



HAL
open science

Analyse mécanique et microstructurale d'un matériau multicouche élaboré par co-laminage de toles nanostructurées par SMAT

Laurent Waltz, Delphine Retraint, Arjen Roos

► To cite this version:

Laurent Waltz, Delphine Retraint, Arjen Roos. Analyse mécanique et microstructurale d'un matériau multicouche élaboré par co-laminage de toles nanostructurées par SMAT. CFM 2009 - 19ème Congrès Français de Mécanique, Aug 2009, Marseille, France. hal-03391396

HAL Id: hal-03391396

<https://hal.science/hal-03391396>

Submitted on 21 Oct 2021

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.

Analyse mécanique et microstructurale d'un matériau multicouche élaboré par co-laminage de tôles nanostructurées par SMAT

L. Waltz, A. Roos, D. Restraint

Institut Charles Delaunay, FRE CNRS 2848, LASMIS, Université de Technologie de Troyes, 12 rue Marie Curie 10000 TROYES

Résumé :

Le présent papier propose une méthode combinant le procédé de nanocristallisation superficielle par SMAT et le procédé de co-laminage afin d'élaborer une structure multicouche semi-massive en acier inoxydable 316L à haute résistance mécanique. Ainsi, en optimisant la fraction volumique des nanograins à travers les paramètres du procédé, la structure composite nanocristallisée résultante exhibera une très haute limite d'élasticité ainsi qu'une forte résistance mécanique, tout en conservant un allongement à la rupture acceptable dépassant souvent 15%. Dans le cadre de cette étude, le comportement mécanique global des structures multicouches co-laminées a été obtenu par des essais de traction uniaxiale. Parallèlement, des essais de traction réalisés sur des mini-éprouvettes isolant la nanostructure associés à une série de d'essais de nanoindentation et d'observations aux microscopes électroniques à balayage et en transmission, ont permis de remonter aux caractéristiques mécaniques des différentes sous-couches formant la structure multicouche SMATée. Pour finir, un modèle éléments finis basé sur ces résultats et permettant de simuler le comportement d'un acier inoxydable 316L SMATé a été développé.

Abstract :

The present paper presents a novel method, combining the surface nanocrystallisation technique SMAT with the co-rolling process, for the development of a 316L stainless steel semi-massive multilayer structure exhibiting high mechanical strength. By optimizing the volume fraction of grains in the nanometer range with an appropriate setting of the overall process parameters, the resulting nanostructured multilayer composite material exhibits very high yield and ultimate strengths while keeping an elongation to failure often exceeding 15%. In this work, the global mechanical response of the laminates was determined by uniaxial tensile tests. In addition, tensile tests performed on very thin tensile specimens containing the nanocrystalline layer, in association with nanoindentation measurements and SEM and MET observations, allowed the determination of the mechanical behavior of the different sub-layers constituting the SMATed multilayer. Finally, a finite element model of a SMATed 316L stainless steel sample has been developed.

Mots-clefs :

Nanocristallisation, SMAT, co-laminage, composite, modélisation

1 Introduction

Les matériaux présentant une microstructure caractérisée par une taille de grains se situant dans le régime nanométrique, typiquement inférieure à 100 nm, ont suscité un intérêt tout particulier durant cette dernière décennie. De nombreuses études portant sur des matériaux métalliques nanocristallisés comme le fer, les aciers inoxydables, le cuivre ou encore le titane ont montré que ces derniers possèdent des caractéristiques physico-chimiques très différentes de celles des matériaux à grains microscopiques, mais également une résistance mécanique accrue ainsi que d'excellentes propriétés tribologiques [1-7]. Toutefois, malgré ces propriétés exceptionnelles, les matériaux nanocristallisés présentent une faible ductilité en comparaison avec les matériaux traditionnels, ce qui peut être directement lié à la fraction volumique de phase nanocristalline dans le matériau [8]. Afin de maximiser cette fraction volumique et de pouvoir fabriquer des matériaux nanocristallins massifs, de nombreux travaux de recherche portant sur de nouveaux procédés comme l'électrodéposition, la condensation sous gaz inerte ou les procédés de déformation plastique sévère ont vu le jour. C'est dans ce contexte que Tao *et al.* [1], Liu *et al.* [2], Roland *et al.* [3,5] et Chen *et al.* [4] ont montré que le procédé SMAT (Surface Mechanical Attrition Treatment) entraîne, à travers une forte déformation plastique à haute vitesse de déformation ($\approx 10^3 \text{ s}^{-1}$), un raffinement considérable de la taille des grains. Toutefois, ce procédé ne permet la nanocristallisation que dans les zones fortement déformées, c'est-à-dire en extrême surface du matériau traité.

