Nancy-Université
INPL

AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.
Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur au même titre que sa version papier. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.
D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite entraîne une poursuite pénale.

Contact SCD INPL: mailto:scdinpl@inpl-nancy.fr

LIENS

Code de la propriété intellectuelle. Articles L 122.4
Code de la propriété intellectuelle. Articles L 335.2 – L 335.10
http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php
http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm

L'Institut National Polytechnique de Lorraine

École doctorale : Énergie Mécanique Matériaux (EMMA ED409)

Thèse préparée au sein du laboratoire de recherche de
L'Institut Jean Lamour - Département 2 Chimie et Physique des Solides et des Surfaces (CP2S) -CNRS - Nancy-Université - UPV-Metz - U.M.R. CNRS 7198 - École des Mines de Nancy - Parc de Saurupt - CS 14234 - 54042 NANCY CEDEX – France

Thèse

Par
Tony THIRIET
Ingénieur ESSTIN 2006

Traitements mécaniques et thermochimiques couplés sur acier inoxydable et alliage base nickel austénitiques

Présentée et soutenue à huit clos le 09 novembre 2010

pour l'obtention du grade de Docteur de l'INPL
(Spécialité : Science et ingénierie des matériaux et métallurgie)

Directeur de thèse :	T. BELMONTE	Directeur de recherche CNRS, Institut Jean Lamour (Nancy)
Co-directeur de thèse :	T. CZERWIEC	Professeur des universités (EEIGM de Nancy)
Co-directeur de thèse :	D. HERTZ	Senior expert (AREVA)

Composition du Jury :

Président du Jury :	A. REDJAIMIA	Professeur des universités (EEIGM de Nancy)
Rapporteurs :	M. BIGERELLE	Professeur des universités (UTC)
	P. VILLECHAISE	Directeur de Recherche CNRS, Institut P' (ENSMA-Université de Poitiers)
Examinateur :	M. FOUCAULT	Directeur du département Chimie Corrosion (AREVA)
Membre invité :	P. GILLES	Senior expert (AREVA)

Avant-propos

Ce travail de doctorat a été financé en partie par l'intermédiaire d'une subvention CIFRE accordée par l'ANRT à la société AREVA NP. Le laboratoire d'accueil fut dans un premier temps le Laboratoire de Science et Génie des Surfaces (LSGS, UMR 7570) dirigée par M. Bauer. Par la suite, le LSGS a fusionné avec quatre autres laboratoires de Nancy pour former l'Institut Jean Lamour (IJL, UMR CNRS 7198) dirigée par M. Dubois. Ce travail a été réalisé à la fois à l'IJL et au Centre technique département Chimie corrosion d'AREVA NP du Creusot dirigé par M. Foucault. Je remercie toutes ces personnes de m'avoir accueilli tour à tour au sein de leur unité.

Je tiens vivement à remercier messieurs Maxence Bigerelle et Patrick Villechaise d'avoir bien voulu examiner, rapporter le présent manuscrit qui est le fruit de trois années de travail. Je les remercie pour l'intérêt qu'ils ont porté à étudier mon travail dans les moindres détails. J'adresse toute ma gratitude à M. Abdelkrim Redjaimia pour m'avoir fait l'honneur de présider le Jury. Je remercie aussi tous les autres membres du jury, MM. Marc Foucault, Philippe Gilles pour avoir pris le temps d'examiner mon travail.

Je remercie vivement l'équipe de direction de la thèse composée de Messieurs Thierry Belmonte, Thierry Czerwiec et Dominique Hertz sans qui cette étude n'aurait pas vu le jour. J'ai apprécié leur disponibilité et leur présence. Ils ont su me faire partager leur culture et savoir scientifiques, me réorienter lorsque je m'écartais du sujet, me conseiller sur les démarches et méthodes à suivre. Ils m'ont aussi ouvert les portes sur le monde de la recherche et du développement tant du point de vue universitaire qu'industriel.

Par ces quelques lignes, je souhaite également remercier toutes les personnes qui ont contribué de façon directe ou indirecte à la réalisation et au bon déroulement de mes travaux.

Je remercie également l'équipe AREVA composée de Mme. Marylise Caron – Charles, M. Marc Foucault et M. Philippe Gilles pour leur implication et le suivi du déroulement de la thèse au cours de ces années. Ils m'ont permis de comprendre les implications de mon travail dans l'industrie.

Je remercie vivement M. Grégory Marcos, qui s'est impliqué dans le suivi de la thèse dès le début. Je le remercie également pour toutes les fois où il m'a permis de me sortir de certaines situations critiques.

Les ingénieurs en charge des techniques de caractérisations telles que P. Boulet (DRX), B. Brugier (MEB – EBSD), C. Gendarme (MEB), S. Migot (MET), T. Toll Duchanoy (métallurgie et MET) et S. Weber mais aussi les techniciens du laboratoire, B. Boreux (préparation des échantillons et nanoindentation) et J.P. Arnould (tribologie) sont des personnes que je remercie chaleureusement pour leur patience, le temps qu'ils ont passé avec moi à répondre à mes questions, mes interrogations et à satisfaire ma curiosité. Ils m'ont permis de découvrir et comprendre les limites inhérentes à chaque technique de caractérisations que j'ai employée.

Au cours de ces trois année, j'ai eu également la chance de rencontrer bon nombre de spécialistes avec qui j'ai pu discuter et pour certain j'ai pu leur présenter mes travaux. Leur expérience et leur connaissance m'ont permis de comprendre de nombreux phénomènes

physiques et ils m'ont aidé dans l'interprétation des résultats que j'obtenais. C'est pourquoi, je tiens à remercier pour leur précieux aide et conseil, Mme Allain Bonasso, MM. B. Bolle, J.P. Chateau, T. Grosdidier, G. Kermouche, R. Kouitat, A. Mézin et H. Michel.

Je remercie particulièrement pour leur patience et leur travail les interlocutrices administratives Mmes R. Manerin, M. Schneider et V. Tamburini que j'ai été amenée à solliciter pour l'organisation de mes déplacements et pour les formalités administratives.

Je remercie mes parents, ma famille, mes sœurs et mon frère pour leur soutien et leur aide dans les moments difficiles.

Je finis cette longue liste de remerciement par mes collègues qui sont avant tout des amis avec qui j'ai passé d'agréables moments au cours de ces trois années. Ils ont toujours été présents quand j'en avais besoin et ils ont su me faire oublier le travail quand c'était nécessaire. Ils ont toujours contribué à la bonne ambiance qui entoure le sous-sol de l'école des Mines. Je remercie ainsi Grégory Arnoult, Nicolas Barth, Cyril Sarrieu, Nolwenn Tranvouez, Maud Jullien, Hugo Van Landeghem, Carine Petitjean, Noura Oumarou, Fabien Capon, Thomas Gries, Cédric Noël, Rodrigo Perito Cardoso, Nierlly Galvão, David Horwat, Laure Gigleux, Xiochuan Xiong, Francis Kosior, Patricio Francisco. Et bien sur tous ceux que j'ai oubliés…

Ces trois années m'ont permis de rencontrer, de travailler avec beaucoup de personnes qui m'ont énormément apportés tant sur le plan scientifique que sur le plan personnel. Sur le plan personnel, la thèse m'a permis de me découvrir une passion pour le sport. Grâce à beaucoup de personnes notamment Grégory Arnoult. Ce qui m'a permis de m'épanouir et j'ai eu la volonté d'arrêter de fumer et je les en remercie.

Je remercie très chaleureusement à nouveau tous ces collaborateurs, collègues, amis en souhaitant que nos liens se renforcent dans le futur.

Sommaire

Introduction générale ***1***

Chapitre I : Introduction et bibliographie ***5***

I.1 Contexte de l'étude 7

I.2 Couplage d'un traitement de surface mécanique avec un traitement de diffusion thermochimique 8

I.2.1 Traitement mécanique d'attrition de surface (Surface Mechanical Attrition Treatment SMAT) suivi d'un traitement de nitruration 8

I.2.2 Traitement de déformations plastiques sévères 9

I.2.3 Shot peening suivi d'un traitement de nitruration 10

I.2.4 Récapitulatif des manipulations réalisées en couplant un prétraitement et un traitement thermochimique 11

I.2.5 Hypothèses expliquant les améliorations lors des traitements thermochimiques 14

I.3 Mécanismes de durcissement 15

I.3.1 Durcissement par augmentation du nombre des joints de grain 15

I.3.2 Durcissement par écrouissage 15

I.3.3 Déformation plastique par transformation de phase 16

I.3.4 Durcissement par atomes en solution solide 17

I.4 Mécanismes de déformation des métaux cubiques à faces centrées 17

I.4.1 Les dislocations 18

I.4.2 Structures cristallines et systèmes de glissement 20

I.4.3 L'énergie de fautes d'empilement 22

I.4.4 Notion de matériau polycristallin 30

I.5 La texture 32

I.6 Le processus d'affinement d'une structure micrométrique vers une structure nanométrique 33

I.7 Incompatibilité plastique et contraintes internes 35

I.8 Résultats après un traitement mécanique de la surface : revue bibliographique 37

I.8.1 Acier inoxydable AISI 316L 38

I.8.2 Alliage Inconel 600 40

I.8.3 Alliage Hastelloy C-2000 : 41

I.8.4 Conclusion. 43

I.9 Résumé 43

Chapitre II : Techniques expérimentales et techniques de caractérisations ***45***

II.1 Matériaux utilisés pour l'étude 47

II.1.1 Alliage à base nickel 718 47

II.1.2 Acier inoxydable AISI 316L 49

II.2 Les Procédés de « Surface Mechanical Attrition Treatment » (SMAT) et « UltraSonic Shoot Peening (USSP) » 51

II.2.1 Principe du traitement de grenaillage 51

II.3 Nitruration assistée plasma 54
II.3.1 Dispositifs expérimentaux 54

II.4 Méthodes d'analyse des échantillons 57
II.4.1 Coupes micrographiques transversales optiques et électroniques 57
II.4.2 Microscope Optique 58
II.4.3 Microscope électronique à balayage 58
II.4.4 Diffraction des rayons X 58
II.4.5 Test de dureté Vickers 63
II.4.6 Nanoindentation 66
II.4.7 Rugosité 67
II.4.8 Secondary Neutral Mass Spectrometry (SNMS) 69
II.4.9 La technique GD-OES (Glow Discharge – Optical Emission Spectrometry) ou SDL (Spectrométrie à Décharge Luminescente) 71
II.4.10 Diffraction des électrons rétrodiffusés : Electron BackScatter Diffraction (EBSD) 72
II.4.11 Microscopie électronique en transmission 77

II.5 Conclusion 78

Chapitre III : Résultats obtenus après un traitement de grenaillage 79

III.1 Introduction 81

III.2 Étude de l'énergie mise en jeu pendant le grenaillage 81
III.2.1 Contact bille-sonotrode 82
III.2.2 Nuage de billes et prise en compte des chocs 84
III.2.3 Énergie d'impact au contact de l'échantillon 84
III.2.4 Conclusion 86

III.3 Résultats des traitements de grenaillage sur alliage 718 87
III.3.1 Paramètres de grenaillage 87
III.3.2 Surface des échantillons en alliage à base nickel 718 90
III.3.3 Étude des mécanismes de déformation 111
III.3.4 Résumé 118

III.4 Résultats des traitements de grenaillage sur AISI 316L 119
III.4.1 Paramètres de grenaillage 119
III.4.2 Analyse de la surface des échantillons par profilométrie et microdureté 120
III.4.3 Analyse en sous couche 126
III.4.4 Étude des mécanismes de déformation 128
III.4.5 Résumé 131

III.5 Comparaison entre 718 et 316L 131

III.6 Observations par microscopie électronique en transmission 133
III.6.1 Lame 4 (175-200 µm) 133
III.6.2 Lame 3 (75 – 100 µm) 134
III.6.3 Lame 2 (25 – 50 µm) 135
III.6.4 Lame 1 (0-25 µm) 136
III.6.5 Résumé 139

III.7 Discussion 142
III.7.1 Rugosité de la surface grenaillée 142
III.7.2 Durcissement 142
III.7.3 Contraintes internes 144
III.7.4 Pollution de surface 144
III.7.5 La texture de déformation 145
III.7.6 Nanocristallisation 146

III.8 Grenaillage et mécanique du contact et de l'impact _____ 146
III.8.1 Théorie du contact élastique de HERTZ pour une force normale (quasi-statique) _____ 147
III.8.2 Choc élastique et force d'impact maximale dans le cas d'une bille _____ 148
III.8.3 Le choc élastique et la force d'impact maximale dans le cas d'un nuage de billes _____ 149
III.8.4 Les contacts élasto-plastiques et plastiques _____ 150
III.8.5 Conclusion _____ 152

III.9 Comparaison entre la modélisation et l'expérimentation _____ 153
III.9.1 Paramètres de rugosité, diamètre de contact et enfoncement _____ 153
III.9.2 Comparaison des profondeurs affectées par la déformation plastique _____ 155
III.9.3 Comparaison avec des données issues de la littérature _____ 157
III.9.4 Limite de la modélisation _____ 157
III.9.5 Conclusion _____ 159

III.10 Conclusion _____ 160

Chapitre IV : Couplage du grenaillage avec les traitements thermochimiques de nitruration _____ 163

IV.1 Introduction _____ 165

IV.2 La nitruration assistée plasma _____ 165
IV.2.1 Résultats du traitement thermochimique de nitruration assistée plasma _____ 165
IV.2.2 Cinétiques de nitruration _____ 168
IV.2.3 La déformation plastique _____ 172
IV.2.4 Discussion _____ 175

IV.3 Évolution de la microstructure après traitement thermochimique _____ 178

IV.4 Couplage grenaillage nitruration _____ 182
IV.4.1 Nitruration sur échantillons bruts de grenaillage _____ 183
IV.4.2 Nitruration sur échantillons polis superficiellement _____ 186
IV.4.3 Nitruration sur échantillons polis mécaniquement _____ 190
IV.4.4 Résumé _____ 200

IV.5 Observation par microscopie électronique en transmission des couches nitrurées _____ 200
IV.5.1 Couche nitrurée sur échantillon de référence _____ 200
IV.5.2 Couche nitrurée sur échantillon grenaillé en condition R11 _____ 203
IV.5.3 Conclusion _____ 207

IV.6 Discussion _____ 207
IV.6.1 Influence d'une étape préliminaire avant la nitruration. _____ 207
IV.6.2 Influence du taux de recouvrement ou temps de traitement. _____ 209
IV.6.3 Transformation de phase. _____ 209
IV.6.4 Formation de nitrures. _____ 210
IV.6.5 Améliorations relatées par différents auteurs. _____ 210

IV.7 Conclusion _____ 213

Conclusion et perspectives _____ 215

Introduction générale

De nos jours, nous sommes sans cesse à la recherche de nouveaux matériaux toujours plus performants permettant d'apporter aux composants des propriétés améliorées. De très nombreuses propriétés d'emploi des matériaux sont liées à leur surface. Ainsi, l'aspect, la résistance à la corrosion et à l'oxydation, les propriétés catalytiques et de réactivité, les propriétés tribologiques telles que la résistance à l'usure et la résistance au frottement, la résistance à la fatigue thermique, les propriétés d'assemblage telles que l'aptitude au collage et l'adhésion, l'aptitude au frottement sont largement conditionnés par l'état de surface des matériaux.

Pour améliorer ou conférer une propriété d'usage à un matériau, il est souvent utile d'en modifier la surface par un traitement approprié. L'équipe 201 de l'Institut Jean Lamour à Nancy (intégrant les activités de l'ex Laboratoire de Science et Génie des surfaces LSGS), s'est spécialisée dans les traitements de surface de matériaux métalliques. Elle possède une très grande expérience dans le domaine des traitements thermochimiques assistés par plasma (nitruration, carburation, nitrocarburation), basés sur la diffusion thermique d'azote et/ou de carbone dans un matériau métallique. Ainsi elle a participé à la mise au point de traitements de nitruration des grappes de contrôle « HARMONI » en acier inoxydable AISI 316L pour les réacteurs nucléaires à eau pressurisée. Le développement et l'optimisation des traitements de nitruration des aciers inoxydables austénitiques appliqués au domaine de l'énergie nucléaire ont été initiés et pilotés chez FRAMATOME (aujourd'hui AREVA) par D. Hertz depuis 1987 [(1)]. La présente thèse se situe dans la continuité d'une longue et étroite collaboration, sous la forme de nombreuses thèses et stages de recherche, entre AREVA et l'IJL.

Il est connu de longue date que la nitruration des aciers inoxydables austénitiques à des températures supérieures à 450 °C présente le grave inconvénient d'altérer leur résistance à la corrosion. Ceci est dû à la précipitation de nitrures de chrome dans une région proche de la surface. Cette précipitation mobilise une grande partie du chrome sous forme de nitrures ; il n'y a donc plus assez de chrome métallique disponible pour former le film passif d'oxyde de chrome Cr_2O_3 qui confère à l'acier inoxydable austénitique son caractère inoxydable. En revanche, si le traitement de nitruration assistée par plasma est effectué à des températures inférieures à 420°C, il est possible d'élaborer des couches de diffusion monophasées qui présentent de bonnes propriétés de dureté, de résistance à l'usure et à la fatigue, avec maintien du caractère inoxydable de l'alliage. Ainsi, une nitruration assistée par plasma d'aciers inoxydables austénitiques produit à basse température une phase particulière appelée austénite expansée, phase S, phase m ou encore phase γ_N. L'austénite expansée à l'azote est une solution solide sursaturée métastable avec une structure cubique à faces centrées désordonnée et une maille déformée. Cette phase est dure et résistante à l'usure.

Bien que soient déjà qualifiés de nombreux traitements thermochimiques des aciers inoxydables austénitiques pour les applications dans le domaine de l'énergie, il est toujours souhaité de maitriser de nouvelles voies afin d'améliorer encore les performances des matériaux. Ceci est d'autant plus crucial que les traitements de diffusion sur les alliages à base nickel (alliages 690 et 718 par exemple), en particulier la nitruration, se révèlent insuffisants, dans l'état actuel des connaissances.

Dans ce contexte, les travaux récents d'équipes française et chinoise [1] ont montré que les traitements thermochimiques de nitruration peuvent être activés et réalisés à plus basse

1 L'historique, ainsi que le cheminement scientifique de cette grande aventure industrielle sont décrits en détail dans l'Habilitation à diriger des recherches (HDR) de D. Hertz, « A la recherche du renforcement de la résistance à l'usure en eau chaude sous pression d'aciers inoxydables, d'alliages de zirconium et d'hafnium », UNIVERSITÉ DE LYON (2004).

température, si la surface (par exemple en acier ou acier inoxydable, alliage de titane) a auparavant subi un traitement mécanique de grenaillage ou d'attrition. De même, une chromisation (enrichissement superficiel en chrome) peut être réalisée à 650°C au lieu de 900°C si la surface a été préalablement traitée par attrition mécanique.

Les traitements de surface mécaniques sont des procédés connus pour améliorer les performances des matériaux par une action combinée de durcissement superficiel, de modification structurale et d'introduction de contraintes résiduelles de compression grâce à une déformation plastique hétérogène à la surface des composants mécaniques [1]. Parmi les différents traitements mécaniques de surface utilisés, se trouvent le grenaillage de précontrainte (shot peening en anglais), le galetage, le martelage, le choc laser et le grenaillage ultrasonique mécanique (attrition mécanique). Dans ces traitements, l'application d'une pression superficielle locale induit une déformation plastique du matériau. Cette pression peut résulter du contact d'un outil (galetage), d'une onde de choc (choc laser) ou de la projection de particules (grenaillage et attrition mécanique). Ce type de traitements génère non seulement des contraintes résiduelles de compression, mais aussi de la déformation plastique produisant un écrouissage superficiel du matériau et/ou une transformation de phase et/ou une réduction de la taille des grains. Dans une majorité des cas, ces changements structuraux favorisent un bon comportement du matériau vis-à-vis de sollicitations mécaniques comme la fatigue, l'usure et le frottement, mais aussi de la corrosion.

Parmi ces procédés de traitements mécaniques de surface, l'attrition mécanique par billes mises en mouvement au moyen d'une vibration ultrasonore se révèle être un procédé industriellement attractif. Le grenaillage ultrasonique mécanique est utilisé de deux façons : le grenaillage ultrasonique de précontrainte (UltraSonic Shot Peening, USSP en anglais) et le grenaillage d'attrition mécanique de surface (Surface Mechanical Attrition Treatment, SMAT en anglais). Les concepteurs du procédé SMAT revendiquent la nanostructuration de la surface des matériaux par le biais d'une déformation plastique superficielle aléatoire [1]. Le concept de nanostructuration, également associé à celui de nanocristallisation, a été proposé il y a une vingtaine d'année par Gleiter [2]. Il conduit à une amélioration des propriétés physicochimiques et mécaniques des matériaux cristallins dont la taille de grain serait réduite jusqu'à une taille nanométrique (taille de grain < 100 nm).

Initialement, mon travail de thèse était d'explorer le potentiel de traitements mécaniques préalables (prétraitements) pour l'amélioration des performances de procédés de traitements thermochimiques (en particulier, la nitruration assistée par plasma). Différents types de traitements mécaniques avait été retenus en plus de l'attrition mécanique de surface (grenaillage de précontrainte de type shot peening par des billes en verre ou en zircone, grenaillage de précontrainte par choc laser, cavitation peening, attrition par bombardement ionique, attrition par faisceau d'électrons pulsé à fort courant, attrition par traitement électrolytique…). Cependant, devant l'immense champ d'investigation ouvert dont la comparaison n'aurait pas pu être effective du fait du temps imparti dans un travail de doctorat, nous avons convenu de resserrer notre étude autour du seul grenaillage ultrasonique. Pour ce procédé, nous disposions en effet, d'un accès à l'ensemble des paramètres expérimentaux de traitement. Après quelques essais, il nous est apparu que, même en restreignant l'étude de traitements de surface combinés (prétraitement mécanique et traitement thermochimique) au seul couple grenaillage ultrasonique et nitruration assistée par plasma, il s'avérait indispensable d'étudier en profondeur les matériaux transformés par le prétraitement mécanique. Pour se faire, nous avons choisi deux matériaux aux propriétés mécaniques différentes : un acier inoxydable austénitique X2CrNiMo18-10-3 (AISI 316L) et un alliage à base nickel à durcissement structural (Alliage 718). Le premier de ces matériaux a fait l'objet

d'études d'attrition mécanique dans la littérature. Le second offre un champ d'investigation pratiquement vierge de toute étude.

Le manuscrit se divise en quatre chapitres. Le premier chapitre permet, dans une première partie de définir les objectifs et le contexte industriel de l'étude. Une seconde partie fait le point sur les améliorations de diffusion observées lors du couplage d'un traitement de surface mécanique et d'un traitement de diffusion thermochimique, afin d'essayer d'identifier les paramètres clefs. Les parties suivantes sont une introduction aux mécanismes de déformation plastique dans les matériaux cubiques à faces centrées. Ensuite les effets sur les matériaux sont décrits et commentés. Dans une dernière partie, quelques exemples de matériaux traités sont présentés afin d'illustrer les propos des parties précédentes.

Le second chapitre regroupe les caractéristiques des matériaux, les descriptifs du procédé de grenaillage et des dispositifs de nitruration assistée par plasma utilisés. Il est complété par les détails des protocoles de préparation des échantillons, des paramètres opératoires des techniques de caractérisations employées et des traitements de données associés.

Le troisième chapitre commence par l'étude de l'énergie mise en jeu pendant le grenaillage. Les résultats de la déformation plastique induite par le grenaillage sur les matériaux en alliage à base nickel 718 puis en acier inoxydable sont ensuite présentés. Une comparaison des résultats est réalisée dans une troisième partie. Une quatrième partie porte sur une étude par microscopie électronique en transmission sur un alliage 718 grenaillé. Ensuite, une discussion des résultats obtenus est réalisée. Pour continuer l'étude et permettre la compréhension des mécanismes mis en jeu, un modèle prédictif est développé à l'aide de la théorie de Hertz. Il est suivi par une confrontation des valeurs expérimentales aux résultats des calculs.

Dans le quatrième chapitre, la nitruration assistée par plasma des aciers inoxydables AISI316L et des alliages à base nickel 718 est commentée. Une série de caractérisations du couplage grenaillage-nitruration sur les deux types de matériaux est présentée. Puis est rapportée une étude par microscopie électronique en transmission d'échantillons en alliage 718 nitruré et grenaillé-nitruré est présentée. Dans la dernière partie, les observations sont discutées.

Pour finir, ce manuscrit se termine par une conclusion générale et des suggestions de perspectives.

Chapitre I : Introduction et bibliographie

I.1 Contexte de l'étude

Les principales applications envisagées pour cette étude concernent les centrales nucléaires. Plus particulièrement le cœur du réacteur nucléaire où la fission des atomes produit un dégagement d'énergie qui permet de chauffer l'eau du réacteur (circuit primaire). Ensuite cette énergie thermique est échangée avec un circuit secondaire dans le but de la convertir en énergie mécanique. Cette transformation d'énergie est réalisée par l'intermédiaire d'une turbine. Elle est couplée à un alternateur pour transformer l'énergie mécanique en énergie électrique. Pour finir, l'énergie électrique est distribuée sur le réseau électrique qui alimente les clients (figure 1).

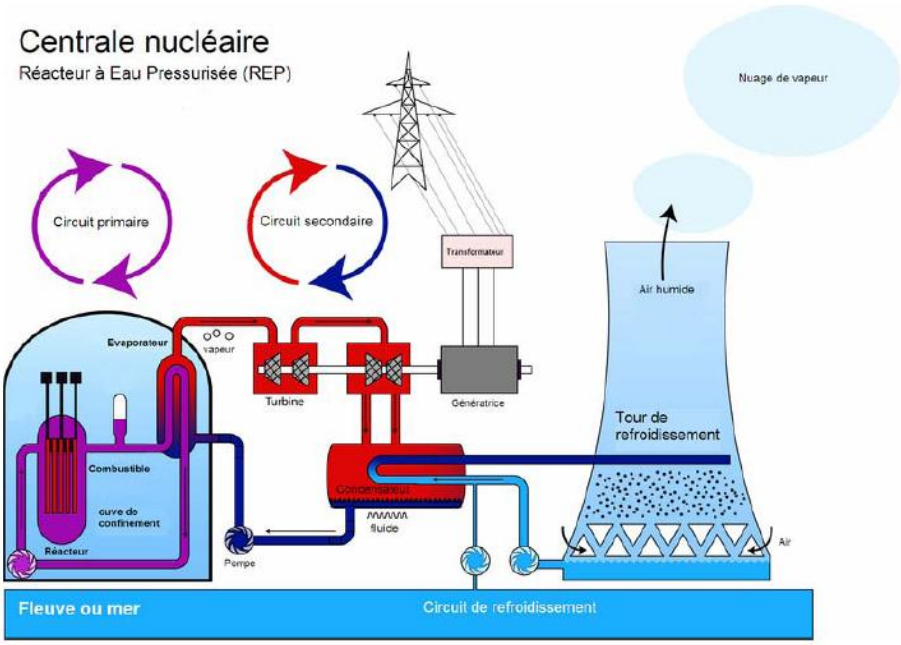


Figure 1 : Schéma de principe du fonctionnement d'une centrale nucléaire de type REP.

Les composants de la chaudière d'un réacteur nucléaire (en aciers ou alliage base nickel) sont soumis à des dégradations qui en limitent la durée de vie (fissuration par fatigue – corrosion des pénétrations de cuves ou de couvercles, usure par tribocorrosion des grappes de contrôle, voire des guides de grappes, de composants mobiles, …). Il a été prouvé par le passé qu'une amélioration de comportement par un traitement de surface approprié permet d'accroître la durée de vie des pièces, de réduire les interventions et le volume des déchets et donc les doses reçues par le personnel habilité (exemple de la nitruration sur les grappes de contrôle). Très récemment, des équipes de recherche ont montré que l'application de traitements mécaniques tels que le microbillage de la surface d'alliages à base fer avant un traitement de nitruration [1,3-5] (ou de chromisation [6-8]) permettrait d'abaisser les températures de traitement et/ou d'augmenter significativement les cinétiques de diffusion. Dans cette étude, l'attention est portée principalement sur les aciers inoxydables austénitiques et sur les alliages à base nickel, constituants métalliques majeurs des centrales nucléaires.

Le premier objectif est d'explorer le potentiel des prétraitements mécaniques de surface. Cette étape passe par la réalisation d'une revue bibliographique des traitements mécaniques existants. Ensuite, la caractérisation d'échantillons prétraités permettra d'avoir une idée de l'effet des prétraitements sur la structure et microstructure des matériaux. Une analyse

détaillée des résultats obtenus dans différentes conditions et du dispositif de de traitement permettra d'identifier les paramètres influents et de développer un modèle prédictif.

Pour savoir si le prétraitement à une influence sur la diffusion, les échantillons traités sont nitrurés par nitruration assistée plasma à basse température. Les améliorations recherchées sont une diminution de la température du traitement thermochimique (énergie d'activation de la diffusion plus basse) et/ou une amélioration de la profondeur de diffusion par rapport aux échantillons non prétraités.

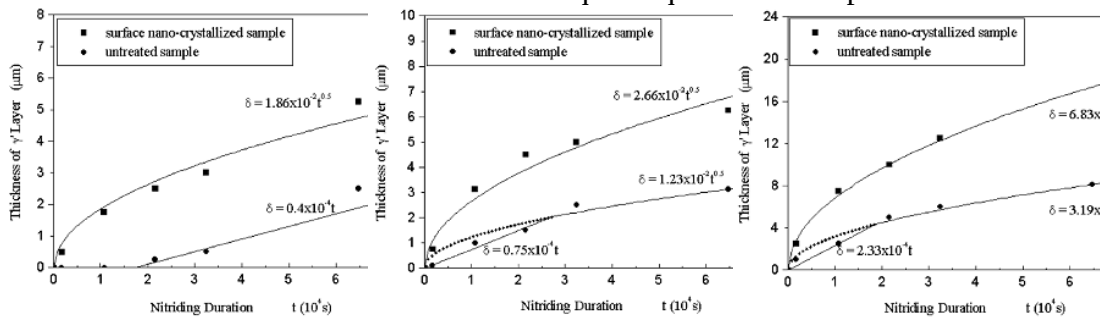
I.2 Couplage d'un traitement de surface mécanique avec un traitement de diffusion thermochimique

Cette partie est une revue des différentes améliorations de cinétique de diffusion observées dans la littérature, c'est-à-dire toutes les expériences pour lesquelles après un prétraitement de surface, une diminution de la température du traitement thermochimique et/ou une amélioration des profondeurs de diffusion sont constatées. Dans un premier temps, quelques exemples illustrant les résultats obtenus suivant la technique de prétraitement utilisée sont commentés afin d'introduire le mode opératoire et quelques techniques de prétraitement. Ces résultats sont regroupés dans un tableau récapitulatif permettant de mettre en évidence les différents prétraitements utilisés et les traitements thermochimiques associés pour lesquels une amélioration est observée.

I.2.1 Traitement mécanique d'attrition de surface (Surface Mechanical Attrition Treatment SMAT) suivi d'un traitement de nitruration

D'un point de vue historique, le premier traitement qui est aussi couramment retrouvé dans les articles scientifiques de la littérature est le traitement développé par J. Lu et K. Lu. Il s'agit du Surface Mechanical Attrition Treatment (SMAT) [1]. Dans cette technique, la pièce à traiter est impactée par des billes mises en mouvement par une sonotrode (pièce généralement en TiAl6V qui vibre). Les billes induisent une déformation plastique de la surface qui, dans certain cas, produit une nanostructuration de celle-ci. Pour de plus amples informations sur la technique, le lecteur se reportera au chapitre II (partie II.2 page 51). Ainsi, Gu et al.[9] ont réalisé des traitements de SMAT sur un acier (0,2 C, 0,94 Mn, 0,02 Ni, 0,03 Cr, 0,02 Mo, 0,01 Al, 0,1 Cu, 0,31 Si et Fe (poids %)) à une fréquence de vibration de 20 kHz avec des billes de diamètre 2 mm pendant 450 s (7 min 30 s). Ensuite ces échantillons ont subi un traitement de nitruration gazeuse à 460°C, 500°C et 560°C pendant 0,5, 3, 6, 9 et 18 h.

La figure 2 montre que, lorsque les échantillons ont subi un traitement de SMAT, la couche de nitrure γ' (Fe_4N) qui se forme en surface est environ deux fois plus importante dans les mêmes conditions de traitement de nitruration quelle que soit la température.

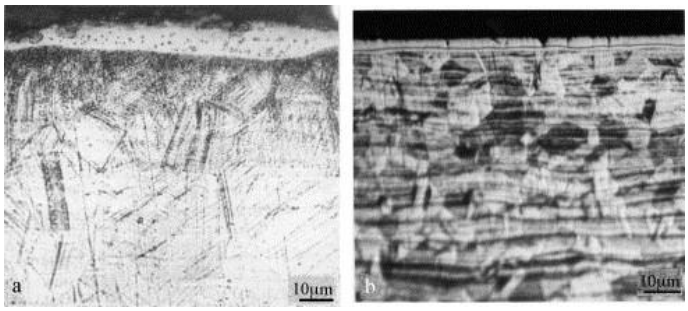


460°C 500°C 560°C

Figure 2 : Cinétiques de croissance de la couche γ' sur des échantillons en fer doux à 460°C, 500°C et 560°C avant (•) et après (▪) un prétraitement de surface mécanique de type SMAT. [9]

I.2.2 Traitement de déformations plastiques sévères

Un autre exemple relatif à des échantillons en acier inoxydable AISI 304 est répertorié dans la littérature [10]. Le traitement choisi fait partie de la famille des déformations plastiques sévères (DPS). Il a été choisi pour la couche martensitique qu'il crée en surface par transformations dues aux importantes déformations plastiques. Le procédé de prétraitement est réalisé dans un attriteur planétaire avec des billes de diamètre 10 mm pendant environ 50 min. Les échantillons sont ensuite nitrurés par un dispositif de nitruration assistée plasma de type diode dans un four opérant sous ammoniac (NH_3) à une pression de 500 Pa et avec une tension entre anode et cathode de 750 – 800 V et une densité de courant de 0,4 A/cm^2. La nitruration se fait ainsi à une température pouvant varier entre 380°C et 450°C. Les micrographies optiques en coupe transverse de la figure 3, obtenues après un traitement de 6 h à 380°C, montrent une augmentation significative de l'épaisseur de la couche de diffusion lors que l'échantillon a subi un prétraitement de type DPS.



(a) (b)

Figure 3 : Micrographies optiques en coupe transverse des couches de nitruration obtenues sur un acier inoxydable AISI 304 après un traitement de déformations plastiques sévères (a) et sans traitement (b) nitruré à 380°C pendant 6 h.[10]

Les épaisseurs des couches de nitruration ont été mesurées en fonction de la température et sont tracées sur le graphique de la figure 4. Les résultats montrent clairement une augmentation significative de l'épaisseur de nitruration à température et durée de traitement identiques lorsque l'échantillon a été prétraité par DPS : multipliée par environ deux par rapport à un échantillon non prétraité [10].

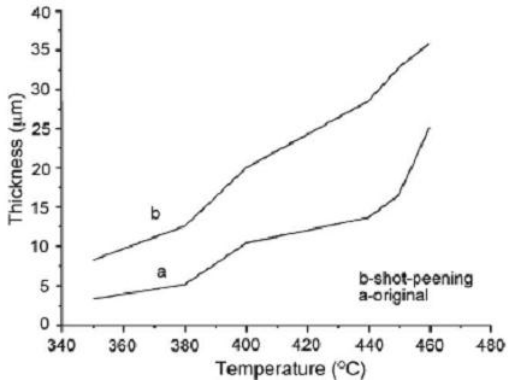


Figure 4 : Épaisseurs des couches de nitruration en fonction de la température de traitement sur deux types d'échantillon : (a) sans prétraitement et (b) avec prétraitement puis nitruration de 6 h. [10]

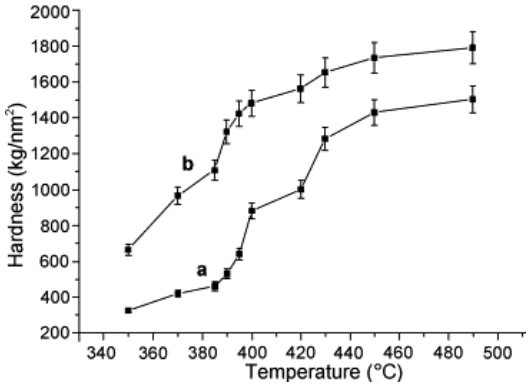
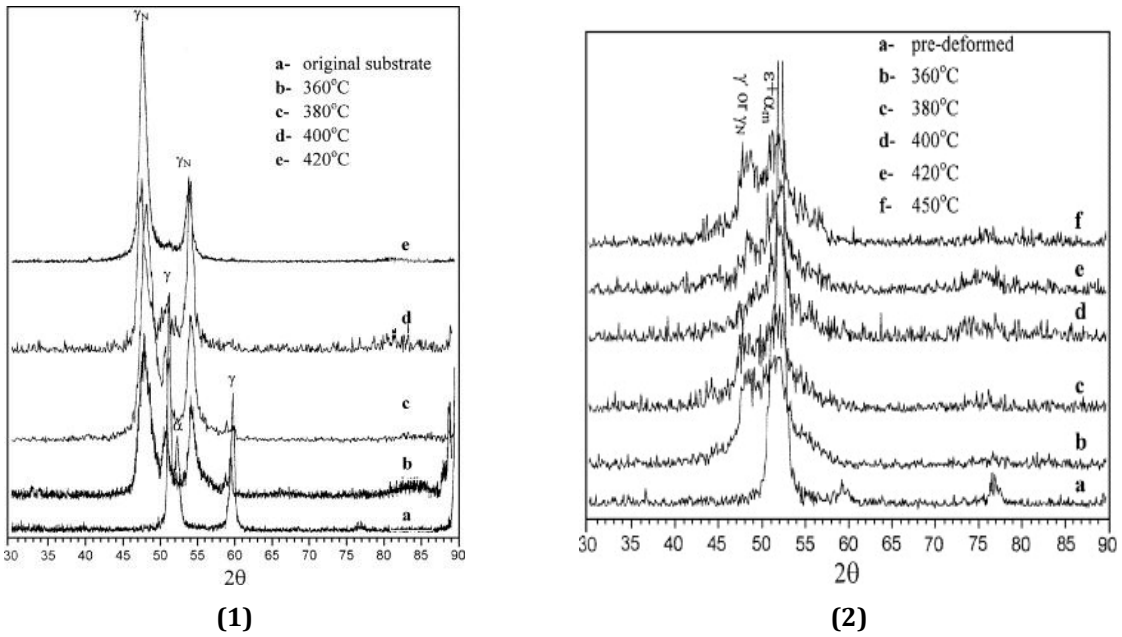


Figure 5 : Variation de la microdureté superficielle $HV_{0,1}$ en fonction de la température pour des traitements de nitruration de 6 h sur un acier inoxydable AISI 304 sans (a) et avec (b) prétraitement de DPS. [10]

En analysant les diffractogrammes de rayons X de la figure 6, il apparaît très clairement une phase γ_N (pour de plus amples informations voir le chapitre IV partie IV.2 page 165) après le traitement de nitruration d'un échantillon non prétraité alors que sur les échantillons prétraités par DPS, il apparaît non seulement une phase γ_N mais aussi une phase ε et une phase α dues au traitement mécanique. Cependant, il n'y a pas formation de nitrures de chrome (CrN). Les diffractogrammes après le traitement de DPS montrent un certain degré de déformation (formation de martensite sur l'échantillon pré déformé figure 6-2. Si on s'intéresse aux profils de microdureté ($HV_{0,1}$) pour un traitement de 6 h à différentes températures, avec et sans prétraitement représentés sur la figure 5, les résultats montrent que pour un traitement à 450°C la valeur de dureté passe de 250 HV à 1500 HV pour un matériau non prétraité et de 680 HV à 1800 HV pour un matériau prétraité par DPS. Après un traitement de nitruration, la dureté des couches de nitruration est contrôlée par deux mécanismes de durcissement : le durcissement par solution solide et le durcissement par précipitation. Le durcissement par solution solide est le mécanisme prédominant dans les aciers inoxydables austénitiques nitrurés à basse température alors que le durcissement par précipitation est prédominant pour les mêmes aciers possédant une fine couche déformée sévèrement [10].



(1) **(2)**

Figure 6 : Diffractogrammes de diffraction de rayons X d'un acier inoxydable AISI 304 nitruré sans prétraitement de DPS (1) et avec prétraitement de DPS (2) à différentes températures de nitruration pendant 6 h. [10]

I.2.3 Shot peening suivi d'un traitement de nitruration

Des essais de couplage d'un traitement de grenaillage de précontrainte (shot peening) suivi d'un traitement thermochimique de nitruration ionique ont été réalisés en 2000 par une équipe japonaise dirigée par Yamauchi [11]. Les résultats ont été présentés lors de la conférence « Stainless steel 2000 : Thermochemical Surface engineering of stainless steel » qui s'est déroulée à Osaka au Japon.

Dans cette étude, ils ont utilisé un substrat en acier inoxydable AISI 304. Les paramètres de grenaillage sont : une pression de 0,49 MPa pendant 10 s à 90° à 100 mm de la surface à traiter. Différentes grenailles de taille identique (~ 70 µm) ont été utilisées : 50 Ni-50 Cr, SiO_2, SiC et AISI M2. Le premier constat de cette étude est une évolution de la rugosité (Ra) :

Poli< (grenaillé par) 50Ni-50Cr< SiC< SiO_2<AISI M2

Les profils de microdureté Knoop à 10 g montrent que l'épaisseur atteinte et la dureté maximale sont obtenues dans l'ordre croissant suivant :

Poli : 200 HK < 50Ni-50Cr : 300 HK < SiC : 375 HK <SiO_2 : 400 HK <AISI M2 : 475 HK

Les épaisseurs de la couche de nitruration, mesurées sur les micrographies optiques en coupe transverse de la figure 7 après un traitement de grenaillage, augmentent de la manière suivante :

Poli : 5 µm < 50Ni-50Cr : 7 µm < SiO_2 : 9 µm < SiC : 12 µm <AISI M2 : 15 µm

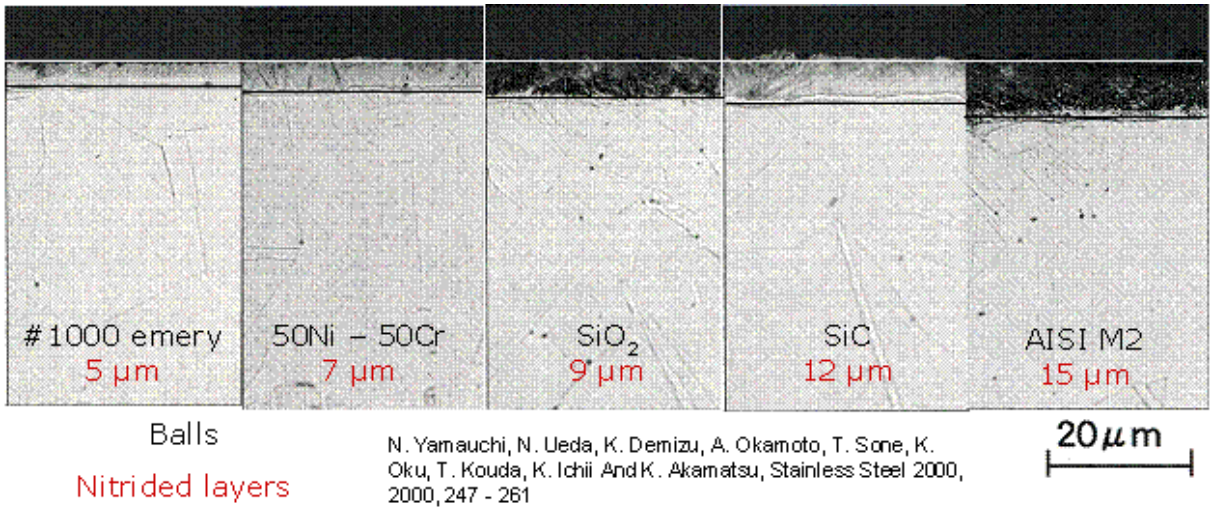


Figure 7 : Micrographies optiques en coupe transverse d'échantillons prétraités par grenaillage de précontrainte et nitrurés. [11]

Les métallographies (figure 7) permettent de constater que la couche de nitruration sur les échantillons grenaillés par SiO_2 ou M2 est plus sensible à l'attaque chimique permettant de la révéler. Alors que pour les échantillons grenaillés par Ni-Cr ou SiC les couches de nitruration sont moins sensibles à l'attaque.

I.2.4 Récapitulatif des manipulations réalisées en couplant un prétraitement et un traitement thermochimique

Le tableau 1 présente un récapitulatif des résultats publiés dans la littérature. Y figurent les caractéristiques du prétraitement, les résultats obtenus sur les microstructures, les conditions, les résultats du traitement thermochimique sur l'échantillon prétraité et sur la référence polie.

Tableau 1 : Tableau regroupant les résultats bibliographiques obtenus lors de couplage d'un prétraitement et d'un traitement thermochimique. Les valeurs entre parenthèses sont les épaisseurs de couche mesurées sur des échantillons non prétraités.

Substrat	Traitement mécanique	Résultats du traitement mécanique	Traitement thermochimique	Résultats de nitruration	Réf.
Fer pur Structure α	SMAT 50 Hz, billes acier inox Ø 8 mm, 60 min sous atmosphère d'argon	Nanostructuration <100 nm sur ~ 20 µm	Nitruration gazeuse sous NH_3 à 300°C, 9 h	Couche blanche de nitrures de ~10 µm (~0 µm) Pénétration d'azote et durcissement sur > 25 µm (~0 µm) Augmentation du coeff. de diffusion de N de ~ 1000	[1]
	SMAT 3 kHz, billes en acier Ø 8 mm sous atmosphère d'argon	Une couche nanostructurée ~ 20 µm (grain de 8 nm) Recuit de 2h à 500°C avant nitruration	Nitruration gazeuse sous NH_3 à 500°C, 2 h	Durcissement sur 80 µm (40 µm)	[3]
	SMAT 3 kHz, billes en acier Ø 8 mm sous atmosphère d'argon	Nanostructuration < 100 nm sur ~ 30 µm	Nitruration gazeuse sous NH_3 350°C, 4 h → 450°C, 4 h →	 Couche de diffusion de 8-9 µm (0 µm) Couche de diffusion de 18 µm (3-4 µm)	[12]
	SMAT 50 Hz, billes Ø8 mm, 60 min, sous vide	Nanostructuration < 25 nm sur ~ 5 µm	Chromisation (dépôt diffusion)	Amélioration de la diffusion d'un facteur 7-9 entre 300°C et 400°C	[6]
	SACNT[2] 15 mA/cm² à 50Hz, 50°C, 10 – 60 min dans $FeCl_2$ 20 m%		Nitruration gazeuse sous NH_3 à 300°C pendant 9 h	Couche blanche (nitrures) de ~ 15 µm (0 µm) Pénétration d'azote dans l'austénite et durcissement sur >100 µm (0 µm)	[13]
Acier doux 0,2%C Structure α	USSP[3] 20 kHz, billes Ø 2 mm, 7 min 30 s	Amorphisation sur 10 nm sur 5 µm Durcissement sur ~ 10 µm Coefficient de frottement 0,1 (~ 0,3) Usure 0,013 mm^3 (0,035 mm^3)	Nitruration gazeuse sous NH_3 à 460°C pendant 18 h	Profondeur nitrurée de 5,25 µm (2,5 µm)	[9]
	SMAT 50 Hz, billes acier inox Ø 8 mm, 60 min sous vide	Couche nanostructurée de ~ 20 µm	Chromisation 400°C, 3 h	Diffusion de Cr sur ~ 5 µm, comparable à 850°C sans SMAT Diffusion de Cr sur ~ 10 µm (~ 530°C, 3 heures)	[7]
	SACNT 15 mA/cm² à 50 Hz, 50°C, 10-60 min dans $FeCl_2$ 20 m%		Nitruration gazeuse sous NH_3 à 300°C, 9 h	Couche blanche (nitrures) de ~15 µm (0 µm) Pénétration d'azote dans la ferrite et durcissement sur > 200 µm (0 µm)	[14]

2 SACNT : qui signifie en anglais « Surface-Alternating Current Nanocrystalline Treatment » et en français « Traitement de nanostructuration de surface par courant alternatif ». Le principe de la technique de SACNT est le suivant : 2 électrodes (une en métal inerte, l'autre étant constituée de l'échantillon) sont plongées dans un électrolyte de chlorure de fer (20 %pds $FeCl_2$). Un courant alternatif est appliqué entre les deux électrodes pendant un certain temps. Les conditions généralement utilisées sont pour la densité de courant 15 mA/cm^2, une fréquence de 50 Hz, une température de 50°C et un temps de traitement variant de 10 à 60 minutes. Au final, la surface de l'échantillon est nanostructurée. [13,14]

3 USSP : Technique similaire à celle du SMAT décrite dans le chapitre 2.

Substrat	Traitement mécanique	Résultats du traitement mécanique	Traitement thermochimique	Résultats de nitruration	Réf.
Acier dur 0,4%C Structure α	SMAT 50 Hz, billes de Zirshot Ø 10 mm, 90 min sous vide	À 20 µm de la surface traitée la taille des grains est d'environ 100 nm	Chromisation de 500°C à 700°C, 120 min	Diffusion de Cr sur ~ 5,2 µm à 600°C (pas de trace de Cr sur la référence)	[8]
Acier 38CrMoAl Structure α	SMAT 50 Hz, billes acier inox Ø 8 mm, 60 mm, sous atmosphère d'argon	10 nm couche de surface à 30-60 µm de la surface tailles des grains 100 -600 nm	Nitruration gazeuse (NH_3) 1 atm 400°C, 30 h	Durcissement sur 150 µm (25 µm)	[15]
Acier Inoxydable AISI 304 Structure γ	SMAT 50 Hz, billes acier inox Ø 8 mm, 15 min	Nanostructuration < 100 nm sur ~30 µm	Nitruration ionique à 400°C, 5 h	Couche blanche (nitrures) de ~10-12 µm (4-5 µm) Pénétration d'azote dans l'austénite et durcissement sur >150 µm (~20 µm) Réduction de l'usure d'un facteur ~12	[16]
	Ball miller[4], billes de Ø 10 mm et vitesse de rotation importante	Formation d'une couche de martensite après prétraitement	Nitruration ionique 380°C à 450°C, 6 h	380°C /6 h couche de 13 µm (5 µm)	[10]
	Shot peening[5] 0,49 MPa, 10 s 90° à 100 mm de la surface impactée avec des particules de SiO_2, de SiC, 50Ni-50Cr et AISI M2 de Ø 70 µm		Nitruration ionique à 400°C, 8 h	7 µm 50Ni-50Cr 9 µm SiO2 (nitrures?) 12 µm SiC (amélioration de la corrosion) 15 µm AISI M2 (5 µm)	[11]
	High Pressure Torsion[6]	Présence de martensite après le traitement	Nitruration dans un plasma Radio fréquence 300W d'azote à 350°C, 3h avec une tension de polarisation de -1000V	Couche de nitruration deux fois plus importante sur l'échantillon grenaillé	[17]
Acier Inoxydable AISI 316L Structure γ	Shot peening 0,6 MPa, 10 s à 300 s, 90° à 100 mm de la surface impactée avec des particules de AISI M42 de Ø 63 µm	Formation d'une couche de martensite en surface visible par diffraction des rayons X	Nitruration gazeuse (NH_3) 550°C, 6 h	Amélioration de la diffusion d'azote dans les parties déformées plastiquement	[18]
Acier Inoxydable AISI 321 Structure γ	SMAT 20 kHz, billes acier inox Ø 3 mm, 30 min	Polissage superficiel avant traitement de nitruration	Nitruration ionique à 100, 200, 300 et 400°C, 4 h	A 400°C couche de 10 µm (5 µm)	[4]

4 Ball Miller : attriteur planétaire permettant de réduire les poudres de matériaux lors de la mécano-synthèse.

5 Shot peening ou grenaillage de précontrainte : L'opération de grenaillage de précontrainte est un traitement mécanique destiné à améliorer les propriétés d'une pièce métallique par durcissement superficiel (écrouissage). Cette opération a pour but d'améliorer la résistance à la fatigue et à la corrosion. La vitesse des billes est de l'ordre de 50 m s^{-1} et chaque impact crée une pression voisine de 1,5 GPa pendant 1µs, ce qui déforme plastiquement le matériau en l'étirant autour du point de choc. Par la répétition de ces impacts, on peut enfermer la pièce dans une coquille de contraintes de compression : l'épaisseur plastifiée est comprise entre 0,1 et 0,25 mm. Le grenaillage réduit la taille des aspérités et des rayures et améliore la tenue en fatigue et à l'usure en petits débattements. On dit souvent que le « grenaillage est le garant de la bonne santé des surfaces ».

6 High Pressure Torsion ou torsion par haute pression : Technique de déformation plastique sévère couramment étudiée dans la littérature. Le matériau est déformé par pur cisaillement, il est placé entre 2 enclumes dont une tourne sur elle-même : la pression hydrostatique exercée sur l'échantillon peut être comprise entre 0,75 et 8 GPa.

Tous les cas recensés où une amélioration est observée, ont été précédés par un traitement de déformations plastiques sévères comme le SMAT, le « Shot Peening », le « Ball Milling », le « High Pressure Torsion »… Il paraît essentiel que le traitement préliminaire de la surface induise une déformation plastique. La déformation plastique peut être visible à l'échelle macroscopique mais elle est surtout importante à l'échelle microscopique. Cette déformation plastique est mise en évidence par une augmentation de la dureté de surface et dans certains cas, elle conduit à la formation d'une structure nanométrique en sub-surface.

Les articles recensés font principalement état d'une amélioration de la diffusion d'éléments tels que l'azote (nitruration) et le chrome (chromisation) dans des alliages à base de fer : fer pur, aciers inoxydables austénitiques (AISI 304, AISI 321) et sur des aciers. Par contre, à l'heure actuelle, aucune donnée concernant le couplage de prétraitements et de traitements thermochimiques n'existe pour les alliages à base nickel.

I.2.5 Hypothèses expliquant les améliorations lors des traitements thermochimiques

Le phénomène de nanostructuration de la surface des échantillons prétraités est généralement l'hypothèse avancée pour justifier et expliquer les améliorations observées. En effet, pour un matériau nanostructuré avec une taille de grain de l'ordre de 10 nm, l'augmentation de la surface et du nombre des joints de grain est d'environ 30% [11,19]. Ces joints de grain peuvent ainsi représenter des courts circuits de diffusion pour le chrome [5-6] et pour l'azote [1,12,20]. De plus, la densité de jonctions triples augmente fortement avec une taille de grain qui diminue. Les jonctions triples sont plus larges que les joints de grain classiques, le chrome peut diffuser plus facilement [6].

La nanostructuration induit un nombre plus important de joints de grain. Dans le cas du fer, l'énergie d'activation est deux fois plus faible aux joints de grain que dans les grains et la diffusivité de l'azote le long des joints de grain ($5{,}4\cdot10^{-10}$ $cm^2\cdot s^{-1}$) est environ deux fois plus importante que la diffusivité dans les grains ($3{,}3\cdot10^{-7}$ $cm^2\cdot s^{-1}$) à 300°C [1] : ces propriétés peuvent expliquer les améliorations observées pendant un traitement de nitruration à cette température. Ces nouveaux joints de grain présentent une énergie stockée et/ou des densités de défauts plus importants comparés aux matériaux microstructurés conventionnels. Par exemple, les joints de grain hors équilibre possèdent une énergie de Gibbs plus importante que les joints de grain à l'équilibre, ce qui peut faciliter la diffusion du chrome le long de ce type de joints de grain en diminuant l'énergie de formation des défauts nécessaire à la diffusion de chrome qui diffuse par un mécanisme lacunaire [1].

Une hypothèse supplémentaire est que l'introduction d'une déformation plastique (écrouissage superficiel) des échantillons introduit au sein du matériau un nombre important de défauts tels que lacunes, dislocations, joints de grain… Par exemple, le traitement par SMAT produit en surface des échantillons une densité très importante de dislocations donnant ensuite naissance à des nouveaux joints de grain. Ces joints de grain issus du processus d'affinement de structure sont dans un état hors d'équilibre [21]. Ces défauts introduits par la déformation plastique représentent une énergie supplémentaire stockée par rapport aux matériaux microstructurés conventionnels. De surcroît, tous ces défauts peuvent servir de court-circuit de diffusion pendant le traitement thermochimique [1,10] et être le moteur de la diffusion.

Les couches obtenues par déformations plastiques sévères influencent la formation des phases dans les couches de nitruration [10].

Dans le cas des aciers inoxydables austénitiques, la déformation plastique induit aussi dans certains cas un changement de phase austénite γ en martensite α [4,10,22-24]. Or, il est bien connu que le coefficient de diffusion de l'azote est beaucoup plus important dans la martensite que dans l'austénite [10] bien que la solubilité de l'azote soit moindre en phase α

qu'en phase γ. La couche de martensite formée en surface permet un rapide transfert de l'azote dans le matériau.

La diffusion élevée et la réactivité des atomes de la couche nanostructurée par SMAT seraient aussi des raisons intrinsèques de l'efficacité de l'amélioration de la pénétration d'azote [5,9].

I.3 Mécanismes de durcissement

Un effet principal et facilement mesurable après les prétraitements mécaniques est l'augmentation de la dureté superficielle du matériau. Pour durcir un métal, autrement dit augmenter sa limite d'élasticité, il faut trouver les moyens de gêner le déplacement des dislocations sans l'entraver totalement afin d'éviter une fragilité inacceptable. L'introduction d'obstacles de différentes sortes, dans le réseau cristallin, freine le déplacement des dislocations. Il existe 4 mécanismes :

- Durcissement par augmentation du nombre de joints de grain : des interfaces entre les constituants majeurs de la microstructure.
- Durcissement par écrouissage : lié à la création de nouvelles dislocations qui interceptent le plan de glissement des dislocations mobiles.
- Durcissement structural : par des précipités d'une deuxième phase dispersés dans les grains.
- Durcissement par soluté : lié à la présence d'atomes étrangers en insertion ou en substitution dans le réseau cristallin.

I.3.1 Durcissement par augmentation du nombre des joints de grain

Expérimentalement, la valeur de la limite d'élasticité macroscopique augmente de façon systématique lorsque la taille de grain diminue, du moins si la taille de grain est supérieure à une vingtaine de nanomètres. Cette variation de la limite d'élasticité en fonction du diamètre moyen des grains obéit le plus souvent à la relation proposée par Hall et Petch :

$$\sigma_e = \sigma_0 + k \cdot d^{-\frac{1}{2}}, \qquad \textbf{(I-1)}$$

avec σ_e qui est la limite d'élasticité du matériau, σ_0 et k qui sont des constantes du matériau et d qui est la taille moyenne des grains.

À des températures inférieures à la moitié de la température de fusion, les joints de grain sont des obstacles aux mouvements des dislocations, ils ne permettent pas le passage de celles-ci à travers eux.

I.3.2 Durcissement par écrouissage

I.3.2.1 Glissement des dislocations partielles dans les métaux cubiques à faces centrées (CFC)

Lorsque l'énergie de défaut d'empilement est très basse, les dislocations parfaites se dissocient sous la contrainte. La déformation plastique est alors réalisée par l'écartement des dislocations partielles sur les plans de glissement, ce qui conduit à la formation de larges bandes de défaut d'empilement (figure 8).

