces mesures ont été effectuées à l'aide d'un Nano Indenter XPTM doté d'une pointe Berkovich en diamant. La profondeur d'indentation a été fixée à 300nm.

Une machine à mesurer tridimensionnelle LH54 WENZEL nous a permis de suivre l'évolution de l'épaisseur des éprouvettes sandwichs co-laminés. Le palpéage des différentes éprouvettes a été programmé de telle manière qu'il réalise un quadrillage de 13x7 points par face.

Un élément important pour une bonne adhésion des tôles lors du co-laminage est l'état de surface des plaques traitées. Des mesures de rugosité ont donc été effectuées à l'aide d'un rugosimètre Surtronic 3+ de Taylor Hobson (longueur de palpéage de 4,2mm, longueur de cut-off de 0,8mm et rayure de la pointe de 5µm).

3 Résultats

3.1 Caractérisation de l'état de surface des échantillons nanostructurés

La rugosité arithmétique R_a , de l'ordre de 0,30µm pour l'état brut, augmente à une valeur d'environ 0,70µm pour les échantillons traités, quelque soit le diamètre des billes et le temps de traitement utilisés. Cette relativement faible augmentation de rugosité engendrée par ce traitement a très certainement un effet bénéfique sur les opérations de co-laminage, car comme nous l'avons souligné plus haut, une rugosité plus élevée engendre une adhérence plus importante aux interfaces lors du procédé ce qui permettra une meilleure soudure entre les différentes plaques lors du co-laminage.

Alors que la dureté moyenne à l'état brut est de 170 Hv3, la dureté des éprouvettes SMATées pendant 30 min. est d'environ 320 Hv3 (indifféremment de la taille de bille). Cette différence de dureté peut s'expliquer par un écrouissage superficiel très important induit par le traitement SMAT ainsi que par la génération de contraintes résiduelles de compression comme le montre Roland *et al* (2004). Par ailleurs, comme évoqué par Roland *et al* (2007), le temps de traitement joue un rôle considérable sur la dureté superficielle finale des échantillons SMATés, dureté d'autant plus importante que le temps de traitement est grand.

3.2 Mesure tridimensionnelle

La figure 1 présente les résultats obtenus pour des mesures réalisées sur la machine à mesure tridimensionnelle de trois structures composites co-laminés à 550°C. Ces dernières se différencient par le nombre de passes opérées lors du laminage et par le taux de réduction global imposé. On peut remarquer en analysant ces différents graphiques, que le nombre de passes effectués pour atteindre un taux de réduction fixé joue un rôle primordial sur l'allure finale du co-laminé. En effet, les figures 2a et 2c montrent que le fait d'augmenter le nombre de passes pour un taux de réduction similaire influe considérablement sur la planéité de la structure sandwich obtenue. Ainsi, le fait de faire trois passes à la place d'une seule permet d'obtenir en sortie du laminoir une pièce quasiment plane. Contrairement à cela, la pièce ayant subi une

seule passe présente une forte courbure suivant le sens long d'environ 4mm pour une longueur palpée de 140mm, et une courbure plus faible suivant son sens travers, de 0,8mm pour une largeur de 70mm.

De plus, la figure 2b montre que le nombre de passes à lui seul ne permet pas d'expliquer une planéité plus faible obtenue pour un co-laminage à trois passes, mais qu'il faut plutôt considérer le couple 'taux de réduction, nombre de passes'.