Le présent papier propose une méthode basée sur une technique duplex combinant le procédé de nanocristallisation superficielle SMAT et le procédé de co-laminage pour la fabrication de matériaux multicouches nanocristallisés à très haute résistance mécanique. L'intérêt de cette technique est qu'elle donne la possibilité d'augmenter à souhait la fraction volumique des couches nanocristallines, et par conséquent, de prétendre à la fabrication d'un composite nanocristallisé semi-massif. Dans le cadre de cette étude, ce procédé a été appliqué à l'acier inoxydable 316L. Malgré le traitement thermomécanique enduré par ce matériau, il a été montré que la structure co-laminée résultante pouvait atteindre des ductilités très intéressantes, puisque des allongements à la rupture de plus de 15% ont pu être relevés. Un certain nombre d'investigations ont été menées d'un point de vue expérimental afin de pouvoir caractériser le nouveau matériau composite obtenu. Ainsi, dans un premier temps, des essais de traction nous ont permis de remonter à la réponse mécanique globale du matériau SMATé. De plus, des essais de traction réalisés sur des mini-éprouvettes isolant les couches nanocristallines et de transition nous ont conduits aux lois constitutives de ces dernières. Parallèlement, des essais de nanoindentations réalisés sur la section transversale d'échantillons SMATés couplés à des observations au microscope électronique à balayage ont permis d'établir un lien entre le comportement mécanique et l'évolution microstructurale de ce matériau. Au final, tous ces résultats expérimentaux ont conduit au développement d'un modèle éléments finis permettant, dans un premier temps, de simuler la réponse mécanique d'un acier inoxydable 316L SMATé sous une sollicitation de traction uniaxiale.

2 Procédures expérimentales

Le procédé de nanocristallisation superficielle SMAT a été employé pour la génération de nanocristaux sur un acier inoxydable 316 L. Cette nuance d'acier inoxydable présente dans sa forme hypereutectique une microstructure austénitique à structure *fcc* caractérisée par une taille de grains se situant entre 10 et 60 μm . Toutes les éprouvettes ont été SMATées sur leurs deux faces pendant 30 minutes avec des billes de 3 mm et pour une amplitude de vibration de $\pm 12,5 \mu\text{m}$. Après traitement, des micrographies réalisées au microscope électronique en transmission ont révélé une taille de grains moyenne de 20 nm en extrême surface du matériau.

Ensuite, le co-laminage de trois tôles préalablement SMATées a été réalisé sur un laminoir STANAT quarto réversible semi-industriel. Ce laminoir étant limité à un effort maximal de 3500 kN,

et pour favoriser l'adhésion entre les différentes faces des éprouvettes, le laminage a été conduit après recuit des échantillons à 550°C. Un taux de réduction de 63% en une seule passe a été imposé.

Les éprouvettes de traction ont été découpées par électroérosion afin d'éviter toute modification microstructurale induite par un écrouissage lié à l'usinage. Une longueur utile de 19 mm et une largeur de 3,6 mm ont été fixées. Les essais de traction ont été réalisés à température ambiante sur une micro-platine de traction de la marque *Kammrath & Weiss* avec une vitesse de déformation de 10^{-4} s^{-1} .

Un profil de dureté locale a été obtenu sur la coupe transversale d'une éprouvette nanostructurée à l'aide d'un nanoindenteur *Nano Indenter XPTM* équipé d'une pointe Berkovich en diamant. La profondeur d'indentation a été fixée à 600 nm (FIG. 1). Un intervalle de 20 μm a été respecté entre deux indents successifs afin de garantir une influence limitée de la sphère plastique formée sous chaque indent, et par conséquent, d'éviter une surévaluation de la dureté locale.