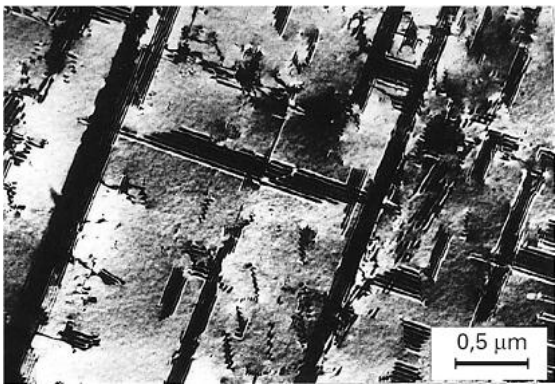


Figure 8 : Défauts d'empilement formés par la propagation de dislocations partielles dans un acier inoxydable austénitique de structure cubique à faces centrées à faible énergie de défaut d'empilement (cliché IRSID).

I.3.2.2 Maclages mécaniques

Un autre mécanisme, le maclage, peut également jouer un rôle important dans la déformation plastique de certains matériaux (figure 9) : une partie du cristal est ainsi cisaillée entre deux plans qui vont former les interfaces avec la partie non déformée. Le taux de cisaillement induit est donné par la géométrie du système de maclage (plan et direction cristallographiques de maclage) dans la maille cristalline. Le maclage est généralement observé dans les matériaux dont le nombre de systèmes de glissement est réduit, par exemple ceux de structure hexagonale compacte.

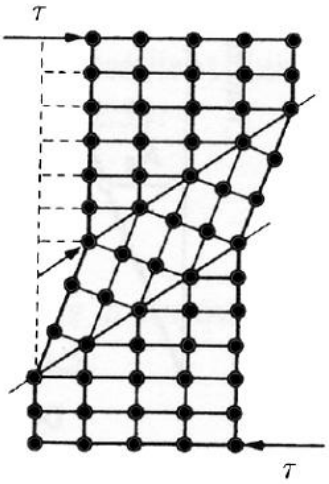


Figure 9 : Déformation par maclage mécanique.

I.3.3 Déformation plastique par transformation de phase

Dans le cas des aciers inoxydables austénitiques, la structure cubique à faces centrées (CFC) devient instable vers la température ambiante et, au-dessous d'une température critique Ms, elle se transforme en martensite α de structure cubique centrée. La transformation s'effectue par un mécanisme de déplacement ordonné des atomes qui induit un changement de forme irréversible du volume transformé. Pendant la déformation plastique de l'austénite à une température supérieure à Ms mais inférieure à une valeur critique Md, une partie de la déformation permanente résulte de la transformation de l'austénite en structure hexagonale (martensite ε de déformation) puis en structure cubique centrée (martensite α). La martensite α, formée par déformation de l'austénite, est répartie dans le réseau CFC sous forme de petits

îlots aux croisements des bandes de martensite ε. Le nombre et la taille de ces îlots augmentent progressivement en fonction de la déformation globale.

Le durcissement par écrouissage est alors plus marqué et, par conséquent, l'apparition de la striction en traction uniaxiale est retardée et l'allongement à rupture est augmenté. Ce phénomène de plasticité induite par transformation de phase est désigné couramment par l'acronyme anglais TRIP (Transformation Induced Plasticity). Il advient aussi pendant la déformation plastique de certains aciers au carbone de structure ferritique contenant des grains d'austénite résiduelle métastable.

I.3.4 Durcissement par atomes en solution solide

Il existe deux types de solution solide dans les alliages métalliques suivant l'emplacement des atomes en solution solide dans le réseau cristallin du métal de base :

- Les solutions solides de substitution (atomes de soluté remplaçant des atomes du solvant sur les sites du réseau cristallin)
- Les solutions solides d'insertion (atomes de soluté insérés dans les sites du réseau cristallin du solvant)

Dans le cas des aciers et des alliages base nickel, les éléments d'addition Mn, Si, Cr, Ni, Mo et Ti sont, par exemple, des solutés substitutionnels tandis que le carbone et l'azote sont des solutés d'insertion.

I.4 Mécanismes de déformation des métaux cubiques à faces centrées

Pour une meilleure compréhension, il semble intéressant d'expliquer brièvement les mécanismes de déformation plastique des matériaux cubiques à faces centrées (CFC). C'est pourquoi un rapide aperçu des notions de plasticité dans les CFC est présenté dans cette partie. Nous verrons quels sont les critères qui permettent d'expliquer un grand nombre de mécanismes et de résultats observés.

Les matériaux que nous utilisons dans cette étude font partie de la famille des métaux cubiques à faces centrées (aciers inoxydable austénitiques et alliages base nickel) notés CFC dans la suite du manuscrit. En général, cette structure est notée par la lettre grecque γ. Dans cette structure, les plans compacts {111} s'organisent suivant un empilement du type ABCABC comme l'illustre la figure 10. Dans le système cubique à faces centrées, la maille cubique comporte un atome à chaque sommet et un au milieu de chaque face, ce qui correspond à 4 atomes par maille. La compacité (proportion d'espace occupée par les atomes) de la maille cubique faces centrées est de 0,74.

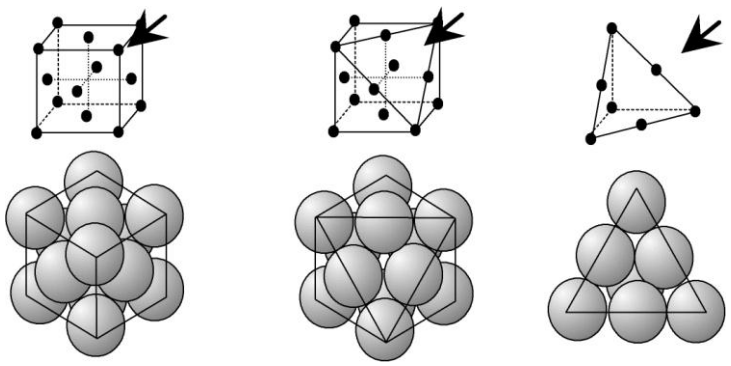


Figure 10 : Empilement de plan dense de la structure cubique face centrée.

I.4.1 Les dislocations

La déformation plastique dans les matériaux CFC résulte pour la plus grande partie du déplacement de défauts cristallins : les dislocations. Une dislocation est un défaut linéaire qui est responsable de presque tous les aspects de la déformation plastique dans les métaux. Les dislocations sont à la foi à l'origine de la déformation mais elles expliquent aussi en grande partie l'écrouissage.

Une dislocation est caractérisée par la position de sa ligne *L* et par son vecteur de Burger $\vec{b}$ dont la norme représente l'amplitude de la déformation qu'elle engendre (figure 11). Elle correspond à un champ de déformation élastique singulier : les contraintes, les déformations et les rotations varient avec la distance *r* à la ligne de dislocation comme *b/r* pour une ligne isolée, $b\ h/r^2$ pour un dipôle de largeur *h* et $r >> h$, $b\ S/r^3$ pour une boucle de surface *S* et $r^2 >> S$. Lorsque le vecteur est une période du réseau, la dislocation est dite parfaite. Lorsque ce n'est pas le cas, la dislocation est dite imparfaite, elle borde alors un défaut d'empilement.

Une dislocation parfaite peut se déplacer par glissement sur un cylindre de glissement défini par sa ligne *L* (directrice) et son vecteur de Burgers $\vec{b}$ (génératrice). Dans la pratique, il s'agit généralement du plan de glissement (*L* et $\vec{b}$ sont coplanaires). Lorsque la dislocation glisse en balayant complètement son plan de glissement, le résultat est un glissement unitaire, avec apparition d'une marche, ou d'une ligne de glissement sur la surface (figure 12). Ce mouvement est dit « conservatif » car il ne nécessite pas de transport de matière. Il s'effectue de proche en proche par la rupture et le recollement des liaisons atomiques à la manière dont on ferait glisser une double fermeture éclair. Ce type de mouvement, qui est particulièrement efficace pour propager la déformation, se produit généralement sans autre apport énergétique qu'une faible contrainte extérieure. De façon illustrative, on s'imagine très bien qu'il est plus facile de traîner un tapis sur le sol en faisant propager une série de petites ondulations plutôt que de tirer l'ensemble du tapis.

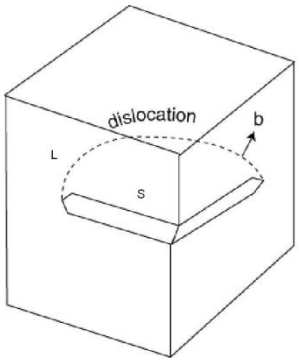


Figure 11 : Dislocation caractérisée par la position de sa ligne *L* et par son vecteur de Burgers *b*.

Les dislocations sont responsables de la plasticité des cristaux ; ainsi leur nombre augmente au cours de la déformation. En général, les dislocations ne naissent pas en surface, mais à l'intérieur du cristal par l'intermédiaire de sources.

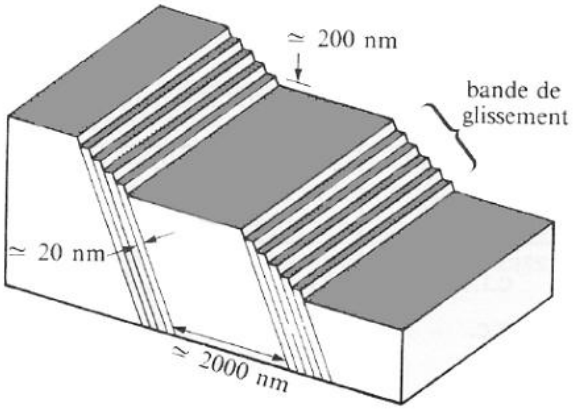


Figure 12 : Schéma de la formation de bandes de glissement.

La plus connue est la source de Franck et Read mais il en existe d'autres telles que la source spirale. Dans une source de Franck Read, lorsqu'une contrainte est appliquée à l'échantillon, une dislocation qui est retenue à ses extrémités a tendance à se courber, à la manière de la corde d'un arc (figure 13 stade 1 (a et b)). À partir d'un certain seuil de contrainte, la boucle commence à s'étendre également sur les côtés et en arrière (figure 13 stade 2 (c et d)). Lorsque les deux parties arrières se rencontrent, elles se joignent, ce qui crée à la fois une boucle nouvelle et restaure le segment initial (figure 13 stade 3 (e et f)). Ainsi, une succession de boucles concentriques peut être créée.

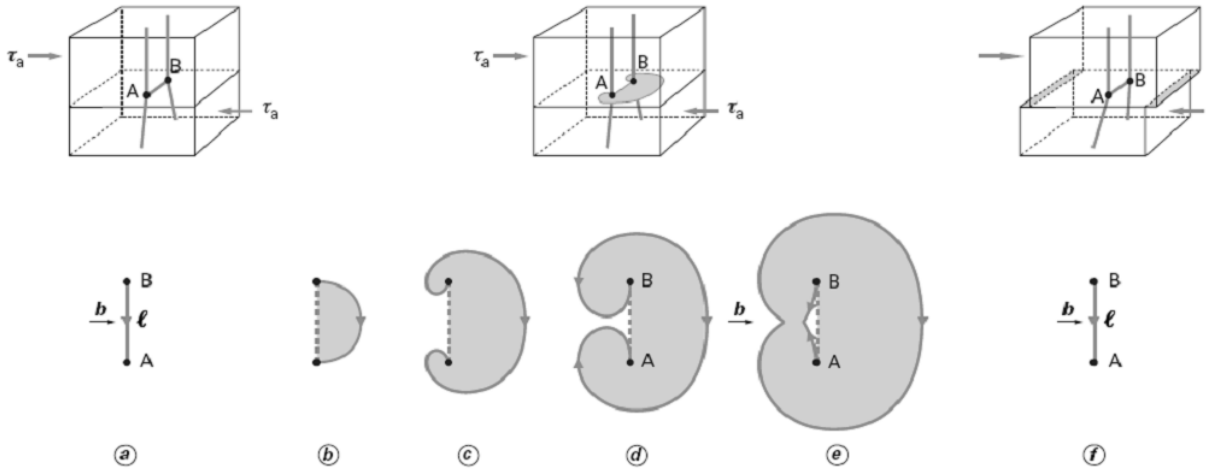


Figure 13 : Multiplication des dislocations par le mécanisme de Franck et Read [25].

Les dislocations permettent à un matériau de se déformer, un métal sera mou si les dislocations sont abondantes et se déplacent facilement. A l'inverse, un métal sera dur si les dislocations sont stoppées sur leurs passages. Pour durcir un métal, il est nécessaire de limiter le mouvement des dislocations.

Lorsqu'une dislocation se déplace et vient en rencontrer une autre immobile, elle a du mal à franchir ce nouvel obstacle, ce qui a pour conséquence de ralentir son mouvement. Lors de la déformation du métal, un grand nombre de dislocations mobiles et de nombreuses dislocations immobiles est créé. Ce sont en général des débris de dislocations formés lors de réactions entre les dislocations mobiles. Ces « débris » sont autant d'obstacles au passage de nouvelles dislocations, un peu comme si une dislocation devait se frayer un chemin dans une « forêt » (figure 14).

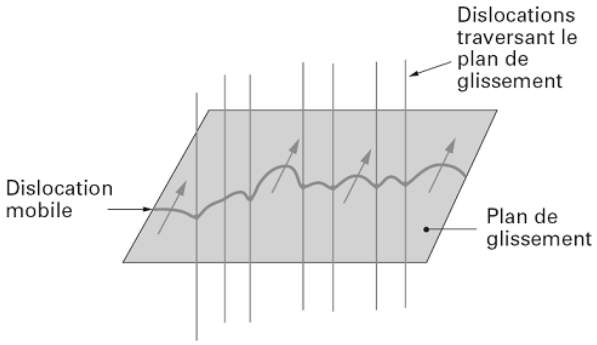


Figure 14 : Blocage d'une dislocation mobile par les dislocations qui traversent son plan de glissement [25].

Deux cas se présentent alors : l'interaction entre les dislocations est attractive, ou alors, l'interaction est répulsive. Quand l'interaction est attractive, les dislocations peuvent se combiner et former une source de Frank Read.

I.4.2 Structures cristallines et systèmes de glissement

Précédemment, nous avons énoncé qu'un des modes permettant de durcir un métal est réalisé par le glissement des plans denses. Dans cette partie, une revue des modes de déformation par glissement dans les structures CFC est réalisée.

Une dislocation de vecteur de Burgers [*uvw*] glisse sur un plan (*hkl*). Elle est notée système de glissement [*uvw*] (*hkl*) (figure 15). Pour que le glissement soit "facile", [*uvw*] doit être forcément une direction dense, car cela donne une déformation minimale, et (*hkl*) doit être un plan dense, car cela donne une force de frottement minimale.

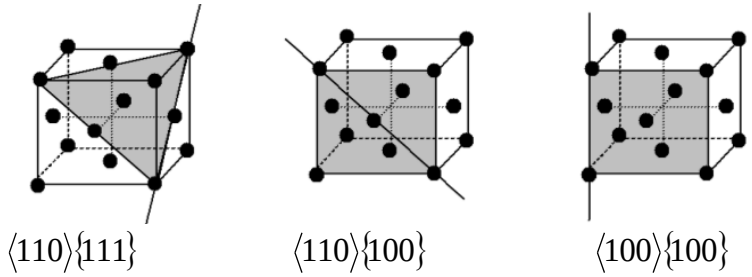


Figure 15 : Exemples de systèmes de glissement génériques dans les cristaux CFC.

Donc, pour une structure cristallographique donnée, il y a un nombre réduit de systèmes de glissement facile. Plus une structure a de systèmes de glissement facile, plus le cristal pourra être ductile (mais la ductilité dépend aussi d'autres paramètres comme la pureté, la taille de grains...). À l'inverse, une structure qui a peu de systèmes de glissement facile sera intrinsèquement fragile (le cristal cassera sans déformation plastique).

La structure, possédant le plus de systèmes de glissement faciles, est la structure CFC. Elle dénombre en effet 12 systèmes de glissement. Le tableau 2 répertorie tous les systèmes de glissement dans un CFC selon la convention de Schmid et Boas. Afin de représenter ces systèmes de glissement dans l'espace, le moyen conventionnel généralement utilisé est la projection stéréographique comme le montre la figure 16. En prenant le cas d'un chargement en traction sur un monocristal, les traces des principaux plans cristallographiques sur le plan de projection stéréographique, font apparaître des zones qui s'apparentent à des triangles (figure 16). Si la projection de l'axe de traction est à l'intérieur de l'un de ces triangles, le premier système de glissement actif est celui associé à ce triangle. Dans le cas où la projection de l'axe de traction appartient à plusieurs triangles, il y a activation multiple de systèmes de glissement (ceux associés aux triangles concernés). Par exemple, lorsque l'axe de traction est

positionné sur le côté commun à deux triangles, un glissement double apparaît dans le monocristal.

Tableau 2 : Système de glissement dans les structures CFC, selon la convention de Schmid et Boas.

Plan de glissement	Direction de glissement					
	$[011]$	$[0\bar{1}1]$	$[101]$	$[\bar{1}01]$	$[\bar{1}10]$	$[110]$
$(\bar{1}11)$		A2	A3			A6
(111)		B2		B4	B5	
$(\bar{1}\bar{1}1)$	C1		C3		C5	
$(1\bar{1}1)$	D1			D4		D6

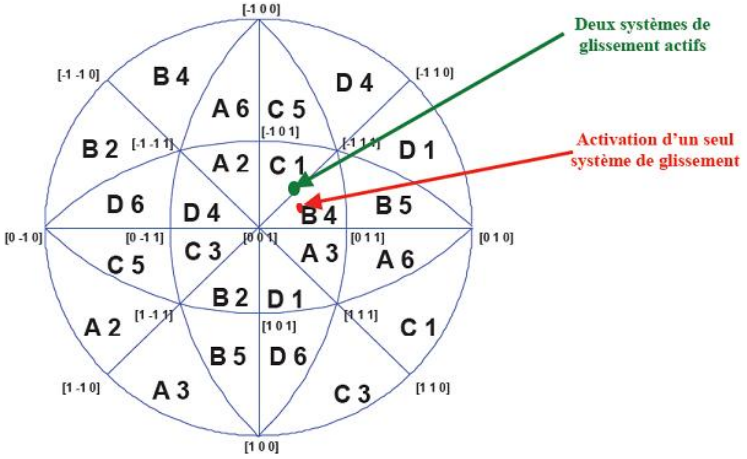


Figure 16 : Projection stéréographique faisant apparaître les systèmes de glissement. L'activation des systèmes de glissement dans le cas de la traction se détermine en fonction de la position de l'axe de traction.

I.4.2.3 Activation des systèmes de glissements

La déformation plastique s'effectue donc suivant un nombre discret de modes de déformation. Lors de la soumission d'un échantillon monocristallin à une force F en traction simple, seule la composante projetée sur un système de glissement activable peut induire une déformation plastique. Considérons la composante tangentielle τ au plan de glissement et dans la direction de glissement. Avec les notations de la figure 17, l'expression de scission résolue τ est :

$$\tau = \frac{F}{S_0}\cos(\theta)\cos(\chi). \qquad \textbf{(I-2)}$$

Le terme $(\cos(\theta)\cos(\chi))$ est appelé facteur de Schmid pour le système de glissement considéré. Il permet de calculer la contrainte macroscopique nécessaire à l'activation du système en fonction de la direction d'application. Souvent, le mouvement induit par glissement ne sera pas colinéaire à l'effort appliqué. Ces constatations montrent que la déformation plastique est, par nature, anisotrope. Pour une dislocation isolée dans un monocristal, le système de glissement activé sera celui pour lequel de facteur de Schmid est maximal. Dans un monocristal, plusieurs systèmes de glissement sont activables, et il faut donc considérer les contributions possibles des différents systèmes à la déformation.

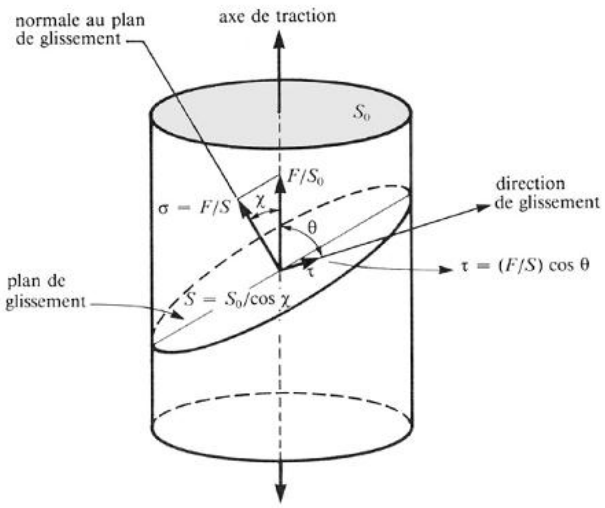


Figure 17 : Loi de Schmid. Projection de l'effort appliqué sur un plan de glissement et scission résolue τ dans une direction de glissement.

I.4.3 L'énergie de fautes d'empilement

Précédemment, nous avons vu que les déformations sont souvent réalisées par glissement des plans denses. Les cristaux cubiques faces à centrées présentent un empilement d'atome compact de type (ABCABC). Cependant, lors de la déformation plastique, le glissement des plans denses donne naissance à des fautes d'empilements. Elles correspondent à un empilement localement altéré par exemple de type (ABABC). Dans les métaux, c'est généralement la dissociation parfaite qui engendre les fautes d'empilement. Dans cette partie, nous nous limiterons aux fautes d'empilement générées dans les matériaux CFC.

I.4.3.4 Les fautes d'empilement

Dans les métaux CFC, les vecteurs de Burgers des cristaux ne peuvent pas prendre des valeurs quelconques. Le déplacement des dislocations doit rétablir la périodicité du réseau. Les dislocations parfaites dans les CFC ont un vecteur de Burgers correspondant à la plus petite périodicité du réseau soit la distance interatomique $\frac{a}{2}[110]$ où a désigne le paramètre de maille. La dislocation parfaite est la limite d'une région qui a glissé, c'est-à-dire qui s'est déplacé d'un vecteur de Burger $\vec{b}$ par rapport au reste du cristal et où chaque atome a retrouvé son entourage normal de voisins défini par la structure. La majeure partie de l'énergie (E) de la dislocation (équation (I-3)) qui est un défaut linéaire, correspond à la déformation élastique de l'ensemble du cristal.

$$E \approx \frac{\mu \cdot b^2}{2}, \qquad \textbf{(I-3)}$$

où μ est le module de cisaillement et b est la norme du vecteur de Burgers.

Grâce à l'équation (I-3), connaissant la densité de dislocation dans le matériau, il devient possible de connaître l'énergie élastique (E) totale stockée dans celui-ci.

Les dislocations glissent dans les plans denses {111}. Donc les fautes d'empilement sont parallèles aux plans (111) Bien que les mécanismes d'obtentions soient très différents, les fautes d'empilement se classent en trois catégories selon leur empilement :

- Les macles cohérentes : ABCABCBACBAC
- Les **fautes intrinsèques** : ABCABABC (obtenu par retrait d'un plan réticulaire ou par glissement)

- Les **fautes extrinsèques** : ABCABACABC (obtenu par insertion d'un plan excédentaire)

Les défauts intrinsèques sont beaucoup plus fréquents, bien que l'énergie spécifique des défauts extrinsèques ne soit que de 1 à 1,5 fois plus grande.

Ces défauts d'empilement sont limités dans le cristal par un nouveau défaut linéaire, la dislocation partielle : un défaut intrinsèque produit par glissement est ainsi limité par une dislocation imparfaite de Shockley. Elles peuvent être obtenues de différentes façons :

- Par la dissociation d'une dislocation parfaite $\frac{a}{2}[110]$ ($\vec{b}$) en deux dislocations partielles de Shockley $\frac{a}{6}[211]$ ($\vec{b}_1$) et $\frac{a}{6}[12\bar{1}]$ ($\vec{b}_2$) représenté dans la figure 18 (équations (I-4) et (I-5)), la faute est obtenue par cisaillement.
- Par condensation de lacunes ou d'interstitiels, la faute est alors bordée par une boucle de Frank, négative ou positive de vecteur de Burgers $\pm\frac{a}{3}[111]$.

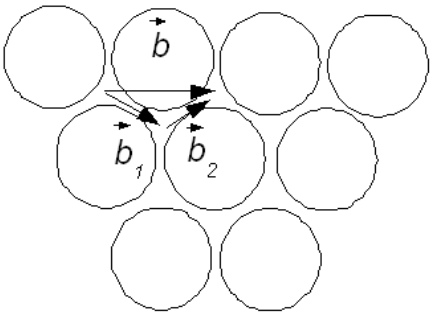


Figure 18 : Dissociation d'une dislocation parfaite $\vec{b}$ en deux dislocations partielles (ou de Shockley) $\vec{b}_1$ et $\vec{b}_2$ dans un empilement de type ABC.

$$\vec{b} \rightarrow \vec{b}_1 + \vec{b}_2 \qquad \textbf{(I-4)}$$

$$\frac{a}{2}[110] \rightarrow \frac{a}{6}[211] + \frac{a}{6}[12\bar{1}] \qquad \textbf{(I-5)}$$

L'énergie d'une dislocation partielle est donc plus faible que celle d'une dislocation parfaite. La dissociation d'une dislocation parfaite en deux partielles est énergétiquement favorable.

Les deux dislocations partielles se repoussent, mais elles sont retenues par une bande de défauts (figure 19 et figure 20) intrinsèque qui les relie : la théorie de l'élasticité isotrope permet de calculer la distance d'équilibre où elles sont parallèles et distantes de :

$$d = \mu \frac{\vec{b}_1 \cdot \vec{b}_2}{2\pi K \gamma_{SFE}}, \qquad \textbf{(I-6)}$$

avec γ_{SFE} qui est l'énergie de défauts d'empilement intrinsèque, K qui est coefficient compris entre 0,6 et 1 et μ qui est le module de cisaillement.

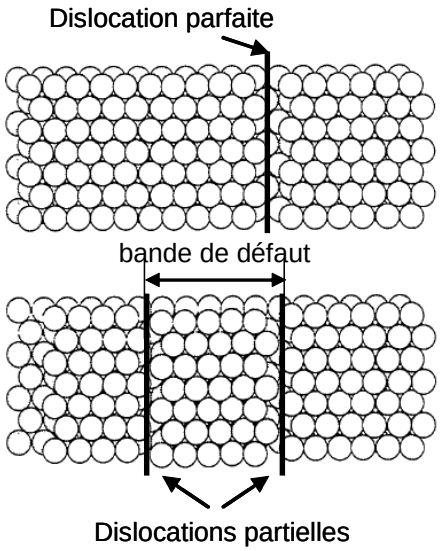


Figure 19 : Dislocations parfaites et partielles étendues dans une structure CFC, vue de dessus des plans (111).

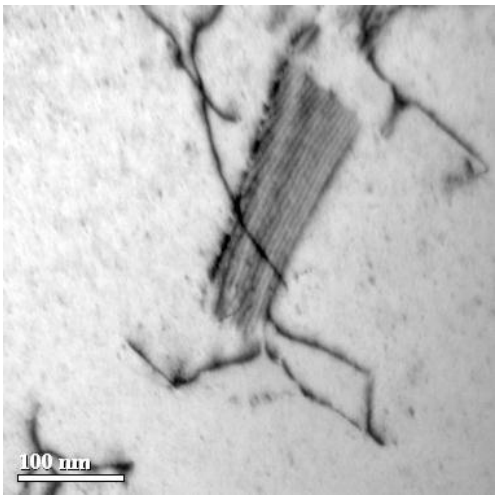


Figure 20 : Micrographie électronique en transmission en fond clair d'une faute d'empilement dans un alliage 718 à base nickel.

Pour une dislocation imparfaite, la différence essentielle est qu'elle ne peut se déplacer que sur le plan du défaut d'empilement qu'elle borde. Si celui-ci coïncide avec le plan de glissement, la dislocation peut glisser, elle est dite glissile. Dans le cas contraire, la dislocation ne peut pas glisser, elle est dite sessile. Copley et Kear [26] ont montré qu'en fonction de l'orientation du monocristal par rapport à une sollicitation en traction, la distance de dissociation des dislocations partielles n'était pas constante (figure 21). D'autres auteurs [27] ont fait le même constat sur des aciers inoxydables austénitiques.

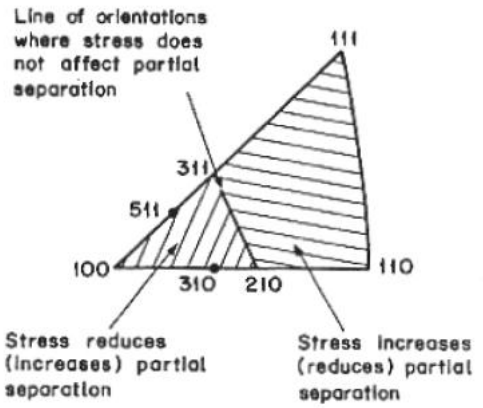


Figure 21 : Variation de la séparation des partielles de Shockley en fonction de l'axe de sollicitation dans le cas d'une traction (compression) d'après Copley et Kear. [26]

La présence d'atomes étrangers en solution solide introduit des discontinuités ponctuelles dans le réseau cristallin qui freinent le déplacement des dislocations par glissement. Il en résulte un durcissement en fonction de la teneur en soluté. Ainsi, dans les métaux à structure cristalline compacte, la présence d'atomes en solution solide modifie l'énergie de défaut d'empilement, parfois de façon très significative. C'est le cas notamment des aciers inoxydables austénitiques dont l'énergie de défaut d'empilement dépend des teneurs en nickel, en chrome, en molybdène et en silicium (figure 22).

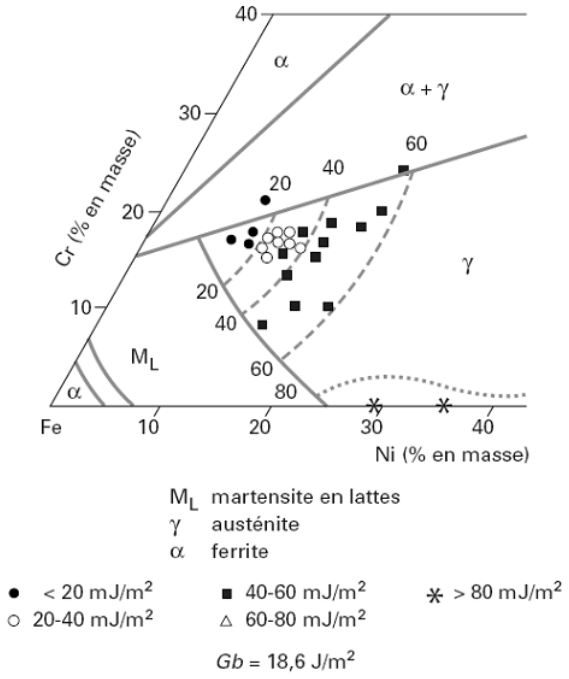


Figure 22 : Variation de l'énergie de défaut d'empilement dans les alliages inoxydables Fe-Cr-Ni en fonction de la teneur en chrome (Cr) et en nickel (Ni) [28].

I.4.3.5 Mécanismes de déformation induits en fonction de l'énergie de fautes d'empilement

La déformation des CFC est fortement liée aux fautes d'empilement et plus particulièrement à l'énergie de fautes d'empilement (EFE ou SFE en anglais). C'est en effet la valeur de l'énergie de fautes d'empilement qui conditionne les mécanismes de déformation dans les matériaux CFC. Ainsi, lorsque l'énergie de fautes d'empilement diminue, la distance de dissociation des dislocations augmente (équation (I-6)). L'augmentation de cette distance de dissociation a pour première conséquence de désactiver le glissement dévié. La déformation devient alors très largement planaire même pour des contraintes élevées. De plus, lorsque la distance de dissociation des dislocations partielles est suffisamment importante, une bande de fautes d'empilement est créée et peut constituer un germe pour la croissance d'une macle ou d'une latte de martensite de phase hexagonale (martensite ε). Le déclenchement d'un mécanisme ou de l'autre dépend de l'énergie de fautes d'empilement γ_{SFE} du matériau. De cette façon, lorsque l'EFE diminue, les modes de déformation évoluent progressivement. Avec une EFE qui diminue, les modes de déformation dominants sont les suivants :

- maclage mécanique,
- transformation martensitique athermique ε (phase hexagonale compacte) et α' (structure proche de la phase cubique centrée).

Il est possible de classer les CFC en trois catégories :

- D'abord les matériaux CFC à haute et moyenne énergie de fautes d'empilement (par exemple Al, Ni…) qui ont des mécanismes de déformation considérés comme standards ; le glissement des dislocations est planaire au début de la déformation. Pour une contrainte critique, le glissement dévié est activé et pour de fortes densités de dislocation celles-ci s'organisent en cellules.
- Les matériaux à faible énergie de fautes d'empilement (par exemple Cu, Au…) constituent la seconde catégorie. Le glissement des dislocations est uniquement planaire et on peut voir apparaître du maclage induit par la plasticité.

- La dernière catégorie est composée des matériaux à très faible énergie de fautes d'empilement (par exemple Ag, les aciers inoxydables austénitiques), le glissement des dislocations est aussi planaire mais le maclage laisse la place à une transformation de phase induite par la déformation. Cette transformation de phase correspond à la formation de phase martensitique ε et α' à partir de l'austénite dans le cas des aciers inoxydables austénitiques.

I.4.3.6 Les mécanismes de déformations dans les matériaux CFC à haute et moyenne énergies de fautes d'empilement

Les matériaux à haute et moyenne énergie de faute d'empilement présentent les mécanismes de déformations dits « classiques ». Leur comportement, dans le cas d'une sollicitation uniaxiale, est très bien connu. Une succession de trois étapes, dans le comportement mécanique d'un monocristal CFC, est alors observée (figure 23). Chaque étape correspond à l'activation d'un mode principal de glissement des dislocations et du mécanisme de durcissement associé.

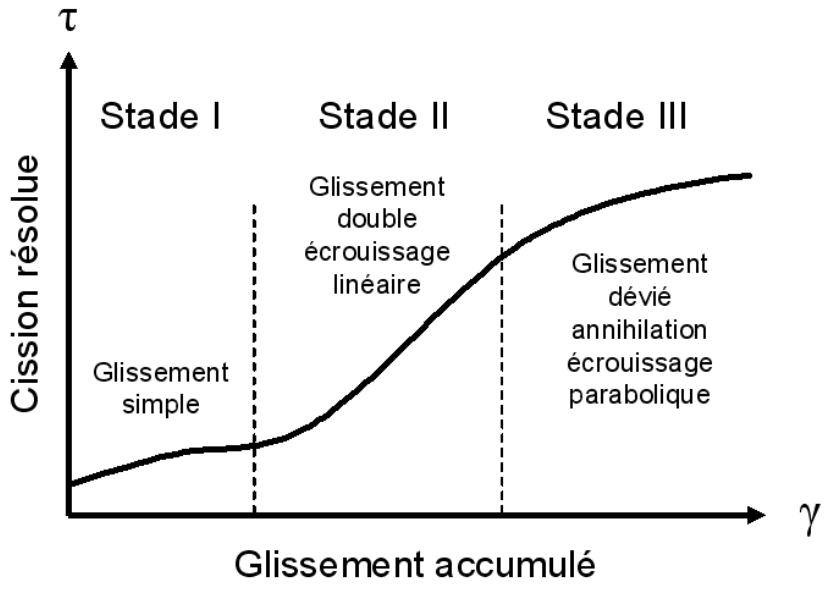


Figure 23 : Courbe schématique de la traction d'un monocristal CFC.

Le stade I, ou région de glissement simple, est le stade dans lequel le cristal commence à se durcir par déformation. Les dislocations se déplacent dans le plan de glissement activé sans rencontrer d'obstacle. La faible déformation produite durant cette étape implique que beaucoup de dislocations s'échappent de la surface du matériau. Durant ce glissement simple, il n'y a qu'un seul système de glissement activé. Il s'agit généralement du {111} <110> pour les CFC. Avec l'augmentation de la déformation, le nombre de dislocations dans les empilements augmente ce qui induit l'activation d'au moins un second système de glissement déclenchant ainsi le stade II.

Le stade II est la partie linéaire où l'écrouissage augmente rapidement. Le glissement se produit sur plusieurs plans et l'interaction entre les systèmes de glissement provoque la formation de barrières stables. Le nombre de lignes de glissement décroît avec l'augmentation de la déformation, ce qui est expliqué par la formation d'un grand nombre de barrières de Lomer Cottrell qui augmentent la déformation. Lorsque deux lignes de dislocation parfaites de vecteur de Burger $\frac{a}{2}[\bar{1}10]$ et $\frac{a}{2}[101]$ et de plan de glissement (111) et $(\bar{1}11)$

respectivement (figure 24), se croisent, elles peuvent se décomposer chacune en deux Shockley suivant la relation (I-5). Les deux dislocations partielles formées par les décompositions donnent :

$$\frac{a}{6}[\bar{1}2\bar{1}]+\frac{a}{6}[1\bar{1}2]\rightarrow\frac{a}{3}[011]. \qquad \textbf{(I-7)}$$

Cette dislocation est stable et repousse les deux autres dislocations partielles restantes créant ainsi un obstacle fort. La formation de ce nouveau type d'obstacle induit un durcissement important. Le durcissement est constant, comme dans le stade I mais il est beaucoup plus élevé. Il est peu sensible à la température.

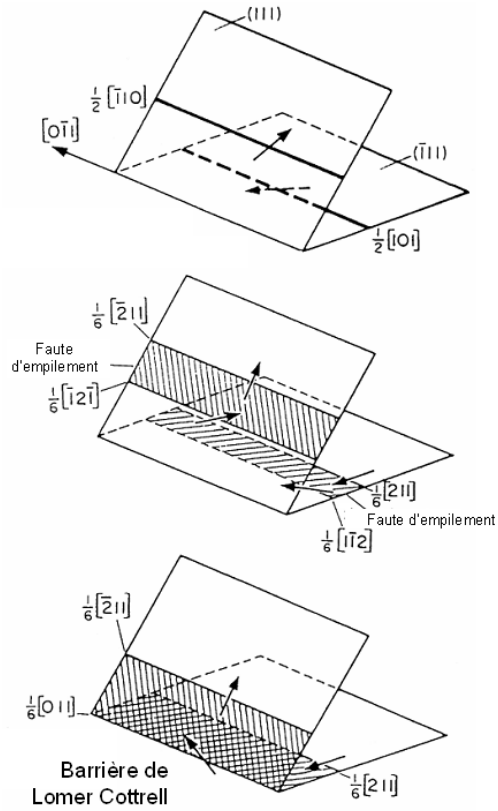


Figure 24 : Formation d'une barrière de Lomer Cottrel.

Le stade III est la région où il y a une diminution de l'écrouissage due à la restauration dynamique. La restauration dynamique est liée à l'activation du glissement dévié des dislocations due à une rotation plus importante des plans de glissement. Le glissement dévié est le changement de plan de glissement d'un plan {111} vers un autre plan {111}. Pour que ce changement soit possible, il faut que les plans {111} soient parallèles au vecteur de Burger de la dislocation. Il existe une différence fondamentale en ce qui concerne le comportement des dislocations vis et coin par rapport au glissement dévié. Les dislocations glissent dans les plans compacts (111). Les dislocations vis ont un vecteur de Burger qui est parallèle à leur ligne de dislocation tandis que les dislocations coins ont un vecteur de Burger normal à leur vecteur de ligne. Il en résulte que le glissement dévié des dislocations coins est impossible puisque le vecteur de ligne et le vecteur de burger définissent un plan de glissement unique. Ceci n'est pas le cas pour les dislocations vis, cependant le glissement dévié nécessite une activation thermique. Avec l'augmentation de la déformation, le glissement dévié devient de plus en plus actif pour les dislocations vis. Il a trois principaux effets :

- il permet d'abord la restauration dynamique des dislocations vis en leur permettant de changer de plan de glissement.
- il permet de débloquer les dislocations qui étaient piégés sur des obstacles. Ce mode de glissement dévié réduit l'écrouissage.
- il est aussi à l'origine de la réorganisation des dislocations sous forme de cellules qui réduisent l'énergie du système, mais réduit aussi l'efficacité du durcissement des dislocations.

I.4.3.7 Les mécanismes de déformation dans les matériaux CFC à faible énergie de faute d'empilement

Précédemment, nous avons vu qu'une faible énergie de faute d'empilement provoque une dissociation des dislocations parfaites en dislocations partielles. Cependant, les dislocations coin et les dislocations partielles ont un plan de glissement défini par leurs vecteurs de ligne et leurs vecteurs de Burger. Ainsi, pour des faibles énergies de faute d'empilement, le glissement dévié est inhibé même pour des fortes contraintes et seul le glissement planaire des dislocations existe. Ainsi, de nouveaux mécanismes de déformation apparaissent : formation de fautes d'empilement et le maclage (figure 25). Le glissement dévié est ainsi remplacé par ces mécanismes pour la relaxation des contraintes internes. Le maclage apporte des propriétés macroscopiques très particulières telles qu'un durcissement très élevé et une ductilité accrue. Le maclage mécanique conduit à une consolidation très marquée au cours de la déformation plastique du fait du blocage mutuel des macles qui se développent sur des plans sécants dans les grains.

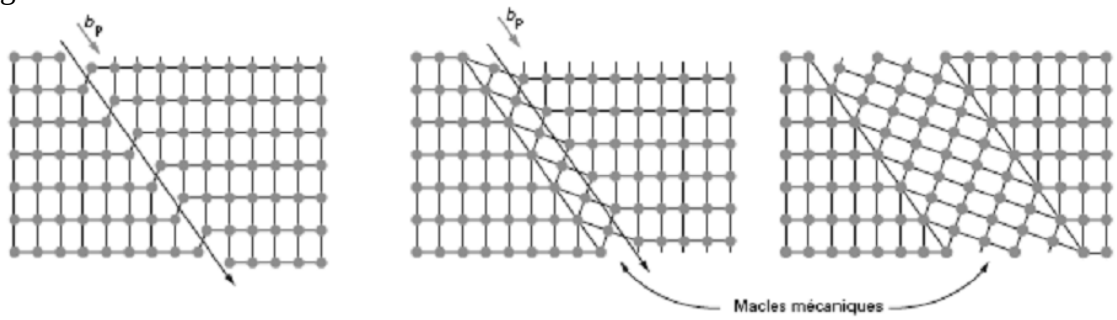


Figure 25 : Formation schématique d'une macle mécanique dans le réseau CFC par glissement des dislocations partielles sur des plans {111} juxtaposés.[25]

Tout comme dans les déformations des CFC à haute et moyenne énergies, on peut diviser la décomposition des CFC à faible EFE en trois étapes (figure 26). La première étape est identique à celle observée pour les CFC à moyenne et haute EFE. Néanmoins, cette phase n'est généralement pas visible lors des essais sur les polycristaux [29].

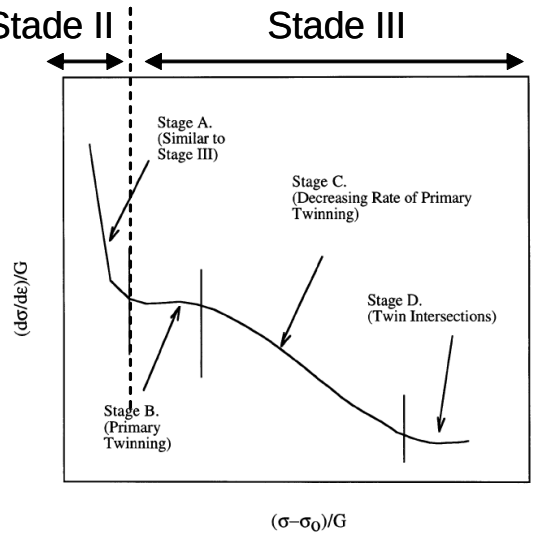


Figure 26 : Représentation schématique des stades de la réponse à une déformation de compression dans le cas des métaux CFC à basse EFE [30].

Le stade II est semblable à celui observé dans les CFC de haute et moyenne EFE. Il est caractérisé par l'activation de plusieurs systèmes de glissement planaire dont la conséquence est un taux d'écrouissage constant. Lors du stade II, de nombreuses fautes d'empilement se forment. Elles correspondent à la dissociation des dislocations parfaites. Vers la fin du stade II apparaissent des bandes de glissement (figure 27).

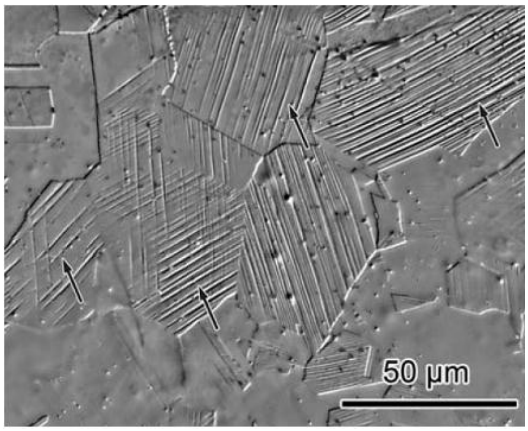


Figure 27 : Micrographie optique d'un acier inoxydable AISI 316L après déformation de -0.25% à température ambiante. Les flèches indiquent les bandes de glissement observées après la déformation plastique [31]. (Attaque électrochimique acide oxalique)

Le glissement dévié n'étant pas actif dans les métaux à faible EFE, les dislocations partielles ne peuvent changer de plan de glissement. Ainsi, à partir d'une certaine contrainte critique (dépendant du type et de l'orientation de la sollicitation par rapport aux axes cristallographiques) un important phénomène de maclage s'initie, marquant le début du stade III.

Dans le stade III, contrairement au matériau à moyenne et forte EFE, la déformation se caractérise macroscopiquement par un taux d'écrouissage élevé et quasiment constant. Cette étonnante propriété est expliquée par un intense maclage et l'apparition du phénomène de

back-stress ou écrouissage cinématique[7]. Le stade III se décompose en deux ou trois étapes. La première est l'activation d'un premier système de maclage, la seconde est l'activation d'un autre système de maclage et la troisième est la saturation des phénomènes de maclage.

I.4.4 Notion de matériau polycristallin

Dans les parties précédentes, nous avons défini les mécanismes de la déformation plastique au sein d'un monocristal (figure 28 (a)), c'est-à-dire dans un cristal de même orientation cristallographique. Cependant, les matériaux métalliques conventionnels se trouvent sous la forme de matériaux polycristallins (figure 28 (b)) : plusieurs grains d'orientations différentes constituent le matériau. Si les grains ont des orientations différentes, ils vont avoir tendance à se déformer différemment.

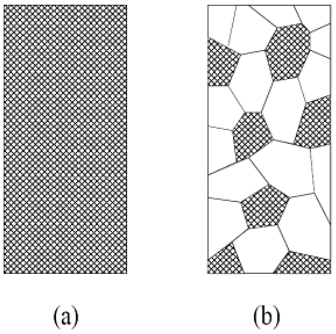


Figure 28 : Présentation schématique d'un matériau monocristallin et d'un matériau polycristallin.

Les grains voisins exercent des contraintes les uns sur les autres par l'intermédiaire des joints de grain. Un joint de grain est la zone d'accolement entre deux cristaux de même nature et d'orientation différente. C'est une zone de transition où un arrangement spécifique et localisé des atomes permet d'accommoder sans contrainte à grande distance la différence d'orientation. Ainsi, les joints de grain interrompant de façon brutale la régularité de la matière interviennent comme des obstacles à la libre propagation des dislocations : soit ils les piègent, soit ils les repoussent. Les joints de grain présentent une accumulation de défauts dans leur voisinage (dislocations empilées, ancrées, précipitation préférentielle, ségrégation, …). Les joints de grain représentent l'accommodation de la désorientation entre deux cristaux, ainsi ils peuvent être classés en plusieurs catégories suivant cette désorientation. Par exemple, pour des joints de grain inférieurs à une désorientation de 15°, on parle de sous-joints. Lorsque celle-ci est supérieure, le joint de grain est souvent considéré comme un film de matière amorphe d'épaisseur de l'ordre de quelques distances interatomiques. Les joints de faible désorientation peuvent être créés à partir d'écheveaux de dislocations après déformation plastique et un recuit. Lorsque cette désorientation devient plus importante, on parle de recristallisation.

Par conséquent, la contrainte vue par un grain est écrantée par les autres. Il faut donc en général une contrainte plus grande pour déformer un matériau polycristallin : ils sont plus durs que les monocristaux. Pour que la déformation préserve la cohérence du cristal aux joints de grain, il faut qu'il existe un nombre suffisant de degrés de liberté (glissements intra et inter-granulaire, rotations) comme le montre la figure 29.

7 Lorsqu' un acier subit une déformation plastique en traction, sa limite élastique en traction augmente, cependant sa limite élastique en compression diminue (en valeur absolue) sensiblement d'autant. Cet effet porte le nom d'écrouissage cinématique: durcissement dans un sens adoucissement dans l'autre. Cet effet est représentatif du comportement plastique réel de nombreux matériaux. Ce phénomène est également appelé effet Bauschinger. Contrairement à l'écrouissage isotrope qui impose que la limite élastique du matériau augmente (en valeur absolue) à la fois en traction et en compression.

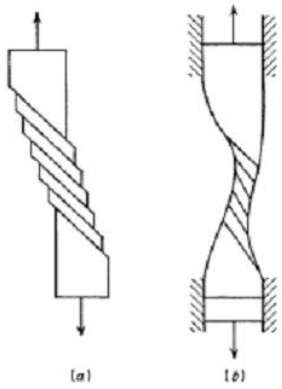


Figure 29 : Déformation d'un monocristal sans contrainte (a) et rotation des plans de glissement dues à une contrainte (b).

Dans les matériaux polycristallins le problème de la déformation plastique est un peu plus complexe que dans les monocristaux. Ashby suggère un modèle de dislocation pour la déformation des matériaux polycristallins [32]. Une distinction est faite entre les dislocations statistiquement stockées lors de la déformation (celles qui se rencontrent et se piègent avec d'autres aléatoirement) et les dislocations nécessairement géométriques qui sont générées pour obtenir une déformation uniforme du matériau. Dans le modèle d'Ashby [33], les matériaux polycristallins sont déformés suivant l'orientation cristallographie de chaque grain et en fonction du chargement appliqué qui permet ainsi le glissement suivant la loi de Schmid.

Ce processus génère les dislocations statistiquement stockées. Toutefois, si chaque grain se déforme de manière uniforme sans aucun lien avec les autres grains, une incompatibilité plastique se produit. Des vides et des enchevêtrements de matière viendraient rompre la continuité du matériau (figure 30 (b)). Afin de restaurer la continuité géométrique, des dislocations doivent être réintroduites sur les joints de grain : ce sont les dislocations géométriquement nécessaires (figure 30 (c)). La contrainte interne associée à cette densité de dislocations géométriquement nécessaires est associée à un écrouissage de nature cinématique « intergranulaire ».

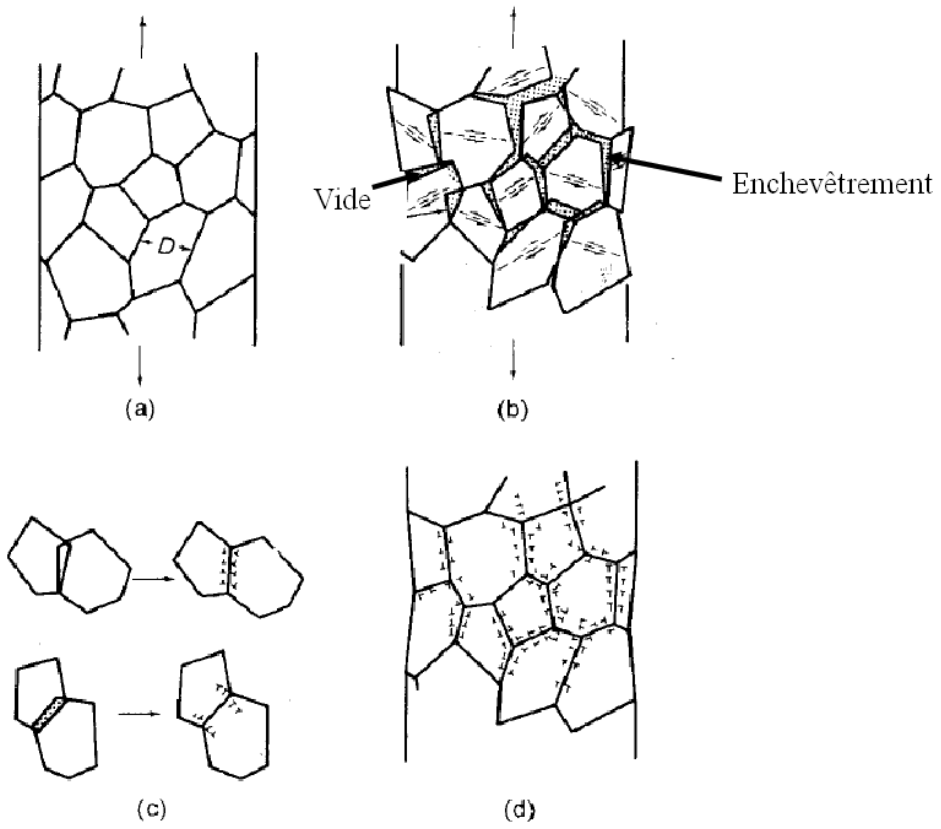


Figure 30 : (a) Modèle de déformation d'Ashby d'un matériau polycristallin déformé en traction. (b) enchevêtrements et des vides aux joints de grain (c & d) Introduction des dislocations géométriquement nécessaires [33].

I.5 La texture

Comme nous venons de le voir, la déformation plastique d'un métal polycristallin modifie l'orientation cristallographique des grains pour accommoder la déformation. Il en résulte une rotation des axes cristallographiques dans chaque grain qui conduit à la mise en place d'un nombre restreint d'orientations préférentielles. C'est pourquoi nous allons dans cette partie parler de la notion de texture. Lors de la mesure d'une propriété physique d'un échantillon de métal, prélevé dans un lingot, une barre, un fil ou une tôle, le constat suivant est souvent avancé : les caractéristiques varient suivant l'endroit étudié, mais aussi suivant la direction de mesure. Le métal est ainsi hétérogène et anisotrope.

Cette anisotropie, variation de certaines propriétés suivant la direction, a plusieurs origines possibles : elle peut provenir d'une répartition particulière de contraintes internes, d'une variation orientée de la concentration en impuretés, de l'existence de bandes riches en inclusions, ou encore de la forme des grains… Elle peut aussi être la conséquence de l'anisotropie du cristal parfait, qu'elle soit sensible par le faible nombre de grains mis en jeu (éprouvette pluricristalline), ou plus souvent que l'orientation des grains ne soit pas aléatoire : dans ce cas le métal présente une texture ou une orientation préférentielle.

Il est bien connu qu'après une déformation plastique orientée (laminage, tréfilage,...) l'orientation cristallographique des grains n'est plus aléatoire. Ce traitement engendre la formation de textures de déformation. Ces textures dépendent de la nature de la déformation plastique, du matériau déformé et de la température de l'essai.

L'orientation préférentielle, résultant de la déformation plastique, est fortement dépendante du glissement et du maclage de la structure cristallographique. Ainsi, les paramètres les plus importants qui conditionnent en grande partie l'orientation préférentielle sont :

- la nature du champ de déformation appliquée à la pièce.
- l'énergie de fautes d'empilement de la pièce déformée.

Par exemple, dans le cas du fil étiré, si le matériau est un cubique corps centré, il présentera une texture <110> alors que s'il est cubique à faces centrées, il présentera une texture <111> et <100>. Ainsi, une texture <111> est favorisée par les systèmes de glissement pour les métaux à haute énergie de faute d'empilement comme l'aluminium. Dans le cas d'une faible énergie de fautes d'empilement, la texture prédominante est <100>.

La texture fixe l'orientation des défauts réticulaires : les dislocations parfaites ont des vecteurs de Burgers bien déterminés (a/2 <110> dans les métaux CFC) et glissent sur des plans particuliers (sur les quatre ensembles de plan {111} dans les métaux CFC). Dans un métal présentant une texture prononcée, la répartition des défauts réticulaires est donc anisotrope, et peut entraîner une anisotropie de caractéristiques isotropes dans un cristal cubique [32].

Les textures sont l'un des moyens d'améliorer certaines propriétés des matériaux, et plus spécifiquement des métaux qui jouent longtemps un rôle essentiel par leur résistance mécanique jointe à leur ductilité. La précipitation et/ou l'écrouissage ont souvent une influence plus marquée que la texture sur les propriétés mécaniques. Dans certains cas, elles peuvent nuire aux propriétés mécaniques et à d'autres caractéristiques du matériau. Le durcissement textural de fils conducteurs en cuivre ou en aluminium est ainsi très intéressant à considérer bien qu'il soit limité, il ne porte en effet aucun préjudice à la conductivité électrique (isotrope dans un métal cubique). La texture peut, par exemple, améliorer de façon significative les propriétés physiques des matériaux. Pour un matériau de structure cubique, la texture peut améliorer les propriétés élastiques, plastiques, magnétiques, magnétostrictives… Par exemple, un monocristal de fer déformé suivant la direction [111] a un module d'Young deux fois plus important que s'il est déformé suivant la direction [100]. Dans d'autres cas, une texture peut être néfaste. Par exemple, une texture cubique (001) [001] est néfaste pour les alliages d'aluminium car elle est liée à la formation de cornes d'emboutissage. Cependant, pour les alliages de fer silicium à 3% de Si, elle permet de minimiser les pertes énergétiques dans les transformateurs [34].

I.6 Le processus d'affinement d'une structure micrométrique vers une structure nanométrique

La déformation plastique introduit au sein du matériau un nombre important de défauts. Ces défauts vont avoir tendance à se regrouper pour diminuer l'énergie du système. Ainsi, lors de la déformation à froid, la microstructure évolue en fonction du taux de déformation. Au cours de la déformation, les grains se subdivisent, changent de forme et s'allongent suivant la direction de sollicitation. Pour des petites et moyennes déformations, les joints issus de l'arrangement des dislocations entre elles peuvent être classés en deux catégories :

- les joints de dislocation issus des dislocations géométriquement nécessaires qui assurent la compacité et compatibilité du matériau,
- les joints des dislocations formés par le piégeage des dislocations glissiles.

Il a été montré que l'augmentation de la déformation augmente la désorientation angulaire de ces deux types de joints de dislocations et que l'espace entre eux diminue : c'est le mécanisme d'affinement de structure [35-37].

Pour des déformations plus importantes, l'évolution microstructurale tend vers une structure composée de joints de dislocations ayant une importante désorientation. Un

accroissement de la déformation provoque une réorientation des joints de dislocation qui transforme la structure de cellule en bloc en une structure lamellaire. La figure 31 illustre les mécanismes induits par la déformation et les mécanismes de subdivision des grains en fonction de la déformation.

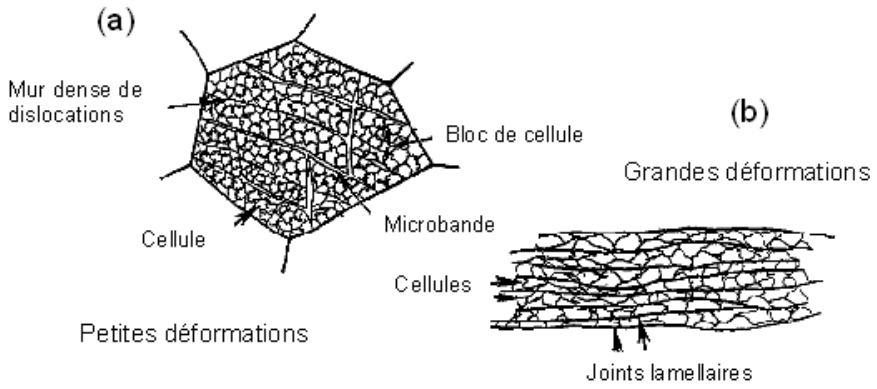


Figure 31 : Schéma de principe de la déformation et de la subdivision des grains. (a) Pour des faibles taux de déformation (0,06<ε<0,8), la déformation engendre la formation de longues microbandes et des murs denses de dislocations. (b) Pour des forts taux de déformation (ε >1), la déformation engendre des joints lamellaires parallèles à la direction de déformation constitués de petites cellules ou de sous grains équiaxes [35].