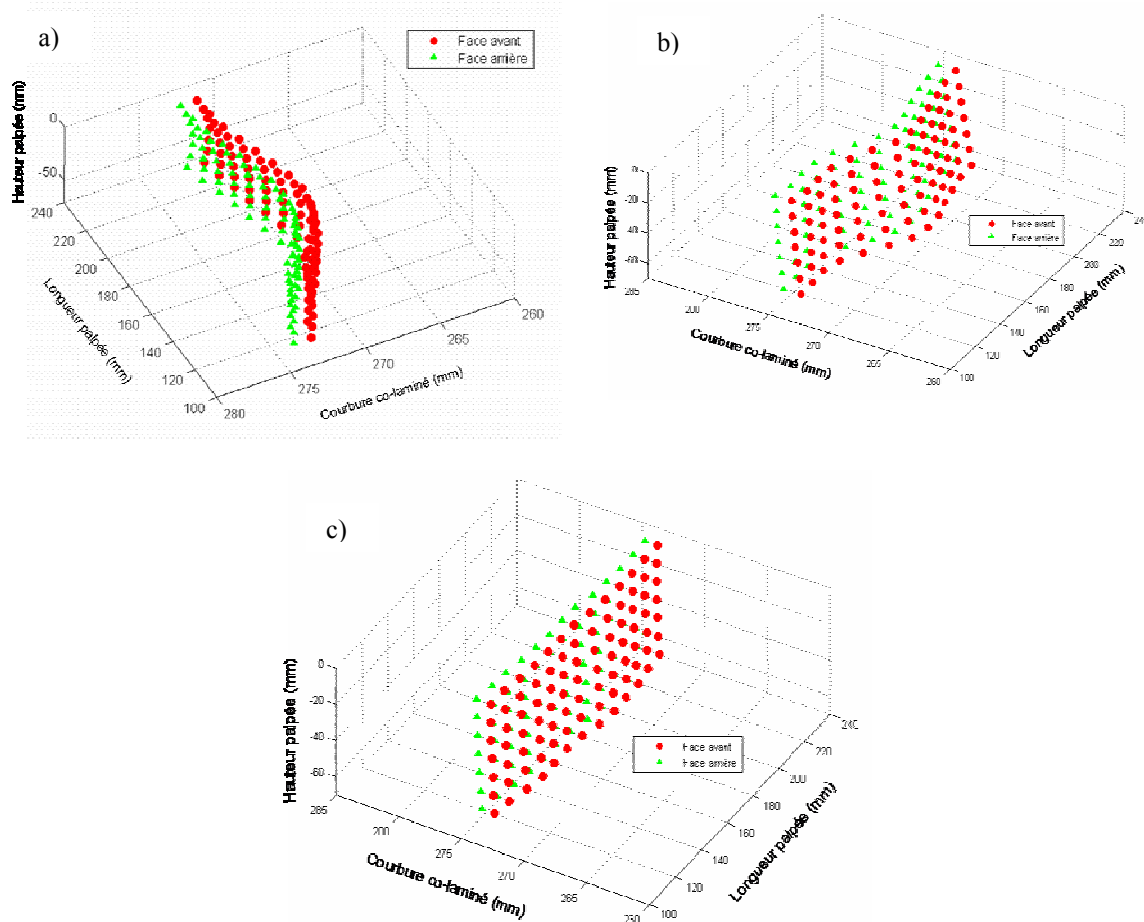


FIG. 1- a) Structure composite obtenue pour un co-laminage en une passe à 550°C pour un taux de réduction de 63% ; b) Structure composite obtenue pour un co-laminage en deux passes à 550°C pour un taux de réduction global de 54% (25% par passe environ) ; c) Structure composite obtenue pour un co-laminage en trois passes à 550°C pour un taux de réduction global de 68% (23% par passe environ).

3.3 Mesure de dureté locale par nanoindentation

Les mesures de nanoindentation présentées sur les graphiques de la figure 4 ont été effectuées d'une part sur la section transversale d'une éprouvette traitée avec des billes de diamètre 2mm pendant 30minutes, sur une éprouvette traitée avec des billes de diamètre 3mm pendant 30minutes, et sur un multicouche obtenu par co-laminage à 550°C de trois tôles traitées avec des billes de diamètre 3mm pendant 30 minutes. Cette figure montre que quelle que soit la taille des billes utilisées, le traitement de nanocristallisation entraîne une nette augmentation de la dureté locale du matériau, dureté d'autant plus élevée que le point d'analyse est proche du bord traité. Une décroissance relativement lente de la dureté est à noter au fur et à mesure que la