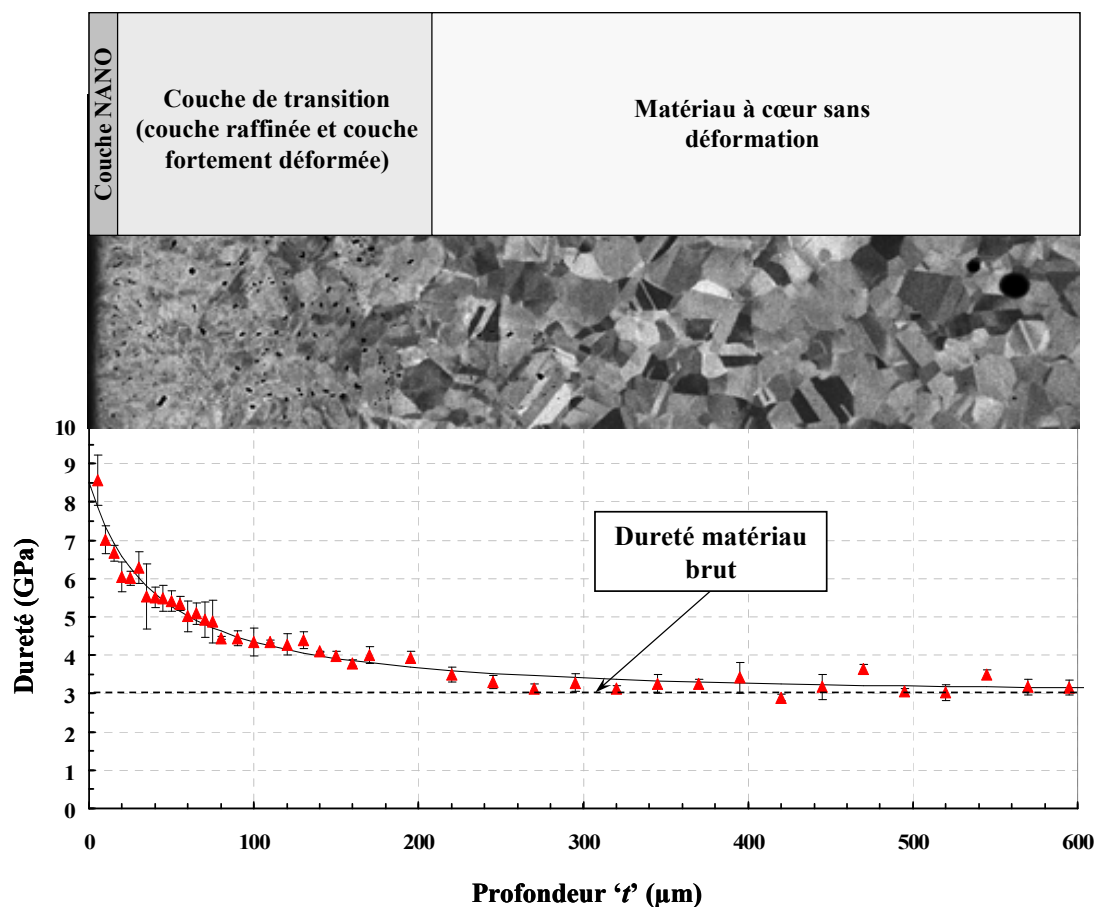


FIG.1 - Schéma présentant l'évolution de la nanodureté suivant la section transversale d'un échantillon en acier inoxydable 316L SMATé pendant 30 minutes avec des billes de \varnothing 3mm, ainsi que sa microstructure obtenue par microscopie électronique à balayage.

Deux mini-éprouvettes de traction ont été élaborées par polissage mécanique minutieux. La première de ces éprouvettes faisant environ 190 μm d'épaisseur isole la couche nanocristalline ainsi qu'une part importante de la couche de transition, alors que la deuxième, d'une épaisseur moyenne de 240 μm a été polie de telle manière à comporter une part importante de la couche de transition.