Les mécanismes de déformation dépendent de leurs énergies de faute d'empilement et il en est de même pour les mécanismes de nanostructuration des alliages métalliques. C'est pourquoi, pour des matériaux à haute et moyenne énergies de fautes d'empilement tels que le fer [38] et l'aluminium [39], le processus d'affinement de la structure dépend essentiellement du glissement des dislocations. Le processus de nanostructuration suit un processus en quatre étapes :

1. Multiplication des réseaux de dislocation (figure 32-a)
2. Formation de cellules ou de murs denses de dislocations qui subdivise les grains en plusieurs parties (figure 32-b).
3. Transformation des cellules et des murs denses de dislocations en sous-joints de grain.
4. Évolution des sous-joints de grain en joints de grain conventionnels avec une désorientation plus importante.

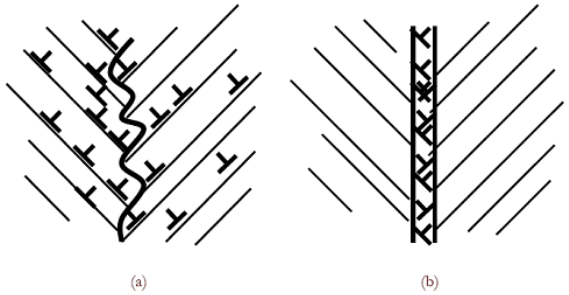


Figure 32: Arrangement des nouveaux joints de grain dans les couches nanostructurées. (a) apparition des dislocations dans le matériau durant la déformation plastique et (b) regroupement de celles-ci pour former un mur dense de dislocations [40].

Dans le cas des matériaux à faible et très faible EFE tels que le cuivre [41], les aciers inoxydables et les alliages à base nickel 600 [42], les mécanismes de déformation sont gouvernés par le maclage mécanique. Il est favorisé lorsque le taux de déformation est

important et/ou lorsque la température de traitement est basse. Le processus de nanostructuration suit un processus en quatre étapes :

1. Formation d'une forte densité de macles mécaniques issues d'un premier processus de maclage qui introduit des joints de macle subdivisant les grains en structures lamellaires macle/matrice.
2. Dans les cas de l'alliage 600 et des aciers inoxydables, l'activité des dislocations devient possible dans le bloc lamellaire pour accommoder la déformation plastique quand le phénomène de maclage devient plus difficile du fait de la formation de lamelles plus petites.
3. Pour minimiser l'énergie de déformation, les dislocations créées dans les fines lamelles interagissent pour former des murs denses de dislocations. Avec l'accroissement de la déformation, les murs denses de dislocations évoluent sous la forme de sous-joints de grain qui subdivisent la structure lamellaire en petits blocs équiaxes de taille nanométrique.
4. La formation de nanocristaux orientés aléatoirement requiert une plus forte désorientation entre sous-grains adjacents. Elle est expliquée par le glissement au joint de grain qui entraîne une rotation de ceux-ci. Quand la taille des grains diminue à l'échelle nanométrique, la rotation et le glissement des grains est plus facile comparé au cas des grains micrométriques.

Les études sur les nanomatériaux ont montré qu'une petite taille de grain permettait d'augmenter le cisaillement critique activant le glissement dévié. Le maclage réduisant de façon dynamique la taille des grains a tendance à augmenter le cisaillement critique permettant d'activer le glissement dévié [29,31,43].

I.7 Incompatibilité plastique et contraintes internes

La déformation plastique engendre des défauts dans le matériau lorsque celle-ci est homogène le système est libre de toutes contraintes. Lorsqu'au contraire celle-ci est hétérogène, il se produit une déformation élastique qui assure la compatibilité. À cette déformation élastique est associée une contrainte élastique calculable à partir des équations de l'élasticité. Cette contrainte est couramment appelée **contrainte interne** ou **contrainte résiduelle**. Comme cette contrainte compense l'hétérogénéité de la déformation plastique, la valeur moyenne prise sur le volume de l'échantillon est nulle.

Toutefois, le milieu ne peut accommoder n'importe quel champ de déformation sans perdre sa compacité, la déformation s'accompagne donc d'une déformation élastique telle que la déformation totale ε_t soit compatible avec la conservation de la compacité.

Connaissant la nature des matériaux polycristallins (milieu discontinu), il est naturel de noter que l'hétérogénéité de la déformation plastique se manifeste à diverses échelles. Il en va de même pour l'hétérogénéité de l'incompatibilité et de l'hétérogénéité du champ de contraintes. Il est ainsi possible de considérer une situation où interviennent trois dimensions caractéristiques : la dimension de l'échantillon, la dimension du grain, et la distance moyenne entre dislocations. Dans la littérature, trois niveaux de contraintes internes sont souvent évoqués du fait du caractère polycristallin et hétérogène des matériaux métalliques. Les sources de contraintes peuvent provenir de déformation à différentes échelles :

- macroscopique (surfaces, fissures, cavités, porosité)
- mésoscopique (joints de grain, sous-joints de grain, précipités, inclusions, phase hors équilibre)
- nanoscopique (dislocations, interstices, atomes de substitution, lacunes, précipités) comme schématisé sur la figure 33.

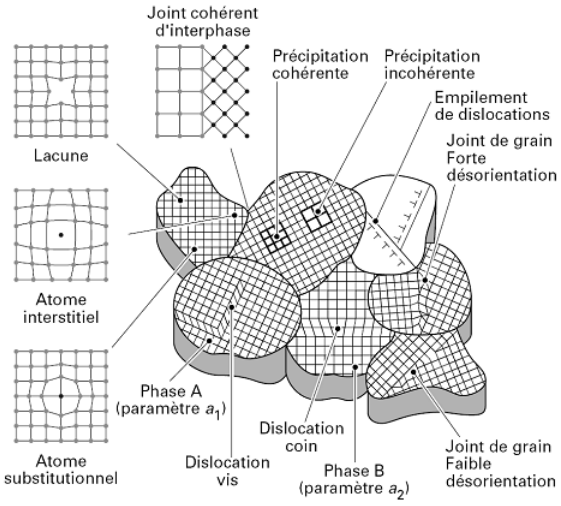


Figure 33 : Représentation de l'origine des contraintes du troisième ordre [44].

Il apparaît la notion de contrainte de 1er ordre, de 2ème ordre et de 3ème ordre :

- Les **contraintes résiduelles du 1er ordre** (figure 34 (a)) ou **macrocontraintes** sont homogènes sur un très grand nombre de domaines cristallins du matériau (plusieurs grains). Les forces internes liées à ces contraintes sont à l'équilibre dans chaque section, et les moments liés à ces forces sont nuls autour de tout axe. Ces contraintes, nulles ou moyennes, si la pièce n'est pas chargée, peuvent atteindre localement une grande intensité responsable d'affaiblissement (corrosion sous contrainte ou plastification locale) ou de renforcement locaux (écrouissage) pour des sollicitations particulières. Les contraintes de 1er ordre correspondent à une moyenne à l'échelle d'un grand nombre de grains.
- Les **contraintes résiduelles du 2ème ordre** (figure 34 (b)) ou **mésocontraintes** sont homogènes sur de petits domaines cristallins du matériau (grain ou phase). Les forces internes liées à ces contraintes sont en équilibres dans un grand nombre de grains. Du fait des désorientations cristallines entre les grains et du caractère cristallographique du glissement plastique uniforme de chaque grain, la déformation est incompatible de grain à grain et est responsable des contraintes internes. La moyenne de ces contraintes internes sur l'ensemble des grains donne la valeur obtenue à l'échelle précédente. Cependant, chaque grain se trouve contraint de manières différentes, ce qui influera beaucoup la réponse à une déformation ultérieure.
- Les **contraintes résiduelles du 3ème ordre** (figure 34 (c)) ou **microcontraintes interatomiques** sont homogènes sur les plus petits domaines cristallins du matériau. Les forces internes liées à ces contraintes sont en équilibre dans un très petit domaine. À cette échelle, la déformation plastique n'apparaît donc plus uniforme à l'intérieur d'un même grain : les domaines des sous-grains, des bandes de glissement ou des écheveaux de dislocations sont atteints. Toutes ces sources de discontinuité créent des champs de contrainte très variables localement. Leur moyenne donne la valeur des contraintes du 2nd ordre définie précédemment.

Les contraintes résiduelles peuvent dans certains cas être introduites volontairement afin d'améliorer des performances, ou involontairement à cause de la fabrication des pièces. Elles tirent leur origine d'un procédé :

- Mécanique : usinage, grenaillage, déformation plastique, laminage, mise en forme…
- Thermique : trempe, traitement thermique, transformation de phase, traitement thermochimique…
- Métallurgique : variation de volume hétérogène ou des phénomènes de pseudo plasticité dus à des transformations de phase à l'état solide.

Sur le plan microscopique, les contraintes d'ordre 1 s'accompagnent par des variations élastiques réversibles des distances interréticulaires *d*. La diffraction des rayons X permet d'accéder à cette déformation de la structure et permet donc l'accès aux déformations élastiques. La variation de *d* se traduit par un décalage des pics de diffraction. Les contraintes d'ordre 2 et 3 s'accompagnent d'une modification de la structure du matériau. Elles sont liées à des modifications de densités de défauts (dislocations, maclages, défauts ponctuels…) et à la distorsion du réseau cristallin. Ces contraintes n'engendrent pas de déplacement des pics de diffraction mais, par contre, elles se traduisent par un élargissement des pics de diffraction.

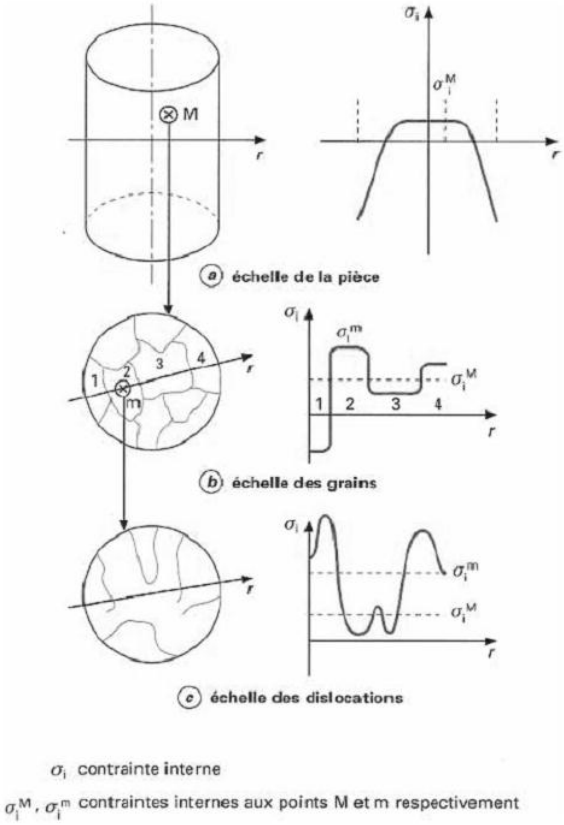


Figure 34 : Différentes échelles d'incompatibilité plastique et notion d'ordre de contrainte [45].

I.8 Résultats après un traitement mécanique de la surface : revue bibliographique

Afin d'illustrer les propos des parties précédentes, une sélection de résultats après déformation plastique sévère de la surface est présentée dans cette partie. Elle permet de montrer les effets de la déformation plastique sur les matériaux et les techniques de caractérisations couramment utilisées dans la littérature. Nous avons vu précédemment que les mécanismes de déformation sont identifiés et définis en fonction de l'énergie de faute d'empilement du matériau traité. C'est pourquoi dans la suite, notre attention est portée sur

des matériaux proches de ceux que nous étudions : les aciers inoxydables austénitiques 316L et les alliages à base nickel 718. Les résultats obtenus sur les aciers inoxydables, l'alliage à base nickel 600 et l'alliage Hastelloy C-2000 sont présentés.

I.8.1 Acier inoxydable AISI 316L

Des essais de SMAT ont été réalisés sur acier inoxydable AISI 316L [46] à une fréquence de vibration de 20 kHz, en utilisant des billes de diamètre 3 mm et pendant 30 min. Le résultat obtenu est montré sur la coupe transverse observée au microscope optique de la figure 35-a. Au niveau de la surface, les premiers mécanismes d'affinement des grains sont visibles (figure 35-b et c) : des bandes de glissement apparaissent. La dureté de l'échantillon est de 4,5 GPa (~ 430 HV). Les diffractogrammes des rayons X n'ont pas mis en évidence de transformation martensitique.

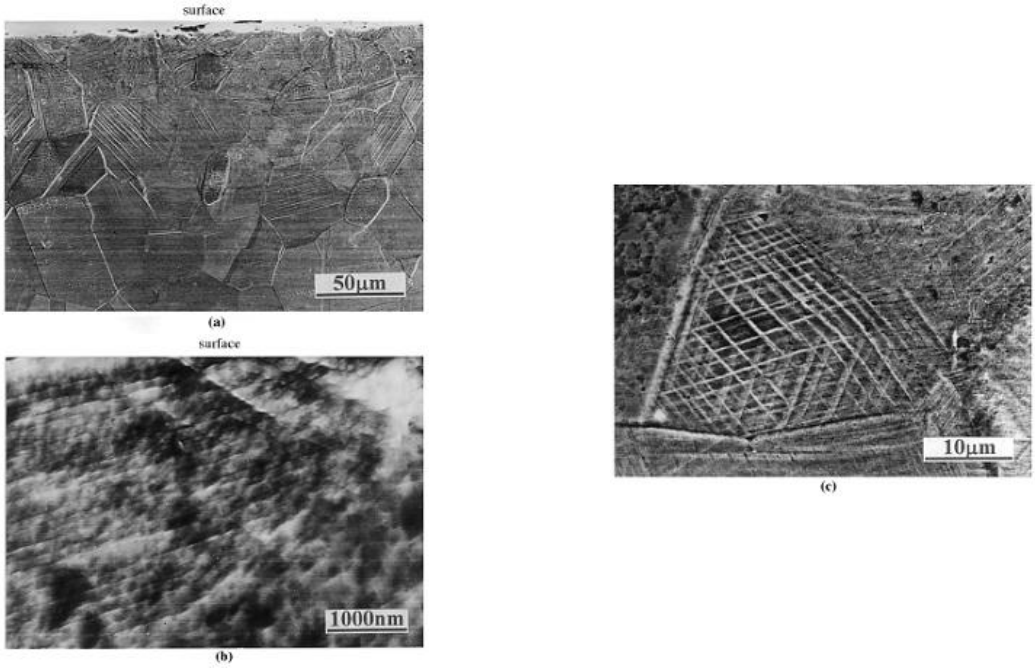


Figure 35 : Micrographies en coupe transverse obtenues au MEB d'un échantillon d'acier inoxydable AISI 316L après un traitement de SMAT de 810 s (13 min 30s) (a) observations des bandes de glissement en surface (b), et un système multiple de glissement dans la couche superficielle (c). [46]

La figure 36 est une micrographie optique en coupe transverse d'un échantillon d'acier inoxydable austénitique AISI 316L ayant subi un traitement de SMAT pendant 60 min à une fréquence de vibration de 50 Hz, sous vide à température ambiante avec des billes de 8 mm [47]. Sur cette figure apparaissent deux couches : une couche déformée résultant du traitement de SMAT et une couche représentant le matériau de base. La figure 37 représente les micrographies MET et des clichées de diffraction des électrons de la zone déformée. Deux mécanismes de déformation sont mis en évidence : un mécanisme de déformation par macles lamellaires parallèles (figure 37-a) et un mécanisme de déformation par macles en treillis (figure 37-b).

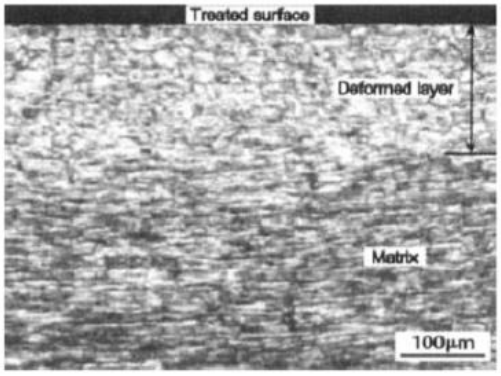


Figure 36 : Micrographie optique en coupe transverse d'un échantillon ayant subi un traitement de SMAT pendant 60 min, montrant la région déformée induite par le SMAT et le matériau de base.[47]

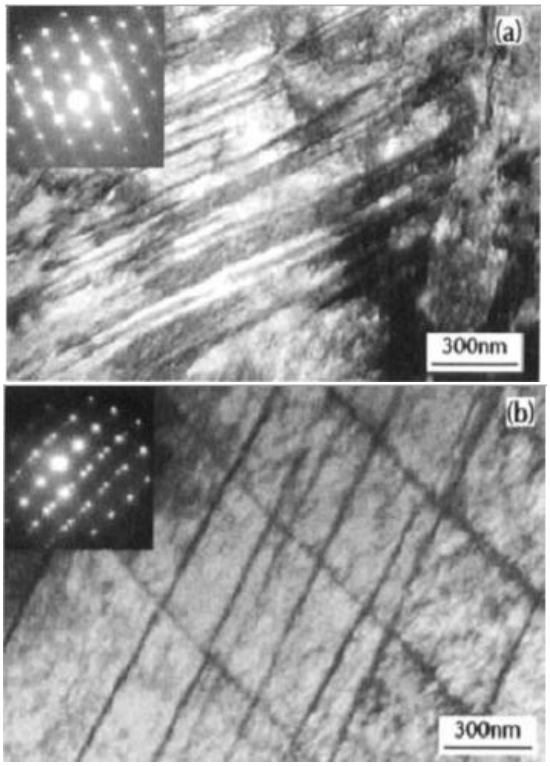


Figure 37 : Micrographies MET et clichés de diffraction des électrons en aire sélectionnée, observés à environs 50 µm de profondeur, montrant des macles lamellaires : (a) lamelles parallèles dans une direction et (b) lamelles dans deux directions. [47]

Dans ce cas, les déformations plastiques importantes, pendant la phase de traitement de SMAT, induisent une transformation de phase de l'acier inoxydable austénitique en martensite visible sur les diffractogrammes de rayon X de la figure 38. D'autres publications mettent en évidence cette transformation de phase pour ce type d'alliage [48,49]. Une autre caractéristique intéressante, relevée par les auteurs sur les diffractogrammes, est la largeur à mi-hauteur des pics de diffraction qui augmente au fur et à mesure que la structure évolue. Elle est plus importante lorsque la couche analysée est nanostructurée ce qui peut être corrélé à la relation de Scherrer pour quantifier une nanostructuration et à la relation de Stocke Wilson pour l'évolution des microdéformations.

Dans la littérature, les aciers inoxydables traités par grenaillage, tels que AISI 304 [23], 309 [50] ou 321 [4], présentent généralement une transformation de phase $\gamma \rightarrow \alpha'$ due à la forte déformation plastique.

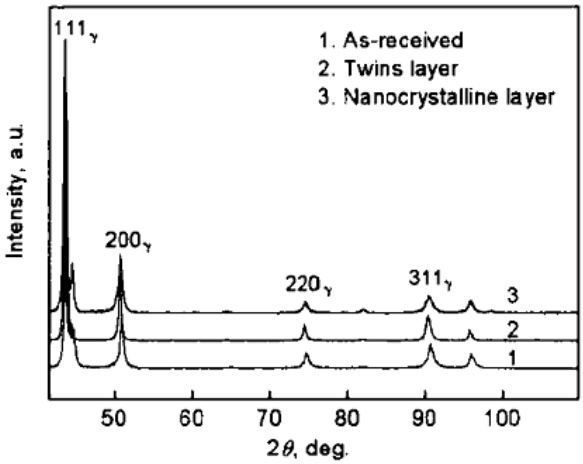


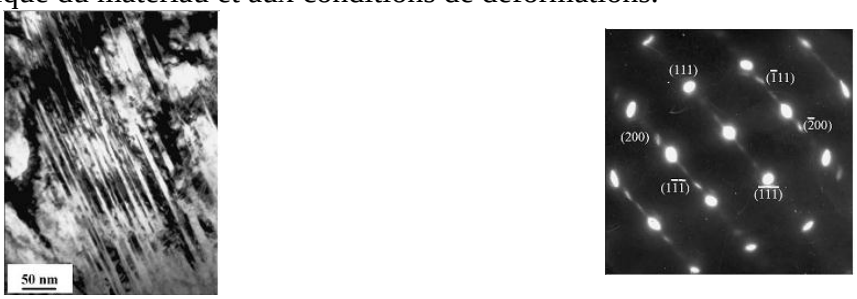
Figure 38 : Diffractogrammes de rayons X de la surface d'un échantillon brut (1) et d'échantillons traité par SMAT, et poli à environ 50 µm de profondeur (2) et à 20 µm de profondeur (3). [47]

I.8.2 Alliage Inconel 600

Devant le manque d'information sur l'alliage 718 après un traitement de grenaillage, nous avons recherché dans la littérature des alliages de composition similaire telle que l'alliage 600. La composition en pourcentage massique de l'alliage 600 est la suivante : 15,5 Cr, 8 Fe, 0,1 C, 0,8 Mn, 0.38 Si, 0,4 Cu et le reste de Ni. Il se classe dans la catégorie des hautes et moyennes énergies de fautes d'empilement. Ce matériau a subi un traitement de type SMAT à une fréquence de vibration de 20 kHz avec des billes en acier inoxydable de diamètre 3 mm pendant 12 min [42]. Le résultat obtenu après un tel traitement révèle une structure nanométrique équiaxe avec des nanograins orientés aléatoirement. Les observations par MET et METHR[8] révèlent le mode d'affinement des grains sous la déformation appliquée incluant :

1) la formation de hautes densités de micro-macles qui subdivisent le grain initial en lamelles (figure 39),
2) le déploiement de dislocations qui, de plus, subdivisent la matrice lamellaire en blocs de taille nanométrique équiaxe (figure 40),
3) les blocs nanométriques évoluent en nanograins orientés aléatoirement (figure 41).

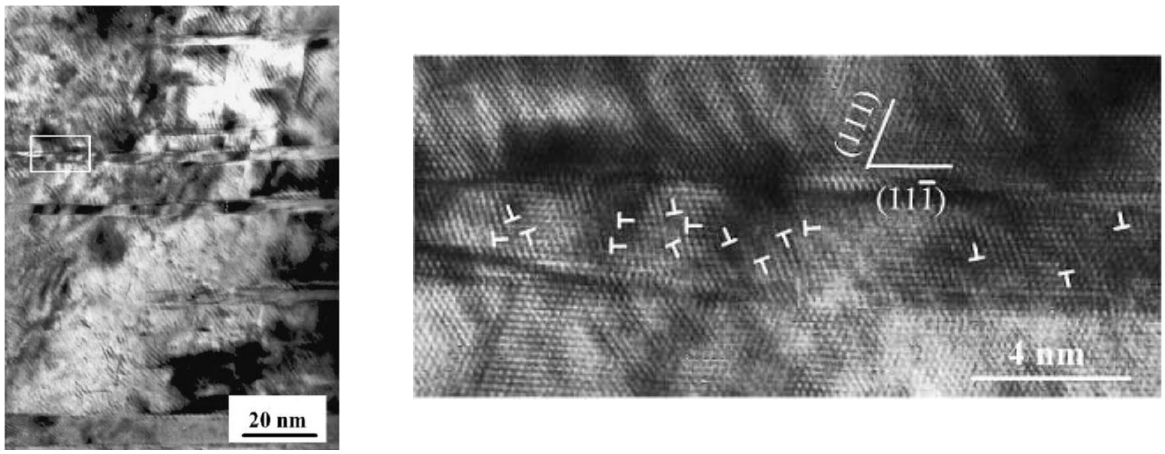
Un tel processus d'affinement des grains, révélant une interaction entre micro-macles et dislocations, diffère des autres observations dans la littérature confirmant ainsi que la déformation induite par grenaillage initie des mécanismes propres à la structure cristallographique du matériau et aux conditions de déformations.



(a) (b)

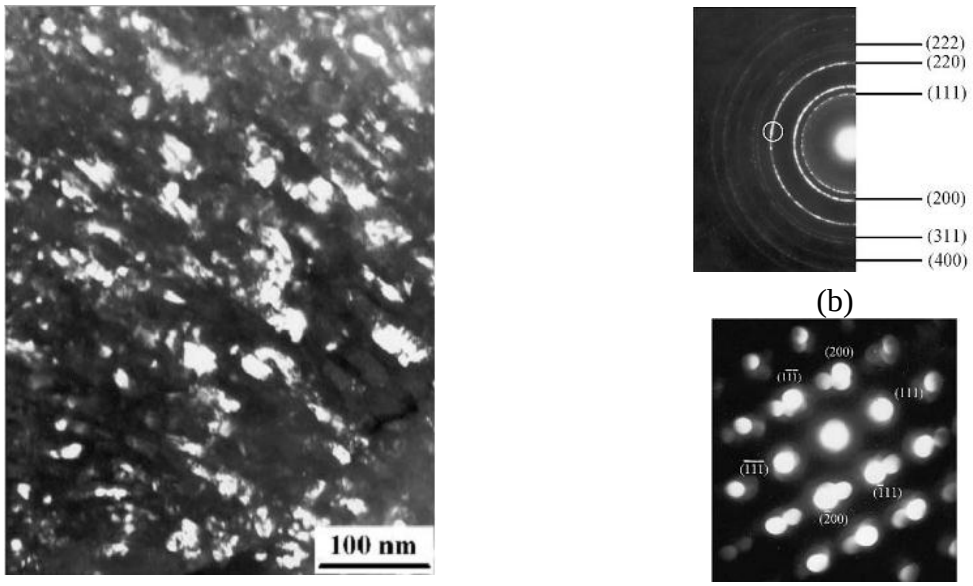
Figure 39 : micrographies électroniques en transmission montrant (a) une forte densité de micro-macles mécaniques et (b) son cliché de diffraction en air sélectionnée à une profondeur d'environ 22 µm. [42]

8 METHR : Microscopie Électronique en Transmission à Haute Résolution



(a) (b)

Figure 40 : Micrographies MET haute résolution montrant (a) des micro-macles mécaniques produites par des déformations plastiques sévères et (b) un agrandissement de la zone encadrée dans (a). [42]



(a) (b) (c)

Figure 41 : (a) Micrographie MET en fond noir du point entouré sur le cliché de diffraction (b) de la surface d'un échantillon prétraité par SMAT et le cliché de diffraction (c) en aire sélectionnée correspondant. [42]

I.8.3 Alliage Hastelloy C-2000 :

Une équipe américaine a travaillé sur un autre type d'alliage à base nickel : le Hastelloy C-2000 [51-60]. La composition du Hastelloy C-2000 (en poids %) est la suivante : 23Cr, 16Mo, 1,6Cu, 0,01C, 0,08Si, et Ni. L'énergie de faute d'empilement de cet alliage est estimé à 1,22 $mJ \cdot m^{-2}$ [52]. Dans cette expérience, les auteurs ont réalisé un traitement de Surface Nanocristalline and Hardening (SNH). Ce traitement est conduit dans une machine connue sous le nom de « Spex mill ». La vitesse d'impact des billes en WC / Co induite par la vibration de l'enceinte en acier du dispositif est de 5 $m \cdot s^{-1}$. Le traitement de SNH est réalisé sous atmosphère protectrice d'argon pendant 30 et 180 min sur les deux faces des échantillons.

Un exemple de résultat obtenu sur un Hastelloy C-2000 est illustré sur la figure 42. Les micrographies en coupe transverse révèlent le résultat avant (figure 42 (a)) et après un

traitement SNH de 30 min (figure 42 (b)). Les micrographies en fond noir obtenues par microscopie électronique à transmission de la figure 43 mettent en évidence la nanostructuration due au traitement SNH. Des nanograins sont en effet présents sur les deux micrographies

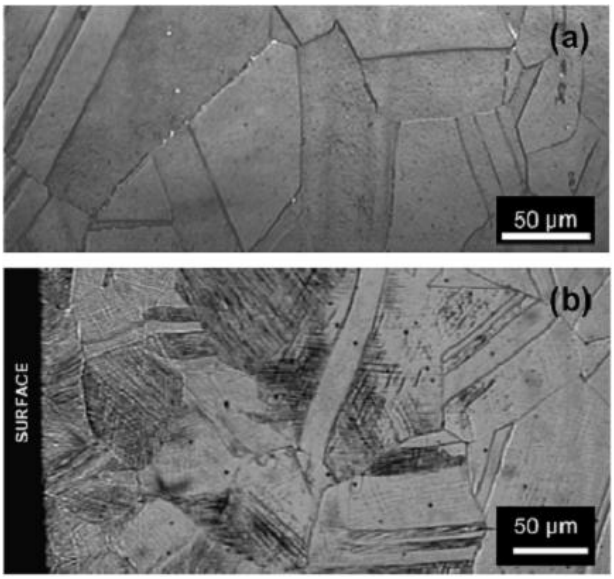


Figure 42 : Micrographies optiques en coupe transverse d'un alliage à base nickel C-2000 : (a) avant le traitement de SNH et (b) après un traitement de SNH pendant 30 min. [55]

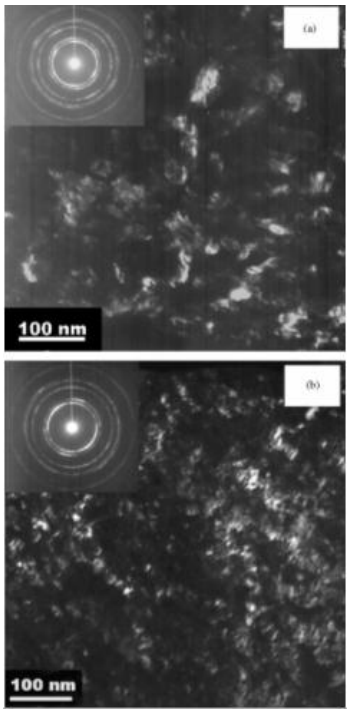


Figure 43 : Micrographies en fond noir et clichés de diffraction des électrons associés obtenus par microscopie à transmission proche d'une surface impactée. (a) après un traitement de SNH de 30 min et (b) après un traitement de SNH de 180 min. Les anneaux de la structure CFC sont présents sur les deux clichés de diffraction électronique en aire sélectionnée. [55]

La figure 44 représente des profils de dureté obtenus sur des coupes transverses d'échantillons non traité et traités par SNH pendant 30 et 180 min. Les courbes révèlent nettement une augmentation de la dureté en surface quand les échantillons ont été traités par le procédé de SNH. Cependant, les profils obtenus pour les deux temps différents se superposent parfaitement et atteignent les mêmes limites de dureté maximum : passage de 250 HV (matériau non traité) à 500 HV après un traitement SNH. Seule la profondeur affectée semble être légèrement plus importante dans le cas de l'échantillon traité pendant 180 min. Un profil de contraintes a été réalisé sur l'échantillon traité pendant 30 min (figure 45). Il révèle une contrainte de compression maximale de 1200 MPa à 150 µm de la surface.

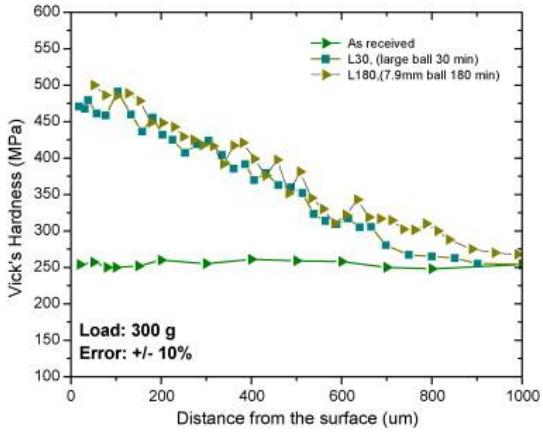


Figure 44 : Profils de dureté Vickers sur un alliage base nickel C-2000 avant et après le traitement SNH. [55]

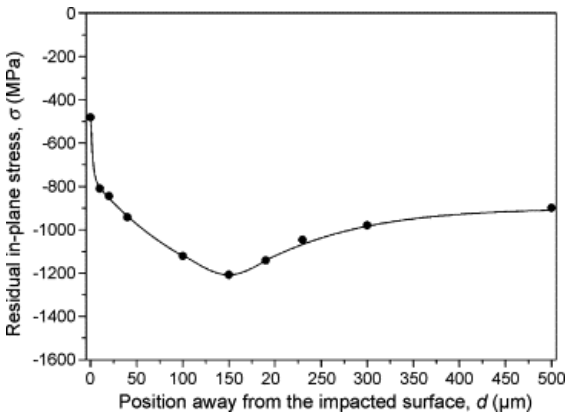


Figure 45 : Profil de contraintes dans le plan de l'échantillon après un traitement SNH de 30 min en fonction de la profondeur par rapport à la surface impactée. [55]

I.8.4 Conclusion.

Une présentation des résultats obtenus après grenaillage sur différents matériaux a été réalisée afin d'avoir une base de données à comparer à nos résultats. Habituellement, les techniques de caractérisation utilisées pour étudier les matériaux grenaillés sont : la coupe sens transverse et l'observation aux microscopes optique et électronique à balayage, la mesure de profils de dureté, la réalisation de diffractogrammes de rayons X de la surface impactée, la mesure de contraintes résiduelles (par DRX et méthode du trou incrémental) et la microscopie électronique à transmission. Cette dernière technique est particulièrement indispensable pour comprendre finement les mécanismes de déformation et pour mettre en évidence la nanostructuration.

Cette étude bibliographique souligne un problème. Dans les publications sur le SMAT, il manque toujours des informations sur les paramètres de traitement utilisés pour grenailler les échantillons. En recoupant, les publications il est possible d'identifier une grande partie de ces paramètres. Néanmoins, le paramètre le plus difficile à identifier est l'amplitude de vibration de la sonotrode. Or, nous verrons plus tard (Chapitre III partie III.2 page 81) que ce paramètre à une influence non négligeable sur les énergies d'impacts. Il devient difficile dans ces conditions de comparer les résultats des publications aux nôtres.

I.9 Résumé

En résumé, nous venons de voir que le couplage d'un prétraitement mécanique de surface peut, dans certains cas, améliorer de façon significative les cinétiques de diffusion durant les processus de traitement thermochimique des surfaces. Le prétraitement mécanique se traduit sur la microstructure par une déformation plastique de la surface. Cette déformation plastique augmente, dans la plupart des cas, la limite élastique du matériau : il s'agit du mécanisme d'écrouissage.

Une brève introduction de la déformation plastique des métaux CFC a été présentée. Elle met en évidence les mécanismes responsables de l'écrouissage tels que la naissance et la multiplication des dislocations, le glissement des plans denses et la contrainte nécessaire à la mise en mouvement du glissement, les mécanismes de maclage mécanique, voire même dans certains cas une transformation de phase. Le paramètre intrinsèque au matériau qui permet de prédire son comportement face à la déformation plastique est l'énergie de fautes

d'empilement. C'est à partir de cette valeur qu'il est possible de connaître le comportement d'un matériau vis-à-vis d'une sollicitation extérieure. De plus, l'énergie de fautes d'empilement permet de connaître les mécanismes mis en jeu lors de l'affinement (subdivision des grains) de la microstructure en nanostructure.

Un autre aspect important est la déformation plastique est la création dans certains cas d'une texture de déformation jouant un rôle non négligeable sur les propriétés physiques (mécanique, thermique, électrique…) du matériau polycristallin.

La conséquence de la déformation plastique et de l'introduction de défauts sur un matériau polycristallin est la présence de contraintes internes qu'il est intéressant de connaître pour quantifier cette déformation.

Une revue bibliographique a également été réalisée pour avoir un aperçu des conséquences du grenaillage sur le matériau. Elle a aussi permis de réaliser une liste non exhaustive des techniques de caractérisation couramment employées pour étudier les échantillons traités.

Pour pouvoir expliquer et caractériser les résultats, nous avons utilisé un certain nombre de techniques de caractérisation qui permettent de mieux connaitre la nature des déformations introduites et leurs conséquences. Ce sera l'objet du chapitre 2 de ce manuscrit.

Chapitre II : Techniques expérimentales et techniques de caractérisations

II.1 Matériaux utilisés pour l'étude

Pour réaliser les traitements de grenaillage et les traitements thermochimiques, deux types de matériaux sont utilisés : l'alliage à base nickel 718 et l'acier inoxydable AISI 316L.

II.1.1 Alliage à base nickel 718

L'alliage à base nickel 718 est un alliage austénitique cubique à faces centrées avec une forte concentration en chrome (tableau 3). Les alliages base nickel sont particulièrement connus sous la dénomination de superalliages.

Tableau 3 : Analyse de la coulée de l'alliage à base nickel 718 en pourcentage massique [%pds].

Analyse de la coulée [%pds]							
Ni	**Cr**	**Fe**	**Nb**	**Ti**	**Al**	**Mo**	**C**
52,5	19	18,8	5,2	0,9	0,5	3,1	0,08

Les alliages à base nickel 718 sont commercialisés sous différentes dénominations : Inconel 718, Superimphy 718, NC19FeNb (norme AFNOR), NI-PH2601… Cet alliage a été mis au point en 1959 par Herb Eiselstein pour le compte de la société Huntington Alloy Products Division. Cette nuance est principalement utilisée dans l'industrie aéronautique lorsque les températures de service sont comprises entre 450°C et 700°C. Dans la suite nous appelons cette nuance alliage 718.

La composition de l'alliage 718, donnée dans le tableau 3, révèle une forte concentration de niobium qui est le principal élément durcissant de cet alliage. Ce durcissement est produit principalement par la précipitation de la phase ordonnée γ'', Ni_3Nb.

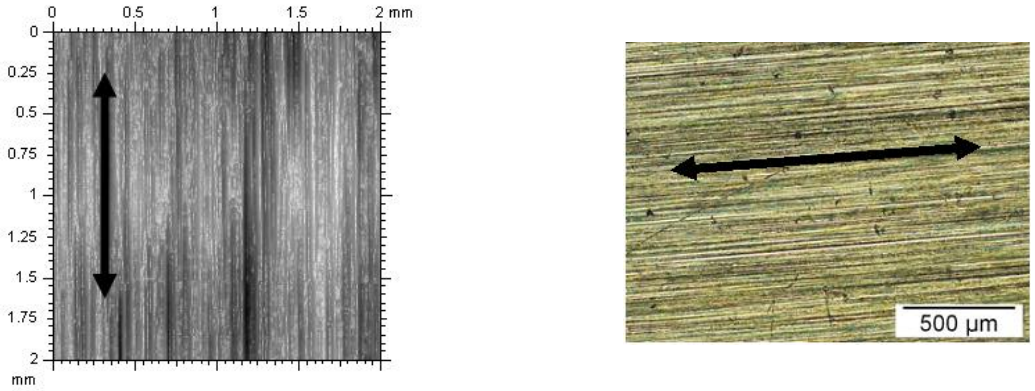
Cet alliage est livré sous la forme de plaquettes de dimension 210×20×4 mm^3, il est à l'état hypertrempé (quasiment tous les éléments d'alliage sont en solution). L'état initial des pièces avant le traitement de grenaillage est un état brut de rectification. C'est-à-dire qu'il existe une rugosité relativement importante avant le grenaillage (figure 46) due à l'élaboration du produit fini. Les pièces sont coupées en petits coupons de 20×20×3 mm^3.

Le paramètre de maille déterminé, à partir du diffractogramme des rayons X, est de 0,3609 nm. La taille moyenne des grains varie entre 10 et 40 µm dans le cas où les macles sont considérées comme des grains (figure 47). La taille augmente de 30 - 65 µm lorsque les macles ne sont plus considérées comme des grains.

Un résumé des propriétés mécaniques, fourni par le fournisseur, est présenté dans le tableau 4.

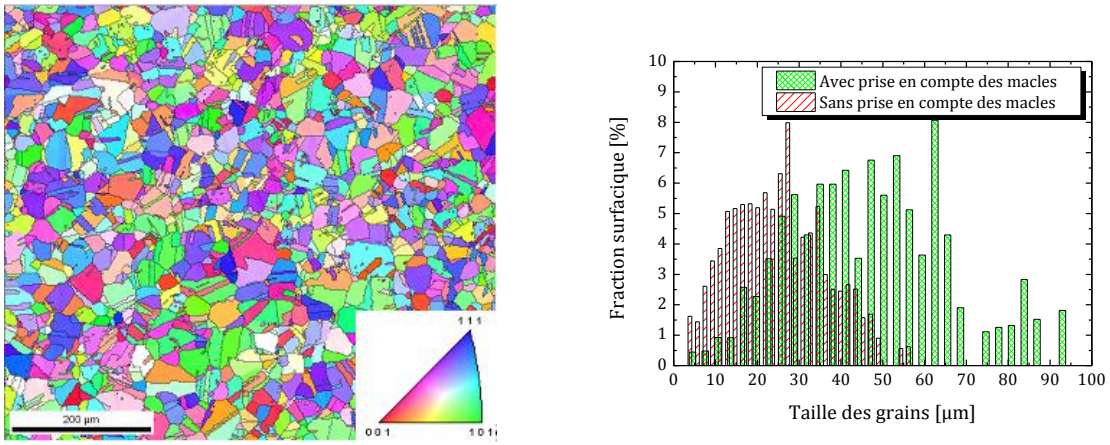
Tableau 4 : Propriétés mécaniques de l'alliage à base nickel 718 à l'état hypertrempé.

	Dureté [$HV_{0,1}$]	**Masse volumique [$g{\cdot}cm^{-3}$]**	**Limite élastique Re [Pa]**	**Module de Young E [Pa]**	**Coefficient de poisson v**
Alliage 718	250	8,2	$1150\ 10^6$	$198\ 10^9$	0,3



(a) (b)

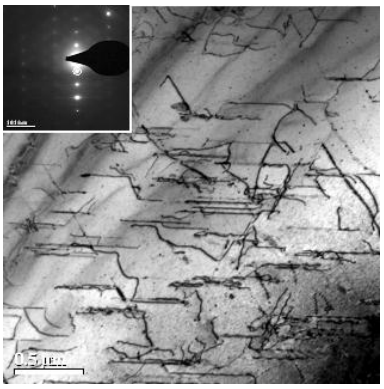
Figure 46 : Images reconstituées à partir des profilométries (a) et micrographie optique (b) de la surface d'un échantillon brut de rectification avant le traitement de grenaillage. La double flèche indique le sens de la rectification fine.



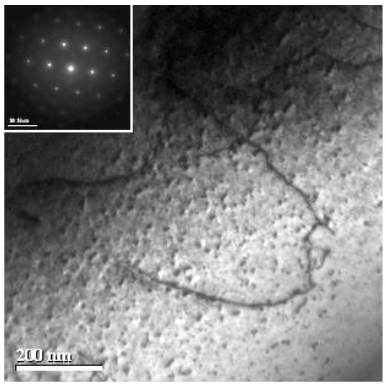
(a) (b)

Figure 47 : Cartographie d'orientations obtenue par EBSD de l'échantillon en alliage à base nickel 718 non grenaillé et (a) et répartition de la densité surfacique de la taille de grains (b).

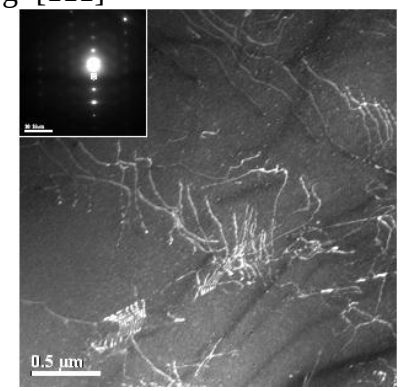
Des observations au microscope électronique à transmission ont été réalisées sur l'échantillon. Les micrographies électroniques montrent que la densité de dislocations est relativement faible dans le matériau (figure 48).



Fond Clair 2 ondes s>>0 g=[111]



FC multiondes z=[111]



Weak Beam g,3g g=[111] s=0

Figure 48 : Micrographies électroniques en transmission des dislocations présentes dans le matériau de référence alliage 718. (Voir la partie II.4.11 page 77 du présent chapitre pour une explication des termes utilisés.)

II.1.2 Acier inoxydable AISI 316L

L'acier inoxydable AISI 316L est un alliage austénitique de structure cubique à faces centrées. C'est une nuance commerciale et suivant la norme utilisée, nous retrouvons plusieurs appellations : nuance 1.4404, Z3CND18.12.02 (norme AFNOR), X2CrNiMo17-12-2, X2CrNi1712 (norme EN 10088-3)... Pour faciliter la lecture des résultats et des analyses, nous avons désigné les différentes nuances d'aciers par un nom distinctif. Ainsi, les notations suivantes sont utilisées : acier inoxydable « **316L** » et acier inoxydable « **316LM** » (qualité requise dans l'industrie médicale). Les différentes compositions des aciers utilisés, fournit par le fabricant, se trouvent dans le tableau 5 pour le 316L et dans le tableau 6 pour le 316L Médical.

Tableau 5 : Analyse de coulée de l'acier inoxydable AISI 316L en pourcentage massique [%pds].

Analyse de coulée [%pds]											
Fe	**C**	**Mn**	**Si**	**S**	**P**	**Cr**	**Ni**	**Mo**	**Cu**	**Co**	**N_2**
68,184	0,02	1,52	0,524	0,028	0,027	16,7	10,14	2,08	0,522	0,203	0,052

Tableau 6 : Analyse de coulée de l'acier inoxydable AISI 316LM en pourcentage massique [%pds].

Analyse de coulée [%pds]											
Fe	**C**	**Mn**	**Si**	**S**	**P**	**Cr**	**Ni**	**Mo**	**Cu**	**Co**	**N_2**
62,72	0,017	1,79	0,38	<0,002	0,019	17,43	14,7	2,74	0,16		0,04

Les matériaux pour l'étude sont livrés sous la forme de barres laminées de diamètre 25 mm. Un traitement d'hypertrempe a été réalisé sur les barres. Pour l'étude, elles sont

découpées sous la forme de disques d'une épaisseur d'environ 4 à 6 mm et de diamètre de 25 mm (figure 49). Avant le traitement de grenaillage, les échantillons sont polis miroir suivant la séquence de polissage : papier SiC grade 180, 320, 800, 1200 et puis à la pâte diamant 6 µm et 3 µm.

Un résumé des propriétés mécaniques, fourni par le fabricant, est présenté dans le tableau 7.

Tableau 7 : Propriétés mécaniques de l'acier inoxydable AISI 316L.

	Dureté [$HV_{0,1}$]	**Masse volumique [$g.cm^{-3}$]**	**Limite élastique Re [Pa]**	**Module de Young E [Pa]**	**Coefficient de poisson ν**
AISI 316L	200	8,0	205 10^6	210 10^9	0,3

Le paramètre de maille, déterminé à partir du diffractogramme des rayons X, est de 0,3598 nm. Une analyse par la technique d'EBSD (détaillée dans la partie II.4.10 page 72 du présent chapitre) a permis de montrer que la taille des grains dans l'acier inoxydable AISI 316L Médical évolue entre 5 et 15 µm (figure 50 (b)) si une macle est considérée comme un grain et elle évolue entre 10 et 30 µm si une macle n'est pas considérée comme un grain. Le matériau ne présente pas de texture particulière (figure 50 (a)).

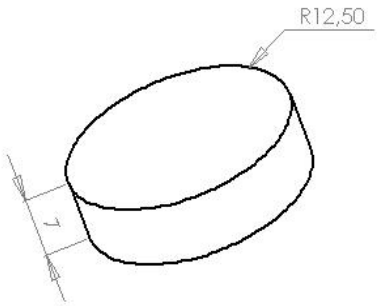
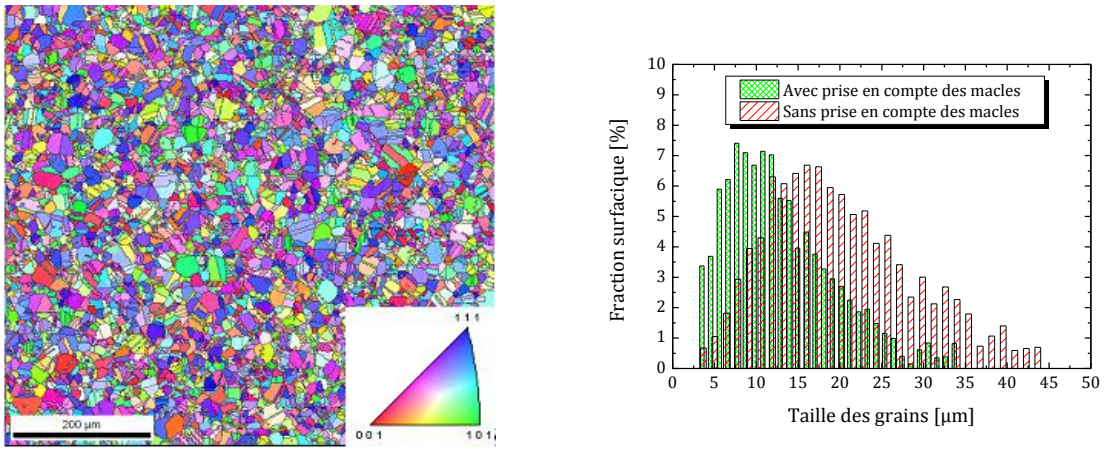


Figure 49: Géométrie des échantillons utilisés pour l'étude. Les dimensions sont exprimées en millimètres.



(a) (b)

Figure 50 : Cartographie d'orientations obtenue par EBSD de l'échantillon AISI 316L non grenaillé (a) répartition de la densité surfacique de la taille de grains dans celui-ci (b).

II.2 Les Procédés de « Surface Mechanical Attrition Treatment » (SMAT) et « UltraSonic Shoot Peening (USSP) »

II.2.1 Principe du traitement de grenaillage

Il existe deux types de grenaillage ultrasonique mécanique : le grenaillage de type **S**urface **M**echanical **A**ttrition **T**reatment « **SMAT** » et le grenaillage de type **U**ltra**S**onic **S**hot **P**eening « **USSP** ». La différence principale entre ces deux procédés réside dans le résultat obtenu après le traitement. Dans le cas du SMAT, une nanostructuration de la surface est obtenue alors que dans le cas de l'USSP le dispositif se limite à introduire des contraintes résiduelles de compression en surface des pièces traitées. Les revendications d'utilisation des appareils ne sont pas les mêmes, cependant la technologie et les phénomènes physiques mis en jeux sont identiques. Le seul vrai paramètre qui varie entre ces deux types de procédés est le temps de traitement. Pour introduire des contraintes résiduelles de compression en surface, il suffit de traiter l'échantillon avec un taux de recouvrement[9] d'environ 300% (un temps relativement court). Pour des taux de recouvrement plus élevés (temps plus long), les contraintes résiduelles n'évoluent plus. Alors que pour créer une nanostructuration de la surface des échantillons, il faut travailler avec des temps relativement longs (taux de recouvrement supérieur à 3000%).

Les deux procédés peuvent facilement se développer à l'échelle industrielle et ils sont relativement similaires. Les deux procédés sont étudiés dans la suite du manuscrit.

Le procédé SMAT (figure 51) est constitué d'une enceinte en acier où sont introduites des billes en métal ou en céramique. L'échantillon se trouve sur la surface supérieure. L'enceinte est secouée comme un « shaker ». Les billes, libres, percutent ainsi la surface de l'échantillon et provoquent une déformation plastique de la surface, ce qui introduit des contraintes résiduelles de compression au sein de l'échantillon (encadré de la figure 51). Une photographie de la machine installée à l'Université Technologique de Troyes est présentée sur la figure 52.

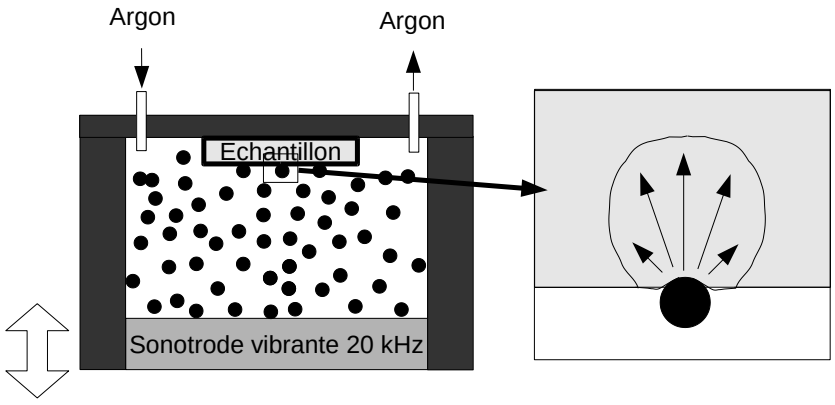


Figure 51 : Principe du traitement de type « SMAT ».

La figure 53 montre les premiers signes de la déformation plastique sur un échantillon en acier inoxydable 316L. Les grains sont mis en évidence par des mécanismes de déformation tels que le glissement des plans denses et le maclage. Comme l'orientation des grains à la

9 Le taux de recouvrement est le rapport noté R(%) entre la surface des impacts visibles et la surface à grenailler : le temps nécessaire pour obtenir ce recouvrement dans des conditions données est appelé temps de base : si on multiplie ce temps par 2 ou 30, on parle de 200% ou 3000%. Le taux de recouvrement dépend de la taille des billes et du temps d'exposition.

surface est aléatoire, les mécanismes sont différents d'un grain à l'autre. Ce qui permet de mettre en évidence les grains qui constituent la surface grenaillée.



Figure 52 : Grenailleuse de type « SMAT » utilisée par l'UTT.

Pour le procédé d'USSP, le principe est quasiment le même. La principale différence réside dans le fait que seul le fond de l'enceinte est mis en mouvement : il est couplé à une sonotrode qui lui transmet un déplacement alternatif de « montée/descente » à des fréquences de l'ordre de 20 kHz avec des amplitudes de quelques dizaines de micromètres. Le schéma de l'appareillage est présenté sur la figure 54. L'avantage de ce procédé est qu'il est relativement peu encombrant, transportable (utilisable par les équipes de maintenance sur site) et facilement adaptable sur une chaîne de fabrication.

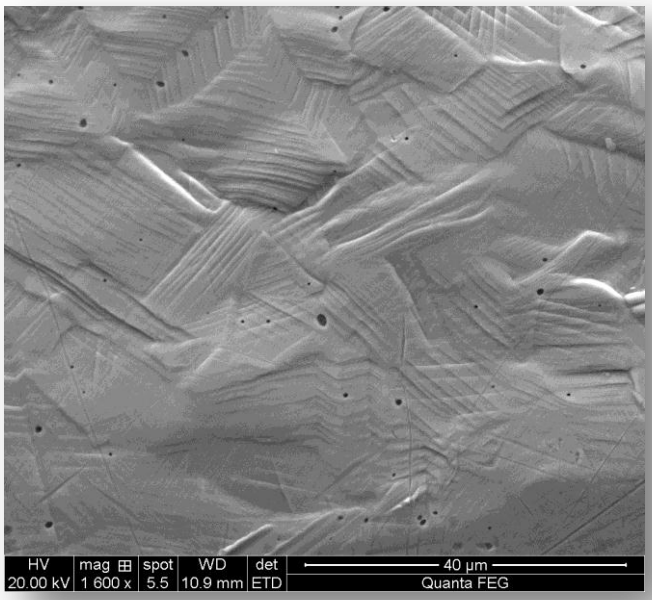


Figure 53 : Micrographie électronique de la surface d'un échantillon en acier inoxydable 316L après un traitement de grenaillage.

Dans ce type de procédé, chaque bille agit comme un minuscule marteau à tête sphérique et imprime au matériau une cupule de déformation plastique plus ou moins profonde selon la nature du matériau grenaillé et l'énergie cinétique transmise par les billes.

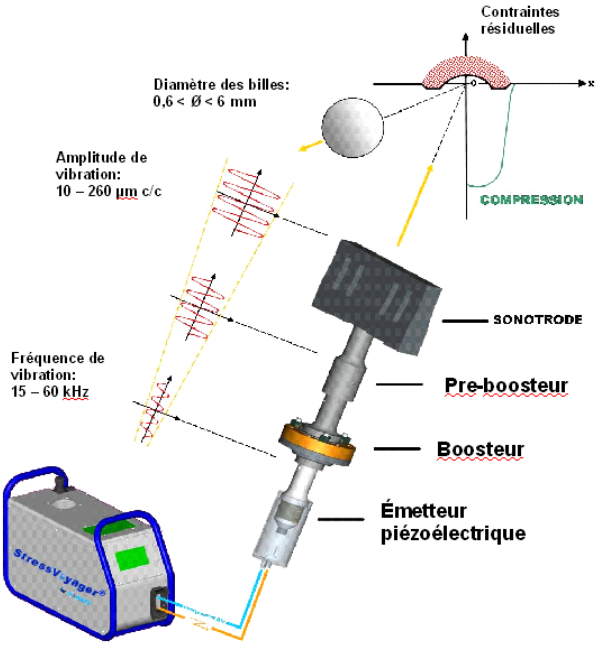


Figure 54 : Procédé d'attrition ultrasonique de type « USSP » (Stressonic®) utilisé par SONATS.

Ce qui différencie ces deux techniques (SMAT et USSP) des procédés de grenaillage de précontrainte[10] ou de « shot peening » est l'orientation aléatoire d'impact des billes à la surface de l'échantillon. Cela permet d'activer avec des énergies beaucoup moins importantes les mécanismes de déformation plastique dans tous les grains quelles que soient leurs orientations (loi de Schmid).

Trois brevets sont déposés sur la technique de SMAT utilisé par le LASMIS de l'UTT :

- Mechanical method for generating nanostructure and mechanical device for generating nanostructures (FR00/00949) (PCT/FR01/02483, 2001), (US Patent: 7147726, Dec.2006) [61].
- Method for generating nanostructures and device for treating nanostructures (FR 00/00950) (PCT/FR01/02842) (US Patent Application: 20040250920 and 20070006943) : Procédé de traitement de nanostructures et dispositif de traitement de nanostructures [62].
- Process and device for the generation of nanostructure (FR2812286) [63].

Pour ces systèmes, un certain nombre de paramètres sont modifiables et contrôlables. Le tableau 8 répertorie tous les paramètres et indique leurs gammes d'utilisation. Ainsi, il est possible d'agir sur la nature des billes qui viennent percuter la surface mais aussi sur la puissance transmise par l'intermédiaire de la sonotrode. Les paramètres de distance échantillon - sonotrode, amplitude, fréquence de vibration jouent un rôle dans la puissance transmise aux billes (chapitre III partie III.2 page 81).

10 Le grenaillage de précontrainte est réalisé par jet de billes entrainées par un fluide ou un flux de gaz ou par les pales d'une turbine.

Tableau 8: Paramètres modifiables et paramétrables sur l'USSP et le SMAT.

Billes	**Nature**	Métal ou céramique
	Diamètre	1 mm à 10 mm
	Masse	Quelques grammes à quelques dizaines de grammes
	Vitesse	5 à 100 m/s
Générateur	**Amplitude**	20 µm à 150 µm
	Fréquence	50 Hz à 20 kHz
	Puissance	Quelques centaines de W à quelques kW
Distance sonotrode échantillon		10 mm à 100 mm
Durée		Quelques secondes à quelques heures
Taux de recouvrement		100 % à 20 000 %

Pour ce travail, nous avons utilisé des billes de nature différente. Des billes en céramique de type Zirshot® dont les propriétés mécaniques, utilisées pour les calculs, sont présentées dans le tableau 9. Des billes, utilisées couramment dans les roulements, en acier 100C6. Les propriétés mécaniques des billes, utilisées pour les calculs, sont regroupées dans le tableau 10.

Tableau 9 : Propriétés mécaniques des billes Zirshot.