distance par rapport à la surface traitée augmente. Cette évolution est assez similaire entre les deux conditions de traitement étudiées. Une valeur maximale de 5,70 GPa est observée en extrême surface, valeur nettement supérieure à celle que l'on peut trouver dans la littérature (Roland *et al* (2005), Roland *et al* (2007) et Lu *et al* (2005)). Cette augmentation de dureté induite par le procédé SMAT peut être partiellement expliquée par la réduction de la taille des grains qui passe du domaine micrométrique au domaine nanométrique dans les couches superficielles. Ainsi, ce phénomène, en accord avec la loi de Hall-Petch, combiné aux processus d'écrouissage en sous-couches peut expliquer l'augmentation et l'évolution de la dureté locale suivant la section des matériaux traités. Par ailleurs, un élément supplémentaire pour l'acier inoxydable 316L et rapporté par Roland *et al* (2004) and Roland *et al* (2007) est la transformation martensitique qui s'instaure lors du SMAT. Ainsi, une part non négligeable de cette augmentation de dureté peut être associée à la présence d'une phase martensitique.

Le graphique 6b met en évidence que le co-laminage influence considérablement le profil de dureté du multicouche obtenu. En effet, la dureté oscille autour d'une valeur moyenne de 4,5 GPa sur toute la section transversale du co-laminé. Des investigations en microscopie électronique à transmission sont en cours afin de comprendre ce phénomène.

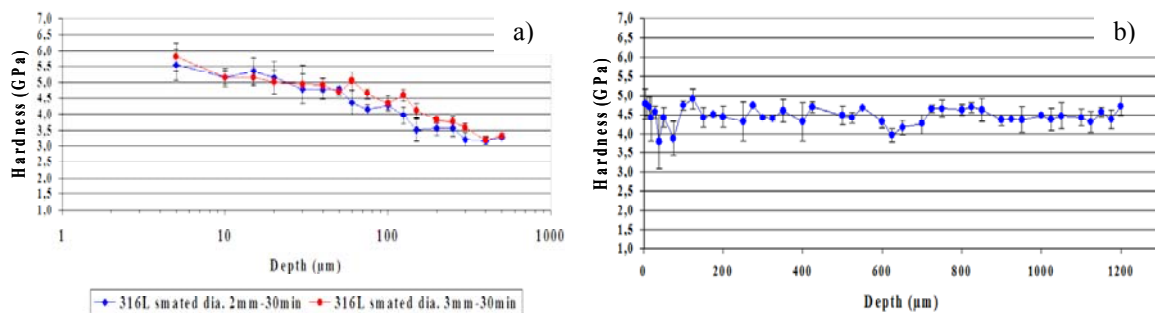


FIG. 3- a) Comparaison des résultats de mesures de dureté par nanoindentation réalisées sur des échantillons grenailés avec des billes de diamètre 2 et 3mm pour un temps de SMAT de 30 minutes ; b) Mesures de la dureté sur un échantillon co-laminé à 500°C pour un taux de réduction d'environ 60%.

3.4. Modélisation éléments finis

La figure 4 présente les résultats de la modélisation éléments finis du comportement en traction d'une éprouvette traitée pendant 15 minutes avec des billes de diamètre 3mm.