3 Résultats

3.1 Mesures de dureté locale par nanoindentation

La figure *FIG. 1* présente l'évolution de la dureté locale obtenue par nanoindentation à travers la section transverse d'un échantillon SMATé pendant 30 minutes avec des billes de \varnothing 3 mm. La profondeur ' t ' correspond à la position des différents indents par rapport à la surface traitée. Tout d'abord, on relève une nette augmentation de la dureté locale entre le cœur et l'extrême surface du matériau. L'accroissement de cette dureté devient significatif à travers la couche que nous pouvons définir comme la couche de transition, puisqu'elle porte les marques d'une déformation plastique et montre un raffinement progressif de la taille des grains. Au passage de la zone fortement raffinée qui est également le siège d'une forte densité de dislocations et de macles, et ce, jusqu'à la couche superficielle nanocristallisée, on note un accroissement important de la dureté qui atteint un maximum d'environ 8,56 GPa à 3 μ m du bord. Cette valeur correspond à plus de 2,8 fois la valeur de la dureté du matériau brut sans traitement (\approx 3,1 GPa). On peut estimer sans trop d'erreur, en considérant les épaisseurs de couches nanocristallines obtenues avec des paramètres SMAT similaires ([2], [5]), que les indents réalisés à $t = 3$ μ m du bord donnent une mesure cohérente de la dureté de la phase nanocristallisée générée lors du traitement. Au-delà de 250-260 μ m de profondeur, la dureté se stabilise autour de la dureté du matériau à cœur qui correspond à la dureté du matériau brut sans traitement. Ce profil montre bien que les effets du traitement SMAT (raffinement de la microstructure et niveau d'écrouissage) sont étroitement corrélés à une augmentation de la nanodureté. De plus, il a été montré que l'évolution de la nanodureté suivant la section transverse de l'échantillon pouvait être corrélée au libre parcours moyen des dislocations par une loi du type Hall-Petch, mais ces résultats ne seront pas présentés ici.

3.2 Comportement mécanique en traction uniaxiale

Nous avons émis l'hypothèse, et le profil de nanodureté le confirme, qu'un matériau SMATé pouvait se modéliser comme un matériau composite multicouche pour lequel chaque couche possède son propre comportement mécanique. En nous basant sur ce profil ainsi que sur l'étude micrographique, nous pouvons montrer qu'un acier inoxydable 316L SMATé peut être discrétisé dans sa demi-épaisseur en une couche nanocristalline (15 μ m d'épaisseur), une couche de transition (230-250 μ m d'épaisseur) et une couche composée du matériau à cœur (235-255 μ m d'épaisseur). Pour pouvoir corréler de manière assez précise le comportement global macroscopique du matériau à travers une modélisation de ce type, il est nécessaire de connaître avec précision le comportement mécanique de chaque sous-couche. Pour cela, nous avons tout d'abord commencé par isoler par polissage mécanique une éprouvette d'épaisseur moyenne d'environ 190 μ m, comportant la couche nanostructurée et une grande partie de la couche de transition (éprouvette 1). Ensuite, nous avons préparé une deuxième éprouvette d'épaisseur comprise entre 210-230 μ m, mais en isolant cette fois-ci juste la couche de transition en retirant la couche nanocristalline et le matériau à cœur par un polissage mécanique minutieux (éprouvette 2). Ainsi, connaissant la réponse mécanique expérimentale de chaque éprouvette après essai de traction, il est possible de remonter à la loi constitutive de la couche nanocristalline à travers une identification inverse (?). Les courbes de traction relatives à ces échantillons ainsi qu'à une éprouvette SMATée sont présentées en figure *FIG. 2 a*). On y constate une nette différence entre la réponse mécanique de ces deux échantillons puisque l'éprouvette 1 (couche nanocristalline + couche de transition) exhibe une limite d'élasticité et une résistance mécanique approximativement 11% supérieure à celle de l'éprouvette 2 (couche de transition seule). On peut attribuer cette différence de contraintes à la présence de la couche nanocristalline dans l'éprouvette 1. En comparant maintenant la réponse mécanique de ces deux échantillons à celle du matériau SMATé pendant 30 minutes avec des billes de \varnothing 3mm, on relève un écart important entre les limites d'élasticité, les résistances mécaniques et les allongements à la rupture. Une explication simple peut