	Dureté [$HV_{0,1}$]	**Masse volumique [$g{\cdot}cm^{-3}$]**	**Module de Young E [Pa]**	**Coefficient de poisson ν**
Zirshot®	700	3,85	$300\ 10^9$	0,27

Tableau 10 : Propriétés mécaniques des billes en 100C6.

	Dureté [$HV_{0,1}$]	**Masse volumique [$g.cm^{-3}$]**	**Module de Young E [Pa]**	**Coefficient de poisson ν**
100C6	848	7,81	$210\ 10^9$	0,3

Deux enceintes de grenaillage avec des matériaux différents ont été employées pour réaliser les traitements. Ainsi, nous avons utilisé une enceinte en Polyoxyméthylène (POM) et une enceinte en acier Z160CDV12.

II.3 Nitruration assistée plasma

II.3.1 Dispositifs expérimentaux

La mise en œuvre d'un procédé de traitement de surface par plasma nécessite un dispositif constitué des éléments suivants : une enceinte à vide, un générateur électrique haute tension, un système de distribution de gaz et de contrôle de pression ainsi qu'un système de mesure et de régulation de la température (figure 55). Pour créer un plasma avec ce type d'installation plusieurs solutions sont envisageables.

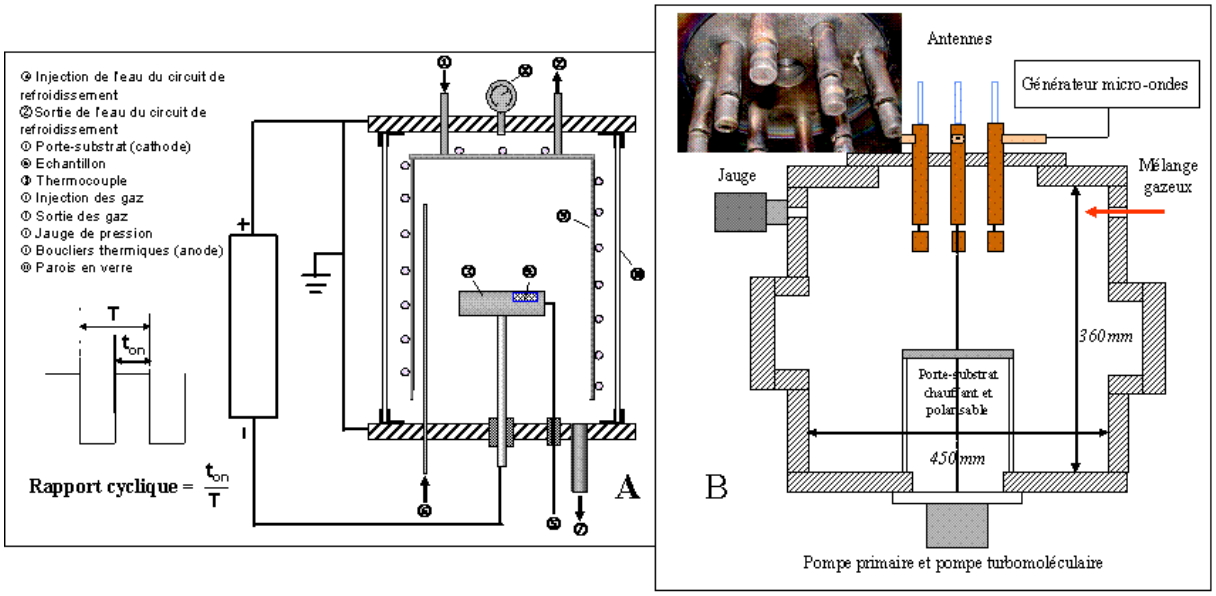


Figure 55 : Schéma de principe d'enceintes de nitruration assistée plasma : (A) réacteur de nitruration par décharge diode avec la forme des impulsions délivrées par un générateur pulsé, (B) réacteur de nitruration par MDECR.

La première solution à notre disposition et la plus simple à mettre en œuvre ; c'est un dispositif de nitruration de type diode schématisé sur la figure 55-A. Un potentiel électrique est appliqué entre les pièces à traiter qui constituent la cathode du système électrique et la paroi métallique de l'enceinte du réacteur qui sert d'anode. La tension d'alimentation et la forme des pulses sont réglables par l'utilisateur. Il est ainsi possible de travailler entre - 350 et - 1000 V ce qui correspond à une variation de température de 300°C à 700°C environ et à des fréquences comprises entre 50 Hz et 1200 Hz avec un rapport cyclique compris entre 0,1 et 0,8. La nature, la pression et la composition des gaz introduits dans l'enceinte sont aussi contrôlées par l'utilisateur. La figure 56 montre une photo d'un plasma de type diode sur une cathode porte-échantillon.

Un autre procédé est utilisé pour réaliser une nitruration assistée plasma : il s'agit du dispositif MDECR de la figure 55-B. Nous retrouvons toujours les éléments nécessaires au dispositif de nitruration : enceinte à vide, un système de distribution de gaz et de contrôle de pression ainsi qu'un système de mesure et de régulation de la température.

Le système MDECR est un réacteur disposant de sources plasmas multi-dipolaires dans la configuration Matrice à Résonance Cyclotronique Electronique Distribuée (MDECR en anglais). La figure 55-B montre l'implantation sur notre réacteur de cette source de plasma développée par Pelletier et ses collaborateurs [64-66]. Dans notre configuration, huit antennes ou sources de plasma (chacune constituée en fait d'une antenne et d'un aimant permanent) sont disposées en un réseau plan. La puissance micro-ondes est transportée directement par une ligne coaxiale jusqu'à la région de résonance cyclotronique électronique. Comme la puissance micro-ondes est totalement transférée au plasma dans cette région, il y a très peu d'interférences entre les sources élémentaires de plasma. Chaque antenne peut être accordée (pour minimiser la puissance de réflexion) sans que cet accord ne modifie significativement celui des antennes voisines.



Figure 56 : Exemple de plasma obtenu pendant une expérience de nitruration assistée plasma : décharge de type « diode » sur les pièces à nitrurer.

Les principales différences entre les deux systèmes sont les suivantes :

- Le système à Matrice à Résonance Cyclotronique Électronique Distribuée (MDECR en anglais) permet de créer un plasma transféré au niveau des antennes (figure 57) : il n'est plus généré au niveau des échantillons à traiter.
- Les nitrurations sont réalisées sous vide secondaire qui permet d'éviter les contaminations.
- Le chauffage des échantillons est réalisé par l'intermédiaire d'un porte substrat-chauffant ce qui permet d'assurer une indépendance entre plasma et chauffage.

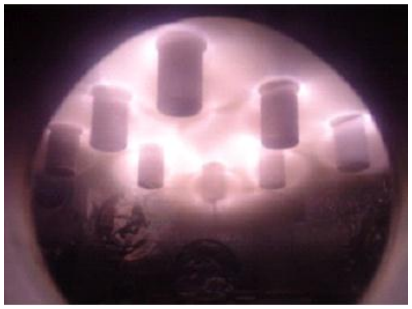


Figure 57 : Exemple de plasma MDECR obtenu pendant une expérience de nitruration assistée plasma.

Les avantages d'un tel dispositif sont nombreux : absence d'effet de cathode creuse, pas de dégradation de surface par bombardement ionique, découplage des conditions de réalisation du plasma et du traitement thermochimique…

En général, un traitement de nitruration est composé de deux étapes : une phase de décapage et une phase de nitruration. La phase de décapage permet de dépassiver l'acier à traiter en éliminant la couche d'oxyde par pulvérisation. Cette étape, qui est conduite dans un mélange argon-hydrogène, sert également à monter en température des échantillons pour atteindre la température de traitement. La température de traitement dans notre cas est doit être inférieure à 450°C pour éviter la précipitation de nitrures (Cr, AlN, NbN…). Ensuite, l'atmosphère de décapage est remplacée par une atmosphère nitrurante (mélange d'azote-hydrogène) et c'est ainsi que débute de la phase de nitruration.

Lorsque les échantillons sont nitrurés dans le réacteur MDECR, le protocole de l'étape de décapage est le suivant :

- Mélange de gaz Ar/H_2 : 60/20 → P = ~1,84 10^{-2} mbar
- Puissance 600W P= ~1,95 10^{-2} mbar
- Polarisation des échantillons à Vdc=-150V
- Durée : 30 min

Cette étape est indispensable dans le réacteur MDECR. Pendant la phase de nitruration, les échantillons sont au potentiel flottant. Ainsi, le phénomène de pulvérisation est quasiment

inexistant. Pendant la phase de nitruration la puissance micro-onde des antennes reste à 600 W.

II.4 Méthodes d'analyse des échantillons

Après toutes manipulations ou traitement des échantillons, il est essentiel de caractériser le résultat obtenu. Nous passons en revue les différentes techniques d'analyse utilisées pour caractériser les échantillons à l'issue des différents traitements de grenaillage et de nitruration.

II.4.1 Coupes micrographiques transversales optiques et électroniques

Pour analyser les transformations en sous-couche après le grenaillage et mesurer l'épaisseur des couches de diffusion réalisées lors des traitements thermochimiques, il est nécessaire de faire une coupe sens transverse de l'échantillon traité.

Les échantillons sont coupés à la micro tronçonneuse puis enrobés à chaud avec une résine phénolique dure. Ensuite, ils sont polis suivant la gamme décrite précédemment (partie II.1.2 page 49 du chapitre II). Néanmoins, un polissage final à la pâte diamant 1 µm est réalisé en plus pour éliminer les rayures introduites par les autres polissages. Cette gamme de polissage est appelée polissage miroir par la suite. Après l'étape de polissage, une attaque de l'échantillon avec un réactif est nécessaire. Ceci permet de révéler la microstructure et/ou la couche de diffusion de la pièce traitée (grains, joints de grains, maclage, bandes de glissement, sous joint de grain…).

Pour réaliser cette étape et en fonction de ce que nous recherchons à mettre en valeur, nous avons utilisé les réactifs suivants pour les aciers inoxydables austénitiques :

- le « marble's reagent » : 50 ml d'acide chlorhydrique (HCl), 25 ml de sulfate de cuivre ($CuSO_4$), 50 ml d'eau distillée (H_2O). Le temps d'attaque est de quelques secondes.
- le « Curran » : 10g de chlorure de fer III ($FeCl_3$), 30 ml d'acide chlorhydrique (HCl), 120 ml d'eau distillée (H_2O). Le temps d'attaque est d'environ 2 min.
- acide oxalique à 10% dans H_2O : l'échantillon est mis en immersion et une différence de potentiel de 10 V entre lui et une anode est appliquée pendant ~30 s.

Et les réactifs suivants pour les alliages à base nickel :

- l'eau régale glycérinée ou « glycerigia » : 15 ml de HCl (acide chlorhydrique), 10 ml de glycérol, 5 ml de HNO_3 (acide nitrique).
- l'eau régale méthylique : 15 ml de HCl (acide chlorhydrique), 5 ml HNO_3 (acide nitrique) et 20 ml d'alcool méthylique.
- acide oxalique à 10% dans H_2O : l'échantillon est mis en immersion et une différence de potentiel de 10 V entre lui et une anode est appliquée pendant ~30 s.

Nous avons également utilisé, d'autres techniques qui permettent de mettre en évidence la microstructure des échantillons tels que :

- le polissage mécano-chimique qui utilise une solution de silice colloïdale de 0,03 µm. Ce type de polissage permet de créer un microrelief à la surface des échantillons associés à des vitesses d'abrasion qui diffèrent d'un grain à l'autre. L'état de surface ainsi préparé montre que la rugosité reste limitée à quelques dizaines de nm [67]. Il est possible par cette technique de mettre en évidence les couches nitrurées.
- le bombardement ionique qui permet de bombarder la surface des échantillons après le polissage miroir. La vitesse de pulvérisation différente d'un grain à l'autre permet de créer un microrelief.

Dans la suite du rapport, la technique d'attaque utilisée pour révéler la microstructure apparaît dans la légende des micrographies.

II.4.2 Microscope Optique

Pour observer les échantillons, nous avons utilisé un microscope optique de marque Olympus. Pour mesurer les longueurs, nous avons utilisé le logiciel d'analyse d'images (AnalySIS FIVE®) couplé au microscope optique. Les épaisseurs sont mesurées en des endroits différents de la pièce traitée. Un minimum de 20 mesures de l'épaisseur de la couche de nitruration permet de déterminer l'épaisseur moyenne obtenue après un traitement de nitruration assistée plasma.

II.4.3 Microscope électronique à balayage

Pour analyser les échantillons, nous avons utilisé plusieurs microscopes électroniques à balayage (MEB) au cours de cette étude :

- MEB FEG (Field Emission Gun) de marque Philips type XL30S haute résolution
- MEB FEG de marque Philips type QUANTA
- MEB FEG de marque ZEISS de type LEO GEMINI

Dans certains cas, un dépôt d'or est réalisé sur la surface des échantillons à observer pour améliorer la conductivité électrique. Avant l'observation les échantillons en coupe sens transverse sont attaqués suivant la procédure décrite dans le paragraphe II.4.1 page 57.

Les abréviations classiques suivantes sont utilisées : BSE pour Back Scatterring Electron (Microscopie en électrons rétrodiffusés, contraste chimique) et SE pour Secondary Electron (microscopie en électrons secondaires, contraste topographique).

II.4.4 Diffraction des rayons X

Pour caractériser la microstructure, nous avons utilisé la diffraction des rayons X. Les diffractogrammes des échantillons ont été réalisés sur quatre types d'appareils de diffraction différents :

- un appareil de diffraction avec un détecteur courbe (0 à 120°) avec une incidence du faisceau X rasante (marque INEL). Les paramètres d'alimentation du tube à rayon X sont constantes : 34 kV pour la tension et 20 mA pour le courant. La taille de la surface analysée varie en fonction de l'angle d'incidence. La taille du faisceau est d'environ 6 mm².
- un appareil en configuration θ-2θ (marque Siemens modèle D500). Les paramètres d'alimentation du tube à rayon X sont constants : 34 kV pour la tension et 20 mA pour le courant. La taille de la surface analysée est d'environ 48 mm².
- Un appareil en configuration θ-2θ (marque Brukers modèle Advance). Les paramètres d'alimentation du tube à rayon X sont constants : 34 kV pour la tension et 20 mA pour le courant.
- Un appareil muni d'un berceau d'Euler en configuration 4 cercles (marque Brukers modèle Discover). Les paramètres d'alimentation du tube à rayon X sont constants : 34 kV pour la tension et 20 mA pour le courant.

La source de rayonnement X utilisée est du CoK_α pour l'INEL, le D500 et le Discover. La longueur d'onde (λ) est de *1,7889 Å* pour la raie $K_{\alpha1}$. Par contre la source de rayonnement utilisée pour l'Advance est du CuK_α. . La longueur d'onde (λ) est de *1,5409 Å* pour la raie $K_{\alpha1}$.

Le dépouillement des diffractogrammes nous amène à réaliser un certain nombre de calculs qui permettent de caractériser le réseau cristallin de l'échantillon.

À partir de la loi de Bragg, nous déterminons la distance interréticulaire entre deux plans diffractant, noté d_{hkl} :

$$\lambda = 2 \cdot d_{hkl} \cdot \sin\theta_{hkl} \Rightarrow d_{hkl} = \frac{\lambda}{2 \cdot \sin\theta_{hkl}}, \quad \text{(II-1)}$$

où les indices *h*, *k* et *l* représentent les indices de Millers.

Comme nous utilisons des matériaux cubiques, le paramètre de maille a_{hkl} est donné par la relation suivante :

$$a_{hkl} = d_{hkl} \cdot \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \Leftrightarrow a_{hkl} = \frac{\lambda}{2 \cdot \sin\theta_{hkl}} \cdot \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}, \quad \text{(II-2)}$$

Dans le cas où plusieurs valeurs de paramètre de maille *a* sont données par différentes réflexions, nous reporterons l'ensemble des valeurs sur un diagramme dit de « Nelson-Riley » sur lequel on représente les valeur de *a* en fonction de $\cos(\theta) \cdot \cot(\theta)$. La fonction $\cos(\theta) \cdot \cot(\theta)$ est une fonction effective d'extrapolation qui minimise les erreurs systématiques de la méthode de Bragg Brentano [68]. Généralement une droite est obtenue dont l'extrapolation en $\cos(\theta) \cdot \cot(\theta) = 0$ donne la vrai valeur de *a* notée a_0 [69]. Mais ceci ne fonctionne pas très bien dans le cas des couches nitrurées et des matériaux déformés. C'est pourquoi, nous représenterons aussi les paramètres de maille *a* en fonction du facteur d'orientation A_{hkl} [69] définie par l'équation (II-3) :

$$A_{hkl} = \frac{h^2 k^2 + h^2 l^2 + k^2 l^2}{\left(h^2 + k^2 + l^2\right)^2}. \quad \text{(II-3)}$$

Généralement une droite est obtenue dont l'extrapolation en zéro donne la vraie valeur de *a* notée a_0.

Remarque : La plus petite valeur mesurable de d_{hkl} s'obtient pour $n = 1$, et $\sin(\theta) = 1$ ($\theta = 90°$). Alors $d_{hkl\ mini} = \lambda / 2$

II.4.4.1 Mesure de contrainte par la méthode du sin2(ψ)

Pour mesurer la déformation et en estimer une contrainte, nous avons utilisé la méthode de diffraction des rayons X couramment appelée méthode du $\sin^2(\psi)$. Cette méthode utilise le réseau cristallin comme jauge de déformation (figure 58). Quand le matériau est soumis à une contrainte σ, l'espace du réseau cristallin entre les plans (*hkl*) d_{hkl} varie en fonction de l'orientation et de la direction de chargement. Cette dépendance directionnelle peut être mesurée par diffraction des rayons X. La direction de mesure de la déformation est la direction du vecteur de diffraction et elle est identifiée par les angles φ et ψ, où φ est l'angle de rotation de l'échantillon autour de la normale à la surface de l'échantillon et ψ est l'angle de déclinaison de l'échantillon autour de la normale à la surface de l'échantillon. Ces mesures sont réalisées sur le Discover car il dispose d'un berceau d'Euler.

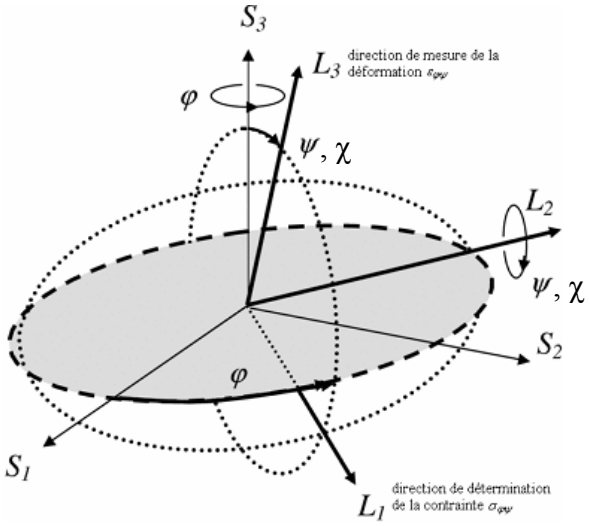
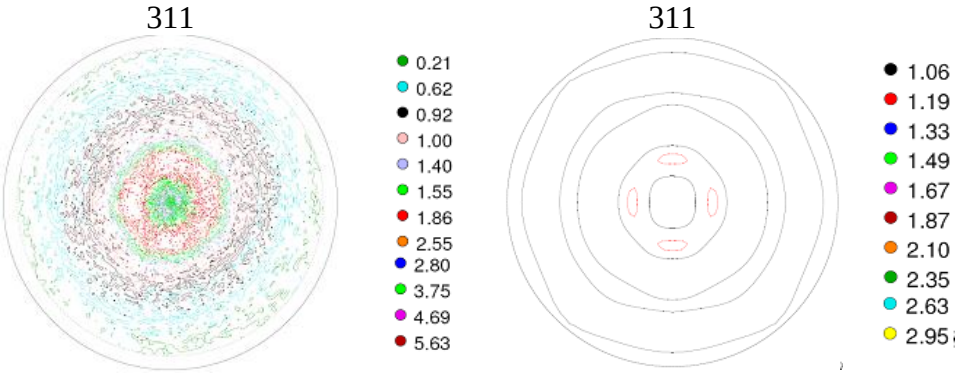


Figure 58 : Définition des angles φ et ψ pour la mesure de contrainte par diffraction. S repère lié à l'échantillon et L repère lié à la diffraction (repère laboratoire).

Pour de plus amples informations, le lecteur pourra se reporter à la revue de Welzel qui résume particulièrement bien les techniques de mesure de contrainte par diffraction des rayons X [70].

II.4.4.2 Mesure de la texture : figures de pôles

Dans le cas où il est intéressant de connaître la texture du matériau, c'est à dire la distribution des orientations des cristallites du matériau polycristallin, nous avons eu recours à la diffraction des rayons X pour tracer la figure de pôles des différents pics de diffraction (*hkl)*. Dans cette technique, le détecteur et le faisceau de rayon X sont en position de diffraction sur la position du pic (*hkl)*. Ensuite, l'intensité de tous les points de l'espace est mesurée en faisant varier les angles φ et χ (figure 58). Après la mesure, la figure de pôles brute est obtenue (figure 59 (a)). Ensuite, il est possible de la corriger en prenant en compte l'absorption en fonction de la déclinaison χ et la symétrie de la structure analysée pour tracer la figure de pôle calculée (figure 59 (b)). Ces mesures sont réalisées sur le Discover car il dispose d'un berceau d'Euler.



(a) Figure de pôles brute (b) Figure de pôles calculée

Figure 59 : Exemple de figures de pôles du pic de diffraction de l'austénite 311 obtenue par diffraction des rayons X sur un alliage à base nickel 718 : (a) Figure de pôles brute et (b) Figure de pôles calculée.

II.4.4.3 Analyse des diffractogrammes

Pour comparer les diffractogrammes, il existe un certain nombre de techniques d'analyse. Tout d'abord, le diffractogramme dans son ensemble permet de déterminer la nature du matériau, les phases dont il est constitué. Après, en isolant les pics de diffraction par plan diffractant et en les comparant, il est possible d'en déduire un certain nombre d'informations.

Le décalage du pic de diffraction par rapport à sa position théorique peut être le résultat :

- de l'étalonnage de la machine (zéro du goniomètre)
- de la hauteur de l'échantillon
- de l'état de contrainte
- de la valeur du paramètre de maille (gradient de concentration)

La surface des pics de diffraction nous renseigne sur :

- la quantité de phase présente
- l'orientation préférentielle (phénomène de texturation).

La largeur des pics de diffraction est associée :

- Aux microcontraintes résiduelles
- A la taille des cristallites

Un pic de diffraction permet d'atteindre d'autres informations par analyse de son profil réduit, dans une première approche, à sa largeur angulaire mesurée le plus souvent à mi-hauteur appelée encore largeur de corde à mi-hauteur (FWHM Full Width at Half Maximum).

Le profil d'un pic, ou plus simplement sa largeur dépend d'au moins trois facteurs indépendants :

- une composante instrumentale liée à la géométrie du montage goniométrique ;
- une composante, dite de Scherrer, liée à la dimension moyenne de ce qu'il est convenu d'appeler, de manière un peu ésotérique, les domaines cohérents de diffraction ou « cristallites », c'est-à-dire les domaines où l'arrangement cristallin est presque parfait. Ce terme recouvre des « objets » aussi divers que les sous grains de polygonisation dans un matériau bien recristallisé, les zones comprises entre les écheveaux de dislocations ou les cellules de dislocations dans un matériau fortement écroui ou encore des portions d'une latte de martensite dans un acier trempé. Dans ce dernier cas, la dimension des cristallites varie typiquement de 10 à 100 nm ;
- une composante liée à la variance de la distribution des microdéformations. Plus l'intervalle de variation de la microdéformation autour de la valeur moyenne macroscopique est élevé, plus la distribution des distances interréticulaires autour de la valeur moyenne est étalée et plus le pic de diffraction est élargi.

Pour étudier la largeur des pics de diffraction, nous avons utilisé l'équation de Scherrer (équation (II-4)) pour obtenir une taille de cristallites qui diffractent (D) et nous avons utilisé l'équation de Stokes Wilson (équation (II-5)) pour estimer les microdéformations (ξ). Afin de s'affranchir du décalage instrumental, nous travaillons avec des valeurs relatives. C'est-à-dire que la largeur à mi-hauteur utilisée (β_h) dans les équations est la différence (équation (II-6)) entre la largeur à mi-hauteur du pic de diffraction de l'échantillon grenaillé ($\beta_{grenaillé}$) moins la largeur à mi-hauteur de la référence polie miroir ($\beta_{référence}$). Ainsi, nous considérons que l'élargissement observé est seulement dû à la modification de la taille des cristallites et/ou des microdéformations.

Cependant, ces deux équations sont en général limitées à des cas idéaux très simples et donnent une approximation de la réalité. Il existe d'autres modèles dans la littérature pour déconvoluer les phénomènes mais ils sont encore soumis à débat. Vu la complexité et la multitude de paramètres intervenant dans l'élargissement des raies, les valeurs ne sont pas à

prendre dans l'absolu, elles sont données à titre indicatif pour quantifier l'écrouissage induit par la déformation plastique.

$$\beta_g(2\theta) = \frac{0{,}9 \cdot \lambda}{D \cdot \cos(\theta)}, \quad \text{(II-4)}$$

$$\beta_g(2\theta) = 2 \cdot \xi \cdot \tan(\theta), \quad \text{(II-5)}$$

$$\beta_g(2\theta) = \sqrt{\beta^2_{grenaillé}(2\theta) - \beta^2_{référence}(2\theta)}, \quad \text{(II-6)}$$

II.4.4.4 Profondeur de pénétration des rayons X dans les matériaux étudiés

Les rayons X sont principalement absorbés par effet photoélectrique, mais aussi par la diffusion élastique (ou diffusion de Rayleigh) et la diffusion inélastique (diffusion de Compton). Il est possible de calculer l'atténuation résultante par la loi de Beer-Lambert pour une longueur d'onde λ donnée et donc de déterminer la profondeur de pénétration des rayons X pour un alliage à la composition définie. L'intensité diffractée provenant d'une profondeur *d*, *I(d)* est donnée par :

$$I(d) = I_0 \cdot e^{-\mu \cdot \rho \cdot d}, \quad \text{(II-7)}$$

où *d* est la longueur du chemin de pénétration des rayons X dans le matériau, μ est le coefficient d'atténuation de masse (habituellement en $cm^2 \cdot g^{-1}$) dépendant de λ, ρ est la masse spécifique du matériau et I_0 est l'intensité du faisceau avant diffraction.

Le coefficient d'absorption est calculé à partir de la composition du matériau (dans notre cas l'acier inoxydable 316L) par la relation suivante :

$$\mu(\lambda) = \sum_i c_i \cdot \mu_i(\lambda), \quad \text{(II-8)}$$

où *i* est l'élément chimique, c_i est la concentration massique, et μ_i est le coefficient d'absorption pour l'élément qui dépend de la longueur d'onde.

En considérant la géométrie du diffractomètre, et en considérant que le matériau est homogène, la longueur analysée par les rayons X est donnée par:

$$d = x \cdot \left(\frac{1}{\sin\gamma} + \frac{1}{\sin(2\theta - \gamma)} \right), \quad \text{(II-9)}$$

Où x est la profondeur, γ est l'angle entre le faisceau incident et la surface de l'échantillon et 2θ est la déviation du faisceau. Dans le cas d'un diffractomètre en configuration géométrique de Bragg-Brentano θ-2θ, l'angle d'incidence γ est égale à θ et $d = \frac{2x}{\sin\theta}$.

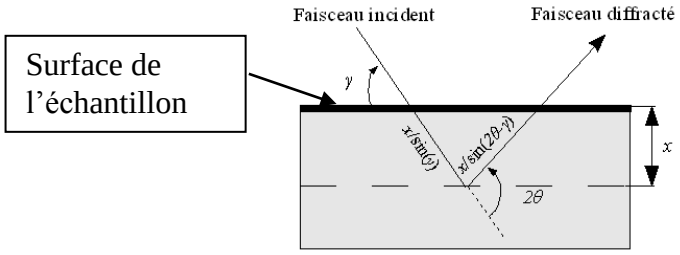


Figure 60 : Représentation schématique du trajet d'un faisceau de rayons X dans un matériau homogène.

L'intensité des rayons X diffractées par la couche de surface de profondeur *x* est égale à :

$$I(x) = I_1 \cdot \left[1 - \exp\left(\mu \cdot \rho \cdot x \cdot \left(\frac{1}{\sin\gamma} + \frac{1}{\sin(2\theta - \gamma)}\right)\right)\right], \quad \text{(II-10)}$$

où I_1 est l'intensité du faisceau.

C'est une loi exponentielle, qui signifie que, théoriquement, l'épaisseur analysée est infinie. Nous pouvons cependant considérer que l'épaisseur analysée correspond à une couche qui donne une fraction p du signal $\left(\frac{I(x)}{I_1} = p\right)$. p est habituellement prise égal à 0,9 (90% du signal). La profondeur analysée pour $\gamma < 2\theta$ est alors estimée par :

$$x = -\ln(1-p) \cdot \left(\mu(\lambda) \cdot \rho \cdot \left(\frac{1}{\sin\gamma} + \frac{1}{\sin(2\theta - \gamma)}\right)\right)^{-1}, \quad \text{(II-11)}$$

Dans notre cas, pour la composition de l'acier inoxydable austénitique 316L définie dans le tableau 6, on a une densité de 8 g.cm^{-3}. Pour un rayonnement Co Kα_1 (λ = 1,7889 Å et E=6,93KeV), nous obtenons un coefficient d'atténuation de masse μ de 122,5 g·cm^{-2} et un coefficient d'absorption linéaire [$\mu(\lambda)\cdot\rho$]de 980 cm^{-1}.

Ceci donne les résultats consignés dans le tableau suivant pour un coefficient p = 0,9 et une configuration géométrique en θ-2θ.

Tableau 11 : Profondeur de pénétration des rayons X en configuration θ-2θ pour une restitution de 90% du signal dans l'acier inoxydable austénitique AISI 316L.

2θ [°]	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100	110	120	130	140
Profondeur [µm]	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0	5,9	6,7	7,6	8,0	9,0	9,6	10,2	10,7	11,0

II.4.4.5 Limite de la diffraction des rayons X

Il faut garder à l'esprit que les techniques de diffraction des rayons X ne sont valables que pour des phases cristallines. Lorsque celles-ci sont amorphes, la diffraction des rayons X ne permet pas de déterminer les phases présentent.

La diffraction des rayons X permet de mettre en évidence une phase cristalline lorsqu'elle est présente en quantité suffisement importante dans volume diffracté.

II.4.5 Test de dureté Vickers

Précédemment, nous avons vu qu'une des conséquences fondamentales d'un prétraitement mécanique de la surface entraîne une augmentation de la dureté superficielle due principalement à deux mécanismes : le renforcement des joints de grain et l'écrouissage. C'est pourquoi dans cette partie, nous détaillons la technique de la mesure de dureté qui s'avère être une analyse essentielle à réaliser sur les échantillons prétraités. De même, après un traitement thermochimique, une couche apparaît en surface et elle est généralement plus dure que le matériau de base.

II.4.5.6 Principe

La dureté par pénétration est la résistance qu'oppose un matériau à la pénétration d'un autre corps plus dur que lui. Le principe de l'essai d'indentation consiste à appliquer un indenteur de forme connue (bille, cône ou pyramide) à la surface du matériau à tester. Sous l'action de la charge d'indentation, l'indenteur s'enfonce dans le matériau en produisant des déformations élastiques et plastiques dans la zone de contact. Au retrait de l'indenteur, une empreinte résiduelle persiste. Plus la charge appliquée est élevée, plus la taille de l'empreinte

résiduelle est grande. Le nombre de dureté, calculé par le rapport entre la charge appliquée (*P*) et une surface représentative de l'empreinte (*A*), s'écrit :

$$H = \frac{P}{A}, \tag{II-12}$$

La dureté est calculée par rapport à la force appliquée sur une surface représentative de la zone indentée. Dans l'essai Vickers, le pénétrateur est une pyramide en diamant à base carrée. L'angle entre les deux faces triangulaires opposées est de 136° et il est de 148° entre les deux arêtes opposées (figure 61).

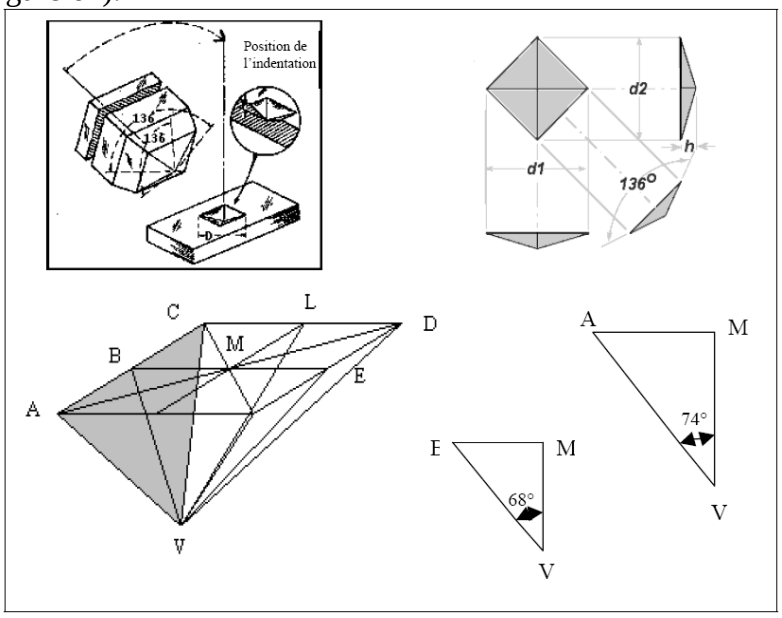


Figure 61 : Schéma de l'indenteur Vickers.

La relation entre les angles mesurés entre les sommets et entre les faces est la suivante :

$$\frac{AM}{BM} = \frac{\tan 74°}{\tan 68°} = \sqrt{2}, \tag{II-13}$$

L'aire réelle du contact de la pyramide avec le matériau (*S*) représente quatre fois l'aire du triangle représenté en grisé sur la figure 61. Ainsi *S* est égal à :

$$S = 4\frac{\overline{AC}\cdot\overline{VB}}{2} = 4\frac{a\cdot\overline{VB}}{2}, \tag{II-14}$$

$$\text{avec } \begin{cases} \frac{1}{2} = \overline{VB}\cdot\sin 68° \Rightarrow \overline{VB} = \frac{a}{2\cdot\sin 68°} \\ a^2 + a^2 = d^2 \Rightarrow 2\cdot a^2 = d^2 \Rightarrow a = \frac{\sqrt{2}}{2}d \end{cases} \Rightarrow \overline{VB} = \frac{\sqrt{2}\cdot d}{4\cdot\sin 68°} \tag{II-15}$$

Ainsi la surface *S* peut s'exprimer en fonction de la diagonale d'empreinte d par la relation :

$$S = \frac{\frac{4\sqrt{2}}{2}\cdot d\cdot\frac{\sqrt{2}}{2}\cdot d}{4\cdot\sin 68°} = \frac{2\cdot d^2}{4\cdot\sin 68°}, \tag{II-16}$$

En combinant les relations (II-12) et (II-16), l'expression générale de la dureté Vickers devient :

$$HV = \frac{P \cdot 4 \cdot \sin 68°}{d^2}, \quad \textbf{(II-17)}$$

où *HV* est exprimé en kN/mm² si la charge est donnée en N et la diagonale de l'empreinte *d* est exprimé en µm.

De plus, le nombre de dureté peut être exprimé en GPa. Dans ce cas, il suffit d'exprimer P en N dans la relation (II-17). D'un point de vue pratique, la valeur de la diagonale s'obtient par la moyenne des deux diagonales de l'empreinte.

Un paramètre important de dureté, rencontré dans l'étude de l'indentation Vickers, est le rapport entre la diagonale et la profondeur de l'empreinte ou de la pénétration h (distance MV sur la figure 61). D'un point de vue théorique, cette valeur s'obtient de la manière suivante :

$$\cos 68° = \frac{\overline{MV}}{\overline{VB}} = \frac{h}{\frac{\sqrt{2} \cdot d}{4 \cdot \sin 68°}} \Rightarrow h = \frac{\sqrt{2}}{4} d \cdot \cot 68° \approx \frac{d}{7}, \quad \textbf{(II-18)}$$

II.4.5.7 Préparation des échantillons

Pour les mesures de profils microdureté et d'indentation, il faut faire attention à la préparation des échantillons. Le polissage mécanique de la surface induit des déformations plastiques et il faut donc veiller à éliminer complètement la couche écrouie. La procédure de polissage doit préserver la structure cristalline de l'échantillon au voisinage de la surface analysée, en éliminant le mieux possible les couches superficielles oxydées ou la contamination de surface, sans écrouissage superficiel ni rugosité excessive. C'est pourquoi, les échantillons ont subi le protocole de polissage habituel (élimination de la couche écrouie entre chaque étape partie II.1.2 page 49 du chapitre II) et un polissage mécano-chimique final à la silice colloïdale 0,03 µm (OPS de chez STRUERS) a été réalisé pour éliminer la couche écrouie.

II.4.5.8 Filiation de microdureté ou profil de microdureté

Une filiation de microdureté est un ensemble de points de mesure de la dureté du matériau. Pour s'assurer de la pertinence des mesures, il est nécessaire de vérifier certaines règles : la distance minimale entre deux empreintes d'indentation doit être supérieure à 2,3 fois la diagonale de l'empreinte, il en est de même pour tout obstacle tel que le bord de l'échantillon. Dans notre cas, nous avons utilisé une filiation en zigzag pour obtenir les profils de dureté des échantillons après grenaillage comme le montre la figure 62. Les profils sont réalisés avec une charge constante de 25 g. Sur la micrographie optique de la figure 62, la taille des empreintes d'indentation augmente à mesure que l'on s'éloigne de la surface du matériau : ceci est dû à l'écrouissage du matériau induit par la déformation plastique. L'analyse des profils de dureté permet de déterminer la profondeur affectée par le grenaillage.



Figure 62 : Filiation de microdureté en zig zag sur coupe sens transverse observé au microscope optique (échantillon grenaillé en condition R12[11]).

II.4.5.9 Trace d'indentation et enlèvement de matière

Grâce à la relation (II-18), il est possible de quantifier l'enlèvement de matière sur les échantillons après le polissage. Nous nous sommes servis de cette technique en la couplant à une perte de poids de l'échantillon pour estimer la quantité de matière retirée lors du polissage mécanique. Ainsi, il devient facile de connaître avec une bonne précision la distance à la surface initiale à laquelle les analyses sont réalisées.

II.4.6 Nanoindentation

Pour certaines applications, il est nécessaire d'utiliser de faibles charges pour réaliser des indentations sur le matériau. Traditionnellement, la mesure de l'air réelle de l'empreinte résiduelle est mesurée par microscopie optique. Une autre difficulté survient lorsque la taille de l'empreinte résiduelle est tellement petite que toute mesure de ses dimensions par microscopie optique devient aberrante. Afin de palier à ces inconvénients, d'autres méthodes d'analyse sont apparues dans les années 80. Elles mettent à profit des avancées technologiques qui permettent un enregistrement en continu de l'évolution de la profondeur indentée en fonction de la charge appliquée. La courbe obtenue dans un cycle de charge-décharge s'appelle la courbe d'indentation. La dureté et le module d'élasticité du matériau sont alors déterminés à partir de la courbe de décharge du matériau indenté. La méthode utilisée pour l'analyse des données obtenues est celle développé par Oliver et Pharr [71].

Les échantillons sont préparés suivant la procédure décrite dans la partie II.4.5.7 page 65 pour s'affranchir de la couche écrouie en surface.

Les essais ont été réalisés sur un Nano Hardness Tester (NHT) de la marque CSM instruments (Compagnie Suisse de Microtechnique) avec un indenteur Vickers et des charges comprises entre 10 à 100 mN. Les résolutions annoncées pour ce dispositif sont de l'ordre de 0,3 nm pour des déplacements et ne pouvant pas dépasser 20 µm et de 1 µN en force pour des forces comprises entre 0,08 et 300 mN.

11 Les conditions de grenaillage R12 sont définies dans le tableau 12 page 95.

II.4.7 Rugosité

Pour mesurer la rugosité, nous avons utilisé un palpeur avec une pointe en diamant d'un rayon de courbure de 2 µm frottant la surface ligne par ligne pour la reconstituer en 3D (figure 63-a). L'appareil utilisé pour réaliser les profilométries est le SURFASCAN 3S. La grandeur mesurée par l'appareil est l'altitude (ou la coordonnées en z) avec une précision d'environ 100 nm. Le pas de déplacement en *x* et *y* est au minimum de 4 µm dans la limite de 250 points par profil mesuré. Cette caractéristique de l'appareil détermine la précision des mesures effectuées : la surface obtenue ne peut excéder 62 500 points. Les longueurs mesurées et le pas en *x*, *y* sont définis avant la mesure par l'utilisateur en respectant la résolution maximale d'une surfométrie. Dans notre cas, sauf mention explicite, les paramètres d'acquisition utilisés sont identiques suivant les axes *x* et *y* : pas de 8 µm sur 2×2 mm^2.

En utilisant le logiciel de traitement de données « Mountains Map© », il est possible d'obtenir un nombre important d'informations sur l'état de surface. Le logiciel calcule tous les paramètres de rugosité obtenus sur un profil (paramètres définis dans les normes : ISO 4287:1997) mais aussi les paramètres de rugosité de surface. Et bien d'autres informations permettant de caractériser la surface des échantillons (courbe de portance, profil de niveau, hauteur de marche, densité de pics…).

Les paramètres de rugosité qui nous intéressent sont définis à partir d'un profil (figure 63-b).

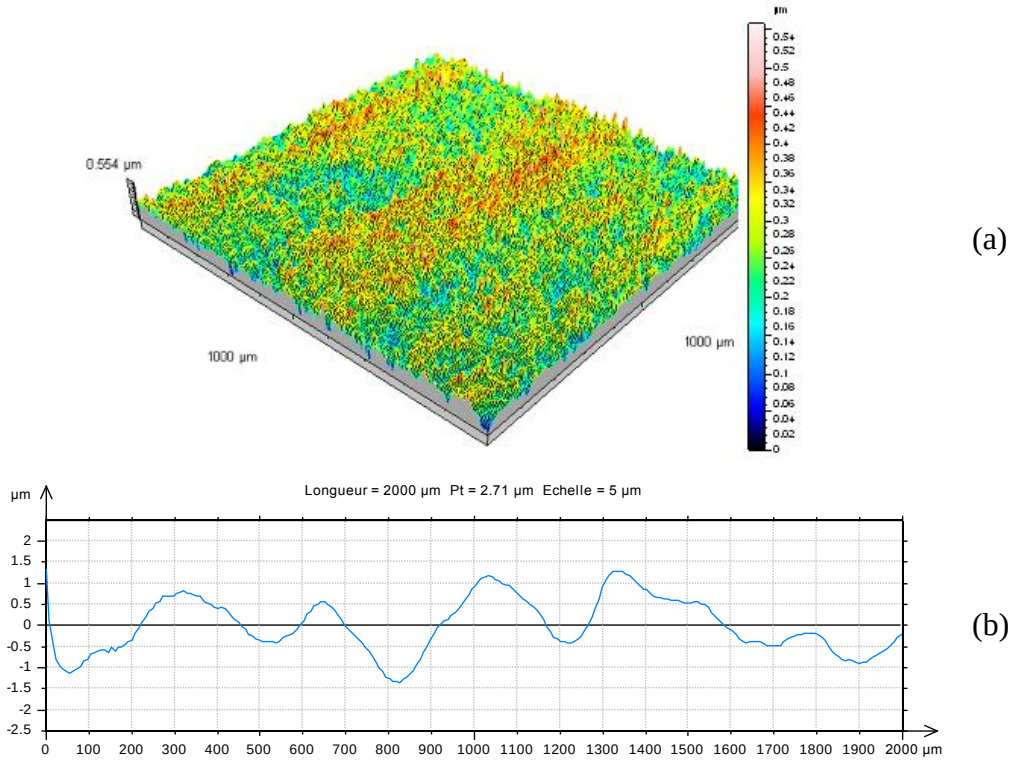


Figure 63 : (a) Exemple de profilométrie obtenue sur une surface balayée de 1 mm^2 avec un pas de 4 µm. (b) Exemple de profil obtenu avec une longueur balayée de 2 mm avec un pas de 8 µm.

La première valeur calculée à partir des profils et aussi la plus utilisée est la moyenne arithmétique des écarts à la moyenne. Elle est notée *Ra* et elle se calcule à l'aide de la formule (II-19).

$$R_a = \frac{1}{l_b}\sum_{0}^{l_b}\left|Z(x)\right|, \qquad \textbf{(II-19)}$$

l_b est la longueur de base et *Z(x)* est le profil mesuré.

La longueur de base l_b utilisée, sauf mention contraire, est de 0,5 mm pour toutes les mesures effectuées dans ce manuscrit. Les paramètres de rugosité sont calculés sur une moyenne des paramètres de rugosité calculés pour 250 profils : il s'agit de paramètres de rugosité moyens. Autrement dit, ils sont déterminés pour chacun des 250 profils, puis ils sont moyennés.

La seconde valeur largement utilisée est R_q, Il s'agit de la moyenne quadratique des écarts à la moyenne. Elle est calculée en utilisant la formule (II-20).

$$R_q = \sqrt{\frac{1}{l_b}\sum_0^{l_b} Z^2(x)}\,, \qquad \textbf{(II-20)}$$

Nous utiliserons aussi R_t, la hauteur totale du profil définie sur la figure 64 qui est la somme de R_v, profondeur moyenne de l'enfoncement et de R_p, hauteur moyenne des pics par rapport à la ligne moyenne.

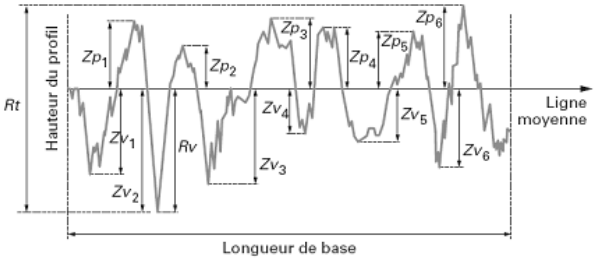


Figure 64 : Profil de rugosité illustrant le principe de calcul des paramètres de rugosité *Rt*, *Rv* (moyenne des Zvx) et *Rp* (moyenne des Zpx).

Il existe aussi R_{sk}, le facteur d'asymétrie qui définit l'asymétrie par rapport à la moyenne. Une asymétrie positive indique une distribution unilatérale décalée vers les valeurs les plus positives (figure 65). Une asymétrie négative indique une distribution unilatérale décalée vers les valeurs les plus négatives (figure 65). Il est calculé suivant la formule (II-21).

$$R_{sk} = \frac{1}{R_q^3 \cdot l_b}\sum_0^{l_b} Z^3(x) \qquad \textbf{(II-21)}$$

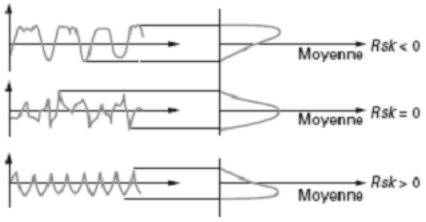


Figure 65 : Profil de rugosité représentant le paramètre de rugosité R_{sk}.

R_{ku}, le facteur d'aplatissement (ou Kurtosis) qui définit le regroupement proche ou loin des valeurs mesurées par rapport à la moyenne (figure 66). Il est calculé suivant la formule (II-22).

$$R_{ku} = \frac{1}{R_q^4 \cdot l_b}\sum_0^{l_b} Z^4(x) \qquad \textbf{(II-22)}$$

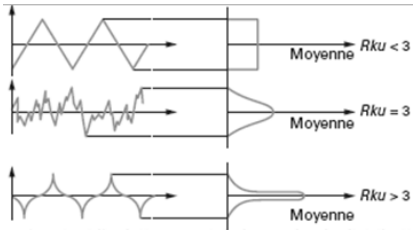


Figure 66 : Profil de rugosité représentant le paramètre de rugosité R_{ku}.

Et finalement nous utilisons R_{sm} la largeur moyenne du profil (figure 67). Ce paramètre est la valeur moyenne de la période du profil de rugosité.

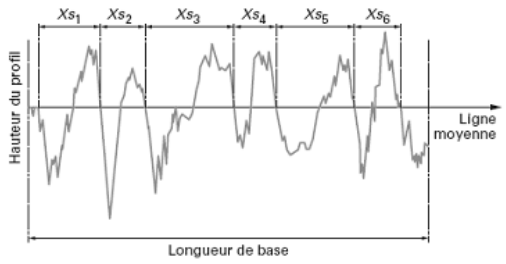


Figure 67 : Profil de rugosité illustrant le principe de calcul du paramètre de rugosité R_{sm} (moyenne des Xs_x).

II.4.8 Secondary Neutral Mass Spectrometry (SNMS)

La spectroscopie de masse des *ions* et *neutres* secondaires (SIMS Secondary Ion Mass Spectroscopy et SNMS Secondary Neutral Mass Spectroscopy) est la spectrométrie de masse des produits atomiques ou moléculaires émis par un solide soumis au bombardement d'un faisceau d'ions primaires de quelques keV (figure 68). Ces spectroscopies de masse sont les méthodes d'analyse de surface qui permettent d'identifier tous les éléments et leurs isotopes. Elles se prêtent à l'analyse de tous les matériaux solides, à savoir les conducteurs et les isolants.

Deux types d'analyses sont à distinguer : le SIMS statique (surface) et dynamique (profils en profondeur). En analyse qualitative, la sensibilité du SIMS est supérieure aux spectroscopies électroniques - entre le ppm d'une monocouche (TOF-SIMS) et le ppb d'une monocouche (SIMS dynamique), mais tout dépend des ions primaires utilisés (Ar, O, Cs, Ga,...) et des effets de matrice. En règle générale le SNMS est moins sensible que le SIMS parce que l'intensité est moins grande (moins d'ions). En SIMS ce sont les ions pulvérisés qui sont analysées tandis qu'en SNMS, ce sont les neutres.

Pour certaines applications (micro-électroniques) on peut utiliser les facteurs de sensibilité relatifs pour la quantification. En absence de standards, la quantification peut être améliorée par une post-ionisation des particules neutres émises (SNMS). Cependant l'analyse reste semi-quantitative. Le rendement de pulvérisation et d'ionisation n'est connu que pour des éléments purs.

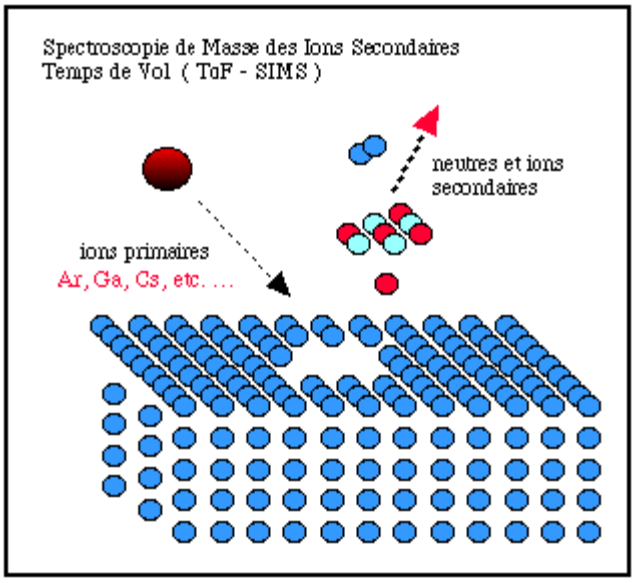


Figure 68 : Schéma de principe de la technique d'analyse SIMS et SNMS.

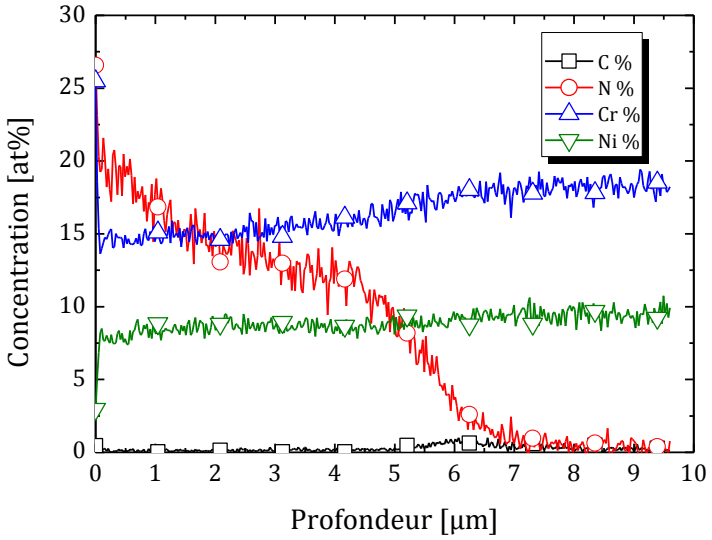


Figure 69 : Exemple de résultats obtenus par SNMS. Profils de concentration en at.% des éléments C, N, O, Cr, et Ni en fonction de la profondeur sur un échantillon d'acier inoxydable AISI 316L ayant subi un traitement de nitruration de 4 h à 420°C dans un mélange 90% N_2 - 10% H_2.

Cette technique prend en compte une valeur moyenne de concentration : la taille de l'empreinte bombardée par le faisceau pour l'analyse est d'environ 1 mm^2. De plus, il faut définir préalablement tous les éléments composants le matériau car l'analyse boucle à 100%. Dans le cas d'une mesure sur un acier inoxydable, la mesure est effectuée sur les éléments N, C, Cr, Ni et la concentration de l'élément majeur ici le fer est obtenu par différence entre les éléments mesurés et 100%. La figure 69 représente un exemple de résultat typique d'un échantillon AISI 316L ayant subi un traitement de nitruration. La courbe de concentration d'azote diminue de 20 at.% en surface (0 µm) à 0 at.% à 7 µm de profondeur.

II.4.9 La technique GD-OES (Glow Discharge – Optical Emission Spectrometry) ou SDL (Spectrométrie à Décharge Luminescente)

Le principe de la Spectrométrie à Décharge Luminescente (SDL) est d'analyser la composition chimique d'un échantillon solide via l'étude de son spectre d'émission. De l'argon est admis dans une chambre d'analyse sous basse pression. Un plasma est généré par la création d'une décharge entre l'anode et l'échantillon qui joue le rôle de cathode dans la lampe de Grimm (figure 70). Des atomes sont arrachés à la surface de l'échantillon puis projetés dans le plasma, où ils sont excités. Lorsqu'ils retournent à leur état stable, ils émettent un rayonnement dont les longueurs d'onde sont caractéristiques des atomes d'origine. La lumière sortant de la lampe de Grimm est diffractée par un réseau optique concave sphérique de rayon R. Dans ce montage, les rayons diffractés seront focalisés sur le cercle de Rowland (figure 71).

Lorsqu'une raie ne peut pas être confondue avec une autre, son intensité lumineuse est généralement directement proportionnelle au pourcentage massique de l'élément lui correspondant.

Des photomultiplicateurs sont placés sur le cercle de Rowland de manière à recevoir la lumière issue de l'émission d'un élément avec le moins d'interférence possible, ainsi l'intensité lumineuse mesurée par le photomultiplicateur.

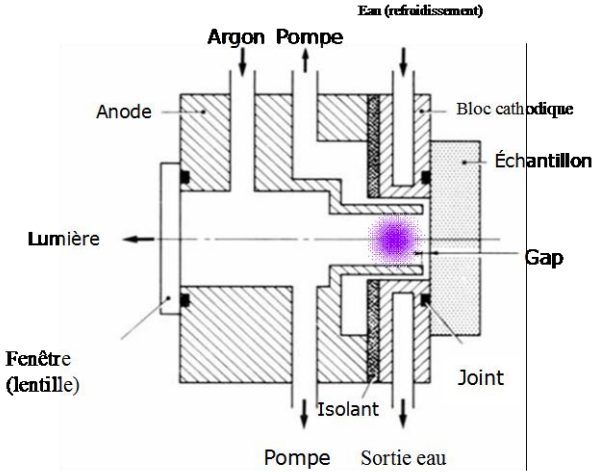


Figure 70 : Schéma de principe de la lampe de Grimm.

Cette technologie permet de mesurer simultanément la concentration de tous les éléments associés à un photomultiplicateur par le polychromateur (l'appareil du laboratoire est capable d'en mesurer 49), ce qui est très commode pour les analyses de couche, ou les analyses en profondeur. Cependant, il est impossible de mesurer d'autres longueurs d'ondes que les 49 imposées à l'aide du monochromateur présent que la machine. Par contre, une interférence trop importante entre 2 éléments perturbe les mesures.

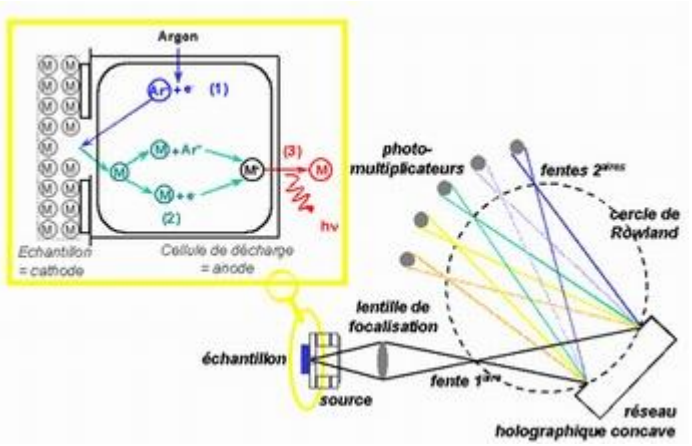


Figure 71 : Schéma de principe de l'analyse SDL.

L'échantillon étant érodé au fur et à mesure de l'analyse, cette technique se prête bien à l'obtention de profils de concentration en profondeur comme illustré sur la figure 72. Ainsi, l'évolution de l'intensité des raies caractéristiques des éléments suivis est tracée en fonction du temps d'abrasion. La vitesse de pulvérisation dépend de l'élément et de la matrice.

La Spectrométrie à Décharge Luminescente de l'institut Jean Lamour de marque HORIBA Jobin Yvon de type RF1000 a été étalonnée pour toute la famille des aciers ce qui permet de quantifier avec une excellente précision les éléments analysés. Nous fournissons ainsi des profils de concentration quantitatifs pour les échantillons en acier inoxydable AISI 316L. Par contre, en ce qui concerne les alliages bases nickel, l'étalonnage n'a pas été réalisé. C'est pourquoi les profils de concentration obtenus sont qualitatifs et donnés en unité arbitraire.

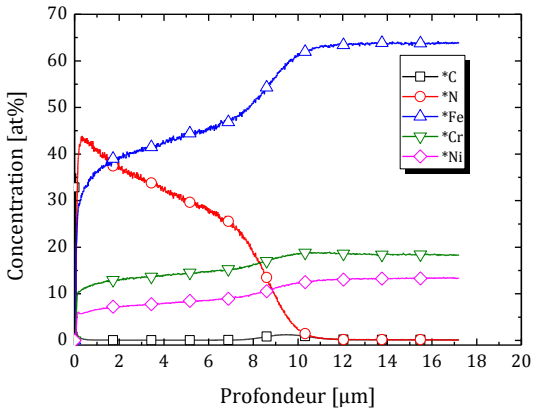


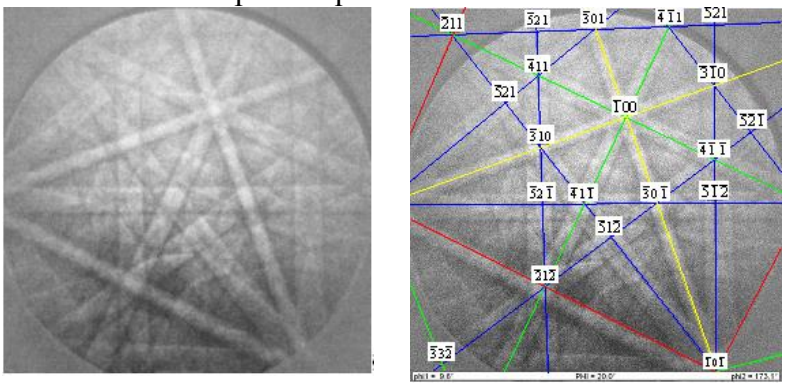
Figure 72 : Exemple de profils de concentration obtenu par SDL sur un échantillon AISI 316L nitruré pendant 4 h dans un mélange 90% N_2 - 10% H_2 à 420 °C.