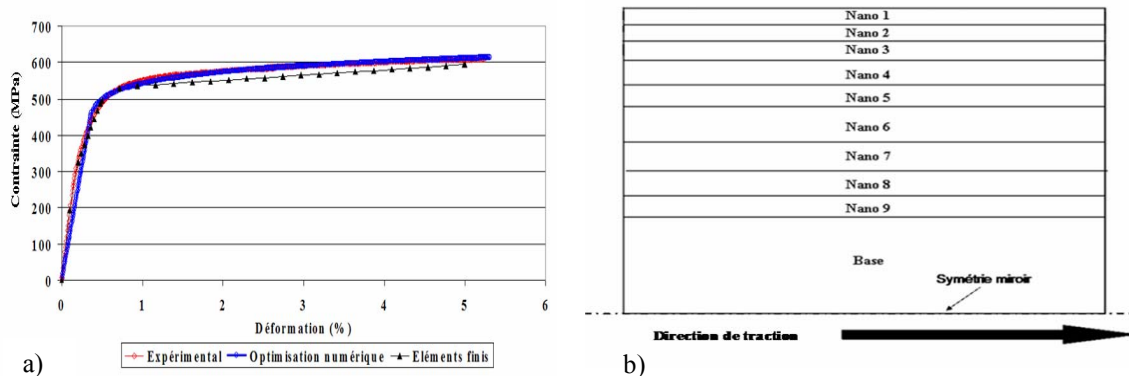


FIG. 4- a) Comparaison entre les résultats expérimentaux et les résultats numériques obtenus par calcul éléments finis et par méthode inverse ; b) Schéma présentant l'empilement des plis de la partie supérieure de la tôle par rapport au feuillet moyen.

Un modèle multicouche à 10 plis a été développé à l'aide du code éléments finis Zébulon. Une loi élastoplastique à écrouissage linéaire dont la limite d'élasticité a été déterminée à l'aide du profil de dureté obtenu par nanoindentation et des images obtenues au microscope électronique à transmission, a été intégrée par sous-couches. On peut constater que les résultats délivrés par ce modèle corrént bien les résultats expérimentaux, même si l'écart entre la solution numérique et la courbe expérimentale augmente dans le domaine plastique. Toutefois, cet écart reste faible, voire négligeable. Une optimisation numérique par méthode inverse réalisée sur la réponse globale de la structure nous a permis de déterminer les paramètres matériaux d'une loi à écrouissage isotrope de Ramberg-Osgood (Lemaître *et al* (2001)).

4 Conclusions

Le processus d'obtention d'éprouvettes de co-laminage de tôles préalablement soumises à un traitement de nanocrystallisation superficielle par SMAT a été étudié. Ce procédé s'avère être très intéressant quant à la fabrication de structures semi-massives à très haute résistance mécanique. Les premières investigations menées dans cette étude et présentées ici, ont porté d'une part sur la caractérisation de l'état de surface des tôles traitées par SMAT, et d'autre part, sur l'influence des paramètres de co-laminage sur la géométrie des structures sandwichs et sur l'évaluation de la dureté locale suivant la section transversale par nanoindentation.

Il a été montré que la taille de bille n'a pas d'influence notable sur le profil de dureté locale suivant la section des échantillons traités par SMAT. De même, aucune différence significative de dureté Vickers n'est appréciable entre les différentes surfaces traitées. De plus, cette étude a montré que le fait de procéder à trois passes de co-laminage avec un haut taux de réduction global permettait d'obtenir une structure composite co-laminée relativement plane. Pour finir, un modèle éléments finis multicouches a permis de retrouver le comportement mécanique en traction d'une tôle traitée par SMAT.

Références

1. Tao, N.R., Sui, M.L., LU, J, & LU, K 1999 "Surface nanocrystallization of iron induced by ultrasonic shot peening", *Acta Metallurgica*, vol. 11, 443-440.
2. Roland, T., Retraint, D., Lu, K., Lu, J. 2005 *Materials Science Forum*, edited by Trans Tech Publications, Switzerland, 625-630.
3. Chen, X.H., Lu, J., Lu, L., Lu K. 2005 "Tensile properties of a nanocrystalline 316L austenitic stainless steel", *Scripta Materialia*, vol. 52, 1039-1044.
4. Roland, T., Ya, M., Retraint, D., Lu, K., Lu J. 2004 "New multilayered nanostructured composite material produced by assembling SMA-treated thin plates", *Journal of Materials Science and Technology* 20, pp. 55-58.
5. Roland, T., Retraint, D., Lu, K., Lu J. 2007 "Enhanced mechanical behavior of a nanocrystallised stainless steel and its thermal stability", *Materials Science and Engineering A* 445-446, pp. 281-288.
6. Lu, J., Lu, K. 2005 "Surface Nanocrystallization (SNC) of Materials and its Effects on Mechanical Behavior", *Comprehensive Structural Integrity, Fracture of Materials from Nano to Macro*, vol. 8, 1039-1044.
7. Lemaître, J, Chaboche, J.L "Mécanique des matériaux solides", Dunod, Paris, 2001, ISBN 2 10 048632 2