être donnée en considérant les fractions volumiques des couches nanocristallines, de transition et du matériau à cœur. En effet, en prenant l'exemple de l'éprouvette 1, il apparaît que la fraction volumique de la couche nanocristalline est bien plus élevée que dans l'éprouvette SMATée globale, puisqu'elle occupe environ 8% du volume de l'éprouvette 1 et participe à hauteur de 20% à sa résistance mécanique, alors qu'elle n'occupe que 3% du volume d'un éprouvette SMATée globale et participe à 12% à la tenue mécanique. Ainsi, augmenter la fraction volumique de la couche nanocristalline et de la couche de transition permet d'améliorer les performances mécaniques de la structure. Ce principe a été appliqué à travers le procédé associant la technique SMAT et le procédé de co-laminage permettant l'élaboration d'une structure multicouche semi-massive à haute résistance mécanique par l'association de 3 tôles préalablement SMATées. La courbe de traction d'un échantillon co-laminé est présentée sur la figure FIG. 2 a). Il est possible de constater que par rapport à une éprouvette simplement SMATée, un échantillon issu du procédé duplex 'SMAT + co-laminage' présente une limite d'écoulement plastique 150% plus élevée, le seul inconvénient étant une chute de la ductilité liée à l'écrouissage induit lors du traitement thermomécanique.

3.2 Simulation numérique

Un modèle éléments finis 2D en contraintes planes a été développé en respectant les conditions de symétrie de la structure et d'hétérogénéités du matériau. Dans une première approche, le matériau SMATé a été discrétisé en 5 sous-domaines (2 couches nanocristallines, 2 couches de transition et une couche à cœur). La figure FIG. 2 b) présente le maillage utilisé dans le calcul.

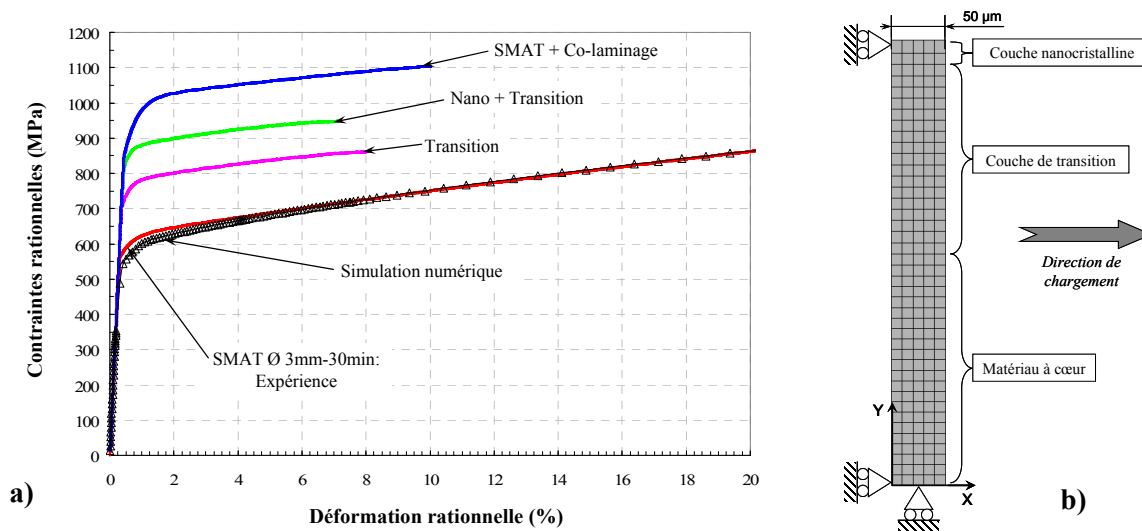


FIG.2 – a) Courbes contraintes/déformation rationnelles expérimentales des éprouvettes 1 (nano+transition), éprouvette 2 (transition), d'un échantillon SMATé (SMAT Ø 3mm-30min), et d'un multicouche co-laminé (SMAT+co-laminage). La courbe obtenue par simulation numérique y est également représenté. b) Maillage utilisé dans le calcul éléments finis.