II.4.10 Diffraction des électrons rétrodiffusés : Electron BackScatter Diffraction (EBSD)

La technique de diffraction des électrons rétrodiffusés est couramment appelée EBSD (Electron BackScatter Diffraction). Cette technique est une méthode d'analyse cristallographique locale reposant sur l'exploitation des diagrammes de diffraction des électrons rétrodiffusés (figure 73-a). Classiquement, cette technique est mise en œuvre dans un microscope électronique à balayage (MEB).

Comparée à la technique conventionnelle d'analyse cristallographique qu'est la diffraction des rayons X, la technique d'EBSD dans un MEB à la particularité d'offrir une analyse beaucoup plus locale. Elle a aussi le grand intérêt de pouvoir fournir, à partir d'un grand

nombre d'informations locales, une information globale statistique sur plusieurs mm^2 par le balayage du faisceau d'électron sur l'échantillon. L'EBSD a pour principale application la cartographie dans lesquelles l'orientation cristalline et la morphologie des constituants de l'échantillon sont analysés. Dans ces méthodes de cartographie, un facteur important à prendre en considération est le temps d'acquisition.



(a) (b)

Figure 73 : Exemple de diagrammes EBSD obtenus par diffraction des électrons rétrodiffusés sur l'écran phosphorescent de la caméra EBSD (a) sans traitement et (b) après traitement par le logiciel (détermination de l'orientation) pour un échantillon en alliage à base nickel 718.

II.4.10.10 Principe de l'EBSD

Sous l'effet des interactions élastiques et inélastiques avec les atomes de l'échantillon, les électrons incidents sont diffusés et ralentis dans celui-ci. Une fraction des électrons incidents est rétrodiffusée hors de l'échantillon. Avant de ressortir de l'échantillon, une proportion minoritaire de ces électrons rétrodiffusés peut avoir subi la diffraction de Bragg sur certaines familles de plans cristallins, ce qui donne lieu aux diagrammes EBSD. La figure 74 représente le principe de formation des diagrammes EBSD.

Pour observer des bandes de diffraction nettes, il est indispensable que les échantillons soient inclinés à 70°. Cette configuration géométrique est favorable car le coefficient de rétrodiffusion des électrons dépend de l'inclinaison de la surface. Il augmente avec cet angle. Au-delà de 75° les distorsions deviennent trop importantes pour que les diagrammes de diffraction soient exploitables. 70° est la configuration pour laquelle les meilleurs clichés sont obtenus. C'est pour ces raisons, que cette configuration géométrique est adoptée et non pas pour des questions de positionnement aisé du détecteur par rapport à l'échantillon.

II.4.10.11 Préparation des échantillons

La faible profondeur d'échappement des électrons qui contribuent à la formation de diagrammes EBSD impose une préparation d'échantillon adaptée. La procédure adoptée pour la préparation est la même que celle décrite dans la partie II.4.5.7 page 65. Cette préparation permet d'obtenir des clichés de diffraction de bonne qualité (figure 73).

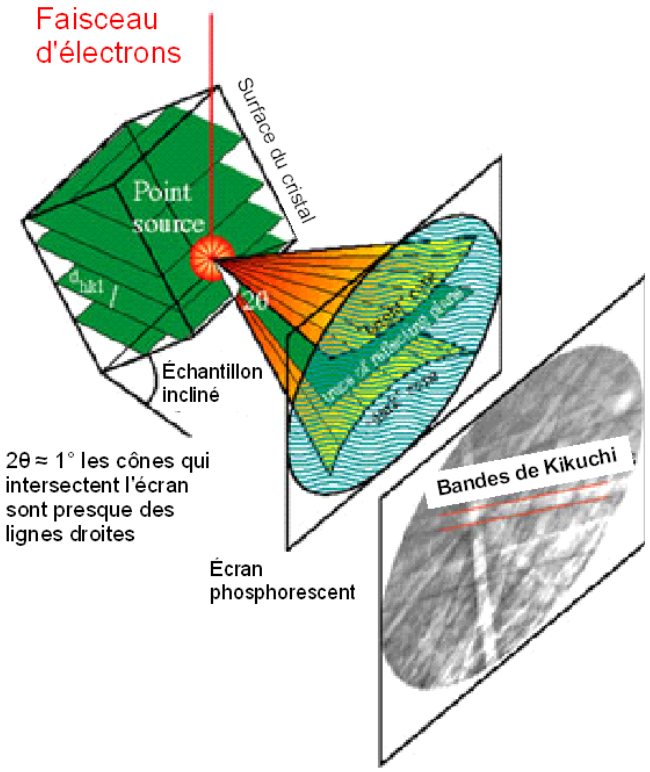


Figure 74 : Principe de formation des diagrammes EBSD. Interaction entre le faisceau d'électrons et l'échantillon et formation de bandes sur l'écran phosphorescent interceptant les cônes de diffraction.

II.4.10.12 Méthodes d'indexation

Le principe de la méthode d'indexation repose sur la transformée de Hough. L'opération permet de transformer une droite de l'espace (x, y) en un point dans l'espace (ρ,θ). À l'issue de cette étape, les différentes bandes du diagramme apparaissent comme un ensemble de point dans l'espace de Hough. Après la transformation est défini l'indice de qualité de cliché du diagramme (IQ) comme la somme des amplitudes des pics de l'espace de Hough. Une fois tous les points identifiés, l'ordinateur indexe le diagramme de diffraction EBSD comme le montre la figure 73-b et identifie l'orientation cristalline du pixel analysé. Ensuite le logiciel représente sous la forme d'une cartographie les orientations des pixels analysés (figure 77-(a)). Après l'identification de l'orientation, le logiciel calcule également des critères qui permettent de pondérer la valeur donnée par le logiciel. Ainsi, il est possible de représenter en niveau de gris, l'indice de confiance, l'indice de qualité et le décalage de fit (figure 77).

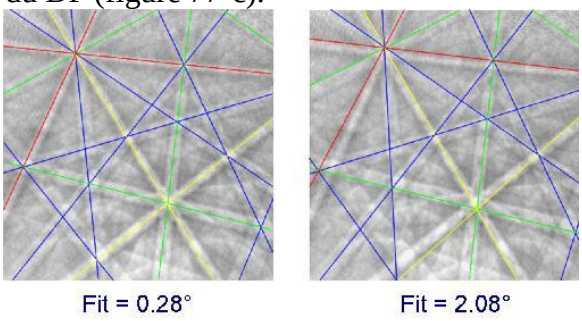
Pour un diagramme de diffraction, plusieurs orientations vérifient les bandes de diffractions détectées par l'analyse d'image. **L'Indice de Confiance IC** est basé sur le schéma de vote et il est donné par la relation suivante :

$$IC = \frac{V_1 - V_2}{V_{idéal}}, \qquad \textbf{(II-23)}$$

où V_1 et V_2 sont les nombres de vote pour la première et la deuxième solution et $V_{idéal}$ est le nombre total de vote possible pour les bandes détectées. IC est compris entre 0 et 1. En général, une valeur de l'IC supérieur à 0,2 correspond à un diagramme bien indexé. Ensuite, la cartographie de l'indice de confiance est réalisée (figure 77-d).

Le paramètre de **Décalage de Fit DF** est déterminé lors de la procédure d'indexation. Il représente le décalage entre l'orientation indexée et l'orientation recalculée théorique. Il définit la moyenne de la déviation angulaire entre les bandes détectées et les bandes

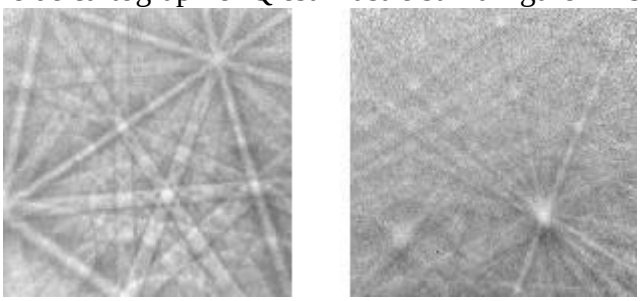
recalculées. Un exemple est donné sur la figure 75 pour un diagramme avec un bon fit (0,28°) et avec un mauvais fit (2,08°). Après l'acquisition des orientations, il est possible de représenter la cartographie du DF (figure 77-c).



(a) (b)

Figure 75 : Décalage de fit. (a) bon fit et (b) mauvais fit

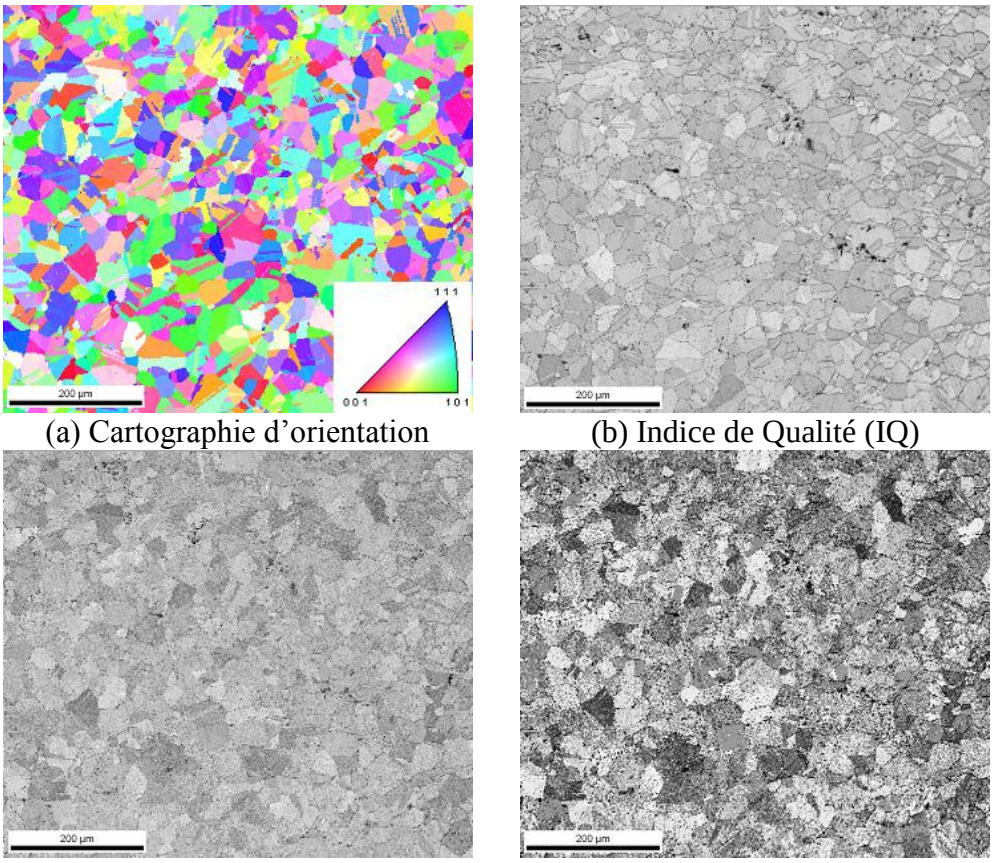
L'image de qualité représentant **l'indice de qualité IQ** de diagrammes décrit la qualité du diagramme de diffraction des électrons rétrodiffusés. Sur la figure 76 est représenté un diagramme de diffraction avec un bon indice de qualité et avec un mauvais indice de qualité. Cet indice est grandement influencé par les distorsions de réseau qui produisent des diagrammes de diffraction plus diffus avec des indices de qualité plus bas. C'est pourquoi, il est possible d'utiliser l'indice de qualité pour représenter qualitativement la distribution des déformations dans la microstructure. En effet, il est possible de repérer sur une cartographie d'indice de qualité des zones où la concentration de dislocations est beaucoup plus importante. Un exemple de cartographie IQ est illustré sur la figure 77-b.



(a) (b)

Figure 76 : Exemples de diagrammes de diffraction avec un bon indice de qualité (a) et avec un mauvais indice de qualité (b).

Le paramètre d'indice de qualité est la somme des pics détectés dans la transformée de Hough. Tous les paramètres qui influent sur le résultat de la transformée de Hough influent sur le paramètre d'indice de qualité. Un simple changement de contraste et de brillance influe sur le paramètre. La valeur de critère est aussi influencée par l'orientation car suivant certaines orientations, le nombre de bandes est beaucoup moins important que dans d'autres orientations.

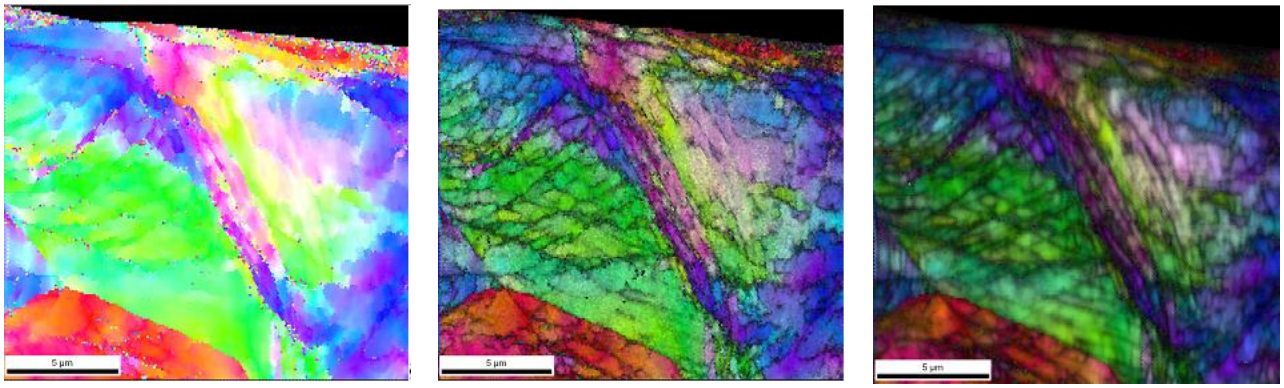


(a) Cartographie d'orientation (b) Indice de Qualité (IQ)

(c) Décalage de Fit (d) Indice de Confiance (IC)

Figure 77 : Exemple de cartographie d'orientation (a) et critère associé pour l'interprétation des résultats pour un échantillon en alliage à base nickel 718.

Dans certains cas, il est intéressant de superposer plusieurs images afin d'obtenir une information plus riche comme le montre la figure 78. Grâce au couplage des orientations avec les indices de qualité ou les décalages de fit, les orientations obtenues sont mises en valeur (figure 78-b et c). Après la superposition des images, il est possible de visualiser des cellules de dislocations.



(a) (b) (c)

R11 – 50µm – Zirshot Ø 2 mm - 10000% – 240 J

Figure 78 : Exemple de cartographie d'orientation de l'échantillon grenaillé en condition R11[12] : (a) cartographie d'orientation, (b), cartographie d'orientation + décalage de fit et (c) cartographie d'orientation + indice de qualité.

12 Les conditions de grenaillage R11 sont définies dans le tableau 12 page 95.

II.4.10.13 Mesure de la texture des échantillons

Connaissant l'orientation de chaque pixel de l'image, il est possible de faire une étude de la texture cristallographique du matériau. Le logiciel OIM[13] intègre une fonction qui permet de calculer la fonction de distribution des orientations (FDO) par la méthode des fonctions harmoniques. Cette fonction, qui décrit complètement la texture du polycristal, possède les deux propriétés suivantes :

- F=1 pour un échantillon sans texture (polycristal isotrope),
- $F(\Omega)>1$ si Ω est une orientation préférentielle,

Lorsqu'une étude de la texture est réalisée, les paramètres suivant sont choisis :

- Rang de la série d'harmonique : 16,
- Filtre gaussien pour le lissage avec une largeur à mi-hauteur de 5°,
- Symétrie de l'échantillon : triclinique.

II.4.10.14 Paramètres opératoires pour l'étude

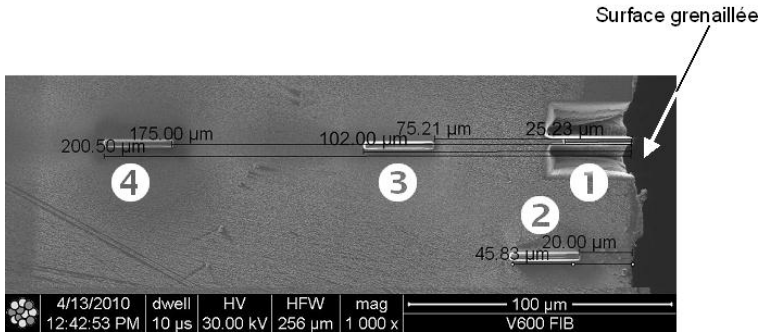
Pour réaliser les cartographies d'orientation qui apparaissent dans ce manuscrit, nous avons utilisé un MEB FEG LEO 1530 à cathode chaude GEMINI à une tension d'accélération de 20 kV, l'échantillon est positionné à 70° de la pièce polaire du canon d'électrons. Le pas d'analyse varie en fonction de la résolution souhaitée sur les différentes cartographies réalisées. Le temps d'acquisition d'une cartographie est en moyenne de 1h pour un grandissement de 1000 et un pas de 300 nm. La caméra EBSD utilisée est de type DIGIVIEW II. Le système utilisé est le système OIM de la société TSL.

II.4.11 Microscopie électronique en transmission

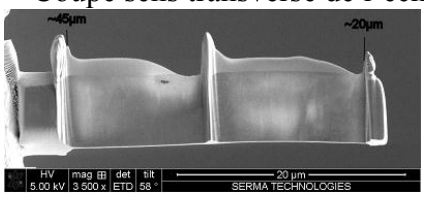
La microscopie électronique en transmission est réalisée sur un microscope électronique en transmission (MET) de marque PHILIPS CM200 sur un porte objet double tilt. Avec cette technique, ce sont les électrons transmis à travers le matériau qui sont analysés. Les techniques d'analyses et d'indexation sont classiques. Dans la suite, les abréviations suivantes seront utilisées : CC pour Champ Clair (Bright Field), CS pour Champ Sombre (Dark Field) et WB pour faisceau faible (Weak Beam).

Les lames minces pour l'observation ont été préparées par la société SERMA technologies par la technique couramment appelée FIB (Focused Ion Beam). Un faisceau d'ions de gallium affine la lame à observer en pulvérisant le matériau pour que celle-ci soit transparente aux électrons. L'avantage de cette technique est la possibilité d'extraire des lames à des endroits précis, comme par exemple à une certaine distance de la surface sur une coupe sens transverse. Ainsi, il a été possible d'observer l'état de la matière à différentes profondeurs de la surface grenaillée comme illustré sur la figure 79 dans le cas de l'échantillon grenaillé en condition R11[14]. Les lames ont été réalisées sur un microscope électronique à balayage double faisceau (FIB/MEB) de type STRATA 400 du fabricant FEI.

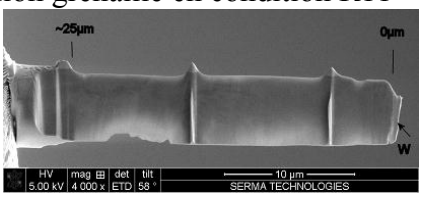
13 Logiciel OIM : Logiciel fourni avec la camera EBSD. Il permet d'analyser et traiter les données collectées.
14 Les conditions de grenaillage R11 sont définies dans le tableau 12 page 95.



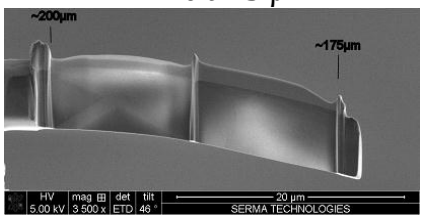
Coupe sens transverse de l'échantillon grenaillé en condition R11



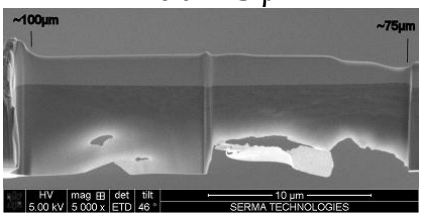
❷~ 20 à 45 µm



❶ 0 à ~25 µm



❹~ 175 à 200 µm



❸~ 75 à 100 µm

Figure 79 : Coupes sens transverse de l'échantillon grenaillé en condition R11[14] et repérage des lames à extraire pour l'observation au microscope électronique à transmission. 1, 2, 3 et 4 sont les lames extraites par FIB prêtes pour l'observation à différentes profondeurs de la surface grenaillée.

II.5 Conclusion

Ce chapitre II a permis de présenter les dispositifs expérimentaux utilisés et les techniques de caractérisation employées dans ce manuscrit. Ce chapitre est essentiel pour aborder et comprendre les observations qui sont réalisées dans les chapitres suivants.

Chapitre III : Résultats obtenus après un traitement de grenaillage

III.1 Introduction

Dans cette partie, nous présentons une revue de l'influence des différents paramètres qui peuvent être modifiés dans un traitement de grenaillage afin d'en tirer les paramètres pertinents qui permettent de caractériser la déformation plastique observée. C'est pourquoi le temps de grenaillage, l'amplitude de vibration, la masse et le diamètre des billes, l'atmosphère de traitement et l'appareillage sont étudiés afin de comprendre l'influence de chaque paramètre sur la déformation plastique. Pour étudier les effets du traitement, nous commençons notre investigation par une étude de la surface des échantillons après le grenaillage. Ensuite, nous analysons plus en détails les mécanismes en observant ce qui se passe en dessous de la surface traitée en réalisant des coupes transverses et un polissage contrôlé des échantillons grenaillés. Les analyses par diffraction des rayons X, la mesure de la microdureté, les observations aux microscopes optique et électronique à balayage, les analyses de texture par EBSD et la mesure de profils de concentration ont permis de caractériser les résultats obtenus après grenaillage.

Pour approfondir l'étude des effets du grenaillage sur la matière, deux matériaux ont été sélectionnés pour l'étude : un alliage à base nickel 718 et un acier inoxydable austénitique AISI 316L. L'alliage 718 est étudié en détail dans une première partie, puis dans une seconde partie, quelques résultats obtenus sur l'acier inoxydable 316L sont donnés afin de réaliser une comparaison. Dans une troisième partie, l'utilisation de la théorie de Hertz permet de faire une modélisation du contact bille échantillon dans le but d'identifier les relations physiques entre les paramètres de grenaillage et le matériau traité. Dans une dernière partie, les résultats expérimentaux sont confrontés aux résultats issus de la modélisation.

Ce chapitre permet de mettre en évidence l'évolution du matériau d'un point de vue mécanique, microstructural et structural après le traitement de grenaillage.

III.2 Étude de l'énergie mise en jeu pendant le grenaillage

Dans cette partie, une revue des différents types de contact rencontrés et une étude des mécanismes mis en jeu ainsi que les moyens de les prendre en compte sont réalisées afin de trouver un critère permettant de qualifier et de quantifier le grenaillage. Pour ce faire, nous suivons l'évolution d'une bille depuis la sonotrode jusqu'au moment où elle percute l'échantillon (figure 80). Tout d'abord, la bille emmagasine de l'énergie au contact de la sonotrode vibrante (contact sonotrode-bille), puis elle traverse le nuage de billes où elle peut percuter une ou plusieurs billes (contact bille-bille). Pendant son envol, elle peut aussi entrer en contact avec les parois latérales de l'enceinte (contact bille-paroi) et pour finir, elle percute l'échantillon (contact bille-échantillon). Ainsi, dans ce système, quatre types de contacts (figure 80) sont répertoriés :

- Contact bille-sonotrode
- Contact bille-bille
- Contact bille-paroi
- Contact bille-échantillon

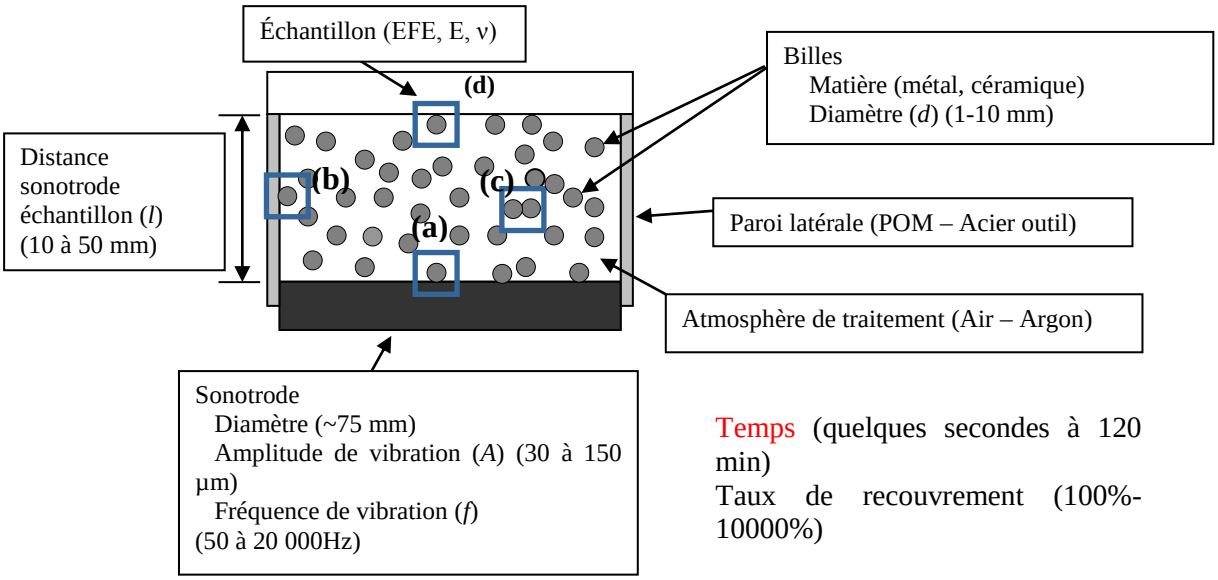


Figure 80 : Schéma de principe des différents contacts présents dans le procédé SMAT (a) contact bille-sonotrode, (b) contact bille-paroi, (c) contact bille-bille et (d) contact bille-échantillon.

III.2.1 Contact bille-sonotrode

Au départ, la bille emmagasine de l'énergie au contact de la sonotrode. En admettant que le déplacement de la sonotrode est sinusoïdal, elle suit l'équation (III-1). La vitesse de la sonotrode *v(t)* est la dérivée du déplacement *u(t)* par rapport au temps (équation (III-2)) :

$$u = \frac{A}{2} \cdot \cos(2\pi \cdot f \cdot t), \quad \textbf{(III-1)}$$

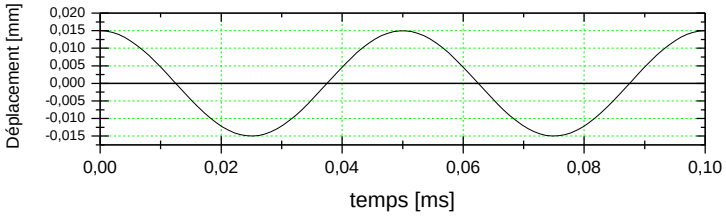
$$\frac{du}{dt} = v(t) = -A \cdot \pi \cdot f \cdot \sin(2\pi \cdot f \cdot t) \quad \textbf{(III-2)}$$

avec : u déplacement de la sonotrode [m],
A amplitude de vibration crête à crête de la sonotrode [m],
f fréquence de vibration de la sonotrode [Hz],
t temps [s].

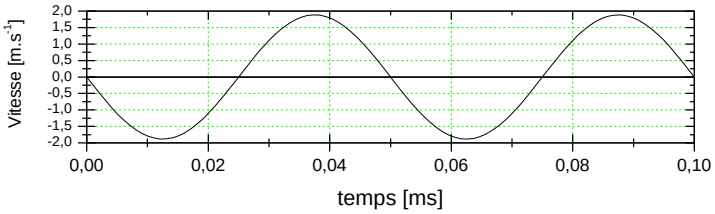
La vitesse maximale v_{max} atteinte par la sonotrode est donnée par :

$$v_{max} = A \cdot \pi \cdot f \quad \textbf{(III-3)}$$

La figure 81 représente un exemple de l'évolution du déplacement et de la vitesse au cours du temps de la sonotrode pour une fréquence de 20 kHz et une amplitude de vibration de 30 µm.



(a)



(b)

Figure 81 : Exemple de variation de l'amplitude (a) et de la vitesse (b) de la sonotrode au cours du temps pour une fréquence de vibration de 20 kHz et une amplitude crête-crête de 30 µm.

L'énergie cinétique de la bille (E_{cb}) au cours du temps est de la forme :

$$E_{cb} = \frac{1}{2} \cdot m_b \cdot \left(v(t)\right)^2,\ E_{cb} = \frac{1}{2} \cdot m_b \cdot \left(-A \cdot \pi \cdot f \cdot \sin\left(2\pi \cdot f \cdot t\right)\right)^2 \quad \textbf{(III-4)}$$

La masse d'une bille m_b est donnée par :

$$m_b = \frac{\pi}{6} \cdot \rho \cdot d_b^3 \quad \textbf{(III-5)}$$

avec : ρ masse volumique du matériau de la bille en kg.m^{-3},
d_s diamètre de la bille [m].

L'énergie maximale acquise par la bille est obtenue pour $\left(2\pi \cdot f \cdot t\right) = \frac{\pi}{2}$, en remplaçant dans (III-4), elle devient :

$$E_{cb\max} = \frac{\pi}{12} \cdot \rho \cdot d_b^3 \cdot \left(A \cdot \pi \cdot f\right)^2 \quad \textbf{(III-6)}$$

La figure 82 représente l'évolution de l'énergie cinétique d'une bille en 100C6 de diamètre 2 mm pour une fréquence de vibration de 20 kHz et une amplitude de 30 µm de la sonotrode.

Dans cette approche, la gravité, la vitesse initiale de la bille et le facteur de restitution de la sonotrode sont négligés. L'équation (III-6) permet de connaître la limite maximale de l'énergie transmise par la sonotrode à une bille dans un cas particulier idéal.

Ainsi, les paramètres de la sonotrode influant sur l'énergie sont la fréquence de vibration (f) et l'amplitude (A) de celle-ci. L'énergie est aussi fonction du diamètre (d_b) et de la nature des billes (ρ) utilisées.

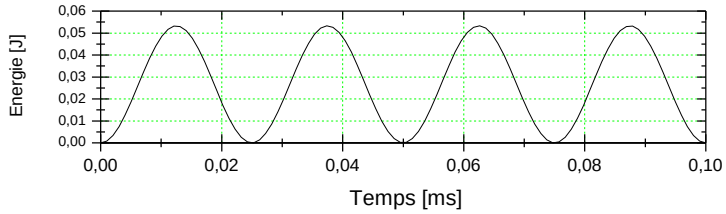


Figure 82 : Exemple de l'évolution de l'énergie cinétique d'une bille au cours du temps pour une fréquence de vibration de 20 kHz et une amplitude crête-crête de 30 µm et pour une bille (100C6 de diamètre 2 mm) de 32 mg.

III.2.2 Nuage de billes et prise en compte des chocs

Pour prendre en compte le nuage de billes et l'influence des parois dans l'enceinte du procédé SMAT, une équipe a modélisé le système du procédé de SMAT [72]. Dans cette publication, la modélisation s'appuie sur le modèle des gaz granulaires, en prenant comme hypothèses un modèle de sphères dures avec collisions inélastiques. Cette étude introduit des coefficients pour prendre en compte la perte d'énergie pendant les chocs. La notion des coefficients de restitution pour les chocs entre la sonotrode et les billes, la paroi latérale et les billes, l'échantillon et les billes et entre les billes est alors utilisée.

Pour des coefficients de restitution dont les valeurs sont fixées, les simulations montrent l'importance du rôle des parois latérales dans le profil d'impact entre la sonotrode et l'échantillon. Une augmentation de la dissipation (i.e. diminution du coefficient de restitution), s'accompagne d'une augmentation de l'hétérogénéité de la répartition des impacts provoquant une accumulation des billes le long des parois latérales. De plus, avec un nombre plus important de bille, les impacts sont plus nombreux sur le bord de l'échantillon. Ces résultats montrent que le contrôle élastique de la paroi latérale et la densité de billes permettent d'optimiser le régime de grenaillage. Ce modèle permet aussi d'optimiser d'autres paramètres de grenaillage tels que la distance sonotrode-échantillon et la nature du milieu où évoluent les billes dans l'enceinte (air, argon, vide).

Dans la suite pour prendre en compte les résultats de cette simulation et tenir compte de l'expérience des « grenailleurs », nous limiterons la surface occupée par les billes à 50% de la surface de la sonotrode.

III.2.3 Énergie d'impact au contact de l'échantillon

Lors de son envol, la bille finit par percuter l'échantillon avec un angle d'impact aléatoire. Pour prendre le caractère aléatoire de l'impact, il faut introduire dans l'énergie d'impact (E_i), l'angle d'impact (ψ) et le facteur de restitution de l'échantillon (figure 83).

Ainsi l'équation (III-4) devient l'équation (III-7) qui donne l'énergie d'impact en fonction de l'angle d'impact de la bille.

$$E_i = \frac{m \cdot V^2}{2} - \frac{m \cdot \left(\left(V \cdot \sin\psi \right)^2 + \left(k_e \cdot V \cdot \cos\psi \right)^2 \right)}{2},\ E_i = \left(1 - {k_e}^2 \right) \cdot \cos^2\psi \cdot E_{cb\max} \qquad \textbf{(III-7)}$$

V vitesse d'impact de la bille [$m \cdot s^{-1}$], ψ angle de collision [°], k_e est le coefficient de restitution.

La figure 84 montre l'évolution de l'énergie apportée à la surface en fonction de l'angle d'impact. Le maximum de l'énergie est transmis lorsque le contact est normal à la surface : pour $\psi = 0$.

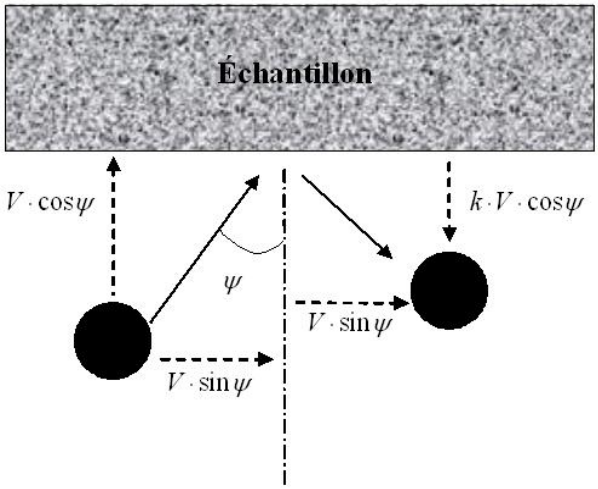


Figure 83 : Schéma de l'impact d'une bille sur une surface métallique : V vitesse d'impact de la bille, ψ angle de collision, k coefficient de restitution.

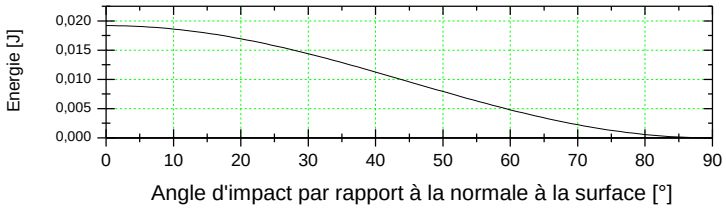


Figure 84 : Exemple de l'évolution de l'énergie cinétique d'impact d'une bille ayant une vitesse maximale en fonction de l'angle d'impact par rapport à la normal à la surface pour une fréquence de vibration de 20 kHz et une amplitude crête à crête de 30 µm et pour une bille (100C6 de diamètre 2 mm) de 0,03 mg avec un facteur de restitution k_e de 0,8.

III.2.4 Conclusion

Nous avons mis en évidence les paramètres qui semblent pertinents pour caractériser le résultat obtenu après un traitement de grenaillage. Les premiers paramètres à prendre en compte sont l'amplitude et la fréquence de vibration de la sonotrode qui déterminent l'énergie transmise aux billes. Ensuite, le diamètre et la nature (matériau) des billes influencent la quantité d'énergie portée par une bille. Cependant, la modélisation du nuage de billes montre que les dimensions et la nature de l'enceinte sont à prendre en considération pour obtenir un régime de grenaillage efficace. Ainsi, une utilisation de matériaux avec des forts taux de restitution pour les parois latérales et une quantité de billes optimisée pour garder une densité d'impacts homogène sur l'échantillon sont requises. C'est pourquoi dans la suite, nous limitons la place prise par les billes sur la sonotrode vibrante à une valeur maximale de 50% de la surface de celle-ci. Pour prendre en compte le nombre de billes et temps de traitement, nous multiplierons l'énergie portée par une bille $E_{cb\ max}$ (équation (III-6)) par le nombre total de billes (N) dans l'enceinte, le nombre d'impacts par seconde (c) et par le temps de traitement (t). Ainsi nous obtenons l'équation (III-8) qui représente l'énergie cumulée pendant le grenaillage.

$$Ec_{\max} = \frac{\pi}{12} \cdot N \cdot \rho \cdot d_b^3 \cdot \left(1 - k_e^2\right) \cdot \left(A \cdot \pi \cdot f\right)^2 \cdot c \cdot t \,, \qquad \textbf{(III-8)}$$

Avec N nombre de billes dans l'enceinte de grenaillage,
t temps de traitement [s],
c nombre d'impact par seconde [coups.s^{-1}]
k_e coefficient de restitution de l'échantillon
Ec_{max} énergie cumulée de grenaillage [J].

III.3 Résultats des traitements de grenaillage sur alliage 718

III.3.1 Paramètres de grenaillage

Nous avons réalisé des échantillons dans différentes conditions de traitement pour étudier l'influence des paramètres ajustables sur la réponse du matériau à la déformation plastique induite et à l'énergie emmagasinée. Au total, 30 conditions de grenaillage sont réalisées sur alliage 718 par les différents fournisseurs avec qui nous avons travaillé : 24 conditions ont été réalisées par SONATS et 6 par l'UTT. Les différences entre les deux installations sont détaillées dans le précédent chapitre (partie II.2 page 51).

Les photographies de la figure 85 montrent les échantillons après l'opération de grenaillage par SONATS dans les conditions R1 à R24 (tableau 12 page 89). Il est intéressant de noter l'importante courbure visible sur certains échantillons après certaines conditions de grenaillage comme la condition R18 (figure 85-b).



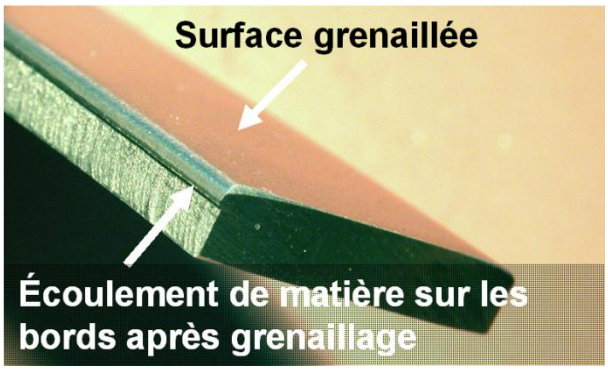
(a) Conditions R1 – R15



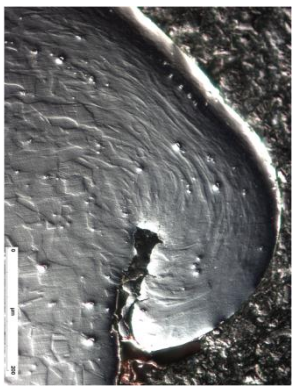
(b) Conditions R16 – R24

Figure 85 : Photographies des échantillons en alliage 718 grenaillés par SONATS suivant les conditions R1-R15 (a) à R16-R24 (b).

Un autre phénomène visible après le grenaillage est l'écoulement plastique de matière sur les bords de l'échantillon (figure 86). La matière sans cesse impactée par les billes n'a pas d'autre possibilité que de s'écouler sur les bords libres de l'échantillon. Plus le grenaillage est puissant plus l'écoulement plastique est important. Une forme caractéristique de la déformation plastique de grains allongés dans cette zone est mise en évidence par les micrographies optiques en coupe sens transverse (figure 86-b).



(a) photographie de l'écoulement plastique



(b) Écoulement plastique observé en coupe sens transverse au microscope optique avec contraste interférentiel

Figure 86 : Photographie (a) et micrographie optique (b) des échantillons en alliage 718 grenaillé et mise en évidence de l'écoulement plastique sur les bords de l'échantillon.

Les premières observations permettent de connaître l'état de contrainte des échantillons. Le traitement de grenaillage créé une déformation plastique et induit des contraintes de compression sur la surface grenaillée. Une estimation du niveau de contrainte moyen a été

réalisée à l'aide de la méthode de Stoney [73]. La courbure longitudinale de l'échantillon grenaillé en condition B5 (figure 87) mesure environ 0,570 m. Connaissant les propriétés mécaniques de l'alliage à base nickel 718, la contrainte moyenne de compression est estimée aux environs de 3 à 4 GPa.

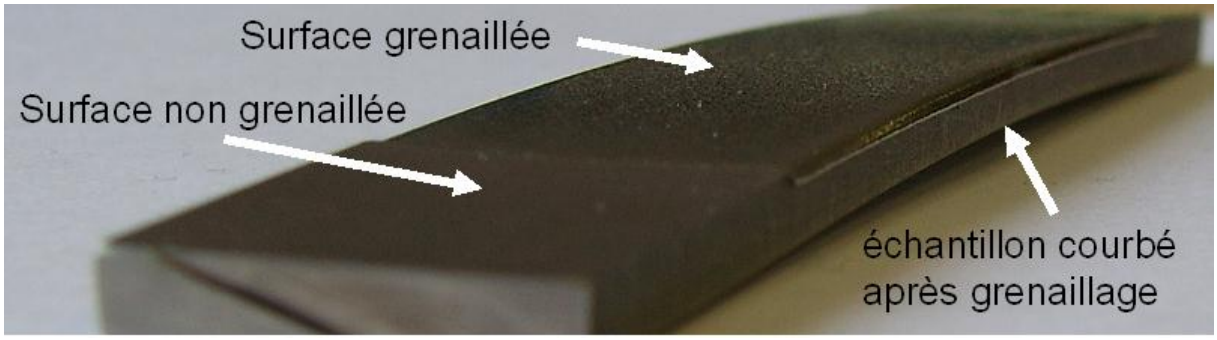


Figure 87 : Photographie de l'échantillon en alliage 718 grenaillé par UTT suivant la condition B5 et mise en évidence de la courbure après le traitement.

Dans la suite du manuscrit, lorsque les conditions de grenaillage sont citées dans les légendes de figures ou dans le texte, elles apparaissent suivant le schéma suivant : amplitude de vibration – type de billes – diamètre de billes utilisé – temps de traitement – énergie cumulée maximale transmise.

Dans le calcul de l'énergie transmise à l'aide de l'équation (III-8) de la partie III.2.4 page 86, le coefficient du matériau grenaillé k_e est pris égale à zéro : c'est-à-dire que toute l'énergie de la bille est transmise à l'échantillon. Faute de données expérimentales, le coefficient représentant le nombre de coups par seconde c est pris constant quelles que soient les conditions de grenaillage et égal à 1.

Les conditions de grenaillage énoncées dans la suite du manuscrit sont répertoriées dans le tableau 12 pour la première campagne de grenaillage réalisé par SONATS, dans le tableau 13 pour les échantillons grenaillés dans le cadre de la collaboration avec l'UTT et dans le tableau 14 pour la seconde campagne de grenaillage réalisée par SONATS.

Tableau 12 : Paramètres de grenaillage R01-R24 réalisés sous air par SONATS et dans une enceinte en polymère de PET à une fréquence de vibration de 20 kHz et avec une distance sonotrode échantillon de 20 mm.

	Bille			Conditions de grenaillage			
Condition	**Nature**	**Diamètre [mm]**	**Masse [g]**	**Amplitude c/c [µm]**	**Temps**	**Taux de recouvrement [%]**	**Ecmax [J]**
R01	Zirshot	Ø1,80 / 2,00	10	30	60 sec.	100	1
R02	Zirshot	Ø1,80 / 2,00	10	50	50 sec.	100	2
R03	Zirshot	Ø1,80 / 2,00	10	90	30 sec.	100	5
R04	Zirshot	Ø1,80 / 2,00	5,7	30	90 sec.	100	1
R05	Zirshot	Ø1,80 / 2,00	5,7	50	70 sec.	100	2
R06	Zirshot	Ø1,80 / 2,00	5,7	90	40 sec.	100	4
R07	Zirshot	Ø1,80 / 2,00	10	30	30 min.	3000	32
R08	Zirshot	Ø1,80 / 2,00	10	50	25 min.	3000	74
R09	Zirshot	Ø1,80 / 2,00	10	90	15 min.	3000	144
R10	Zirshot	Ø1,80 / 2,00	10	30	100 min.	10000	107
R11	Zirshot	Ø1,80 / 2,00	10	50	80 min.	10000	237
R12	Zirshot	Ø1,80 / 2,00	10	90	50 min.	10000	480
R13	Zirshot	Ø1,80 / 2,00	5,7	30	45 min.	3000	27
R14	Zirshot	Ø1,80 / 2,00	5,7	50	35 min.	3000	59
R15	Zirshot	Ø1,80 / 2,00	5,7	90	20 min.	3000	109
R16	Zirshot	Ø2,70 / 3,00	14,3	30	45 min.	3000	69
R17	Zirshot	Ø2,70 / 3,00	14,3	50	35 min.	3000	148
R18	Zirshot	Ø2,70 / 3,00	14,3	90	20 min.	3000	274
R19	Acier 100C6	Ø2,00	14,3	30	75 sec.	100	2
R20	Acier 100C6	Ø2,00	14,3	50	60 sec.	100	4
R21	Acier 100C6	Ø2,00	14,3	90	35 sec.	100	8
R22	Acier 100C6	Ø2,00	14,3	30	38 min.	3000	58
R23	Acier 100C6	Ø2,00	14,3	50	30 min.	3000	127
R24	Acier 100C6	Ø2,00	14,3	90	18 min.	3000	247

Tableau 13 : Paramètres de grenaillage B1-B3 réalisés sous air et B4-B5 réalisé sous argon par l'UTT dans une enceinte acier à une fréquence de vibration de 20 kHz et avec une distance sonotrode échantillon de 20 mm.

	Bille			Conditions de grenaillage			
Condition	**Nature**	**Diamètre [mm]**	**Masse [g]**	**Amplitude c/c [µm]**	**Temps**	**Taux de recouvrement [%]**	**Ecmax [J]**
B0	100C6	3	30	50	**5**	NC	133
B1	100C6	2	20	50	**15**	NC	89
B2	100C6	2	20	50	**30**	NC	178
B3	100C6	2	20	50	**60**	NC	355
B4	100C6	2	20	50	**15**	NC	89
B5	100C6	2	20	50	**30**	NC	178
B6	100C6	2	20	50	**60**	NC	355

Tableau 14 : Paramètres de grenaillage réalisés par SONATS à une fréquence de vibration de 20 kHz et avec une distance sonotrode échantillon de 30 mm.

			Bille			Conditions de grenaillage			
Condition	**Nature de l'enceinte**	**Atmosphère**	**Nature**	**Diamètre [mm]**	**Masse [g]**	**Amplitude c/c [µm]**	**Durée**	**Taux de recouvrement [%]**	**Ecmax [J]**
S41	Z160CDV12	Ar	100C6	2	15,2	30	30	3000	49
S43	Z160CDV12	Ar	Zirshot	1,8-2,0	11,7	30	30	3000	37
S45	POM	Ar	Zirshot	1,8-2,0	11,7	30	35	3000	44
S46	Z160CDV12	Air	100C6	2	15,2	30	30	3000	49
S48	Z160CDV12	Air	Zirshot	1,8-2,0	11,7	30	30	3000	37
S63	Z160CDV12	Ar	100C6	1	7,6	30	20	3000	16
S65	Z160CDV12	Ar	Zirshot	1-1,2	5,87	30	20	3000	13

III.3.2 Surface des échantillons en alliage à base nickel 718

L'aspect visuel des échantillons après grenaillage est la première particularité à laquelle nous nous intéressons. Dans un premier temps, la réalisation de profilométries 3D (définie au paragraphe II.4.7 page 67) a permis de déterminer les paramètres de rugosité des échantillons grenaillés. Pour continuer notre investigation de la surface, des essais de mesure de dureté superficielle sous charge croissante ont été réalisés afin d'étudier les propriétés mécaniques de résistance à l'enfoncement des échantillons. Puis, une étude par diffraction des rayons X de la surface après grenaillage fournir des informations sur l'évolution de la structure des échantillons grenaillés.

III.3.2.1 Analyse de la surface par profilométrie

III.3.2.1.1 Influence du temps de traitement

Une diminution des paramètres de rugosité est observée lorsque les échantillons en alliage 718 sont grenaillés : le grenaillage permet de diminuer la rugosité des échantillons ayant subi une rectification fine.

Dans des conditions identiques de grenaillage, l'augmentation du temps de traitement se traduit par une augmentation de la rugosité puis une diminution de celle-ci vers une valeur limite (tableau 15 et tableau 16). Cette valeur de saturation est fonction des paramètres de grenaillage utilisés pour traiter les échantillons et de la nature de ceux-ci.

Tableau 15 : Paramètres de rugosité d'échantillons en alliage 718 ayant subi un traitement de grenaillage R01, R07 et R10. Le seul paramètre influent est le taux de recouvrement. L'amplitude de vibration est de 30 µm, les billes sont en Zirshot Ø2 mm.

Échantillon	Taux de recouvrement	Énergie maximale	Ra	Rq	Rp	Rv	Rt	Rsk	Rku	RSm
	[%]	[J]	[µm]	[µm]	[µm]	[µm]	[µm]			[µm]
Ref	0		0,44	0,57	0,82	1,80	**2,61**	-1,22	3,91	**68**
R01	100	1	0,36	0,46	1,02	1,19	**2,21**	-0,11	3,27	**101**
R07	3000	32	0,46	0,55	1,11	1,02	**2,14**	0,18	2,39	**165**
R10	10000	180	0,37	0,46	0,94	0,87	**1,82**	0,11	2,52	**150**

Tableau 16 : Paramètres de rugosité d'échantillons en alliage 718 ayant subi un traitement de grenaillage B4, B5 et B6. Le seul paramètre influent est le temps de traitement. L'amplitude de vibration est de 50 µm, les billes sont en 100C6 Ø2 mm.

Échantillon	Temps de traitement	Énergie maximale	Ra	Rq	Rp	Rv	Rt	Rsk	Rku	RSm
	[min]	[J]	[µm]	[µm]	[µm]	[µm]	[µm]			[µm]
Ref	0		0,44	0,57	0,82	1,80	**2,61**	-1,22	3,91	**68**
B4	15	88	0,66	0,81	1,61	1,28	**3,81**	0,36	3,35	**257**
B5	30	180	0,77	0,93	1,83	1,51	**4,17**	0,36	3,00	**253**
B6	60	360	0,68	0,82	1,61	1,27	**3,66**	0,48	3,08	**259**

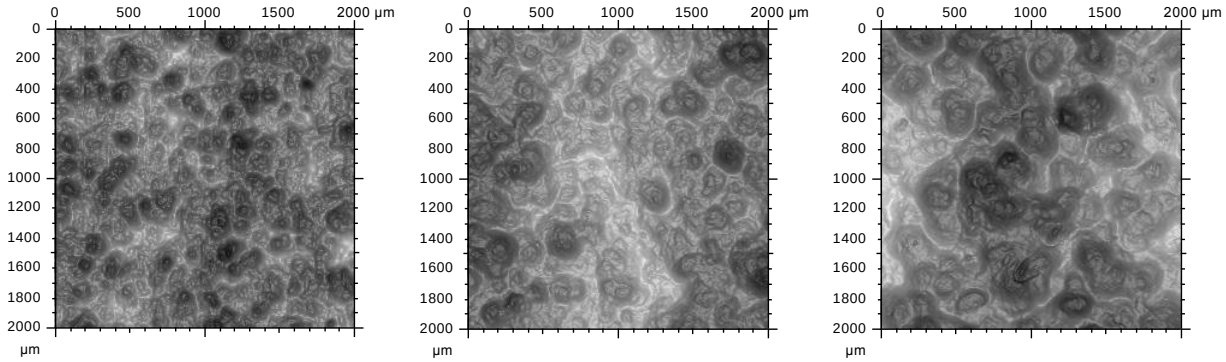
III.3.2.1.2 Influence de l'amplitude de vibration

Dans des conditions identiques de grenaillage, l'augmentation de l'amplitude de vibration provoque une taille d'impact plus importante (figure 88) donc une augmentation des paramètres de rugosité (tableau 17). Le paramètre de rugosité associé à l'augmentation de la taille des impacts est RSm. Pour une amplitude de 30 µm, il est de 188 µm et il passe à 271 µm pour une amplitude de 90 µm. RSm est approximé par une relation linéaire de

l'amplitude de vibration. Un autre paramètre qui évolue beaucoup est la hauteur totale du profil de rugosité Rt. Il passe de 2,46 µm pour une amplitude de 30 µm à 5,32 µm pour une amplitude de 90 µm, ce qui représente une augmentation de plus de 100%.

Tableau 17 : Paramètres de rugosité d'échantillons en alliage 718 ayant subi un traitement de grenaillage R10, R11 et R12. Le seul paramètre qui varie est l'amplitude de vibration.

Échantillon	Amplitude de vibration	Énergie maximale	Ra	Rq	Rp	Rv	Rt	Rsk	Rku	RSm
	[µm]	[J]	[µm]	[µm]	[µm]	[µm]	[µm]			[µm]
Ref			0,44	0,57	0,82	1,80	**2,61**	-1,22	3,91	**68**
R10	30	110	0,42	0,51	0,95	0,98	**2,46**	-0,07	3,23	**188**
R11	50	240	0,67	0,81	1,58	1,39	**3,95**	0,18	3,34	**218**
R12	90	480	0,95	1,15	2,38	1,80	**5,32**	0,37	3,14	**271**



R10 (30 µm) R11 (50 µm) R12 (60 µm)

Figure 88 : Images reconstituées à partir des profilométries représentant les morphologies des surfaces des échantillons grenaillés dans les conditions R10, R11 et R12. Le paramètre qui varie est l'amplitude de vibration de la sonotrode.

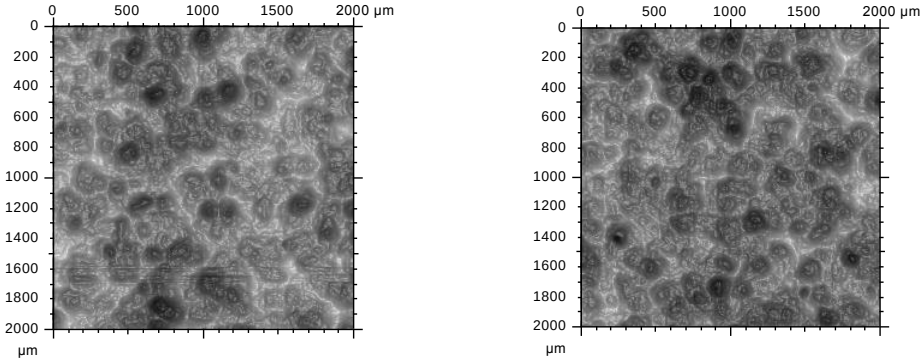
III.3.2.1.3 Influence de la masse de billes

Pour une masse de billes moins importante, il faut un temps plus long pour obtenir un taux de recouvrement identique (tableau 12 conditions R07-10 g-30 min et R13-5,7 g-45 min pour obtenir un taux de recouvrement de 3000%).

Une augmentation des paramètres de rugosité est observée lorsque la masse des billes est divisée par deux à taux de recouvrement identique (tableau 18 et figure 89). Ceci peut être expliqué par le fait que les percussions bille - bille dans l'enceinte de grenaillage sont moins importantes : la vitesse d'impact des billes sur l'échantillon est donc plus élevée. Le transfert d'énergie entre la sonotrode et l'échantillon est meilleur pour un taux de recouvrement identique.

Tableau 18 : Paramètres de rugosité d'échantillons en alliage 718 ayant subi un traitement de grenaillage R07 et R13. Le seul paramètre qui varie est la masse des billes.

Échantillon	Masse de billes	Énergie maximale	Ra	Rq	Rp	Rv	Rt	Rsk	Rku	RSm
	[g]	[J]	[µm]	[µm]	[µm]	[µm]	[µm]			[µm]
Ref			0,44	0,57	0,82	1,80	**2,61**	-1,22	3,91	**68**
R07	10	32	0,46	0,55	1,11	1,02	**2,14**	0,18	2,39	**165**
R13	5,7	28	0,54	0,66	1,28	1,18	**3,16**	0,08	3,11	**194**



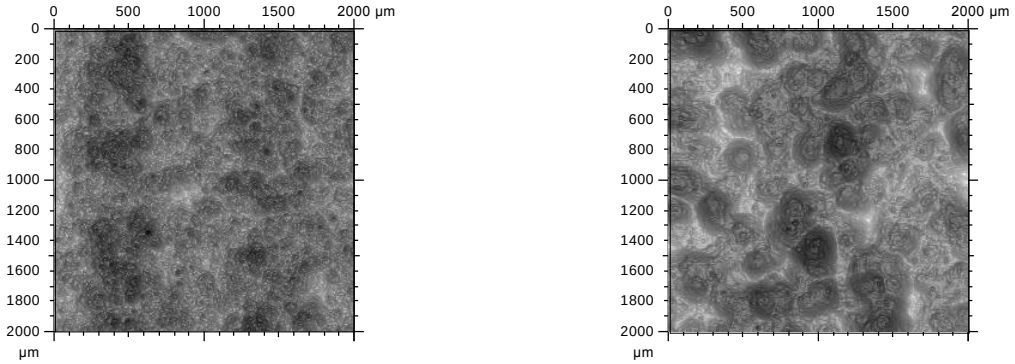
R07 (10 g) R13 (5,7 g)

Figure 89 : Images reconstituées à partir des profilométries représentant les morphologies des surfaces des échantillons grenaillés dans les conditions R07 et R13. Le paramètre qui varie est la masse de billes dans l'enceinte.

III.3.2.1.4 Influence du diamètre des billes

La variation du diamètre des billes influence deux paramètres en même temps. Pour grenailler des échantillons, une condition essentielle est de recouvrir à 50% la surface de la sonotrode comme nous l'avons vu précédemment (paragraphe III.2.2 page 84). Pour une surface recouverte de billes de diamètre (d), la surface occupée par celles-ci est fonction du carré du diamètre (d^2). Par contre, la masse totale varie en fonction du cube du rayon (en $d^3/8$). Pour un diamètre plus petit et un recouvrement de 50% de la surface de la sonotrode, il y aura plus de billes mais la masse totale sera plus petite. Le paramètre de rugosité qui s'assimile à la taille des impacts (RSm) est augmenté de 65% pour un diamètre de billes qui double (figure 90 et tableau 19). D'une manière générale, pour un temps de traitement identique, les paramètres de rugosité seront plus élevés pour un diamètre de billes plus grand (figure 90, tableau 19 et tableau 20).

Pour un diamètre de billes inférieur, il faudra moins de temps pour obtenir un taux de recouvrement de 100% (tableau 12 conditions 63 et 41).



63 (Ø 1 mm) 41 (Ø 2 mm)

Figure 90 : Images reconstituées à partir des profilométries représentant les morphologies des surfaces des échantillons grenaillés dans les conditions 63 et 41. Le paramètre qui varie est le diamètre de billes.

Tableau 19 : Paramètres de rugosité d'échantillons en alliage 718 ayant subi un traitement de grenaillage 63 et 41. Les seuls paramètres qui varient sont le diamètre et la masse des billes. Les billes sont en 100C6

Échantillon	Diamètre des billes	Énergie maximale	Ra	Rq	Rp	Rv	Rt	Rsk	Rku	RSm
	[mm]	[J]	[µm]	[µm]	[µm]	[µm]	[µm]			[µm]
Référence			0,44	0,57	0,82	1,80	**2,61**	-1,22	3,91	**68**
63	Ø1	17	0,48	0,59	1,19	1,17	**2,93**	-0,09	2,99	**147**
41	Ø2	48	0,57	0,70	1,35	1,10	**3,22**	0,60	3,80	**243**

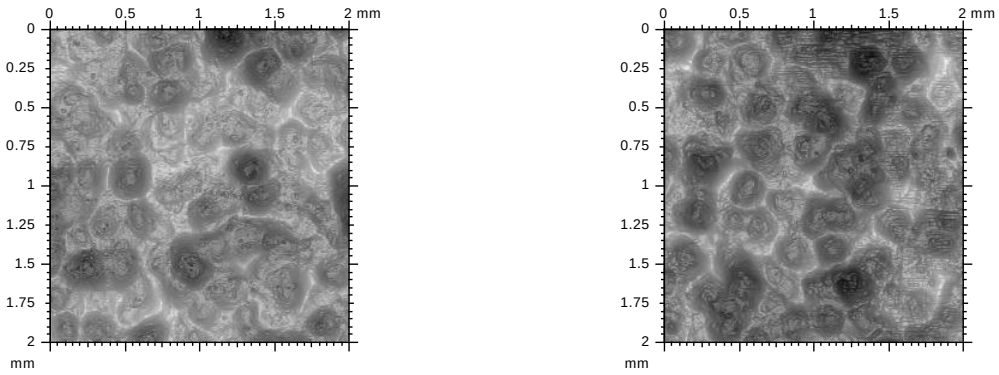
Tableau 20 : Paramètres de rugosité d'échantillons en alliage 718 ayant subi un traitement de grenaillage 65 et 43. Les seuls paramètres qui varient sont le diamètre et la masse des billes. Les billes sont en 100C6

Échantillon	Diamètre des billes	Énergie maximale	Ra	Rq	Rp	Rv	Rt	Rsk	Rku	RSm
	[mm]	[J]	[µm]	[µm]	[µm]	[µm]	[µm]			[µm]
Référence			0,44	0,57	0,82	1,80	**2,61**	-1,22	3,91	**68**
65	Ø 1,1	13	0,45	0,56	1,17	1,20	**2,91**	-0,09	2,97	**126**
43	Ø 1,9	38	0,56	0,68	1,35	1,25	**3,27**	0,08	2,91	**187**

III.3.2.1.5 Autres paramètres testés

D'autres paramètres, tels que l'atmosphère de traitement, la nature de l'enceinte de grenaillage, l'appareillage ont été étudiés mais ils n'ont pas révélé de changement significatif sur l'état de surface dans les conditions étudiées.

Un exemple des effets négligeables de l'atmosphère est présenté sur la figure 91 : les paramètres de rugosité associés sont répertoriés dans le tableau 21. L'influence de la nature du gaz dans l'enceinte (air ou argon) ne change pas significativement la cinétique des billes dans l'enceinte de grenaillage : la déformation plastique de la surface reste identique (figure 91).



B2 (air) B5 (argon)

Figure 91 : Images reconstituées à partir des profilométries représentant les morphologies des surfaces des échantillons grenaillés dans les conditions B2 et B5. Le paramètre qui varie est l'atmosphère dans l'enceinte de traitement.

Tableau 21 : Paramètres de rugosités sur les échantillons grenaillés par l'UTT (B2 – B5). Les paramètres de grenaillages sont sensiblement identiques, seule l'atmosphère est différente (air ou argon).

Échantillon	Atmosphère	Énergie maximale	Ra	Rq	Rt	Rsk	Rku	RSm
		[J]	[µm]	[µm]	[µm]			[µm]
B2	Air	180	0,70	0,85	**4,00**	0,30	3,24	**244**
B5	Argon	180	0,77	0,93	**4,17**	0,36	3,00	**253**

III.3.2.1.6 Conclusion

Les paramètres de rugosité révélateurs de l'énergie transmise au matériau pendant le grenaillage sont la hauteur totale du profil Rt et la largeur du profil à l'intérieur de la longueur de base Rsm. Rt traduit l'enfoncement résiduel de la bille après l'impact dans le matériau et Rsm est proportionnel au diamètre résiduel moyen des impacts.

III.3.2.2 Analyse de la surface impactée par diffraction de rayons X et indentation

III.3.2.2.1 Résistance à l'enfoncement

Pour analyser et mettre en évidence l'écrouissage de la surface des échantillons, une des premières analyses menées est l'évolution de la dureté de celle-ci en fonction de la charge d'indentation. La figure 92 présente le résultat de ces mesures.

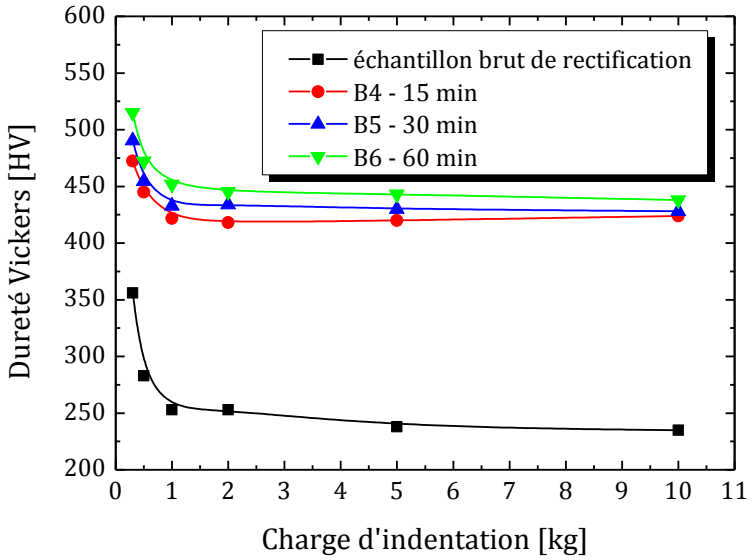


Figure 92 : Indentations superficielles des échantillons grenaillés sous argon suivant les conditions B4, B5 et B6.

Pour des faibles charges, inférieures à 1 kg, la dureté est relativement élevée, puis elle décroît sur tous les échantillons testés pour arriver à une valeur limite de saturation (à partir de 2 kg). Lorsque les échantillons ont subi un traitement de grenaillage, la valeur de la dureté est toujours supérieure à celle de l'échantillon non traité. D'une manière générale, elle est augmentée de 80%. Plus le temps de grenaillage est long, plus la valeur de dureté croit pour les faibles charges d'indentation. Néanmoins, cette augmentation est beaucoup moins importante qu'au début du traitement puisqu'elle est de l'ordre de 5%. Les valeurs élevées de

dureté à faibles charges montrent l'existence d'un gradient de la microstructure des échantillons. Ce gradient est le résultat de la déformation plastique créée par le traitement de grenaillage qui décroît en fonction de l'enfoncement dans l'échantillon. La différence de dureté entre les différents temps de grenaillage peut être due à la croissance d'une couche nanostructurée en surface : plus le temps de traitement augmente, plus cette couche est importante.

Avec d'autres conditions de grenaillage, les mêmes résultats sont observés.

III.3.2.2.2 Études par diffraction des rayons X

Des études de la surface par diffraction des rayons X ont été effectuées sur les échantillons grenaillés. Une première campagne, réalisée sur des échantillons traités par SONATS, est représentée sur les diffractogrammes de rayons X de la figure 93. Une seconde campagne, réalisée sur des échantillons grenaillés par l'UTT dans des conditions différentes, est présentée sur les diffractogrammes de la figure 94.

La première remarque est l'absence d'une nouvelle phase sur les diffractogrammes des échantillons grenaillés. Généralement, une transformation de phase γ → α' est visible sur les diffractogrammes de rayons X des aciers inoxydables austénitiques grenaillés dans des conditions similaires [74,75,4,10]. La déformation plastique ne déstabilise donc pas la structure austénitique de l'alliage 718.

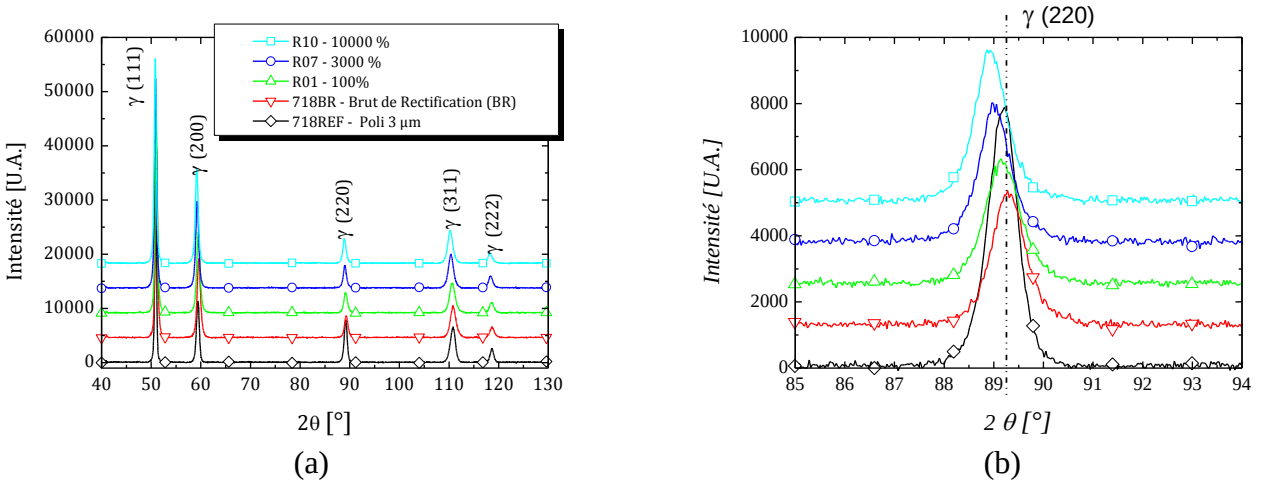
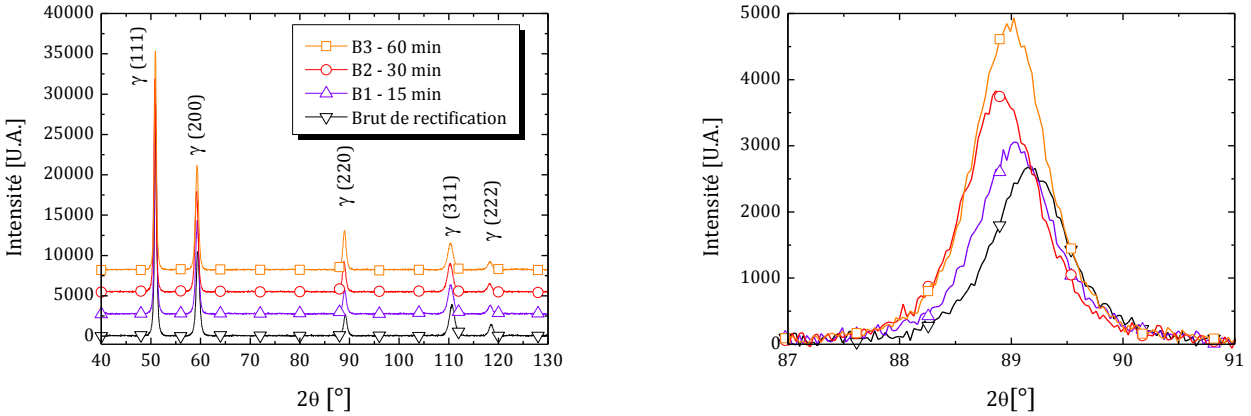


Figure 93 : Diffractogrammes des rayons X, obtenus avec une source CoKα en configuration θ-2θ, sur des échantillons de référence (brut de rectification et poli miroir) et grenaillés par SONATS suivant les conditions R01, R07 et R10. (a) 40< θ <130 et (b) zoom sur le pic de diffraction des plans (220).

Un agrandissement des pics de diffraction montre que la déformation induite par le grenaillage provoque un décalage des pics vers les petits angles de Bragg (figure 93-b et figure 94-b) par rapport à l'échantillon de référence ; ceci signifie que le matériau présente en surface des contraintes résiduelles macroscopiques. Le paramètre de maille calculé (tableau 22) est plus important sur les échantillons grenaillés que sur la référence polie. La déformation calculée par rapport au paramètre de maille avant le traitement de grenaillage est donnée dans le tableau 22. D'une manière générale, le paramètre de maille augmente après un traitement de grenaillage, ce qui signifie que les échantillons sont déformés. Une déformation perpendiculaire à la surface ($\varepsilon_\perp$) de 0,25% à 0,4% est constatée après les traitements de grenaillage (tableau 22).



(a) 40<θ<130 (b) pic (220)

Figure 94 : Diffractogrammes des rayons X, obtenus avec une source CoKα en configuration θ-2θ, sur des échantillons de référence (brut de rectification) et grenaillés par l'UTT suivant les conditions B1, B2 et B3. (a) 40<θ<130 et (b) zoom sur le pic de diffraction des plans (220).

Tableau 22 : Paramètres de maille calculés à partir des diffractogrammes de rayons X et déformations associées pour l'échantillon de référence et pour les deux séries de grenaillage réalisé par SONATS (R01, R07 et R10) et par l'UTT (B1-B3).

	Condition	Énergie maximale [J]	Paramètre de maille a [nm]	Déformation perpendiculaire à la surface par rapport à a_0 [%]
	Référence Poli		0,3609	
SONATS	**R01 – 100 %**	1	0,3607	-0,05%
	R07 – 3000 %	32	0,3618	0,25%
	R10 – 10000 %	110	0,3623	0,39%
UTT	**B1 – 15 min**	88	0,3616	0,19%
	B2 – 30 min	180	0,3621	0,34%
	B3 – 60 min	360	0,3618	0,24%

Un autre paramètre, visible sur les diffractogrammes de rayons X et qui permet de connaître l'évolution de la structure est l'intensité des pics de diffraction. Pour étudier ce paramètre, le rapport entre l'intensité du plan (111) et des autres plans (hkl) est calculé. Le tableau 23 regroupe les calculs du rapport d'intensité pour les échantillons grenaillés par SONATS et par l'UTT. Nous y avons aussi ajouté les rapports d'intensité relevés sur la fiche JCPDS 04-010-6148 pour un standard de nickel polycristallin. La comparaison des différentes valeurs montre que le grenaillage a tendance à diminuer les intensités relatives des pics de diffraction (220), (311) et (222). Par contre, il a tendance à augmenter l'intensité relative du pic de diffraction des plans (200).

D'autres informations peuvent être obtenues par comparaison des diffractogrammes de rayons X. Une augmentation de la largeur à mi-hauteur des pics de diffraction encore appelé en anglais « Full Width at Half Maximum » (FWHM) traduit principalement deux phénomènes dans les matériaux polycristallins :

- Une taille plus petite des cristallites qui diffractent
- Une augmentation des microdéformations résiduelles.

Ainsi, grâce à la formule de Scherrer, il est possible de remonter à la taille des cristallites qui diffractent en considérant que l'élargissement à mi-hauteur observée sur les pics de diffraction après le grenaillage est uniquement lié à ce phénomène. La formule de Stockes-

Wilson quant à elle, permet de calculer les microdéformations dans les grains. Dans ce cas, l'élargissement à mi-hauteur après le grenaillage est en partie dû à des microdéformations au niveau des grains ou une augmentation de la densité de dislocations. Ces informations ne sont pas à prendre au sens strict mais elles servent de point de comparaison pour quantifier les défauts (l'énergie stockée) après le grenaillage dans le matériau.

Tableau 23 : Étude de la texture des échantillons avant et après grenaillage par SONATS (conditions R01, R07 et R10) et par l'UTT (conditions B1, B2 et B3). Répartition de l'intensité en pourcentage mesurée par diffraction par rapport au pic de diffraction (111).

				Plan de diffraction [hkl]				
	Condition	**Énergie maximale [J]**	**Taux de recouvrement [%] ou temps [min]**	**111**	**200**	**220**	**311**	**222**
	Standard CFC Ni			100%	42%	21%	20%	7%
	Référence Poli			100%	24%	17%	14%	6%
	718 BR			100%	31%	8%	8%	5%
SONATS	**R01**	1	100 % (1 min)	100%	41%	10%	15%	5%
	R07	32	3000 % (30 min)	100%	42%	11%	16%	6%
	R10	180	10000 % (100 min)	100%	46%	12%	16%	5%
UTT	**B1**	90	15 min - Air	100%	45%	12%	14%	4%
	B2	180	30 min - Air	100%	47%	14%	14%	4%
	B3	360	60 min - Air	100%	48%	18%	12%	4%

En règle générale, le calcul de la taille des cristallites est réalisé aux petits angles de Bragg (pics (111) et (200) dans notre cas) et les microdéformations sont calculées aux grands angles de Bragg (pics (311) et (222) dans notre cas). Les résultats des calculs sont regroupés dans le tableau 24 et le tableau 25. Ils montrent les limites des équations de Scherrer et Stockes-Wilson. En effet, pour une profondeur de pénétration similaire, les tailles de cristallites sont toujours supérieures pour les pics de diffraction (111) puis sont réduites pour les autres pics. Ainsi, les tailles des cristallites estimées par la formule sont de l'ordre de 25 à 40 nm (tableau 24). Les microdéformations sont de l'ordre de 0,2 à 0,7% (tableau 25).

Tableau 24 : Équation de Scherrer appliquée aux diffractogrammes de rayons X suivant les plans de diffraction (hkl) des échantillons grenaillés par SONATS (conditions R01, R07 et R10) et par l'UTT (conditions B1 à B3) par rapport à la référence polie miroir pour déterminer la taille des cristallites [nm] qui diffractent.

			Plan de diffraction [hkl]				
Condition	**Taux de recouvrement**	**Énergie maximale [J]**	**111**	**200**	**220**	**311**	**222**
R01	100 (1 min)	1	28	28	30	31	27
R07	3000 (30 min)	32	33	48	68	71	41
R10	10000 (100 min)	180	34		47		51
B1	15 min - Air	90	31	34	35	34	41
B2	30 min - Air	180	32	38	40	34	33
B3	60 min - Air	360	34	41	38	34	25

Tableau 25 : Équation de Stokes Wilson appliquée aux diffractogrammes de rayons X suivant les plans de diffraction (hkl) des échantillons grenaillés par SONATS (conditions R01, R07 et R10) et par l'UTT (conditions B1-B3) par rapport à la référence polie miroir pour déterminer les microdéformations [%].

			Plan de diffraction [hkl]				
Condition	**Taux de recouvrement**	**Énergie maximale [J]**	**111**	**200**	**220**	**311**	**222**
R01	100 (1 min)	1	1,32	1,15	0,75	0,63	0,63
R07	3000 (30 min)	32	1,12	0,68	0,34	0,28	0,46
R10	10000 (100 min)	180	1,11		0,49		0,37
B1	15 min - Air	90	1,21	0,96	0,66	0,58	0,46
B2	30 min - Air	180	1,18	0,87	0,57	0,58	0,57
B3	60 min - Air	360	1,11	0,8	0,6	0,57	0,74

Pour continuer notre étude de la surface, une mesure des contraintes internes a été réalisée afin d'obtenir un ordre de grandeur de celles-ci dans le matériau. Nous avons sélectionné l'échantillon B2 grenaillé par l'UTT (50 µm – 100C6 Ø 2 mm – 30 min) et nous avons procédé à une analyse de la contrainte par la méthode du $\sin^2(\psi)$ (partie II.4.4.1 page 59). Pour connaître l'état tridimensionnel des contraintes internes du matériau, nous avons réalisé des diffractogrammes du pic de diffraction associé aux plans de la famille (311) sous différentes déclinaisons ψ (7 au total avec $0<\psi<71{,}57°$) et suivant différentes orientations φ de l'échantillon (6 au total avec $0<\varphi<360°$). La figure 95 représente les diffractogrammes du pic (311) suivant les différentes déclinaisons ψ pour une position $\varphi=0$. Sur cette figure, la position du pic (311) se décale vers les grands angles de diffraction à mesure que l'angle de déclinaison augmente : ce qui est signe de la présence de contraintes internes. Au total 42 diffractogrammes ont été réalisés. L'exploitation des résultats des 42 diffractogrammes est illustrée par le graphique de la figure 96. Il montre l'évolution de la déformation mesurée en fonction du sinus au carré de l'angle de déclinaison ψ. Ce graphique montre que quelle que soit la position analysée, la déformation mesurée est identique dans l'espace de l'échantillon ($0<\varphi<360°$) : c'est pourquoi nous avons opté pour un modèle de contraintes biaxiales. Ces mesures ont permis de définir le tenseur des contraintes biaxiales suivant :

$$\overline{\overline{\sigma}} = \begin{pmatrix} -1107 & -51 & 0 \\ -51 & -1101 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \pm \begin{pmatrix} 21 & 20 & 0 \\ 20 & 21 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \text{ [MPa].} \qquad \textbf{(III-9)}$$

L'échantillon après grenaillage en condition B2 présente des contraintes de compression biaxiales de l'ordre de 1 GPa.

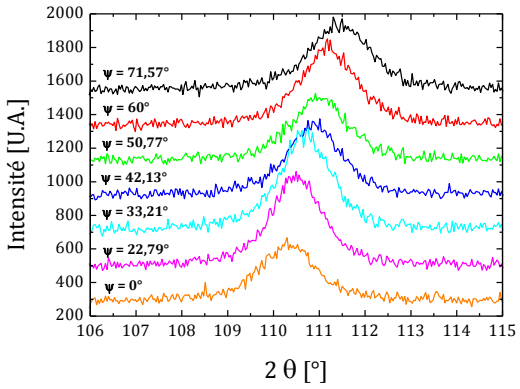


Figure 95 : Diffractogrammes du pic de diffraction (311) de l'échantillon B2 en fonction de la déclinaison ψ et à φ = 0.

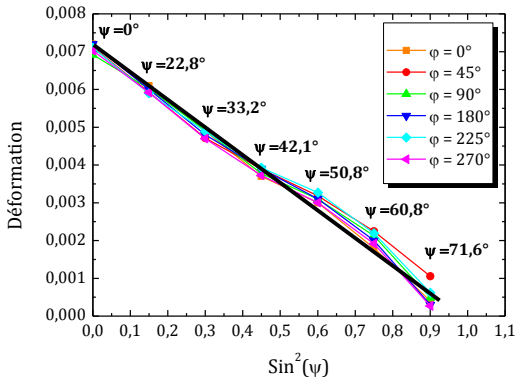


Figure 96 : Résultats de la mesure de la contrainte par la méthode du sin²(ψ) sur le pic de diffraction (311) sur l'échantillon B2 après polissage de la surface d'environ 20 µm en fonction de φ et de l'angle de déclinaison ψ.

III.3.2.2.3 Composition chimique de la surface grenaillée

Pendant le grenaillage, les billes percutent la surface de l'échantillon métallique à traiter. Le martelage de la surface et la déformation de celle-ci peuvent en augmenter la réactivité chimique. Le dispositif de grenaillage est composé de matériaux de nature différente de celle de l'échantillon traité, la sonotrode est par exemple en alliage de titane (TiA6V), les parois de la chambre en acier ou en polymère et l'atmosphère d'air ou argon. Pour connaître la chimie de surface des échantillons, nous avons réalisé des analyses de concentration des différents éléments en fonction de la profondeur à la surface impactée par différentes techniques.

La technique de SNMS a permis de mettre en évidence une pollution en oxygène de la surface : la concentration superficielle en oxygène est en effet légèrement supérieure à celle mesurée sur des échantillons de référence (poli et brut de rectification) comme illustré sur la figure 97. Néanmoins, cette augmentation n'est visible que sur les 20 premiers nanomètres.

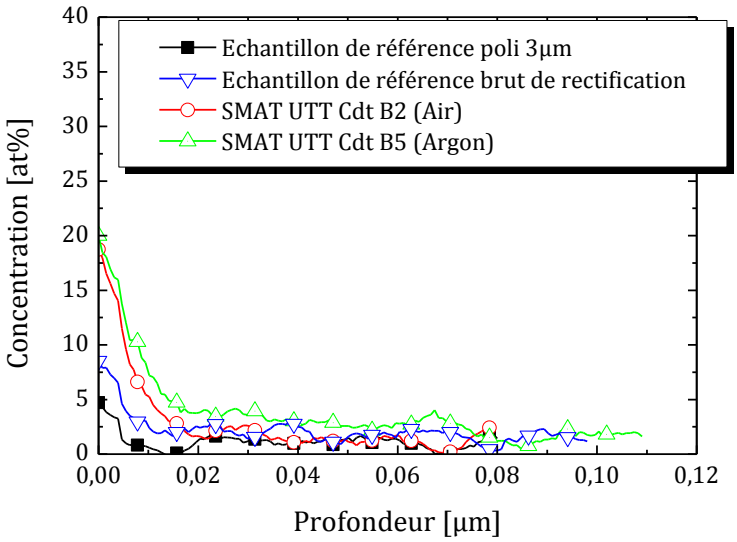


Figure 97 : Profils de concentration en oxygène mesurés par SNMS sur des échantillons de référence (poli et brut de rectification) et sur des échantillons grenaillés par l'UTT sous air et sous argon (conditions B2 et B5).

Des analyses par spectroscopie à décharge luminescente (SDL) montrent que, pendant la phase de grenaillage, un transfert de matière entre la sonotrode en alliage de titane et l'échantillon est réalisé sur les premiers micromètres : les concentrations en titane, aluminium et vanadium (principaux éléments constituant la sonotrode vibrante) sont plus élevées après le traitement de grenaillage (figure 98).

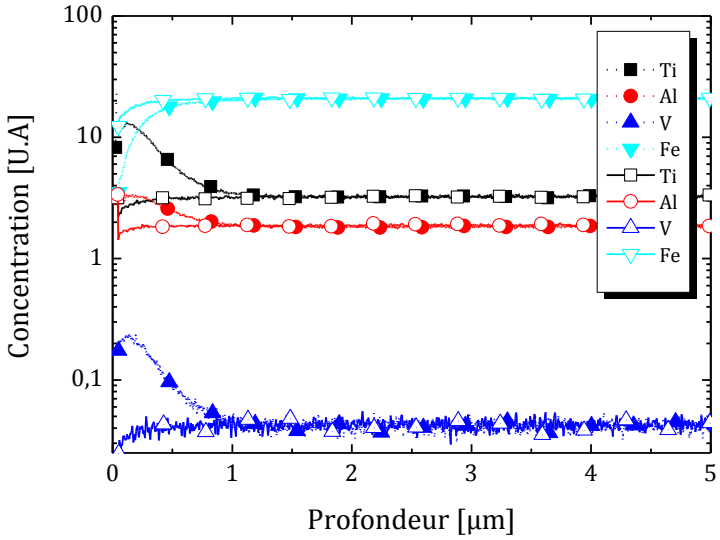


Figure 98 : Profils de concentration en titane (Ti), aluminium (Al) vanadium (V) et fer (Fe) mesurés par SDL sur un échantillon de référence poli (traits continus et symboles vides) et sur un échantillon grenaillé (traits discontinus et symboles colorés) par SONATS en condition S45 (30 µm – Zirshot Ø2 mm – 3 000 % sous Argon). [Échelle logarithmique]

Quelle que soit la provenance des échantillons, une couche polluée de quelques micromètres est présente. Cette couche, de par sa nature chimique différente, peut être problématique pour le traitement thermochimique à réaliser après le grenaillage. En général, dans la littérature, en particulier lorsqu'un traitement thermochimique est réalisé, une étape d'enlèvement de matière est opérée [4,3], ou alors le traitement de grenaillage est réalisé sous argon [3,12,15], voire sous vide [6,8,1]. Le polissage des échantillons est utilisé pour supprimer la rugosité de surface introduite par le grenaillage, tandis que le traitement de grenaillage sous atmosphère protectrice (vide ou argon) est généralement utilisé pour éviter l'oxydation de la surface. Cependant, dans les essais sous atmosphère protectrice d'argon, l'oxydation superficielle est identique à celle obtenue après un essai sous air. L'argon n'empêche pas la matière activée par les impacts répétés de s'oxyder pendant ou après le traitement.

D'autres auteurs montrent une pollution des échantillons par les billes qui percutent la surface : une pollution par les billes en carbure de tungstène (WC), durant le procédé de SNH sur un Hastalloy C2000 pour des temps de traitement relativement longs (supérieur à 1h), est mise en évidence sur des diffractogrammes de rayons X [52].

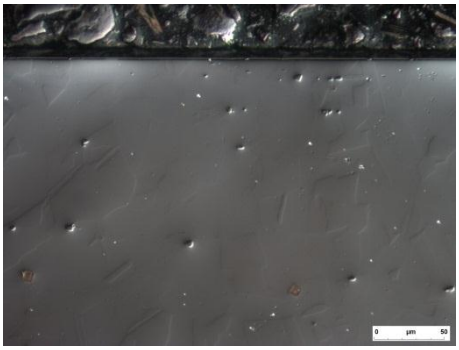
Une équipe a réalisé des dépôts de nickel en utilisant la même technique SNH sur la surface d'un alliage d'aluminium [76]. Ces auteurs ont volontairement inséré de la poudre de nickel dans l'enceinte pour réaliser leurs dépôts. Cette technique de dépôt a été utilisée par d'autres groupes de recherche avec d'autres types de poudre [77,78]. C'est pourquoi il faut vérifier que toutes les billes, après le processus de grenaillage, soient encore parfaitement sphériques et non cassées et que l'enceinte de grenaillage soit propre pour éviter une contamination de la surface impactée.

III.3.2.3 Analyse en sous couche de la surface impactée

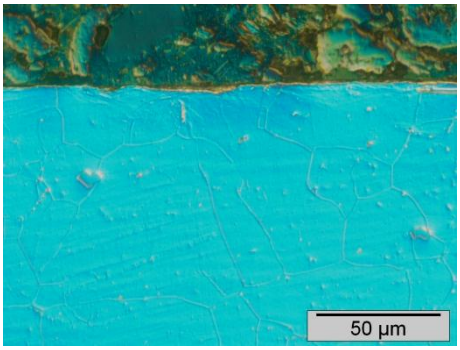
Pour étudier les déformations induites pendant le grenaillage, il est intéressant de réaliser des coupes en sens transverse pour observer les modifications en dessous de la surface impactée. Pour cela, nous avons réalisé des observations aux microscopes optique et électronique à balayage ainsi que des mesures de nanoindentation, de microdureté Vickers et des analyses par diffraction des rayons X après retrait de matière.

III.3.2.3.1 Observations de la microstructure par microscopie optique et électronique

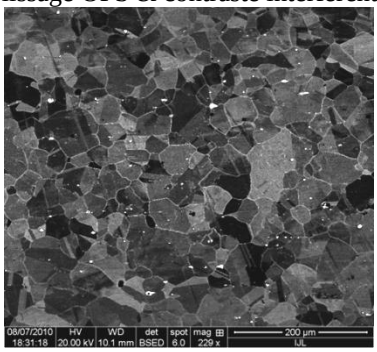
L'observation en coupe sens transverse des échantillons permet d'observer les zones affectées par le grenaillage et identifier les mécanismes de déformation induits. Les micrographies optiques et électroniques à balayage de la figure 99 montrent la microstructure de l'échantillon avant un traitement de grenaillage : aucune trace de déformation n'est visible suivant les modes de révélation de la microstructure utilisés (polissage OPS ou attaque électrolytique). Néanmoins, sur ces micrographies nous retrouvons la présence des inclusions (carbures ou nitrures) naturellement présentes dans l'alliage. La micrographie électronique à balayage de la figure 99 (c) est obtenue grâce à un contraste cristallographique (électrons rétrodiffusés) tandis que celle de la figure 99 (d) permet de révéler les joints de grain attaqués par le réactif (électrons secondaires) de l'alliage 718 non grenaillé.



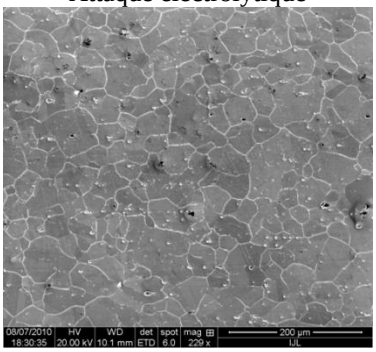
(a) Référence poli
Pas de déformation plastique visible
Polissage OPS & contraste interférentiel



(b) Référence poli
Pas de déformation plastique visible
Attaque électrolytique



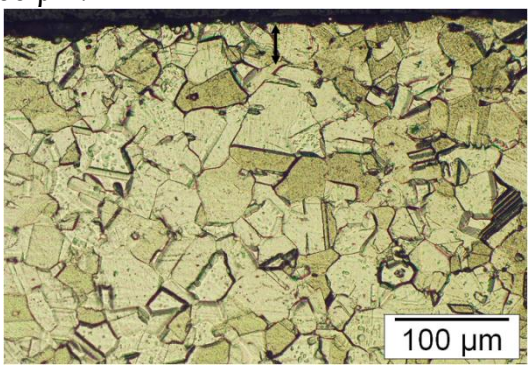
(c) Référence poli la surface se situe au-dessus de l'image.
Pas de déformation plastique visible
Microscope électronique à balayage BSE
Attaque électrochimique



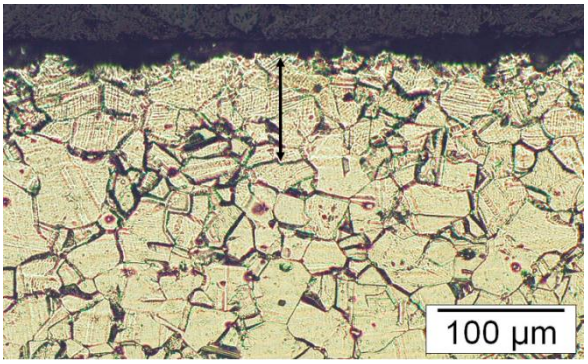
(d) Référence poli la surface se situe au-dessus de l'image.
Pas de déformation plastique visible
Microscope électronique à balayage SE
Attaque électrochimique

Figure 99 : Illustrations des différentes méthodes utilisées pour révéler la microstructure sur des micrographies optiques et électroniques à balayage en coupe sens transverse d'échantillons de référence en alliage 718.

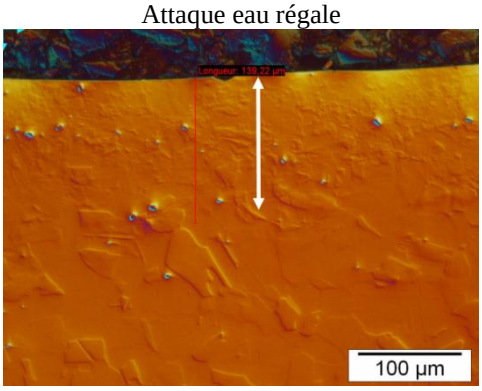
Les micrographies optiques en coupe sens transverse des échantillons grenaillés par SONATS en conditions R07 et R10 de la figure 100 (a) et (b) révèlent une couche déformée. Celle-ci mesure environ 50 µm sur R07 et 80 µm sur R10. Pour l'échantillon B3 et R11 poli à l'OPS de la figure 100 (c) et (d), les zones déformées sont respectivement d'environ 140 et 100 µm.



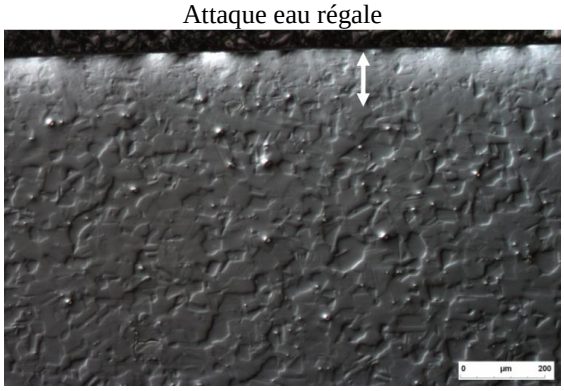
(a) R07 – 3000 % (30 µm – Zirshot)
Zone avec bandes de glissement visible sur ~ 50 µm
Attaque eau régale



(b) R10 – 10000 % (30 µm – Zirshot)
Zone avec bandes de glissement visible sur ~ 80 µm
Attaque eau régale



(c) B3 – 60 min (50 µm - 100C6)
Zone avec déformation plastique sur ~ 140 µm
Polissage OPS & contraste interférentiel

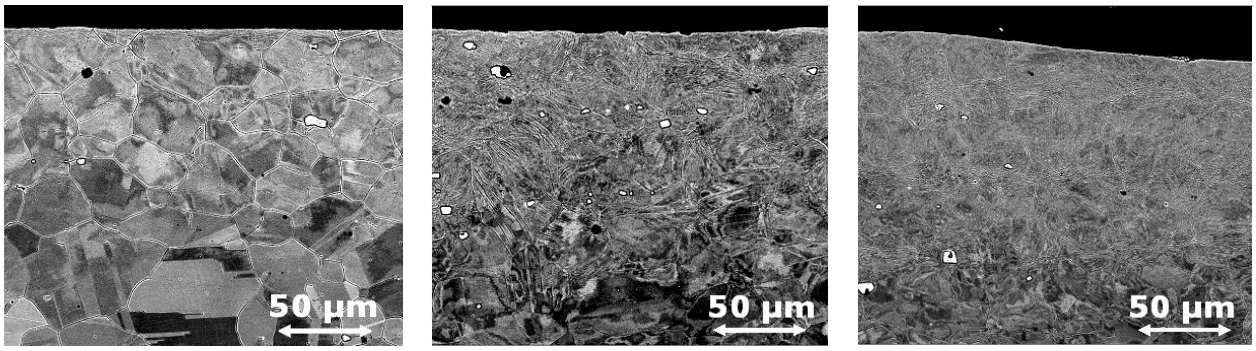


(d) R11 – 10000% (50 µm – Zirshot)
Zone avec déformation plastique sur ~ 100 µm
Polissage OPS & contraste interférentiel

Figure 100 : Micrographies optiques en coupe sens transverse d'échantillons en alliage 718 ayant subi un traitement de grenaillage dans les conditions R07 (a) et R10 (b) [attaque eau régale] et B3 (c) et R11 (d) [polissage OPS]. Les flèches indiquent les profondeurs visibles affectées plastiquement.

Grâce à la microscopie électronique à balayage, il est possible d'observer plus en détails l'effet du grenaillage sur la microstructure. Elle permet d'observer la microstructure déformée et d'en déduire les modes de déformation du matériau. La figure 101 représente les coupes en sens transverse observées par microscopie électronique à balayage des échantillons grenaillés par SONATS dans les conditions R10, R11 et R12 après une attaque électrochimique. La zone déformée est très contrastée par rapport à la structure initiale. Ainsi, la profondeur affectée par le grenaillage en condition R10 est d'environ 50 µm, de 150 µm sur R11 et elle est d'environ 350 µm pour l'échantillon grenaillé en condition R12.

Toutes ces micrographies permettent d'estimer la profondeur déformée plastiquement. Cependant, cette profondeur varie en fonction de la technique d'observation utilisée. C'est pourquoi, il est important pour la suite de ne comparer les profondeurs déformées plastiquement entre elles que si elles sont mesurées dans les mêmes conditions d'observation (avec le même microscope et même réactif). La mesure de la profondeur affectée est discutée dans la partie III.3.2.3.3 page 106.



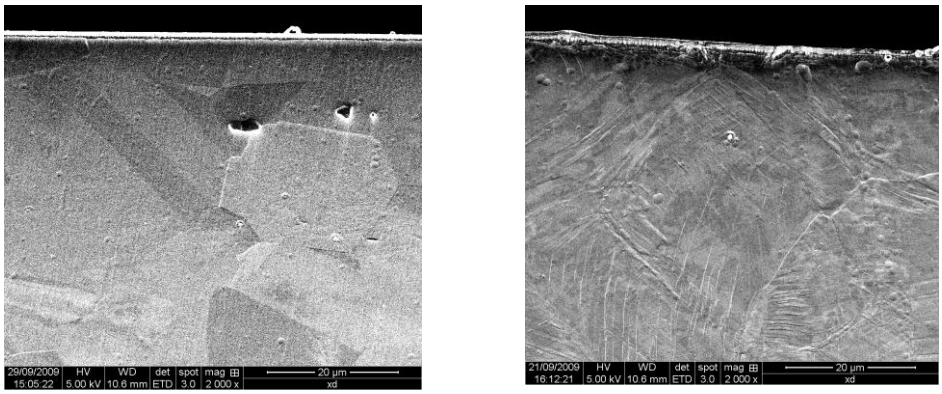
(a) R10 – 30 µm – 10 000%
Zone déformée plastiquement
~ 50 µm

(b) R11 – 50 µm – 10 000%
Zone déformée plastiquement
~ 150 µm

(c) R12 – 90 µm– 10 000%
Zone déformée plastiquement
~ 350 µm

Figure 101 : Micrographies électroniques en coupe sens transverse d'échantillons en alliage 718 grenaillés par SONATS dans les conditions R10 (a), R11 (b) et R12 (c) [attaque électrochimique].

Les micrographies électroniques à balayage de la figure 102 montrent la différence avant et après un traitement de grenaillage. La déformation induite par le grenaillage active les systèmes de glissement dans les grains. Ces mécanismes sont visibles sur les micrographies électroniques de la figure 102 (b) et de la figure 103 : les grains sont traversés par des bandes de glissement caractéristiques.



(a) 718 avant grenaillage (b) 718 après grenaillage en condition B2

Figure 102 : Micrographies électroniques en coupe sens transverse d'échantillons en alliage 718 avant (a) et après (b) grenaillage par l'UTT en conditions B2 [attaque par bombardement ionique].

Dans certains cas, l'activation d'un deuxième système de glissement à l'intérieur d'un même grain est visible sur les micrographies de l'échantillon grenaillé en condition B0 (figure 104).

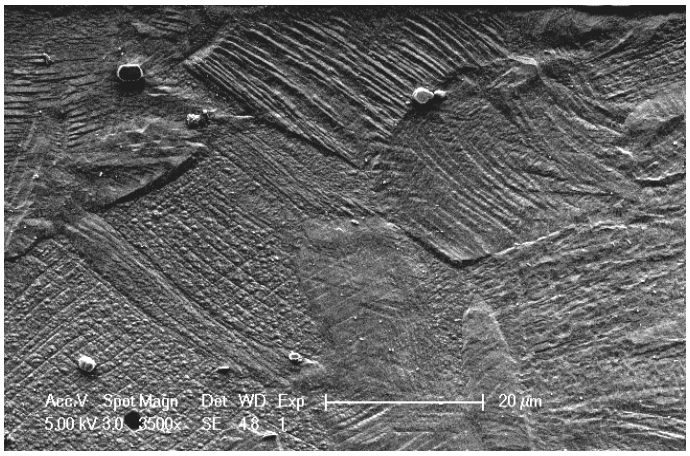
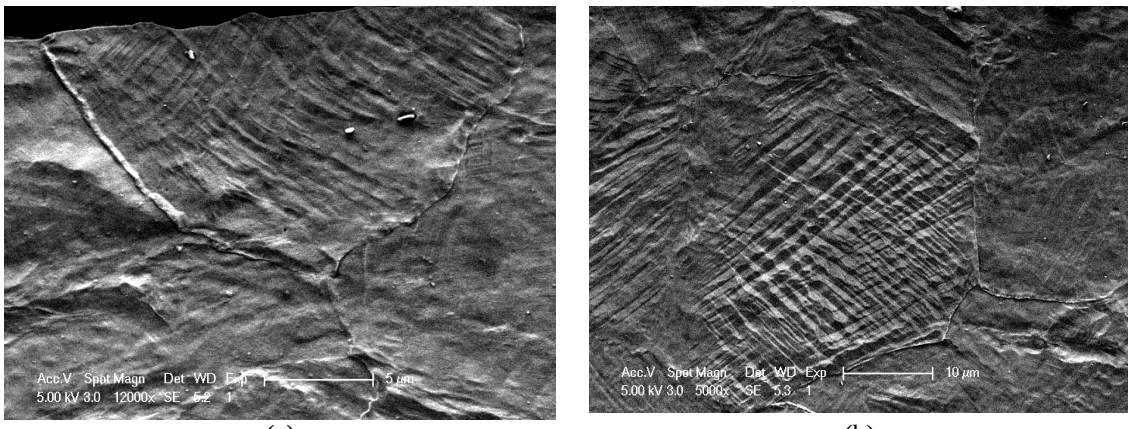


Figure 103 : Micrographie électronique en coupe sens transverse d'échantillons en alliage 718 ayant subi un traitement de grenaillage par l'UTT en condition B4 [attaque eau régale].

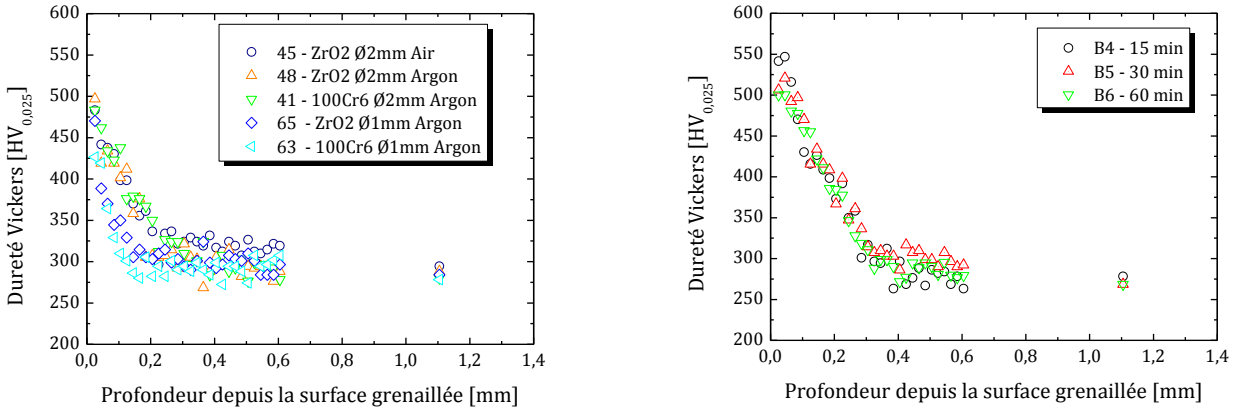


(a) (b)

Figure 104 : Micrographies électroniques en coupe sens transverse d'échantillons en alliage 718 ayant subi un traitement de grenaillage par l'UTT en condition B0 [attaque eau régale].

III.3.2.3.2 Mesures de dureté et de nanoindentation sur coupe sens transverse

Une autre technique qui permet de quantifier rapidement la déformation plastique des échantillons consiste à réaliser des mesures d'indentation sur coupe sens transverse afin d'observer l'évolution de la dureté du matériau. C'est pourquoi, des profils d'indentation Vickers ($HV_{0,025}$) après différentes conditions de grenaillage réalisées par SONATS et par l'UTT sont tracés sur la figure 105.



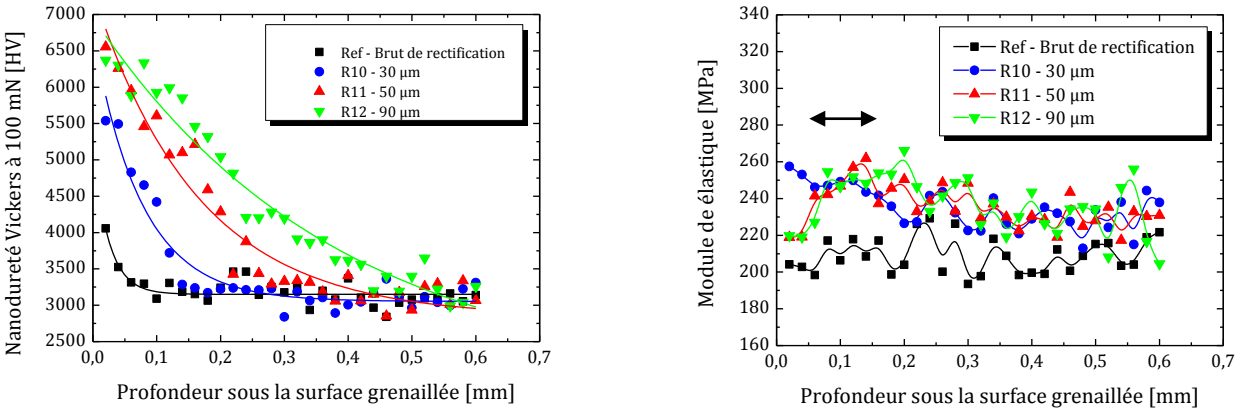
(a) 3000% (b) 50 µm – 100C6 Ø 2 mm

Figure 105 : Profils de dureté Vickers ($HV_{0,025}$) sur coupe sens transverse de la zone déformée plastiquement après différentes conditions de grenaillage : (a) conditions SONATS 45, 48, 41 65 et 63 et avec une amplitude de vibration constante de 30 µm et un taux de recouvrement de 3000% (b) conditions UTT B4, B5 et B6 avec une amplitude de vibration de la sonotrode de 50 µm.

Le profil de microdureté d'un échantillon traité décroît de façon monotone de la surface vers le cœur de l'échantillon : ce qui signifie que l'écrouissage décroît de la surface vers le cœur du matériau. Il est ainsi possible d'observer tous les stades de la déformation plastique. La valeur maximale de la dureté obtenue au voisinage de la surface se situe aux alentours de 500 $HV_{0,025}$: elle est constante quelles que soient les conditions de grenaillage appliquées puis elle décroît à 250 $HV_{0,025}$ au cœur du matériau. Sur la figure 105-a, on constate que la profondeur affectée est liée au diamètre des billes utilisées pour traiter la pièce. Pour un diamètre de billes de 1 mm en Zirshot ou en acier 100C6, la profondeur affectée est d'environ 100 µm et elle est d'environ 200 µm lorsque le diamètre des billes est de 2 mm. Un autre paramètre qui modifie la profondeur affectée par le grenaillage est l'amplitude de vibration. Pour une amplitude de vibration augmentée de 20 µm (total 50 µm) la profondeur affectée est de l'ordre de 300 µm (figure 105-b). Par contre, il est intéressant de noter que le temps ne semble pas modifier de façon importante la profondeur affectée par le grenaillage (figure 105-b et tableau 26).

Pour étudier plus finement l'évolution de la dureté en fonction de la profondeur de la surface grenaillée, la nanoindentation instrumentée s'est révélée être un outil idéal. Pour cette étude, nous avons sélectionné 3 échantillons déformés plastiquement sur des profondeurs différentes : les conditions R10, R11 et R12 où seule l'amplitude de vibration varie. La dureté et le module d'élasticité obtenus par nanoindentation sont représentés sur la figure 106. Les résultats montrent que plus l'amplitude de vibration est importante, plus la profondeur affectée est grande. Dans le cas des échantillons R11 et R12, les valeurs obtenues au voisinage de la surface sont supérieures à celles obtenues sur l'échantillon R10 ; ceci peut traduire une déformation plastique plus importante. Néanmoins, cette valeur ne semble plus augmenter (valeurs identiques pour R11 et R12) même si l'énergie accumulée à la surface est plus importante (valeur supérieure pour R12 par rapport à R11).

L'évolution du module d'élasticité en fonction de la profondeur (figure 106-b) montre une importante dispersion des valeurs. Le module élastique dépend fortement de l'axe de sollicitation d'un matériau monocristallin [79]. La dispersion observée s'explique ainsi par la nature polycristalline du matériau étudié. Néanmoins, par rapport à la valeur moyenne du module d'élasticité du matériau de base, une augmentation est à noter sur les échantillons grenaillés. De plus, le module élastique semble constant (250 GPa) en sous couche sur une plage d'environ 100 µm sur les échantillons grenaillés. Sur cette même profondeur la valeur sur l'échantillon de référence est d'environ 210 GPa, ce qui représente une amélioration de l'ordre de 20% du module d'élasticité après le grenaillage.



(a) (b)

Figure 106 : Mesures de nanoindentation réalisées sur les échantillons de référence (brut de rectification) et grenaillés par SONATS (conditions R10, R11 et R12, amplitudes de vibration de la sonotrode différentes 30, 50 et 90 µm respectivement). (a) valeur de la dureté à 100 mN et (b) valeur du module d'élasticité.

III.3.2.3.3 Profondeur affectée par le grenaillage.

L'épaisseur de la profondeur affectée par le grenaillage pour différentes conditions a été mesurée par l'intermédiaire de différentes techniques. Les résultats sont présentés dans le tableau 26. L'analyse des épaisseurs mesurées révèle une très grande disparité en fonction du type d'observation. Les épaisseurs mesurées au microscope optique sont inférieures à celles obtenues par microscopie électronique à balayage ; elles-mêmes sont inférieures à celles déduites de la microdureté. Finalement, la technique qui nous semble la plus fiable pour déterminer la profondeur affectée par le grenaillage est la réalisation d'un profil de microdureté. En effet, la microdureté est liée au taux d'écrouissage du matériau. Lorsque les valeurs ne varient plus, cela signifie que la matière n'a pas été affectée par la déformation plastique.

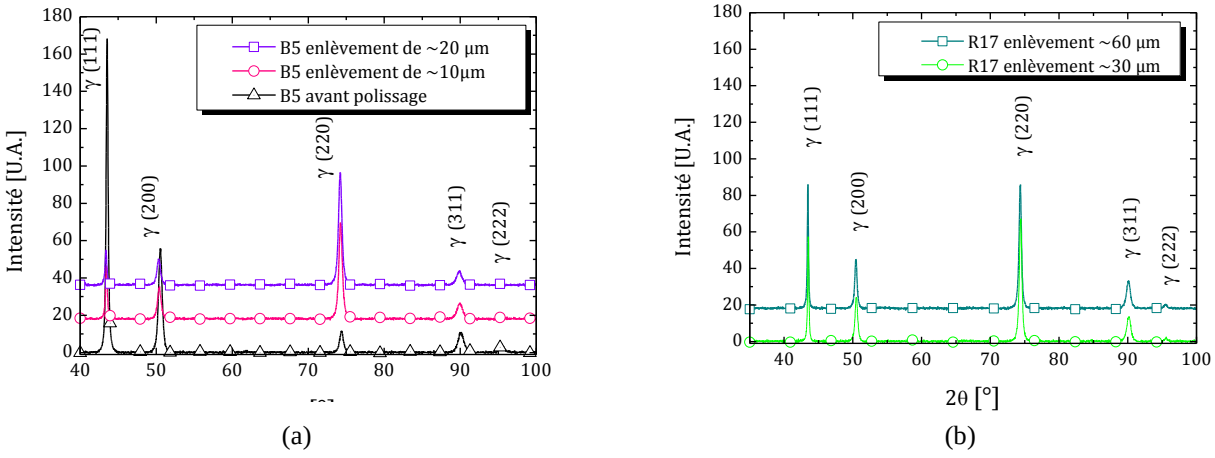
L'analyse des données du tableau 26 montre que pour un même taux de recouvrement et des conditions de grenaillage identiques (taille et nature des billes, fréquence de vibration,…), la profondeur affectée par le grenaillage est proportionnel à l'amplitude de vibration (conditions R10 à R12 du tableau 26). L'atmosphère de traitement ne modifie pas la profondeur affectée par la déformation plastique. Les paramètres de grenaillage importants, qui déterminent la profondeur affectée, sont l'amplitude de vibration de la sonotrode et le type de billes (diamètre et matériau).

Tableau 26 : Tableau récapitulatif des épaisseurs des couches déformées plastiquement, mesurées par les techniques de microscopie et de microdureté, pour différentes conditions de grenaillage appliquées aux échantillons. (NM : non mesuré)

		Conditions de grenaillage						Épaisseur de la zone déformée		
	Nom	Atmosphère de traitement	Bille	Diamètre	Taux de recouvrement	Temps de traitement	Amplitude de vibration	MO	MEB	Microdureté & nanoindentation
				[mm]	[%]	[min]	[µm]	[µm]	[µm]	[µm]
SONATS	**R01**	Air	Zirshot	2	100%	1	30	**25**		**20**
	R07	Air	Zirshot	2	3000%	30	30	**50**		**140**
	R10	Air	Zirshot	2	10000%	100	30	**80**		**150**
	R11	Air	Zirshot	2	10000%	80	50	**100**	**150**	**330**
	R12	Air	Zirshot	2	10000%	50	90	**200**	**250**	**500**
	S41	Argon	100C6	2	3000%	30	30	**50**		**320**
	S45	Argon	Zirshot	2	3000%	35	30	**50**		**220**
	S63	Argon	100C6	1	3000%	20	30	**25**		**100**
	S65	Argon	Zirshot	1	3000%	20	30	**25**		**100**
UTT	**B0**	Air	100C6	3		5	50	**200**		**NM**
	B1	Air	100C6	2		15	50	**70**		**NM**
	B2	Air	100C6	2		30	50	**100**	**200**	**NM**
	B3	Air	100C6	2		60	50	**150**		**NM**
	B4	Argon	100C6	2		15	50	**70**		**360**
	B5	Argon	100C6	2		30	50	**100**		**370**
	B6	Argon	100C6	2		60	50	**150**	**300**	**370**

III.3.2.3.4 Étude de la structure par diffraction des rayons X.

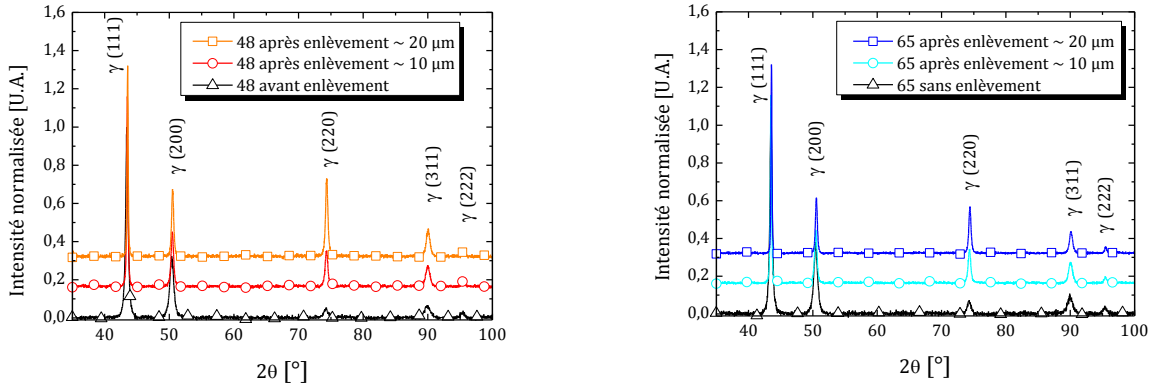
Un des inconvénients de la technique de diffraction des rayons X réside dans la taille du volume d'analyse. En fonction du rayonnement utilisé, du matériau et de la technique d'analyse celui-ci est différent (partie II.4.4.4 page 62). Dans notre cas, l'analyse des échantillons en surface permet d'étudier la structure de la surface grenaillée sur une profondeur d'environ 10 µm. Pour réaliser une étude plus fine, nous avons mis en œuvre un polissage mécanique contrôlé permettant d'analyser la structure à différentes profondeurs sous la surface grenaillée. La figure 107 représente les diffractogrammes obtenus après les différentes étapes de polissage mécanique sur un échantillon traité en conditions B5 et R17. La figure 108 représente les diffractogrammes sur un échantillon traité en conditions S48 et S65. Suivant les conditions de grenaillage, l'enlèvement de matière est différent.