Le modèle éléments finis développé ici est basé sur des lois puissances du type Ludwik que nous avons obtenues par ajustement des courbes de traction, hormis pour le matériau à cœur qui a été ajusté par une loi à écrouissage isotrope non linéaire du type exponentiel [9]. Par ailleurs, le comportement de la couche nanocristalline a été déterminé par une approche indirecte basée sur la méthode des moindres carrés et en utilisant un algorithme des gradients conjugués. La figure FIG. 2 a) donne une comparaison entre les réponses simulées et la courbe expérimentale obtenue pour un échantillon traité pendant 30 minutes avec des billes de Ø 3 mm. On peut remarquer que ce modèle permet parfaitement de rendre compte de l'évolution expérimentale de la contrainte en fonction de la déformation, mis à

part une légère sous-évaluation de la contrainte dans la phase transitoire d'entrée dans le domaine plastique. Néanmoins, son point fort est qu'il permet de décrire parfaitement le phénomène de saturation de la contrainte pour les fortes déformations, ce qui était impossible jusqu'à présent avec des modèles plus simples basés sur des lois élastoplastiques bilinéaires. Ce modèle montre donc bien qu'une approche basée sur des lois à écrouissage non linéaire (lois puissances pour les couches nanocristallines et de transition, et loi exponentielle pour le matériau à cœur), qu'elle soit analytique ou discrétisée par la méthode des éléments finis, permet de corréliser la courbe expérimentale sur une très grande partie de la plage de déformation. Ce calcul valide donc en partie les lois constitutives extraites des essais expérimentaux, mais offre également à travers son pouvoir prédictif, la possibilité de l'appliquer à un modèle permettant de déterminer la déformation limite d'initiation de la localisation diffuse au sens du critère de Considère.

Ces résultats indiquent que la technique employée pour remonter aux lois constitutives est globalement valide pour une éprouvette SMATée et déformée en traction monotone simple. Le but est maintenant de réitérer cette démarche pour le développement d'un modèle éléments finis de la structure multicouche co-laminée.

4 Conclusion

A travers cette étude, nous avons montré qu'une tôle en acier inoxydable 316L soumise au traitement de nanocristallisation superficielle par SMAT sur ses deux faces peut être considérée comme un matériau multicouche composé de deux couches nanocristallines, de deux couches de transition et d'une couche de matériau à cœur. L'épaisseur de chacune des couches a pu être déterminée à l'aide d'un profil de nanoindentation à travers la section transverse de l'échantillon couplé à une série d'observations MEB. Les essais de traction réalisés sur les mini-éprouvettes ainsi que sur un échantillon SMATé global nous ont permis de remonter aux lois constitutives des différentes sous-couches. Le modèle éléments finis basé sur ces résultats corrèle relativement bien la courbe expérimentale, ce qui confirme d'une part l'hypothèse qu'un matériau SMATé pouvait se représenter comme un matériau composite, mais valide également les différentes lois de comportement implémentées dans le modèle. Pour finir, nous avons montré que le procédé duplex combinant la technique SMAT et le procédé de co-laminage est un procédé efficace pour l'élaboration d'un matériau nanostructuré multicouche semi-massif à haute résistance [10].

Références

- [1] Tao N.R., Sui M.L., Lu J., Lu K., *Acta Metallurgica*, 11, 443-440, 1999.
- [2] Liu G., Lu J., Lu K., *Materials Science and Engineering*, A 286, 91-95, 2000.
- [3] Roland T., Reiraint D., Lu K., Lu J., *Materials Science Forum*, edited by Trans Tech Publications, Switzerland, 2005, 625-630.
- [4] Chen X.H., Lu J., Lu L., Lu K., *Scripta Materialia*, 52, 1039-1044, 2005.
- [5] Roland T., Reiraint D., Lu K., Lu J., *Materials Science and Engineering*, A 445-446, 281-288, 2007.
- [6] Wang Y.M., Wang K., Pan D., Lu K., Hemker KJ., Ma E., *Scripta Materialia*, 48, 1581-1586, 2003.
- [7] Chen J., Lu L., Lu K., *Scripta Materialia*, 54, 1913-1918, 2006.
- [8] Meyers M.A., Mishra A., Benson D.J., *Progress in Materials Science*, 1-123, 2005.
- [9] Lemaître J., Chaboche J.L., Dunod, Paris, 2001, ISBN 2 10 048632 2.
- [10] Waltz L., Reiraint D., Roos A., *Scripta Materialia*, 60, 21-24, 2009.