(a) (b)

Figure 107 : Diffractogrammes des rayons X, obtenus avec une source CuKα en configuration θ-2θ, des échantillons grenaillés en condition B5 et R17 et polis mécaniquement pour l'étude de la structure en sous couche de la zone déformée plastiquement.

Précédemment, lors de l'étude de la surface par DRX dans la partie III.3.2.2.2, l'analyse de l'intensité relative n'avait pas révélé d'importantes différences après et avant les traitements de grenaillage (tableau 3-8). Après enlèvement de matière et quelles que soient les conditions de grenaillage, l'intensité du pic de diffraction des plans (220) augmente par rapport à celle des autres pics. De plus, il est à noter que dans certains cas, le pic de diffraction associé aux plans (222) disparaît après cette étape. Le tableau 23 récapitule les intensités relatives par rapport au pic de diffraction des plans (111). Une plus forte augmentation du rapport d'intensité $\left(\frac{I(220)}{I(111)}\right)$ est observée quand l'énergie apportée par le grenaillage est plus importante. Ce phénomène traduit l'apparition d'une texture cristallographique qui évolue en fonction des paramètres de grenaillage.



(a) 30 µm – Zirshot – Ø 2 mm – 30 min – 38 J (b) 30 µm – Zirshot – Ø 1 mm – 20 min – 13 J

Figure 108 : Diffractogrammes de rayons X, obtenus avec une source CuKα en configuration θ-2θ, des échantillons grenaillés en conditions S48 (a) et S65 (b). Les échantillons sont polis mécaniquement pour l'étude de la structure en sous couche de la zone déformée plastiquement.

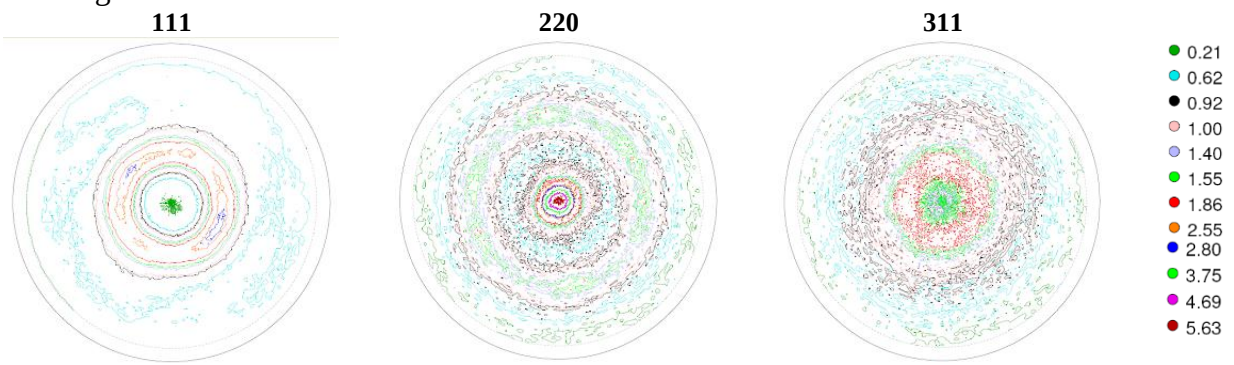
Tableau 27 : Étude de la texture des échantillons avant et après grenaillage (conditions 48, 65, B5 et R17). Répartition de l'intensité en pourcentage mesuré par diffraction par rapport au pic de diffraction des plans (111).

			Plan de diffraction [hkl]				
Condition		**Condition de grenaillage (amplitude de vibration – billes nature et diamètre – temps de traitement)**	**111**	**200**	**220**	**311**	**222**
Standard CFC Ni		Non grenaillé	100%	42%	21%	20%	7%
Référence Poli		Non grenaillé	100%	24%	17%	14%	6%
718 BR		Non grenaillé	100%	31%	8%	8%	5%
S48	10 µm	30 µm – Zirshot – Ø 2 mm – 30 min – 38 J	100%	**29%**	18%	11%	3%
	20 µm		100%	**35%**	**41%**	14%	3%
S65	10 µm	30 µm – Zirshot – Ø 1 mm – 20 min – 13 J	100%	**28%**	18%	11%	4%
	20 µm		100%	**29%**	**25%**	11%	3%
B5	10 µm	50 µm – 100C6 – Ø 2 mm – 30 min – 180 J	100%	61%	**183%**	30%	5%
	20 µm		100%	**74%**	**321%**	41%	8%
R17	30 µm	50 µm – Zirshot – Ø 3 mm – 35 min – 150 J	100%	42%	**117%**	24%	4%
	60 µm		100%	40%	**100%**	22%	3%

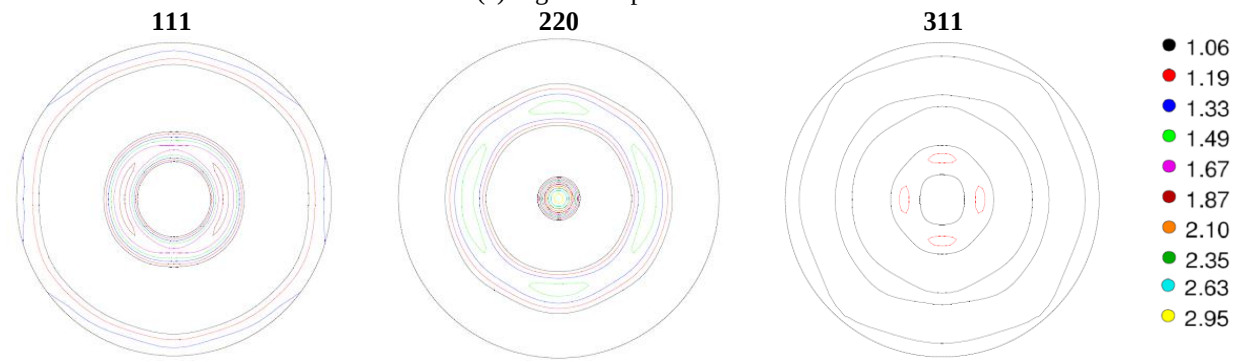
Pour quantifier la texture des échantillons après grenaillage, les figures de pôle des pics de diffraction des plans (111), (220) et (311) ont été réalisées sur l'échantillon grenaillé en condition B2. Elles sont représentées sur la figure 109 qui montre les figures de pôle brutes et

calculées. Les figures de pôles révèlent la présence d'une texture qui apparaît après grenaillage. Une texture cristallographique de fibre <110> qui se manifeste par la présence d'un pic sur la figure de pole 220 et d'un cylindre creux situé à 35° de la surface de l'échantillon sur la figure de pôles du pic (111). Une représentation plus adaptée dans le cas des textures de fibres est présentée sur la figure 110, il s'agit de la figure inverse de pôles qui représente la répartition de la densité des plans parallèles à la surface. Une forte concentration de plan (101) est mise en évidence par les courbes de niveau traduisant la texture de fibre de déformation <110>.

Pour résumer, les échantillons ayant subi un traitement de grenaillage relativement important sont texturés. La famille de plans cristallographiques {011} est parallèle à la surface grenaillée. En configuration géométrique Bragg Brentano, les plans analysés sont parallèles à la surface de l'échantillon ; c'est pourquoi l'intensité du pic de diffraction (220) est plus intense sur les diffractogrammes à mesure que la matière est enlevée de la figure 107 et la figure 108.



(a) Figures de pôles brutes



(b) Figures de pôles calculées

Figure 109 : Figures de pôles brutes et calculées sur les pics de diffraction des plans (111), (220) et (311) de l'échantillon B2 (50 µm – 100C6 – Ø 2 mm – 30 min – 180 J) après un enlèvement de matière par polissage mécanique contrôlé ~ 20 µm.

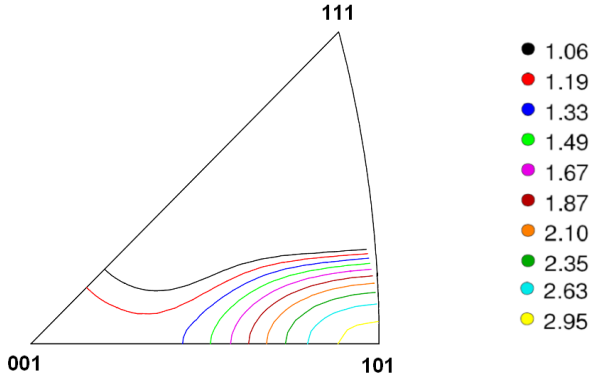


Figure 110 : Représentation en figure de pôles inverse de la répartition des plans parallèles à la surface de l'échantillon grenaillé en condition B2 (50 µm – 100C6 – Ø 2 mm – 30 min – 180 J).

Par ailleurs, l'évolution de la largeur à mi-hauteur des pics de diffraction après enlèvement de matière sur l'échantillon grenaillé en condition B2 ne révèle pas de variation : celle-ci reste constante au cours de l'abrasion de matière. Le tableau 28 montre le résultat des calculs de la taille des cristallites qui diffractent et des microdéformations à l'aide des équations de Scherrer et Stockes Wilson. La taille des cristallites est comprise entre 11 et 21 nm quel que soit l'enlèvement de matière réalisé. Les microdéformations sont quant à elles comprises entre 2 et 1%. Cependant, pour l'échantillon grenaillé en condition 48, une variation de la taille des cristallites et les microdéformations est observée (tableau 29). La taille des cristallites évolue par exemple entre 11 et 116 nm (pic de diffraction (111)) et les microdéformations varient entre 1,6% et 0,4% (pic de diffraction (311)). La principale différence entre ces deux échantillons est l'amplitude de vibration avec laquelle ils ont été grenaillés, les autres paramètres étant identiques. La condition B5 correspond à une amplitude de vibration de la sonotrode de 50 µm (≈ 177 J) tandis que la condition S48 correspond à une amplitude de vibration de 30 µm (≈ 38 J). D'après les analyses précédentes, la profondeur affectée par le grenaillage est plus importante pour la condition B5 que pour la condition 48. C'est pourquoi, un polissage de la surface ne révèle pas de modification structurale dans le cas de la condition B5 alors que dans le cas de la condition S48, une évolution est constatée : le gradient de déformation est plus important sur une plus courte profondeur pour la condition 48.

Tableau 28 : Équations de Scherrer et de Stokes Wilson, appliquées aux diffractogrammes de rayons X de l'échantillon grenaillé en condition B5 à différentes profondeurs de la surface impactée suivant les plans de diffractions (hkl) par rapport à un échantillon de référence poli.

		Plan (hkl)			
		111	**220**	**311**	**222**
Profondeur de pénétration des rayons X [µm]		11	13	18	21
B5	Taille des cristallites [nm]	16	20	13	20
	Microdéformation [%]	2,0	1,2	1,5	1
B5 – 10 µm	Taille des cristallites [nm]	17	20	13	16
	Microdéformation [%]	2,0	1,1	1,5	1,2
B5 – 20 µm	Taille des cristallites [nm]	17	21	15	21
	Microdéformation [%]	1,9	1,1	1,4	1

Tableau 29 : Équations de Scherrer et de Stokes Wilson, appliquées aux diffractogrammes de rayons X de l'échantillon grenaillé en condition S48 à différentes profondeurs de la surface impactée suivant les plans de diffractions (hkl) par rapport à un échantillon de référence poli.

		Plan (hkl)				
		111	**200**	**220**	**311**	**222**
Profondeur de pénétration des rayons X [µm]		11	13	18	18	21
S48	Taille des cristallites [nm]	22	15	18	13	34
	Microdéformation [%]	1,7	2,1	1,3	1,6	0,5
S48 - 10 µm	Taille des cristallites [nm]	64	37	32	22	29
	Microdéformation [%]	0,6	0,9	0,7	0,9	0,7
S48 - 17 µm	Taille des cristallites [nm]	116		47	50	45
	Microdéformation [%]	0,3		0,5	0,4	0,4

III.3.3 Étude des mécanismes de déformation

Pour comprendre et étudier les mécanismes de déformation de l'alliage 718 après un traitement de grenaillage, nous avons réalisé des cartographies d'orientation par la technique de diffraction des électrons rétrodiffusés appelé « Electron BackScatter Diffraction » et noté EBSD. Un descriptif de la technique est présenté dans le paragraphe II.4.10 page 72. Les cartographies sont réalisées sur des coupes sens transverse d'échantillons ayant été grenaillés dans différentes conditions. Pour déterminer les orientations cristallographiques, nous avons défini le repère macroscopique de l'échantillon (RD, TD et ND) en choisissant ND normal à la surface grenaillée comme illustré sur la figure 111. Le code de couleur des orientations du repère cristallin est défini par le triangle standard qui est représenté sur la figure 112. Lorsque des coupes sens transverse sont introduites, la surface grenaillée se trouve toujours en haut de l'image.

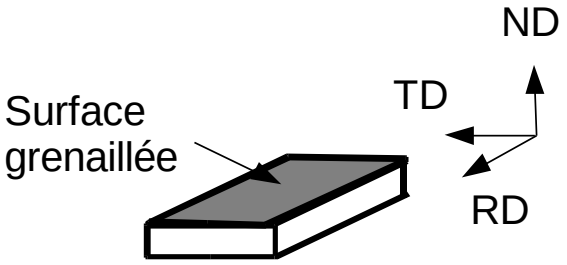


Figure 111 : Orientation du repère macroscopique de l'échantillon RD, TD, ND. ND est normal à la surface grenaillée et TD et RD sont tangents à la surface grenaillée.

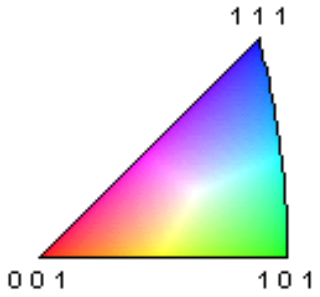
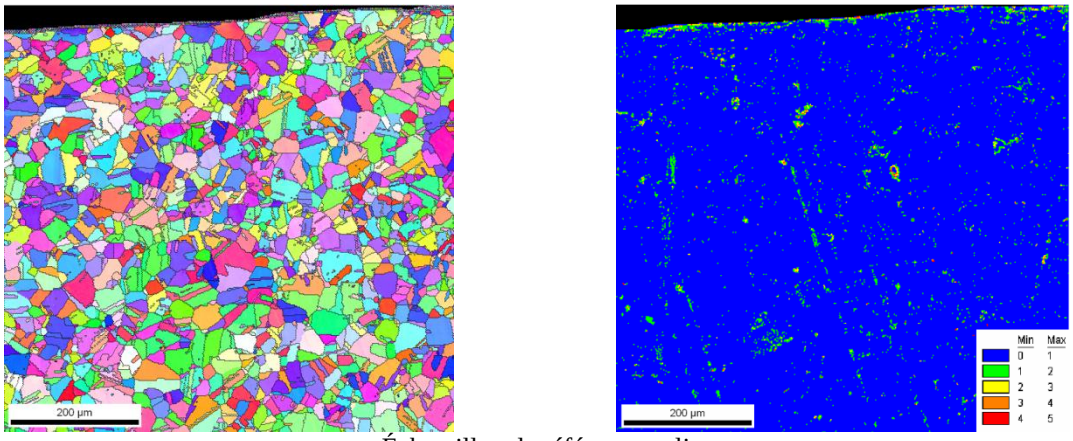


Figure 112 : Représentation du code de couleur des orientations cristallographiques (repère cristallin) dans le triangle standard.

La figure 113 représente la cartographie d'orientations et la désorientation associée en coupe sens transverse de l'échantillon de référence poli. Une rapide analyse des orientations et de la désorientation montre que l'échantillon de référence n'est pas déformé. La désorientation dans un grain est inférieure à un degré. En revanche, les cartographies d'orientations et de désorientations de la figure 114 (échantillon grenaillé en condition R11) et de la figure 115 (échantillon grenaillé en condition R12) révèlent une évolution de l'orientation cristallographique après le traitement de grenaillage dans des conditions énergiques (> 200 J). Cette déformation est mise en évidence d'une part par un nombre de points importants non indexés à cause de la forte déformation plastique et d'autre part par une orientation cristallographique modifiée : la couleur verte, associée à l'orientation cristallographique (101), devient prédominante dans la zone affectée par le grenaillage

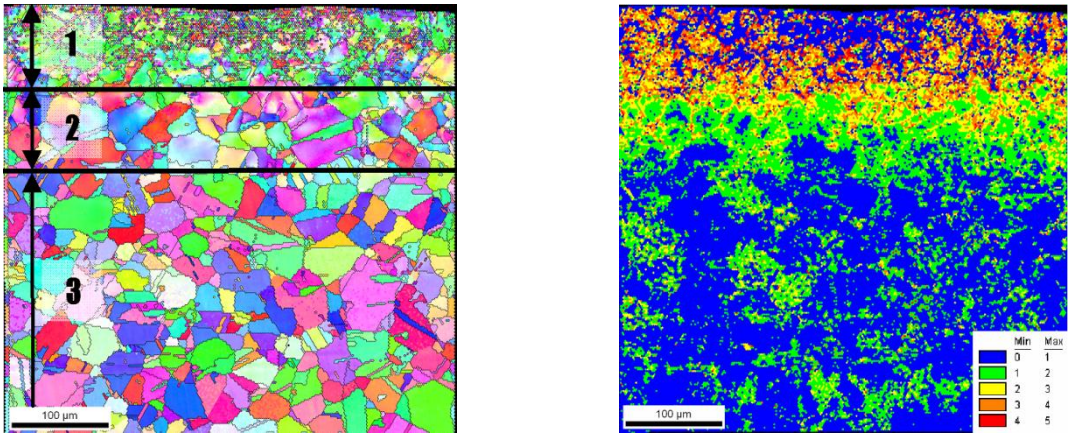
(identifiée zone 1 sur les cartographies d'orientations de la figure 114-a et figure 115-a). En dessous de cette zone, une zone déformée est également visible. Elle est matérialisée par un gradient de couleur : la couleur n'est pas uniforme à l'intérieur d'un grain (grain vrillé). Cette zone est mise en évidence par la zone 2 identifiée sur les cartographies d'orientations de la figure 114 (a) et figure 115 (a). Les zones 1 et 2 correspondent à des désorientations plus ou moins importantes : la zone verte est assimilée à une forte désorientation (3-5°) mélangée à une faible désorientation (0-1°), la zone à gradient de couleur correspond à une désorientation moyenne (1-3°) visible sur les cartographies de désorientation de la figure 114 (b) et la figure 115 (b). La désorientation est plus importante aux joints de grains, ce qui traduit l'accommodation de chaque grain à la déformation plastique en créant des dislocations nécessairement géométriques (partie I.4.4 page 30). Dans ces deux exemples, nous constatons également une évolution de la position de ces différentes zones en fonction des paramètres de grenaillage. Pour une amplitude de vibration qui augmente, la zone affectée par le grenaillage est plus importante. Elle passe de 50 µm à 90 µm soit une augmentation de la profondeur affectée d'environ 30%. Le graphique de la figure 117 met en évidence l'accroissement de la désorientation aux faibles angles (< 20°) après le traitement de grenaillage comparativement à un échantillon non grenaillé. Une désorientation de 60°, due à de nombreuses macles de recuit est également relevée sur les trois types d'échantillon.



Échantillon de référence poli

(a) Cartographie d'orientations suivant ND (b) Cartographie de désorientations entre les proches voisins

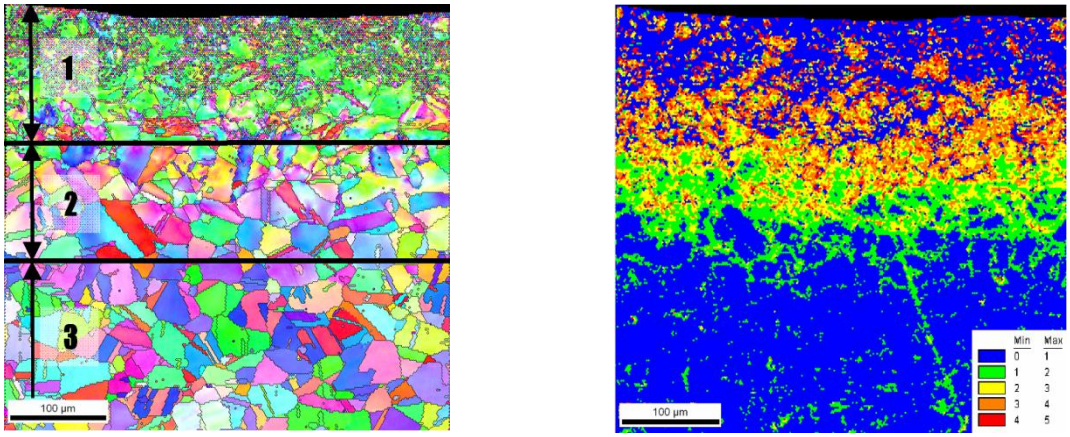
Figure 113 : Cartographie d'orientations (a) et de désorientations entre voisins (b) à faible grandissement suivant ND pour un échantillon de référence.



R11 – 50 µm – Zirshot Ø 2 mm – 10000 % – 240 J

(a) Cartographie d'orientations suivant ND (b) Cartographie de désorientations entre les proches voisins

Figure 114 : Cartographies d'orientations (a) et de désorientations entre voisins (b) à faible grandissement suivant ND pour un échantillon grenaillé par SONATS en condition R11.



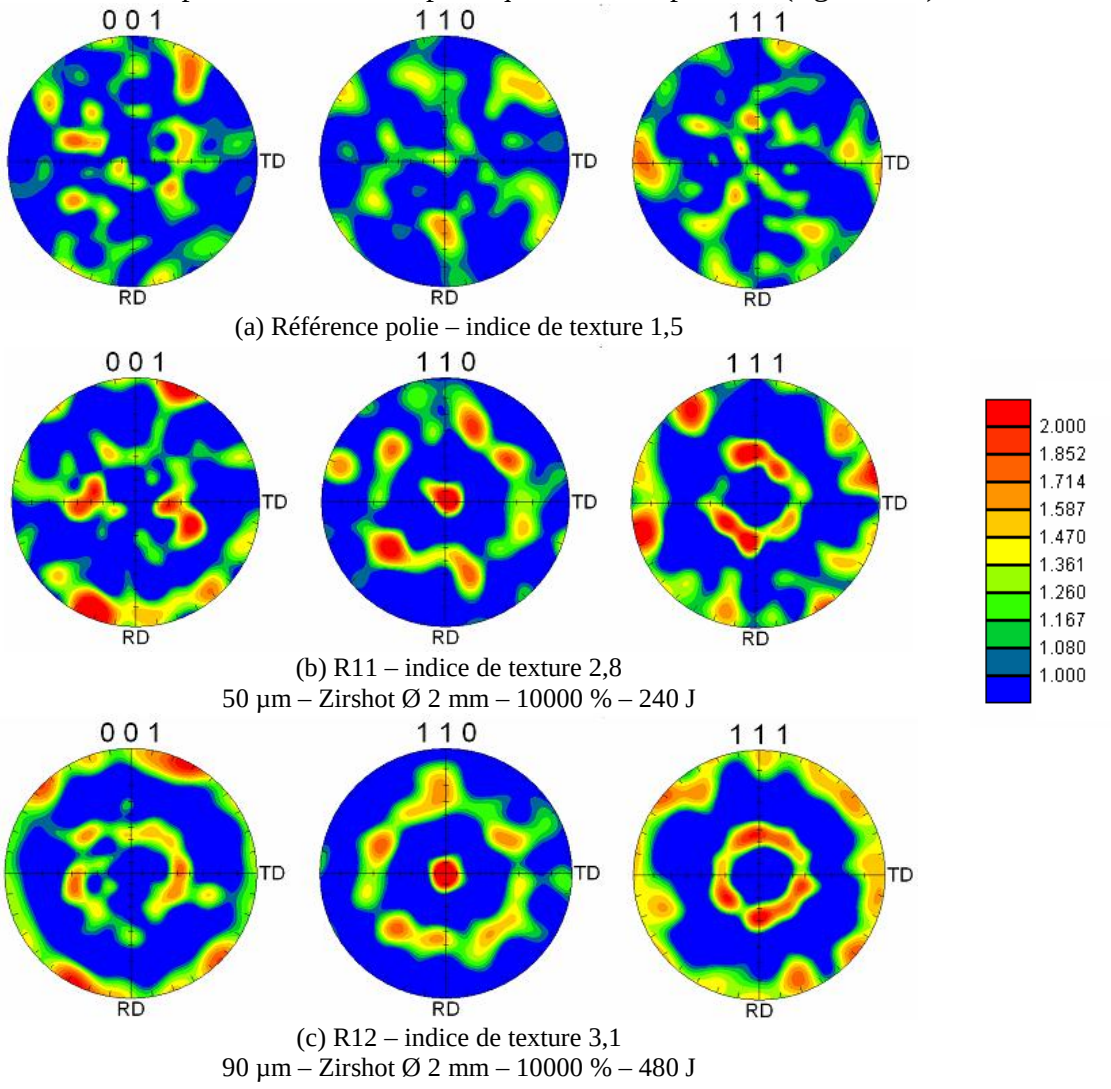
R12 – 90 µm – Zirshot Ø 2 mm – 10000 % – 480 J

(a) Cartographie d'orientations suivant ND (b) Cartographie de désorientations entre les proches voisins

Figure 115 : Cartographies d'orientations (a) et de désorientations entre voisins (b) à faible grandissement suivant ND pour un échantillon grenaillé par SONATS en condition R12.

Pour comprendre ce que représente l'apparition de la couleur verte sur les cartographies d'orientations des échantillons grenaillés dans les conditions R11 et R12, nous avons procédé à une étude de la texture. Les figures de pôles obtenues (figure 116) révèlent une texture de fibre <101> suivant la normale à la surface des échantillons comme les mesures de diffraction des rayons X réalisés sur l'échantillon B2 (partie III.3.2.3.4 page 107 de ce chapitre). Cette texture cristallographique est visible sur les cartographies d'orientations présentant une couleur verte prédominante et correspondant aux échantillons ayant subi un grenaillage avec une énergie cumulée de plus de 180 J. Plus l'énergie apportée par le grenaillage est importante, plus l'indice de texture devient important. Par exemple, dans la condition de grenaillage R11 où l'énergie cumulée est de 240 J, l'indice de texture est de 2,8, dans la condition de grenaillage R12 où l'énergie cumulée est de 480 J, l'indice de texture est de 3,1.

Lorsque les conditions de grenaillage sont beaucoup moins énergétiques, la zone 1 n'est pas visible et la désorientation est beaucoup moins importante (figure 118). La zone 2 quant à elle, reste néanmoins marquée. Une autre conséquence visible d'un grenaillage moins énergétique due principalement à une amplitude de vibration de la sonotrode moins grande est une zone affectée par la déformation plastique moins importante (figure 118).



(a) Référence polie – indice de texture 1,5

(b) R11 – indice de texture 2,8
50 µm – Zirshot Ø 2 mm – 10000 % – 240 J

(c) R12 – indice de texture 3,1
90 µm – Zirshot Ø 2 mm – 10000 % – 480 J

Figure 116 : Figures de pôles suivant ND de (a) la référence polie et de la zone proche de la surface grenaillée des échantillons grenaillés par SONATS en conditions (b) R11 et (c) R12.

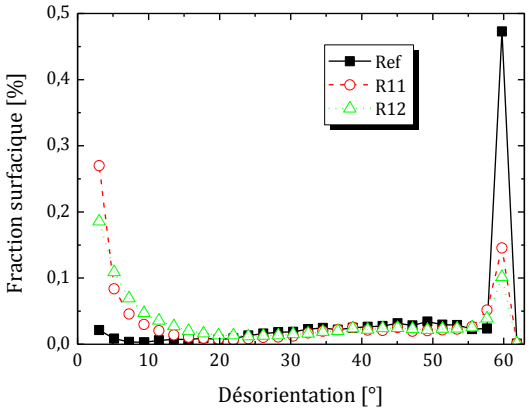
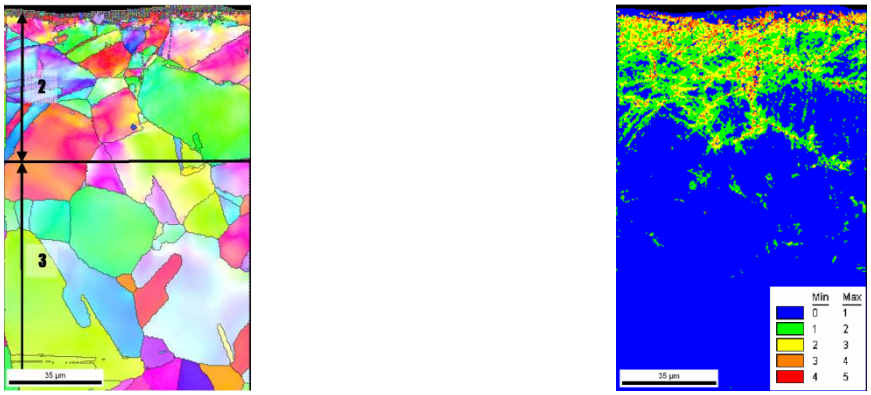


Figure 117 : Évolution de la désorientation entre différents échantillons grenaillés par SONATS en conditions R11 et R12 para rapport à un échantillon non grenaillé.



43 – 30 µm – Zirshot Ø 2 mm – 3000 % – 38 J

(a) Cartographie d'orientations suivant ND (b) Cartographie de désorientations entre les proches voisins

Figure 118 : (a) Cartographie d'orientations et (b) désorientations entre les proches voisins à faible grandissement suivant ND pour un échantillon grenaillé par SONATS en condition 43 (38 J).

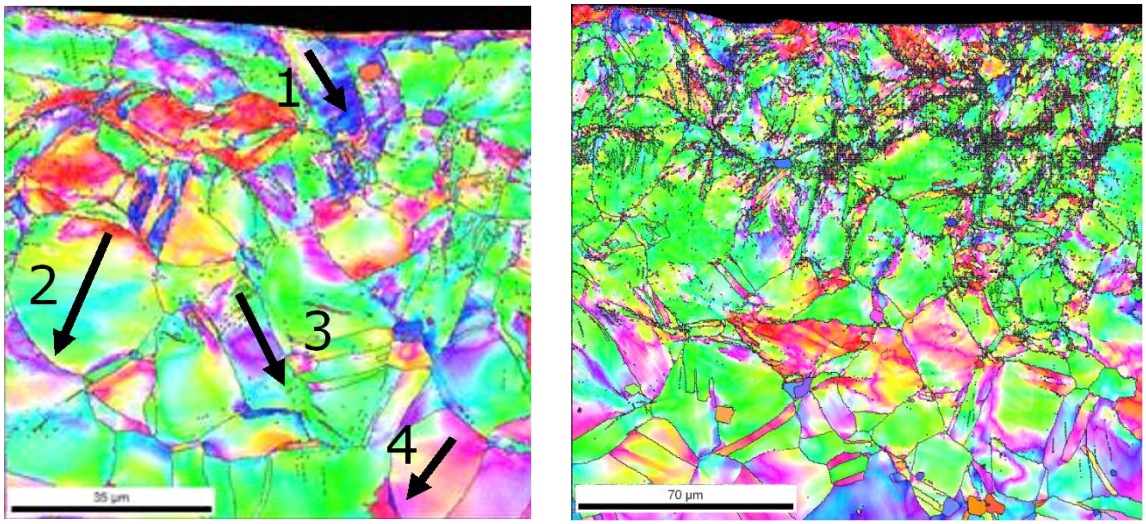
Afin d'étudier en détail la zone affectée par le grenaillage, un agrandissement de la zone sous la surface impactée a été réalisé. Les résultats obtenus après différentes conditions de grenaillage sont représentés par les cartographies d'orientations de la figure 119. Une prédominance de la couleur verte associée à l'orientation (101) est toujours visible sous la surface. De plus, la matière en dessous de la surface impactée est très déformée car on observe à l'intérieur des grains un gradient de couleur et non une couleur unique ; ceci est le signe d'une désorientation à l'intérieur des grains. Pour mettre en avant cette désorientation, nous avons tracé la désorientation le long de différents grains en fonction de leur position par rapport à la surface grenaillée (figure 119-b et figure 120). À 10 µm et 40 µm de la surface (figure 120 - 1 et 2), la désorientation cumulée le long d'un grain est égal à 40°, ce qui représente une rotation de celui-ci autour d'un axe d'un huitième de tour. À 50 µm, le grain présente une déformation par maclage mécanique. À 80 µm de la surface, un maximum de 20° de désorientation est mesuré. Ainsi, la déformation plastique se traduit par des glissements de plans denses pour certains grains et par du maclage mécanique pour d'autres grains. La désorientation est importante lorsque le grain se situe proche de la surface impactée, puis elle diminue à mesure de l'éloignement de celle-ci pour finir par retrouver sa valeur initiale dans le matériau de référence poli. Le profil de désorientation à l'intérieur d'un grain traduit un autre phénomène : l'arrangement des dislocations en murs denses. L'accroissement observé de la désorientation se fait par palier. Chaque changement de

désorientation est accommodé par un mur dense de dislocations. La déformation plastique répétée par l'impact des billes permet aux dislocations de s'arranger entre elles pour minimiser l'énergie du système. Ce mécanisme permet un affinement de la structure en cellules de dislocation.

L'analyse de la désorientation des images obtenues par EBSD de la figure 121 révèle en quelque sorte la densité de défaut. Sur la cartographie de la figure 121 (a), trois zones sont identifiées :

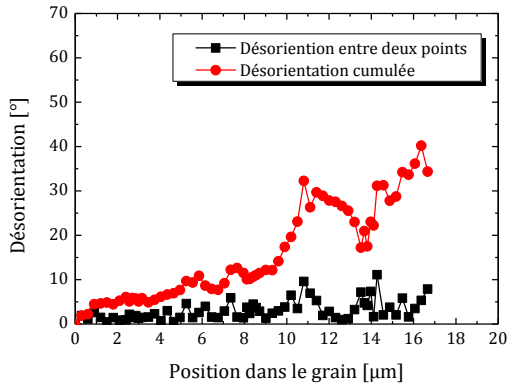
- Zone A : zone à faible désorientation = faible densité de défauts
- Zone B : zone à forte désorientation = forte densité de défauts
- Zone C : zone à faible désorientation = faible densité de défauts

Cependant sur la cartographie de la figure 121 (b), deux zones seulement sont identifiées : la zone B et la zone C. En fonction des paramètres de grenaillage, le maximum de densité de défauts, qui peut être associé à la densité de dislocations, ne se situe pas en surface de l'échantillon mais en profondeur. Ceci s'explique par la théorie du contact de Hertz qui est développée en partie III.8 page 146 du présent chapitre.

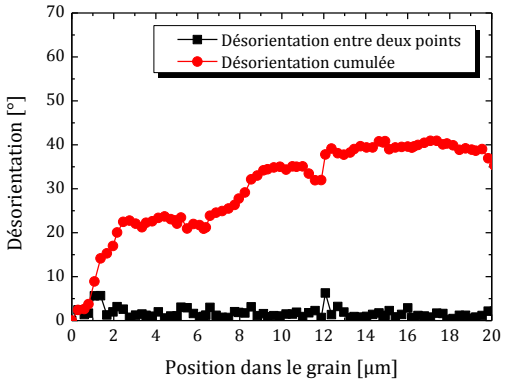


(a) R11 – 50 µm (b) R12 – 90µm

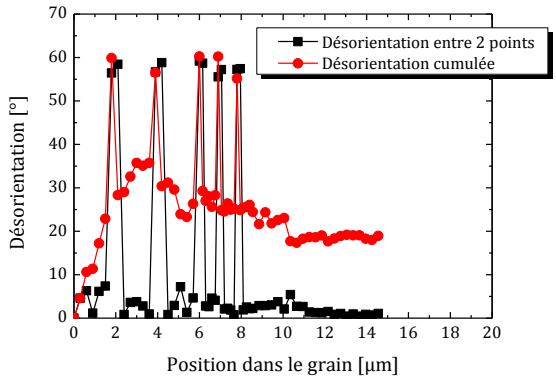
Figure 119 : Cartographies d'orientations de la zone affectée par le grenaillage pour des échantillons grenaillés par SONATS en conditions R11 (a) et R12 (b) : le paramètre qui évolue entre R11 et R12 est l'amplitude de vibration de la sonotrode (50 et 90 µm respectivement).



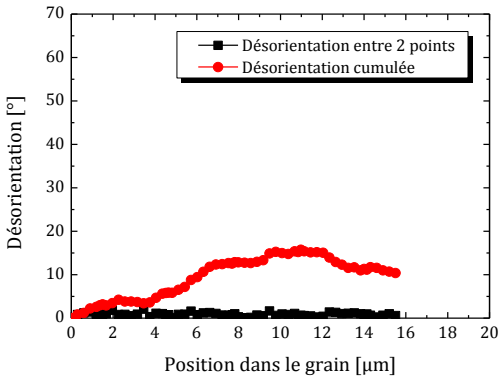
1 – 10 µm de la surface impactée



2 – 40 µm de la surface impactée



3 – 50°µm de la surface impactée



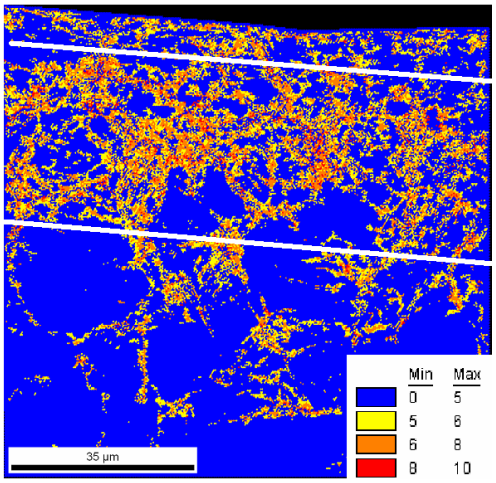
4 – 80 µm de la surface impactée

Figure 120 : Évolution de la désorientation le long des flèches positionnées sur la cartographie d'orientations de la figure 119 (a). Représentation de la désorientation entre pixel dans des grains à différentes profondeurs de la surface impactée.

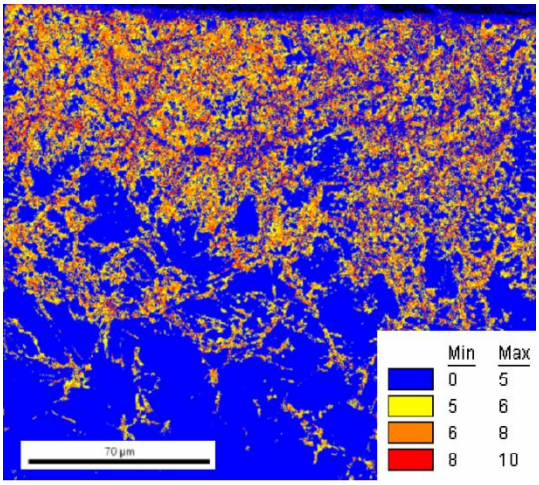
Zone A

Zone B

Zone C



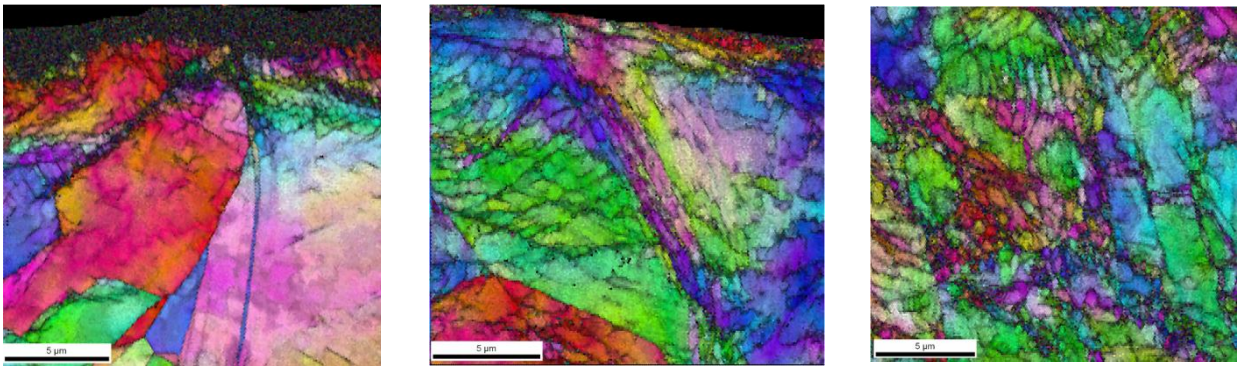
(a) R11 – 50 µm – Zirshot Ø 2 mm - 10000% – 240 J



(b) R12 – 90 µm– Zirshot Ø 2 mm – 10000% – 480 J

Figure 121 : Cartographies de désorientations de la zone affectée par le grenaillage pour des échantillons grenaillés par SONATS en conditions R11 (a) et R12 (b) : le paramètre qui évolue entre R11 et R12 est l'amplitude de vibration de la sonotrode (50 et 90 µm respectivement).

Pour continuer l'exploration des effets de la déformation plastique sur la microstructure, des agrandissements des cartographies d'orientation de grains proches de la surface dans les 3 conditions de grenaillage sont représentés sur la figure 122. Pour mettre en évidence les mécanismes de déformation, l'image de décalage du fit est superposée à celle de la cartographie d'orientation. Ainsi, les images des cartographies d'orientations révèlent des structures semblables à ce qui est observé lorsque la matière s'arrange sous forme de cellules de dislocations. Les zones plus sombres sont semblables aux murs denses de dislocation. À mesure que l'énergie cumulée apportée au matériau augmente, la sous-structure du grain évolue. Pour des faibles énergies (~ 40 J), seuls les cinq premiers micromètres présentent un tel affinement de structure alors que pour des énergies d'environ 240 J, le grain dans son ensemble présente une sous-structure. Lorsque l'énergie devient plus importante, le grain n'est plus visible mais une sous-microstructure de l'ordre d'une centaine de nanomètres est visible (figure 122 (c)).



(a) 43 – 30 µm – Zirshot Ø 2 mm – 3000% – 40 J

(b) R11 – 50µm – Zirshot Ø 2 mm – 10000% – 240 J

(c) R12 – 90 µm– Zirshot Ø 2 mm – 10000% – 480 J

Figure 122 : Images composées de la cartographie d'orientations et de l'image de décalage de fit à fort grandissement de la zone proche de la surface grenaillée des échantillons grenaillés par SONATS en conditions (a) 43 (b) R11 et (c) R12.

III.3.4 Résumé

Dans cette partie, une étude complète de l'effet du grenaillage sur l'alliage à base nickel 718 a été réalisée. Tout d'abord, l'impact de la bille à la surface du matériau créée une déformation plastique de la surface visible par la rugosité présente après un traitement de grenaillage. Cette rugosité évolue en fonction des paramètres de grenaillage ; elle est liée aux caractéristiques des billes utilisées (nombre, diamètre, matériau…) et aux paramètres opératoires de la sonotrode qui transmet l'énergie aux billes (amplitude et fréquence de vibration essentiellement). Pour des paramètres de grenaillage identiques et un temps de traitement (ou taux de recouvrement) qui augmente, les paramètres de rugosité standard mesurés décroissent vers une valeur limite.

Lorsque l'amplitude de vibration diminue, la taille des impacts et la profondeur affectée par la déformation plastique diminue. La masse et le diamètre des billes influent sur l'énergie transmise par la sonotrode à l'échantillon. Pour un diamètre identique et une masse de billes moins importante (nombre de billes réduit) le temps de traitement pour obtenir un taux de recouvrement identique est plus long. Une augmentation du diamètre des billes (i.e. masse plus importante) conduit à des paramètres de rugosité plus importants.

Les paramètres de rugosité révélateurs de l'énergie transmise au matériau pendant le grenaillage sont la hauteur totale du profil Rt et la largeur du profil à l'intérieur de la longueur de base Rsm. Rt traduit l'enfoncement résiduel de la bille après l'impact dans le matériau et Rsm est proportionnel au diamètre résiduel moyen des impacts. Dans le cas de l'alliage 718 et

des paramètres de grenaillage utilisés, la hauteur totale du profil Rt varie entre 1,8 µm (grenaillage en condition R10) et 5,3 µm (grenaillage en condition R12) pour un taux de recouvrement de 10000%. Rsm varie entre 126 µm et 270 µm pour une amplitude de vibration de 30 µm.

D'un point de vue mécanique, les surfaces grenaillées présentent un gain de la résistance à l'enfoncement (i.e. la dureté) pouvant aller jusque 80% de la valeur initiale.

D'un point de vue structural, la déformation plastique ne crée pas de transformation de phase. Cependant, une augmentation de la largeur à mi-hauteur des pics de diffraction est observée. Elle est le signe d'une modification microstructurale et de microdéformations plus importantes dans le matériau après le grenaillage. Ces défauts représentent une énergie emmagasinée dans l'échantillon. Le paramètre de maille déterminé par DRX est augmenté de 0,4% au maximum. L'analyse par rayons X est limitée par l'absorption des éléments du matériau et par la profondeur analysée à la surface de l'ordre d'une vingtaine de micromètres. Un polissage mécanique de la surface permet d'accéder aux informations structurales de la sous couche déformée plastiquement. Les diffractogrammes ainsi obtenues révèlent une intensité beaucoup plus importante pour la famille de plans (220) qui traduit une texturation de l'échantillon mise en évidence par les figures de pôles. La déformation plastique par le grenaillage produit une texture de fibre de déformation suivant la direction <110> parallèle à la surface vérifiée également par les analyses EBSD. La texture est visible sur les diffractogrammes (intensité plus importante des pics de diffraction) dès que le grenaillage correspondant à une énergie cumulée de 13 J. Cependant, les études EBSD ne révèlent pas cette texture sur un échantillon grenaillé avec une énergie cumulée de 38 J. En revanche, pour une énergie cumulée de 240 J la texture est visible sur les cartographies d'orientations.

La zone déformée plastiquement résulte de mécanismes de glissement mis en évidence par les observations aux microscopes optique et électronique à balayage. Les analyses EBSD montrent également une déformation par maclage mécanique de certains grains.

Pour quantifier la profondeur affectée par le grenaillage, la technique la plus fiable est la microdureté sur coupe transverse. À l'aide d'un profil de microdureté à 25 g, il est aisé de déterminer la quantité de matière qui a été affectée par la déformation plastique.

Un autre phénomène observé est la contamination de la surface par les matériaux présents dans l'enceinte durant le grenaillage. Les analyses chimiques sur les premiers micromètres révèlent des concentrations plus élevées que la normale en oxygène, en titane, en aluminium…

III.4 Résultats des traitements de grenaillage sur AISI 316L

Nous avons étudié un autre matériau dans des conditions similaires de grenaillage afin de comparer les résultats obtenus avec ceux de l'alliage 718. L'autre matériau de l'étude est l'acier inoxydable austénitique AISI 316L.

III.4.1 Paramètres de grenaillage

Avant le traitement de grenaillage, les échantillons sont polis suivant la gamme de polissage définie précédemment (partie II.1.2 page 49 du chapitre II). Pour cette étude, deux campagnes de grenaillage ont été réalisées. Au total, neuf conditions de grenaillage sont étudiées. Une campagne a été réalisée par l'Université Polytech Hong Kong (PHK) : les conditions sont désignées par SMAT1, SMAT2 et SMAT3. Les paramètres de grenaillage sont reportés dans le tableau 30, nous ne savons malheureusement pas à quoi correspond l'amplitude de 80% (l'université PHK ne nous a pas fourni les valeurs correspondantes). Une autre campagne a été réalisée par SONATS et les conditions de grenaillage, notées BN01, BN05, BN09, BN13, BN17 et BN21 sont décrites dans le tableau 31.

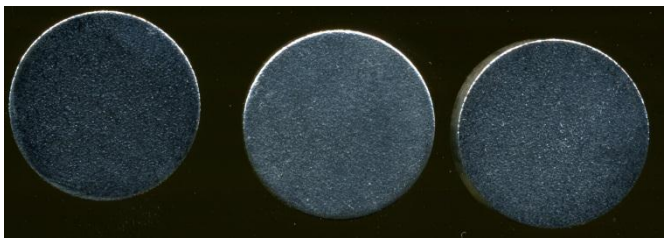
Tableau 30 : Paramètres de grenaillage SMAT1, SMAT2 et SMAT3 réalisés par Polytech Hong Kong. Les billes sont en acier et la fréquence de vibration est de 20 kHz.

	Billes			Conditions grenaillage		
Conditions	**Nature**	**Diamètre**	**Masse**	**Distance pièce sonotrode**	**Amplitude**	**Durée**
		mm	**g**	**mm**		
SMAT1	100C6	2	20	31	80%	30 s
SMAT2	100C6	2	20	31	80%	4 min
SMAT3	100C6	2,0	10	31	80%	30 s

Tableau 31 : Paramètres de grenaillage BN01 à BN21 réalisé par SONATS sous atmosphère argon dans une enceinte en acier de type Z160CDV12 à une fréquence de vibration de 20 kHz.

	Billes			Conditions grenaillage			
Conditions	**Nature**	**Diamètre**	**Masse**	**Distance pièce sonotrode**	**Amplitude**	**Durée**	**Taux de recouvrement**
		mm	**g**	**mm**	**µm c/c**		**%**
BN01	100C6	2	15,2	30	30	40 s	100
BN05	100C6	2	15,2	30	30	20 min	3000
BN09	Zirshot	1,8-2,0	11,74	30	30	40 s	100
BN13	Zirshot	1,8-2,0	11,74	30	30	20 min	3000
BN17	100C6	1	7,6	30	30	30 s	100
BN21	100C6	1	7,6	30	30	15 min	3000

La figure 123 est une photographie de la surface des échantillons d'acier inoxydable AISI 316L ayant subi un traitement de grenaillage. Nous remarquons que les échantillons traités dans les conditions SMAT1 et SMAT3 semblent plus sombres que celui traité dans la condition SMAT2. Ce phénomène est dû à une différence de rugosité de la surface après le grenaillage.



SMAT1 SMAT 2 SMAT 3

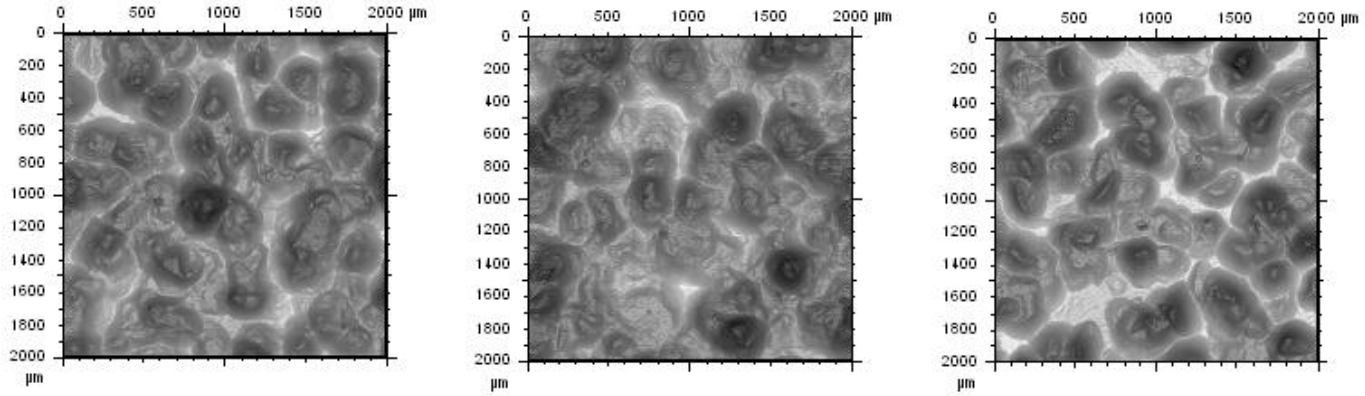
Figure 123 : Photographies des surfaces des échantillons grenaillés dans les conditions de SMAT1, SMAT2 et SMAT3.

III.4.2 Analyse de la surface des échantillons par profilométrie et microdureté

La figure 124 et le tableau 32 représentent respectivement l'état de la surface et les paramètres de rugosité après un traitement de grenaillage réalisé par Polytech Hong Kong (PHK). Les paramètres de rugosité, reportés dans le tableau 32, sont supérieurs dans le cas où la vitesse de déformation est plus importante (SMAT3), diminuent lorsque la vitesse de déformation est moins importante (SMAT1) et tendent vers une valeur limite de saturation lorsque le temps de grenaillage augmente (SMAT2). Dans les premiers temps du traitement

de grenaillage, apparaît une rugosité très importante qui diminue au cours du temps pour se stabiliser à une valeur de saturation (figure 124 et tableau 32).

L'apparition d'une rugosité de surface est révélatrice des déformations plastiques importantes qui se produisent au sein du matériau (figure 124, figure 125 et figure 126).



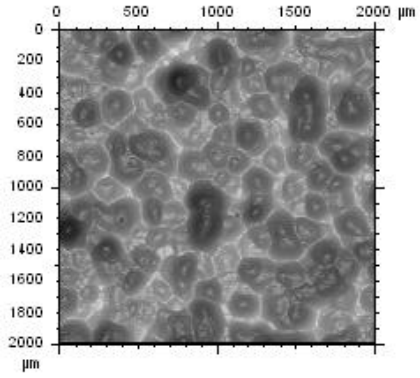
SMAT1 SMAT 2 SMAT 3

Figure 124 : Images reconstituées à partir des profilométries représentant les morphologies des surfaces des échantillons grenaillés dans les conditions de SMAT 1, SMAT2 et SMAT3.

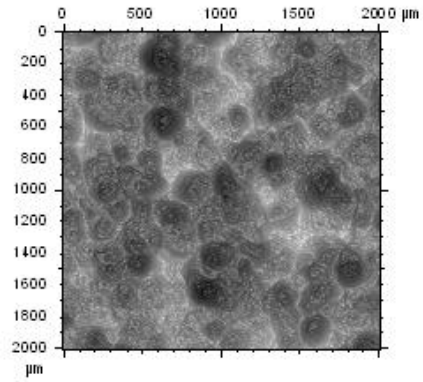
Tableau 32 : Paramètres de rugosité d'échantillons AISI 316L ayant subi un traitement de grenaillage BN09 et BN13. Le seul paramètre qui varie est le taux de recouvrement (i.e. temps de traitement).

Condition	Ra	Rq	Rt	Rsk	Rku	Rsm
	[µm]	[µm]	[µm]			[µm]
No SMAT	0,02	0,02	**0,10**	0,88	3,42	**64**
SMAT 1	1,81	2,19	**9,31**	-0,15	2,33	**320**
SMAT 2	1,49	1,80	**7,62**	0,49	2,40	**319**
SMAT 3	1,94	2,35	**10,08**	0,00	2,54	**324**

Dans le cas des traitements SONATS, lorsque le taux de recouvrement augmente (le temps de traitement augmente), les paramètres de rugosité diminuent également. Par exemple dans les cas présentés sur la figure 125, le paramètre de rugosité Rt passe de 5,3 µm pour un taux de recouvrement de 100% à 3,8 µm pour un taux de recouvrement de 3000%, ce qui correspond à une diminution d'environ 30%. Si le diamètre des billes est diminué de 50% (2 mm à 1 mm) et que les conditions de grenaillage sont maintenues constantes, les paramètres de rugosité ainsi que la taille des impacts à la surface du matériau (figure 126) diminuent légèrement (tableau 34). Le paramètre qui met en évidence la différence de diamètre de billes est Rsm, il passe de 284 µm à 188 µm (tableau 34).



BN09 – 30 µm – 100C6 Ø 2 mm –100% – 1 J

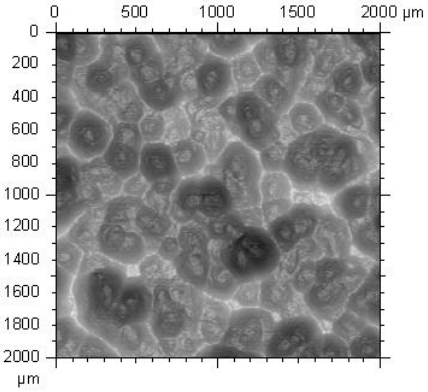


BN13 – 30 µm – 100C6 Ø 2 mm –3000% – 25 J

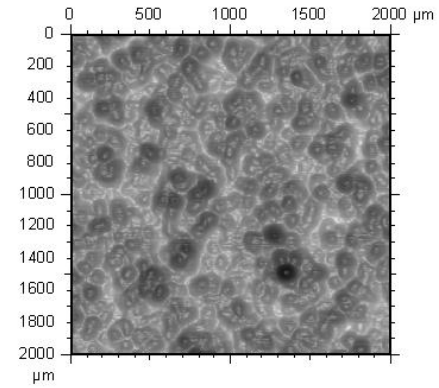
Figure 125 : Images reconstituées à partir des profilométries représentant les morphologies des surfaces des échantillons grenaillés dans les conditions BN09 et BN13. Le paramètre qui varie est le taux de recouvrement (= temps de traitement).

Tableau 33 : Paramètres de rugosité d'échantillons en 316LM ayant subi un traitement de grenaillage BN09 et BN13. Le seul paramètre qui varie est le taux de recouvrement (i.e. temps de traitement).

Condition	Temps	Énergie maximale	Ra	Rq	Rt	Rsk	Rku	RSm
		[J]	[µm]	[µm]	[µm]			[µm]
BN09	100 % (40 s)	1	0,96	1,16	**5,30**	0,25	3,08	**239**
BN13	3000 % (20 min)	25	0,67	0,82	**3,75**	0,14	2,89	**224**



BN05– 30 µm – 100C6 Ø 2 mm –3000% – 32 J



BN21 – 30 µm – 100C6 Ø 1 mm –3000% – 12 J

Figure 126 : Images reconstituées à partir des profilométries représentant les morphologies des surfaces des échantillons grenaillés dans les conditions BN05 et BN21. Le paramètre qui varie est le diamètre des billes.

Tableau 34 : Paramètres de rugosité d'échantillons AISI 316LM ayant subi un traitement de grenaillage BN08 et BN22. Les seuls paramètres qui varient sont le diamètre des billes et la masse des billes. Les billes sont en 100C6.

Condition	Bille	Puissance maximale	Ra	Rq	Rt	Rsk	Rku	RSm
		[J]	[µm]	[µm]	[µm]			[µm]
BN05	100C6 - Ø 2 mm	32	0,65	0,78	**3,36**	0,14	2,80	**284**
BN21	100C6 - Ø 1 mm	12	0,53	0,65	**3,08**	0,15	2,97	**188**

Si le temps de grenaillage n'est pas suffisamment long, la surface n'est pas impactée de façon homogène. Sur la figure 127, les impacts de billes provoquent de la déformation plastique (les grains du matériau se dessinent) sur la surface centrale qui n'a pas été impactée. Le taux de recouvrement n'est pas de 100%, ceci est visible aussi sur les micrographies optiques de surface de la figure 128 et sur les images de surface de la figure 124. Dans le cas où, toute la surface n'a pas été impactée par des billes, la déformation plastique ne donne pas une couche d'épaisseur homogène. Pour la condition SMAT2, le taux de recouvrement est supérieur à 100%.

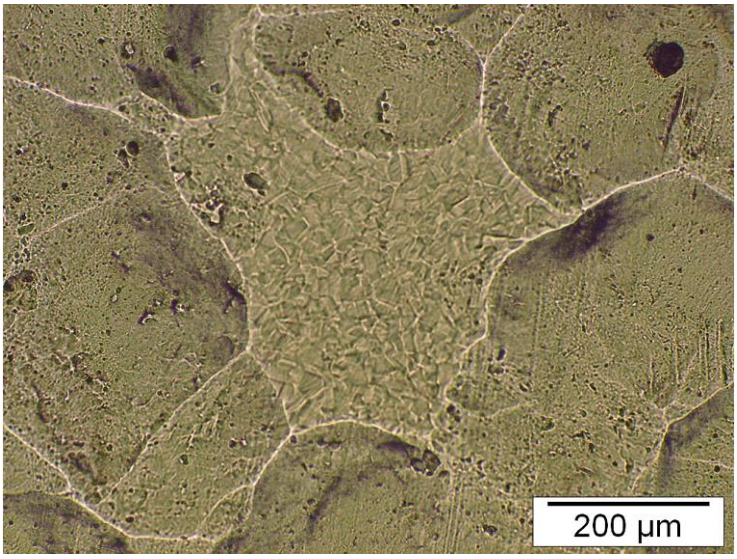
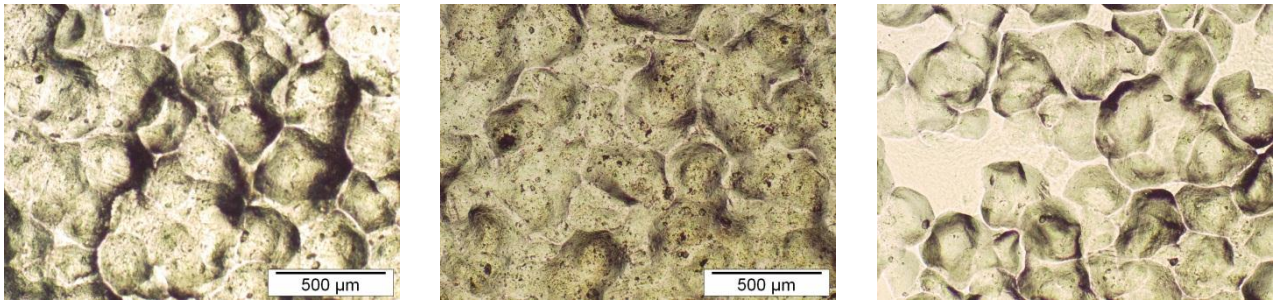


Figure 127 : Micrographies optiques révélant un endroit où la surface n'a pas été impactée pendant le grenaillage en conditions SMAT3.



SMAT1 SMAT2 SMAT3

Figure 128 : Micrographies optiques de la surface des échantillons grenaillés dans les conditions de SMAT1, SMAT2 et SMAT3.

Une étude par diffraction des rayons X de la surface (figure 129) a été réalisée sur les échantillons ayant subi le traitement de grenaillage dans le but de faire une comparaison sur l'état de la structure après le grenaillage par rapport à la structure initiale.

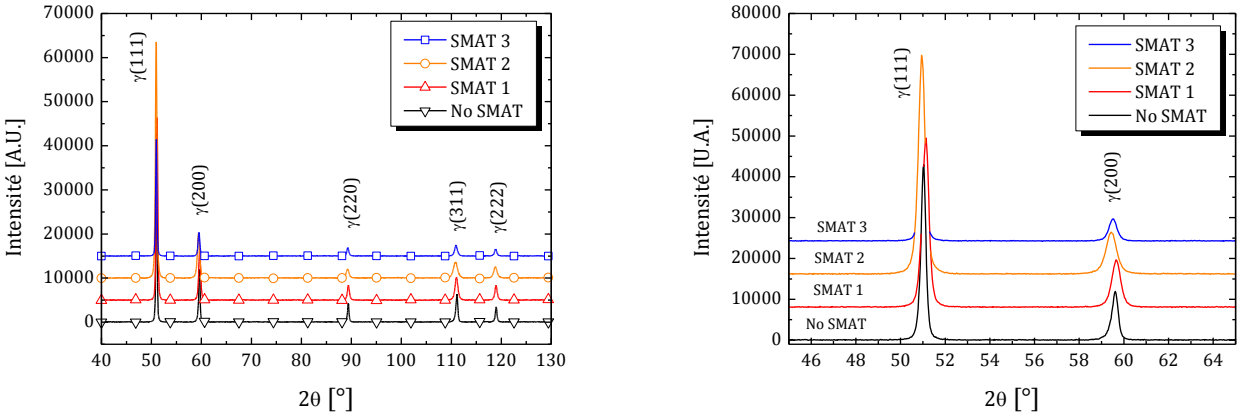


Figure 129 : Diffractogrammes de rayons X (CoKα) en configuration θ–2θ des échantillons grenaillés dans les conditions SMAT1, SMAT2, SMAT3 : (a) 2 θ compris entre 40° et 130° et (b) zoom sur les pics de diffraction (111) et (200) pour 2 θ compris entre 45° et 65°.

Les paramètres de maille calculés à partir de ces diffractogrammes sont reportés dans le tableau 35. La déformation mesurée après le grenaillage augmente légèrement (entre 0,06% et 0,22%). Le traitement n'a pas induit de changement de phase de l'acier inoxydable : pas d'apparition de nouveaux pics de diffraction. Dans certains cas, il est possible d'observer un changement de phase γ → α' lors du traitement de grenaillage. Cette transformation a été mise en évidence dans la littérature scientifique sur les diffractogrammes de rayons X des aciers inoxydables austénitiques grenaillés dans des conditions similaires [4,10,74,75].

Tableau 35 : Paramètres de mailles et déformations calculés à partir des diffractogrammes de rayons X.

Condition	Paramètre de maille [nm]	Déformation perpendiculaire à la surface par rapport à a_0 [%]
NoSMAT	0,3599	
SMAT1	0,3598	-0,03%
SMAT2	0,3607	0,22%
SMAT3	0,3604	0,14%
BN01 – 100% – 1 J	0,3601	0,06%
BN05 – 3000% – 32 J	0,3602	0,08%
BN17 – 100% – 0,5 J	0,3601	0,06%
BN21 – 3000% – 12 J	0,3603	0,11%

L'observation des rapports d'intensité (par rapport au pic de diffraction des plans (111)) donne une information sur la texture des échantillons (tableau 36). Par rapport à la fiche standard du fer austénitique, les échantillons semblent à l'origine légèrement texturés puisque le pic (200) est moins intense. Le grenaillage des échantillons semble accentuer ce phénomène. L'intensité des pics de diffraction des plans (200), (220), (311) et (222) semble diminuer au cours du traitement et en fonction du temps de grenaillage. Dans le cas du SMAT2, où le temps de traitement est plus long (4 min), les pics sont moins intenses que dans le cas du traitement SMAT1 et SMAT3 (temps de traitement identique). Le même phénomène est observé pour les échantillons grenaillés par SONATS en conditions BN01-BN05 (100% et 3000% de taux de recouvrement respectivement) et BN17-BN21 (100% et 3000% de taux de recouvrement respectivement).

Tableau 36 : Étude de la texture des échantillons avant et après grenaillage dans les conditions No SMAT, SMAT1, SMAT2 et SMAT3 et dans les conditions BNXX. Répartition de l'intensité en pourcentage mesuré par rapport au pic de diffraction des plans (111).

Condition		Énergie maximale [J]	Taux de recouvrement [%] ou temps [min]	Plan de diffraction [hkl]				
				111	200	220	311	222
Standard cfc Fe				100%	43%	18%	17%	5%
No SMAT				100%	28%	10%	15%	8%
PHK	**SMAT 1**	NC	30 s	100%	28%	8%	12%	8%
	SMAT 2	NC	4 min	100%	19%	4%	7%	5%
	SMAT 3	NC	30 s	100%	20%	7%	9%	6%
SONATS	**BN01**	1	100 % (40 s)	100%	19%	8%	8%	5%
	BN05	32	3000 % (20 min)	100%	14%	5%	5%	5%
	BN17	0,5	100 % (30 s)	100%	20%	5%	7%	4%
	BN21	12	3000 % (15 min)	100%	15%	7%	7%	4%

L'analyse des largeurs à mi-hauteur des pics de diffraction permet d'estimer les tailles des cristallites qui diffractent par la formule de Scherrer. Les résultats sont répertoriés dans le tableau 37. D'une manière générale, une augmentation du temps de traitement (ou du taux de recouvrement) se traduit par des tailles de cristallites plus petites.

Les microdéformations calculées à l'aide de l'équation de Stockes-Wilson sur le pic de diffraction (222) varient entre 0,2% (BN09) et 0,7% (tableau 38 SMAT2 et BN13). La profondeur de pénétration maximale des rayons X pour ce pic de diffraction est estimée à 10 µm. De la même manière que pour la taille des cristallites, pour un temps de traitement ou de recouvrement qui augmente les microdéformations augmentent.

Tableau 37 : Taille des cristallites [nm] calculées grâce à l'équation de Scherrer appliquée aux diffractogrammes de rayons X suivant les plans de diffraction (hkl).

Plan de diffraction [hkl]	111	200	220	311	222
Profondeur de pénétration des rayons X estimée [µm]	5	6	8	9	10
SMAT 1	41	33	40	33	50
SMAT 2	40	23	24	20	28
SMAT 3	87	40	39	40	53
BN01 – 100% – 1 J	59	24	23	22	71
BN05 – 3000% – 32 J	49	23	20	19	35
BN09 – 100% – 1 J	67	28	35	31	78
BN13 – 3000% – 25 J	39	19	46	20	26
BN17 – 100% – 0,5 J	80	40	68	36	42
BN21 – 3000% – 12 J	47	25	88	22	32

Tableau 38 : Microdéformations [%] calculées grâce à l'équation de Stokes Wilson appliquée aux diffractogrammes de rayons X suivant les plans de diffraction (hkl).

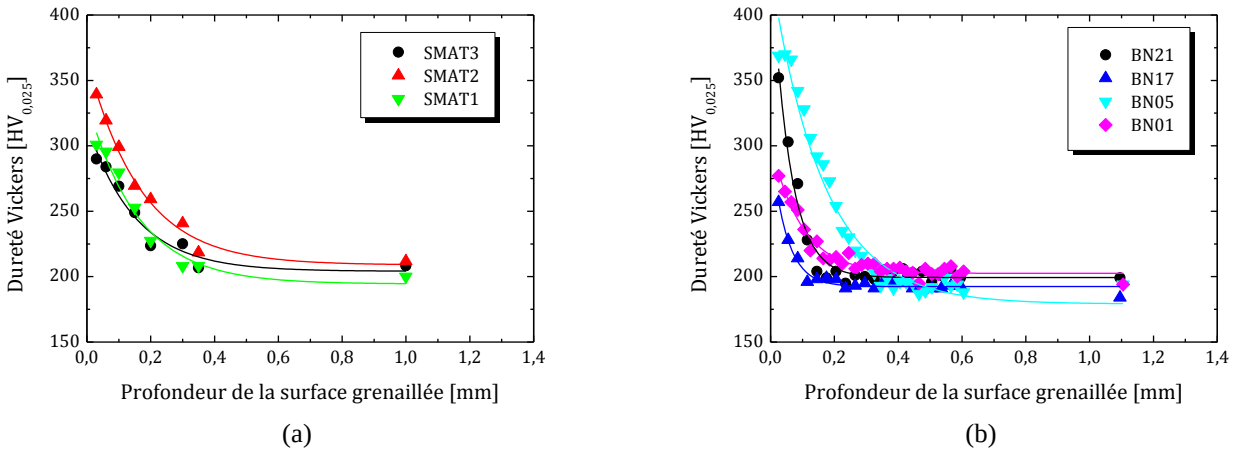
Plan de diffraction [hkl]	111	200	220	311	222
Profondeur de pénétration des rayons X estimée [µm]	5	6	8	9	10
SMAT 1	0,9	1	0,6	0,6	0,4
SMAT 2	0,9	1,4	1	1	0,7
SMAT 3	0,4	0,8	0,6	0,5	0,4
BN01 – 100% – 1 J	0,6	1,3	1	0,9	0,3
BN05 – 3000% – 32 J	0,8	1,4	1,1	1	0,5
BN09 – 100% – 1 J	0,6	1,1	0,7	0,6	0,2
BN13 – 3000% – 25 J	0,9	1,7	0,5	1	0,7
BN17 – 100% – 0,5 J	0,5	0,8	0,3	0,5	0,4
BN21 – 3000% – 12 J	0,8	1,3	0,3	0,9	0,6

Une étude de l'état des contraintes par la méthode du $\sin^2(\psi)$ a été réalisée sur des échantillons grenaillés dans les mêmes conditions que celles utilisées pour l'alliage 718 (partie III.3.2.2.2 page 95). L'échantillon grenaillé à 100% en condition BN20 révèle un état de contraintes biaxiales de compression ($\sigma_{11} = \sigma_{22}$ et $\sigma_{33} = 0$) avec une valeur d'environ 350 MPa. Lorsque le taux de recouvrement est porté à 3000%, la valeur de la contrainte croît à 500 MPa, soit une augmentation d'environ 40%.

III.4.3 Analyse en sous couche

Ensuite, nous nous sommes intéressés à la microstructure sous la surface grenaillée. Pour cela, nous avons réalisé des coupes transverses d'échantillons sur lesquelles nous avons effectué des profils de microdureté Vickers ($HV_{0,025}$) pour différentes conditions de grenaillage.

D'après les profils de la figure 130, une augmentation de la dureté en surface est observée après les traitements de grenaillage, signe d'une modification de la structure du matériau. Nous pouvons en déduire que les traitements SMAT1 et SMAT3 ont durci la matière dans les mêmes proportions : les duretés sont sensiblement identiques en surface et les profils se superposent parfaitement. La profondeur affectée par ces traitements (SMAT1 et SMAT3) est d'environ 300 µm en dessous de la surface.



(a) (b)

Figure 130 : Profils de microdureté Vickers à 25g sur les échantillons grenaillés par PHK dans les conditions de SMAT 1, SMAT2 et SMAT3 (a) et par SONATS dans les conditions BN01 BN05 et BN17 BN21.

Dans le cas de la condition SMAT2, le même phénomène est observé. Mais il est plus accentué. La profondeur affectée par le traitement SMAT2 est légèrement plus importante : elle est estimée à environ 350 µm en dessous de la surface. Dans le cas des échantillons grenaillés par SONATS, la profondeur affectée est moins importante. Ceci résulte d'une amplitude de vibration de la sonotrode probablement moins importante que pour les traitements PHK. La dureté superficielle évolue avec le taux de recouvrement : plus il augmente, plus elle croît quelle que soit la condition de grenaillage. Par contre, la profondeur affectée par le grenaillage n'évolue pas ou peu avec le taux de recouvrement. Pour des billes de plus petit diamètre (Ø 1 mm) la profondeur affectée est moins importante que lors de l'utilisation de billes de diamètre plus grand (Ø 2 mm).

Les coupes sens transverse, observées au microscope électronique à balayage comme celle présentée sur la figure 131, mettent en évidence les mécanismes de déformation du matériau. L'apparition de bandes de glissement dans les grains est observée produisant une augmentation de la résistance à l'enfoncement. Tous les mécanismes observés sont le signe d'une déformation plastique. Le matériau est écroui.

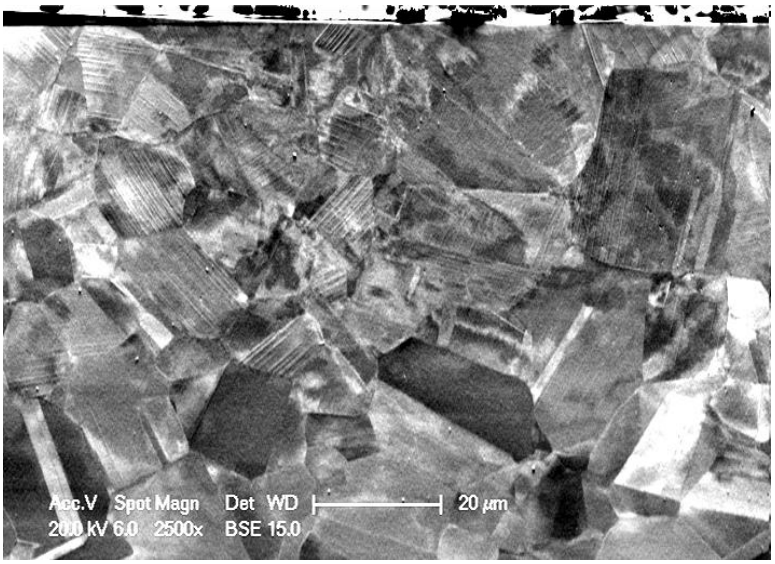


Figure 131 : Micrographie électronique de l'échantillon grenaillé en condition BN13 par SONATS (polissage OPS).

La diffraction des rayons X de la surface donne une information sur les 10 µm au-dessous de la surface grenaillée. Pour observer ce qui se passe à des profondeurs plus importantes un polissage mécanique de la surface a été réalisé pour enlever une couche dont l'épaisseur est de 10 µm ou plus. Les diffractogrammes obtenus sont tracés sur la figure 132. Dans le cas du grenaillage en condition BN09 (30 µm – Ø 2 mm Zirshot – 100% - 1 J, figure 132-a), les différents diffractogrammes avant et après polissage ne révèlent pas de changements significatifs alors que dans le cas du grenaillage en condition BN15 (30 µm – Ø 2 mm Zirshot – 3000% - 25 J, figure 132-b), les intensités des pics de diffraction évoluent. Le rapport d'intensité des pics de diffraction des plans (200), (220) et (311) augmente et se rapproche de ceux obtenu sur le standard de fer CFC (tableau 27). Le grenaillage a tendance à supprimer la texture initiale des échantillons.

Tableau 39 : Étude de la texture des échantillons avant et après grenaillage (conditions BN10 et BN13. Répartition de l'intensité en pourcentage mesurée par rapport au pic le plus intense (111).

Plan de diffraction [hkl]		111	200	220	311	222
Standard cfc Fe		100%	43%	18%	17%	5%
No SMAT		100%	19%	8%	8%	5%
BN10	100% - 1 J	100%	16%	6%	6%	5%
BN10 enlèvement de ~ 15 µm		100%	**21%**	7%	7%	4%
BN13	3000% - 25 J	100%	20%	5%	7%	4%
BN13 enlèvement de ~ 20 µm		100%	**31%**	**21%**	**13%**	5%

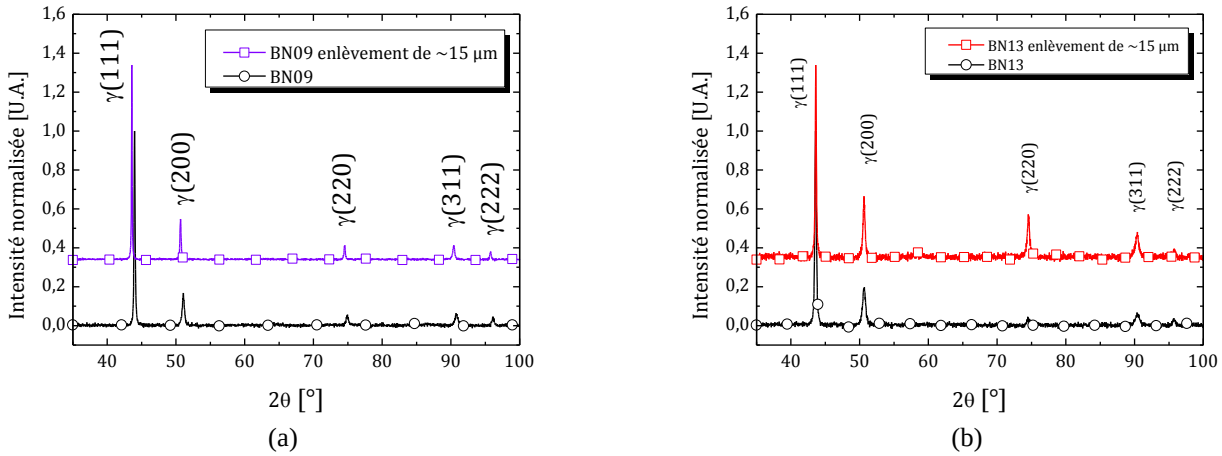
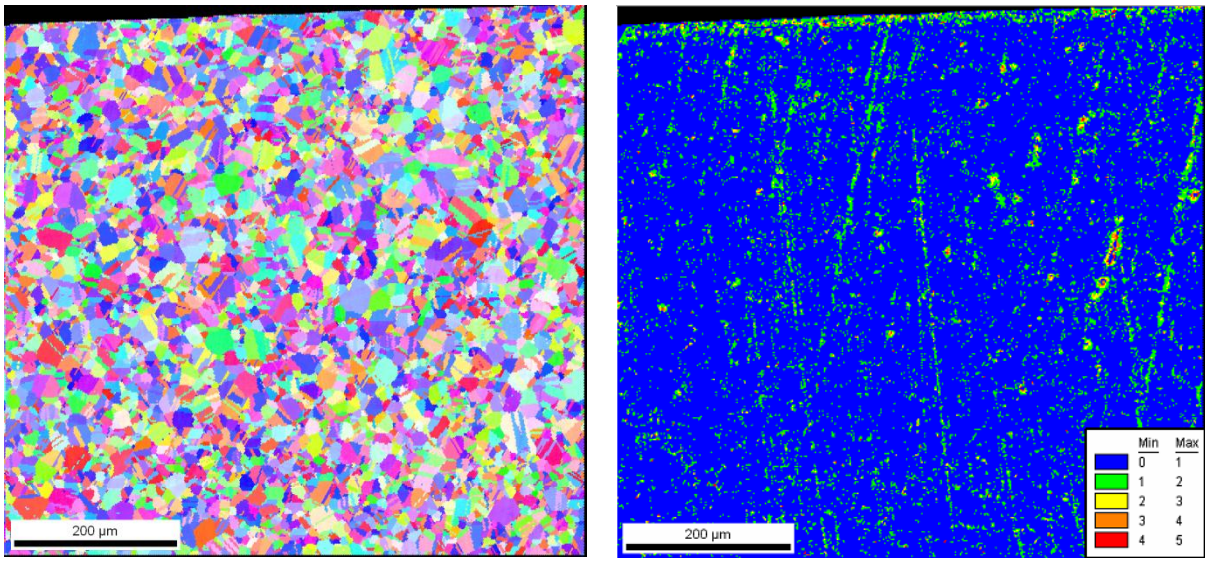


Figure 132 : Diffractogrammes de rayons X des échantillons grenaillés en conditions BN10 et BN15, polis mécaniquement pour l'étude de la microstructure en sous couche de la zone déformée plastiquement.

III.4.4 Étude des mécanismes de déformation

Comme précédemment, une étude en coupe sens travers d'échantillons de référence et grenaillé par EBSD a été réalisée. Les cartographies d'orientations et de désorientations de l'échantillon de référence sont présentées sur la figure 133 et celles de l'échantillon grenaillé par PHK en condition SMAT2 sont présentées sur la figure 134. L'échantillon de référence ne présente pas de signe particulier de déformation plastique. Alors que sur la cartographie de désorientation de l'échantillon grenaillé en condition SMAT2 (figure 134), les deux zones (zones 2 et 3) observées précédemment sur l'alliage 718 sont visibles. La zone 2, qui représente la déformation induite par le grenaillage, est illustrée par une forte désorientation (figure 134-b) et par un gradient de couleur à l'intérieur des grains (figure 134-a).

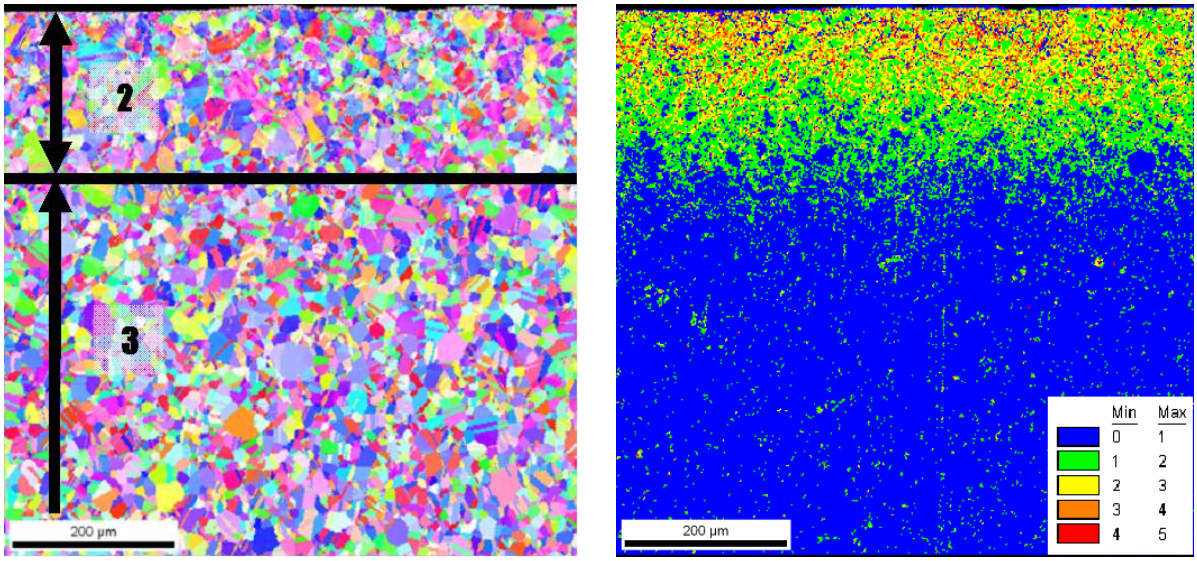


Référence polie miroir

(a) Cartographie d'orientations suivant ND

(b) Cartographie de désorientations entre les proches voisins

Figure 133 : Cartographies d'orientations (a) et de désorientations entre voisins (b) à faible grandissement suivant ND pour un échantillon poli miroir en surface.



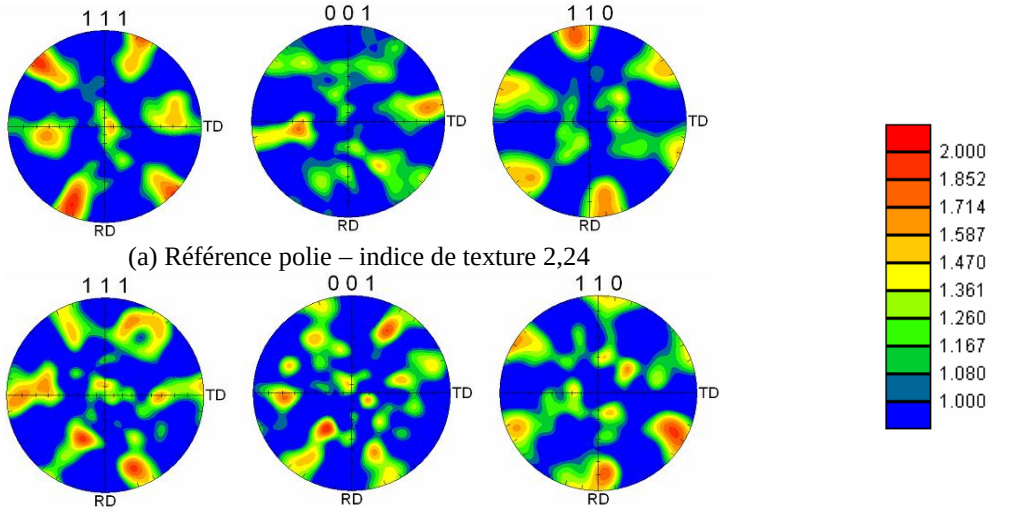
SMAT 2 — Ø 2 mm

(a) Cartographie d'orientations suivant ND

(b) Cartographie de désorientations entre les proches voisins

Figure 134 : Cartographies d'orientations (a) et de désorientations entre voisins (b) à faible grandissement suivant ND pour un échantillon grenaillé par PHK en condition SMAT2.

Afin de mettre en évidence la formation d'une texture de déformation sur les échantillons après grenaillage, une étude de la texture a été réalisée. Le résultat des calculs est présenté sur la figure 135. Les figures de pôles des familles de plans (111), (001) et (110) dévoilent une légère texture sur l'échantillon de référence. De telles textures sont souvent observées après la mise en forme des matériaux par des procédés tels que le laminage pour l'obtention de profilés ronds. Cependant, le grenaillage de l'échantillon en condition SMAT2 semble diminuer la texture initiale ce qui peut se révéler être une propriété particulièrement intéressante.

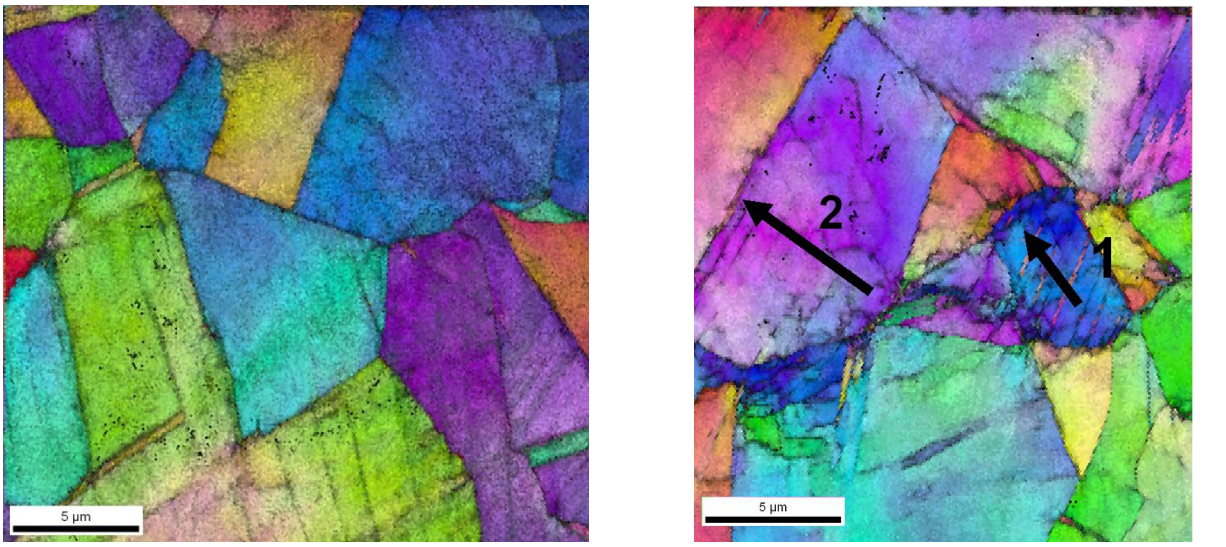


(a) Référence polie – indice de texture 2,24

(b) SMAT2– indice de texture 1,9

Figure 135 : Figures de pôles (a) de la référence polie et (b) de la zone proche de la surface grenaillée d'un échantillon traité par PHK en condition SMAT2.

Un agrandissement de la partie déformée plastiquement est illustré sur la figure 136 pour les échantillons grenaillés en condition SMAT2 (a) et BN21 (b). Pour le cas de la condition SMAT2, l'échantillon montre des signes de déformation plastique, mis en évidence pas les lignes noires qui apparaissent grâce au contraste fourni par l'image de décalage de fit. Cependant, l'échantillon ne présente pas de stade avancé de déformation plastique.

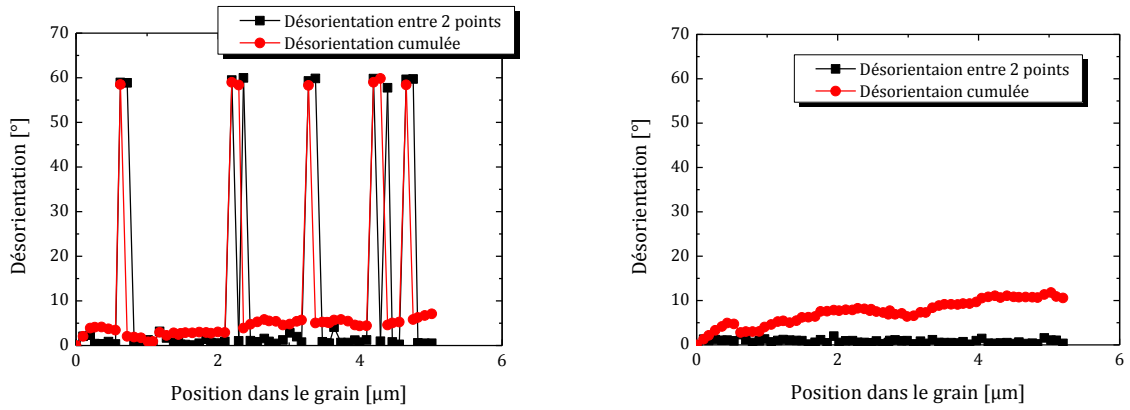


(a) SMAT 2 (b) BN21 – 30 µm – 100C6 Ø 1 mm –3000% – 12 J

Figure 136 : Images composées de la cartographie d'orientations et de l'image de décalage de fit à fort grandissement de la zone proche de la surface des échantillons grenaillés par PHK en condition (a) SMAT2 et par SONATS en condition (b) BN21.

Dans le cas de l'échantillon grenaillé dans la condition BN21 (figure 136 (b)), les signes de la déformation sont plus marqués. Pour mettre en évidence cette évolution de la déformation, la désorientation suivant les grains 1 et 2 a été reportée sur la figure 137-a et b respectivement. Contrairement à ce qui a été observé précédemment dans le cas de l'alliage 718 pour des énergies importantes, la déformation mise en évidence par la rotation du grain est beaucoup moins importante : elle est généralement inférieure à 20° de désorientation sur

tout le grain (figure 137-b). La désorientation le long du grain 1 (figure 137-a) révèle de la déformation plastique par maclage mécanique.



(a) Grain 1 (b) Grain 2

Figure 137 : Évolution de la désorientation le long des flèches positionnées sur la cartographie d'orientations de la figure 136 (b) de l'échantillon grenaillé en condition BN21 (30 µm – 100C6 Ø 1 mm –3000% – 12 J). Représentation de la désorientation entre pixels dans le grain 1 (a) et dans le grain 2 (b).

III.4.5 Résumé

Dans cette seconde partie, une rapide présentation des résultats obtenus sur l'acier inoxydable AISI 316L est réalisée. Le grenaillage induit une déformation plastique du 316L qui se traduit par l'apparition d'une rugosité de surface après le traitement.

D'un point de vue structural, la comparaison des diffractogrammes de diffraction des rayons X avant et après le traitement de la surface montre un décalage des pics vers les petits angles (signe de contraintes internes), un élargissement de la largeur à mi-hauteur (augmentation du nombre de défauts) et des intensités relatives qui évoluent (signe d'une modification de la texture cristallographique). Les contraintes résiduelles sont des contraintes de compressions biaxiales qui sont estimées sur la profondeur analysée à -350MPa (condition de grenaillage BN20). La taille des défauts quantifiés par l'équation de Scherrer en terme de cristallites qui diffractent varie entre 20 nm (condition de grenaillage BN05) et 88 nm (condition de grenaillage BN17) et les microdéformations varient entre 0,2% (condition de grenaillage BN09) et 1,7% (condition de grenaillage BN13).

La déformation plastique en sous-couche (observée après polissage) révèle une évolution de l'intensité relative des pics de diffraction qui semble traduire une suppression de la texture initiale des échantillons. Les analyses de texture par EBSD confirment ces observations.

Les mécanismes de plastification, observés par EBSD et par microscopies, résultent de glissements et de maclages mécaniques.

III.5 Comparaison entre 718 et 316L

Dans des conditions similaires de grenaillage, les résultats obtenus sur l'alliage 718 ne sont pas identiques à ceux obtenus sur l'acier inoxydable AISI 316L. Une étude des différents paramètres analysés révèle les principales différences. Nous avons choisi de comparer la condition de grenaillage BN13 pour l'acier inoxydable et la condition 43 pour l'alliage 718 (tableau 40).

Tableau 40 : Paramètres de grenaillage BN13 (acier inoxydable 316L) et 43 (alliage 718) réalisés sous atmosphère argon et dans une enceinte en acier de type Z160CDV12 à une fréquence de vibration de 20 kHz.

	Billes			Conditions grenaillage			
Conditions	**Nature**	**Diamètre**	**Masse**	**Distance pièce sonotrode**	**Amplitude**	**Durée**	**Taux de recouvrement**
		mm	**g**	**mm**	**µm c/c**	**min**	**%**
BN13	Zirshot	1,8-2,0	11,70	30	30	20	3000
43	Zirshot	1,8-2,0	11,74	30	30	30	3000

Les paramètres opératoires (amplitude, fréquence de vibration, distance sonotrode échantillon, diamètres, natures et masse des billes) sont identiques. Nous avons opté pour le même taux de recouvrement de 3000% qui ne signifie pas dans ce cas un temps de traitement identique. Pour l'acier inoxydable, qui est beaucoup plus ductile que l'alliage 718, la taille des impacts des billes pour une même énergie incidente est plus grande : ce qui signifie que pour recouvrir une surface identique, il est nécessaire de grenailler moins longtemps. À titre d'exemple, il faut 20 min pour obtenir un taux de recouvrement de 3000% sur l'acier inoxydable alors que, dans les mêmes conditions de grenaillage, 30 min sont nécessaires pour l'alliage 718. Cette première différence de ductilité entre les deux matériaux se traduit par la rugosité de surface : elle est plus importante sur le 316L (Rt = 3,75 µm et RSm = 224 µm) que sur le 718 (Rt = 3,27 µm et RSm = 187 µm). La déformation plastique en surface est plus importante dans le 316L que dans le 718.

La comparaison entre les différents diffractogrammes des rayons X montre que dans des conditions identiques, le décalage des pics du substrat après le grenaillage est plus important pour les échantillons en alliage 718 que pour ceux en 316L. Une déformation perpendiculaire à la surface de 0,33% est mesurée sur le 718 tandis qu'une déformation de seulement 0,16% est mesurée sur le 316L. Cette déformation est le signe de contraintes de compression plus importantes dans le 718. Les différents paramètres calculés à partir des largeurs à mi-hauteur des pics de diffraction montrent également une énergie stockée sous forme de défauts plus importante dans l'alliage 718 que dans le 316L. Ceci est vrai sur les dix premiers micromètres de la surface.

Les profils de microdureté Vickers réalisés sur les échantillons (figure 138) permettent de déterminer la profondeur affectée par la déformation plastique induite par le grenaillage : elle est d'environ 500 µm pour le 316L et de 200 µm pour le 718. L'énergie apportée par les billes n'est pas absorbée par le même volume. Autre conséquence de ce phénomène, la dureté en surface est augmentée de 60% sur l'alliage 718 (300 → 500 $HV_{0,025}$) et de 75% sur le 316L (200 → 350 $HV_{0,025}$).

L'analyse de la cristallographique locale par la technique d'EBSD montre également que la désorientation dans les échantillons en 316L est moins importante que dans l'alliage 718. Le gradient de déformation est plus faible sur le 316L que sur le 718 car l'énergie est dissipée respectivement sur 500 µm et sur 200 µm.

Cependant, la diffraction des rayons X et les analyses EBSD confirment la présence d'une texture de déformation sur l'alliage 718 grenaillé. Par contre, dans des conditions similaires de grenaillage, cette texture n'est pas observée sur le 316L. La texture mise en évidence et une texture de fibre <011> parallèle à la surface grenaillée.

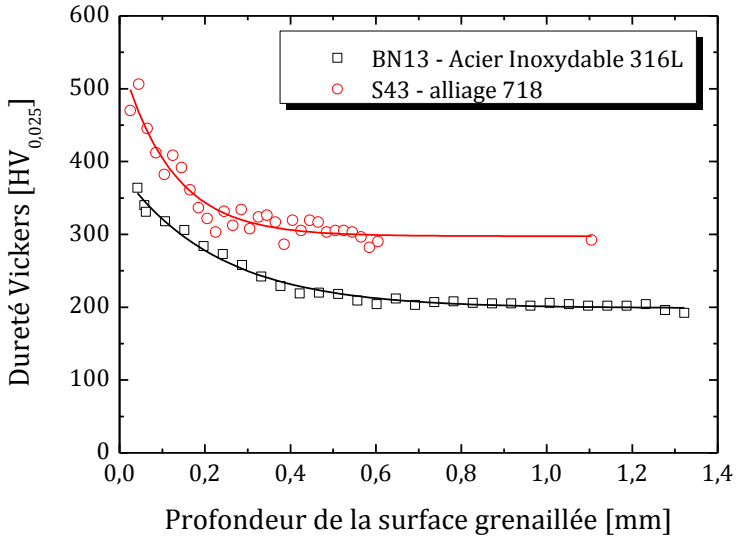


Figure 138 : Profils de microdureté Vickers à 25 g sur les échantillons grenaillés en condition BN13 pour l'acier inoxydable 316L et en conditions 43 pour l'alliage 718.

III.6 Observations par microscopie électronique en transmission

Dans toutes les publications sur la technique de SMAT, une des principales caractéristiques est la nanostructuration de surface ; la création en surface d'une couche de nanograins équiaxes orientés aléatoirement sur une profondeur de quelques dizaines de micromètres. Or jusqu'à présent avec les techniques de caractérisations utilisées, nous n'avons pas mis en évidence explicitement la formation d'une telle couche en surface. Récemment, nous avons réalisé des prélèvements de lames minces par FIB (partie II.4.11 page 77) pour vérifier la présence ou non de cette couche nanostructurée.

Dans un premier temps, nous avons cherché à observer ce qui se passe sur le matériau lorsque celui-ci est grenaillé. C'est pourquoi, 4 lames minces ont été réalisées sur un échantillon en alliage 718 grenaillé en condition R11 (50 µm – Zirshot Ø 2 mm – 10000 % – 240 J) :

- une lame mince (lame 4) de 175 µm à 200 µm de la surface impactée,
- une lame mince (lame 3) de 75 µm à 100 µm de la surface impactée,
- une lame mince (lame 2) de 20 µm à 45 µm de la surface impactée,
- une lame mince (lame 1) de la surface impactée à 25 µm de profondeur.

Pour bien mettre en évidence les mécanismes de déformation plastique observés, les résultats sont présentés du cœur du matériau vers la surface. La première lame présentée est la lame 4 et la dernière la lame est la lame 1.

III.6.1 Lame 4 (175-200 µm)

Une micrographie électronique à balayage de la lame 4 est présentée sur la figure 139. L'observation en transmission a permis de mettre en évidence une macle thermique visible sur les fonds clairs de la figure 140. Cette macle thermique mesure environ 2 µm de large. Un agrandissement du joint de grain entre la macle et le grain voisin montre une légère variation de direction caractéristique des macles thermiques. La lame 4 montre une forte densité de dislocations due au grenaillage. Ces dislocations se regroupent sur les plans denses (111) comme le montre la figure 141. Généralement, lorsque la déformation devient importante, les

dislocations mobiles s'arrangent sur les plans denses ou plans de glissement de la structure CFC.

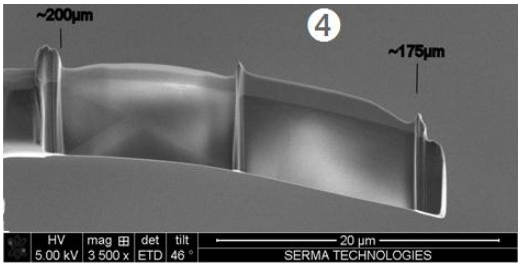


Figure 139 : Micrographie électronique à balayage de la lame 4 : 175-200 µm de la surface impactée.

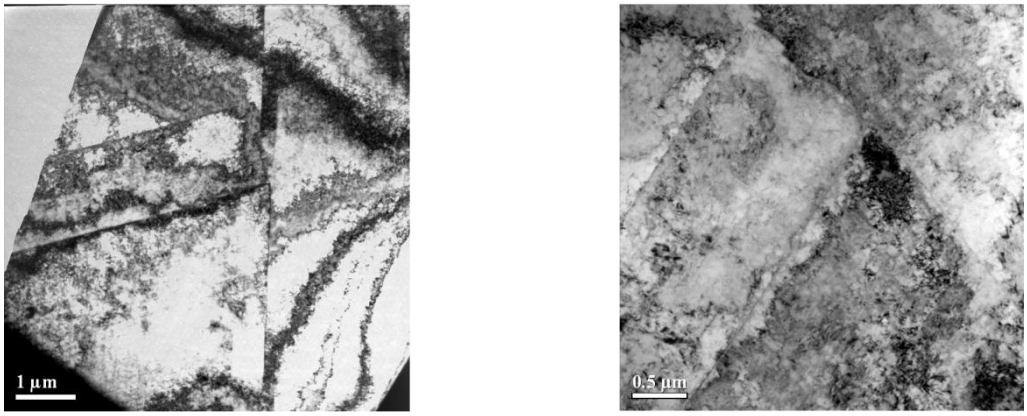


Figure 140 : Micrographies électroniques en transmission en fond clair d'une macle thermique.

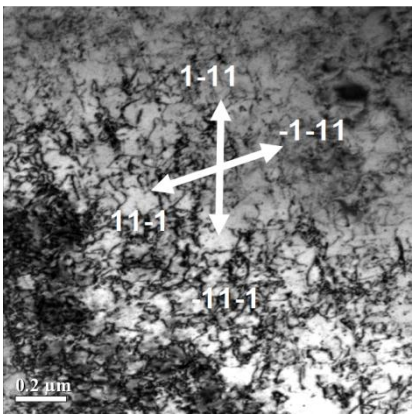
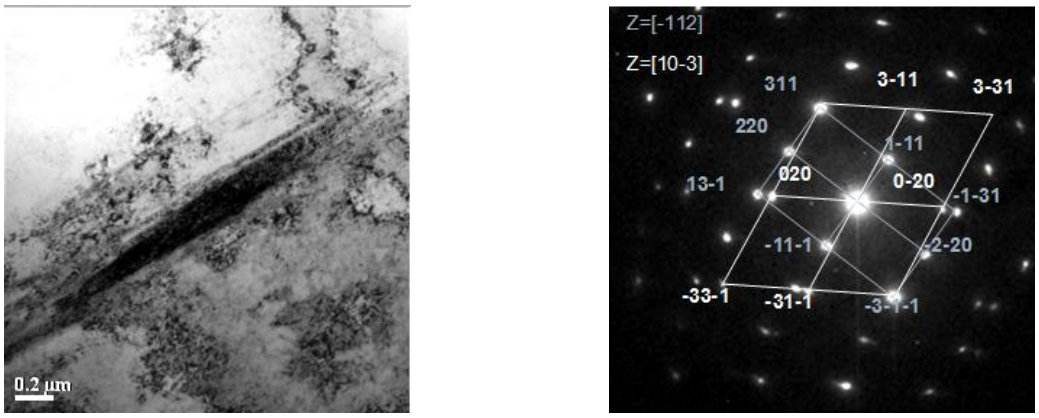


Figure 141 : Micrographie électronique en transmission en fond clair de l'arrangement des dislocations suivant les plans denses.

III.6.2 Lame 3 (75 – 100 µm)

L'observation de la lame 3 révèle la présence, à environ 75 µm de la surface impactée, de micro-macles mécaniques mis en évidence sur les micrographies électroniques de la figure 142 et la figure 143. Les macles mécaniques forment une structure lamellaire où s'alternent macle et matrice. Dans ce cas, nous n'avons observé qu'un seul système de maclage. Les micro-macles mécaniques sont beaucoup plus petites contrairement aux macles thermiques observées précédemment.



Fond clair Cliché de diffraction des électrons

Figure 142 : Micrographie électronique en transmission en fond clair (a) et cliché de diffraction des électrons indexé de macles mécaniques.

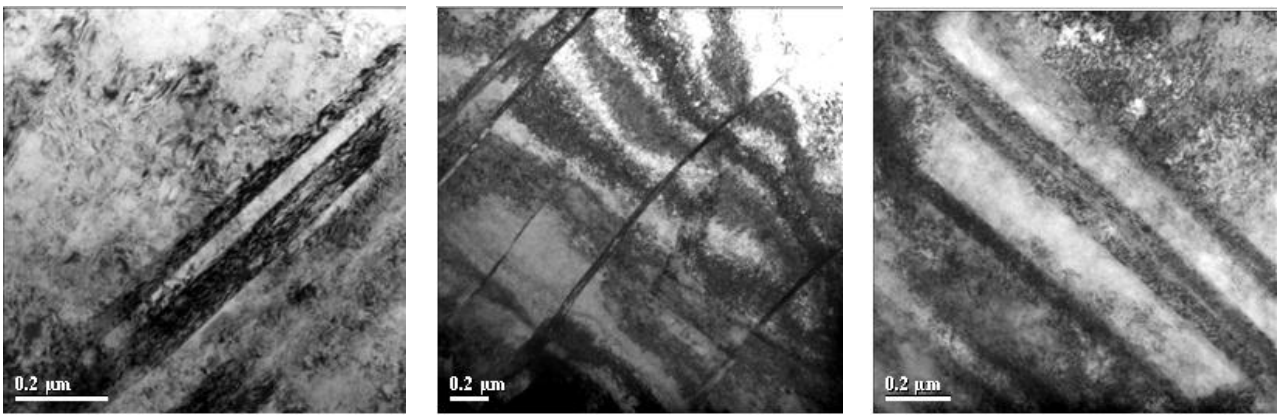
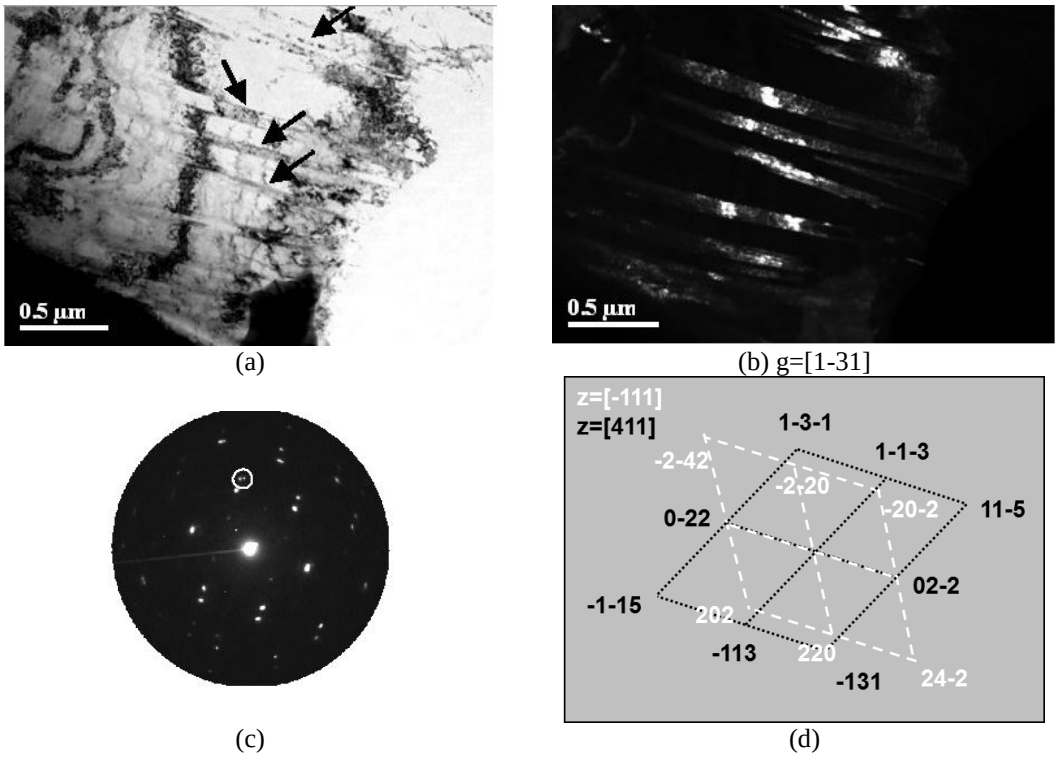


Figure 143 : Micrographies électroniques en transmission en fond clair de macles mécaniques.

III.6.3 Lame 2 (25 – 50 µm)

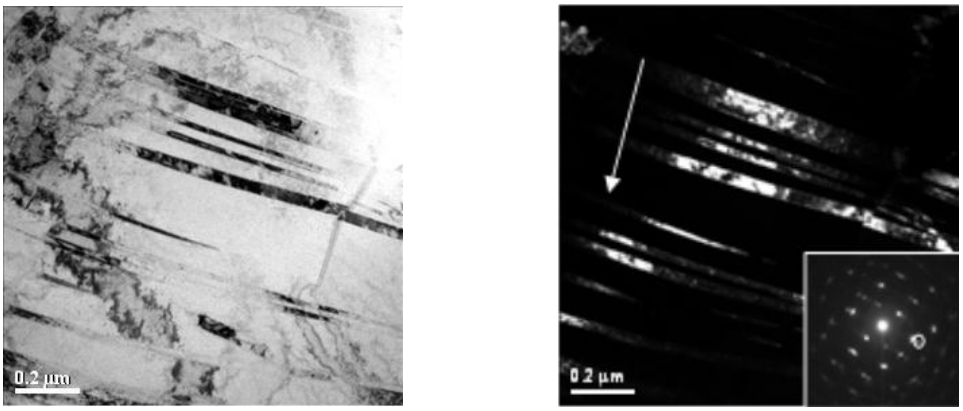
À cette profondeur de la surface, une forte densité de micro-macles mécaniques est mise en évidence sur les différents fonds noirs réalisés (figure 144 (b) et figure 145 (b)). Les micro macles mécaniques sont également visibles sur les micrographies en fond clair (figure 144 (a) et figure 145 (a)).



(a) (b) g=[1-31]

(c) (d)

Figure 144 : Micrographies électroniques en transmission et clichés de diffraction des électrons d'une zone située à ~30µm de la surface grenaillée sur l'échantillon en alliage 718. (a) micrographie en fond clair, (b) micrographie de la même zone en fond noir, (c) cliché de diffraction électronique en aire sélectionnée avec le faisceau diffracté sélectionnée pour faire le fond noir obtenu en (b) et (d) indexation du cliché de diffraction électronique.



(a) (b)

Figure 145 : Micrographies électroniques en transmission et cliché de diffraction des électrons. (a) micrographie en fond clair, (b) micrographie de la même zone en fond noir.

III.6.4 Lame 1 (0-25 µm)

Au niveau de la surface, les micrographies électroniques en transmission de la figure 146 montrent que, sur l'échantillon en alliage 718 grenaillé en condition R11, une couche de nanostructure mesurant environ 200 nm (figure 146 (b) et (c)). En dessous de cette couche, une zone fortement déformée d'une épaisseur de 1 à 2 µm est présente. La figure 146 (a) représente l'ensemble de la lame 1 depuis la surface jusque 25 µm. Un examen de la micrographie montre qu'en dessous de la surface, plusieurs systèmes de maclage ont été activés par les impacts répétés des billes à la surface de l'échantillon. Pour mettre en évidence les systèmes de maclage, plusieurs fonds noirs à différentes profondeurs ont été réalisés

(figure 147 et figure 148). Ainsi, deux systèmes sont activés à environ 5 µm (figure 147) et trois systèmes de maclages sont observés à 3 µm de la surface (figure 148). L'activation de plusieurs systèmes de maclage crée une microstructure en treillis qui permet d'affiner les grains : les grains se subdivisent en plusieurs sous-grains.

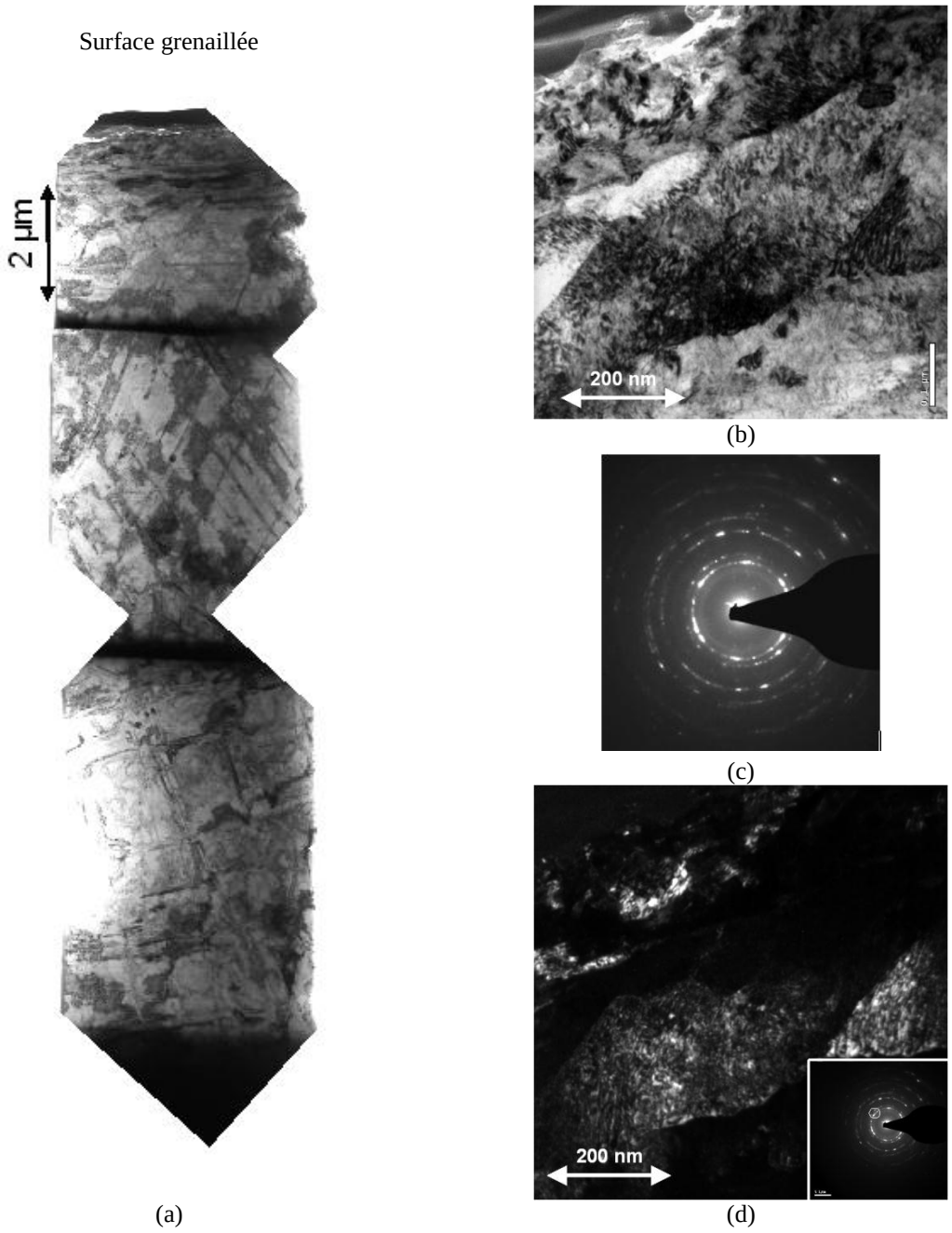
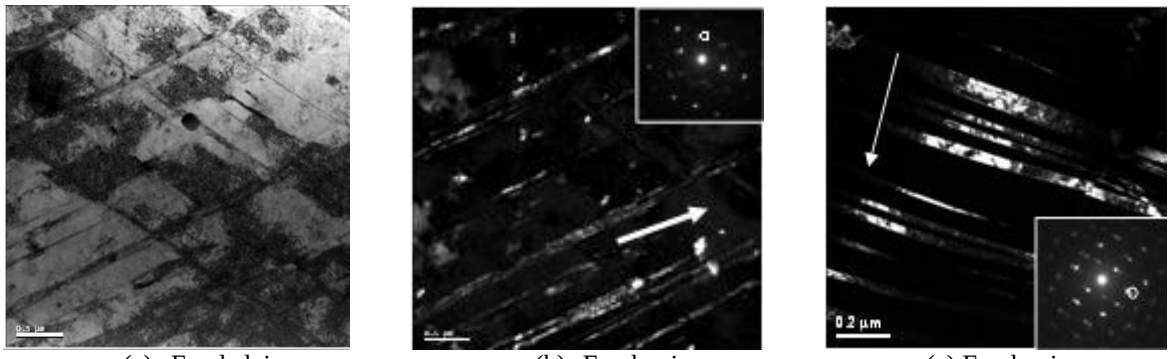
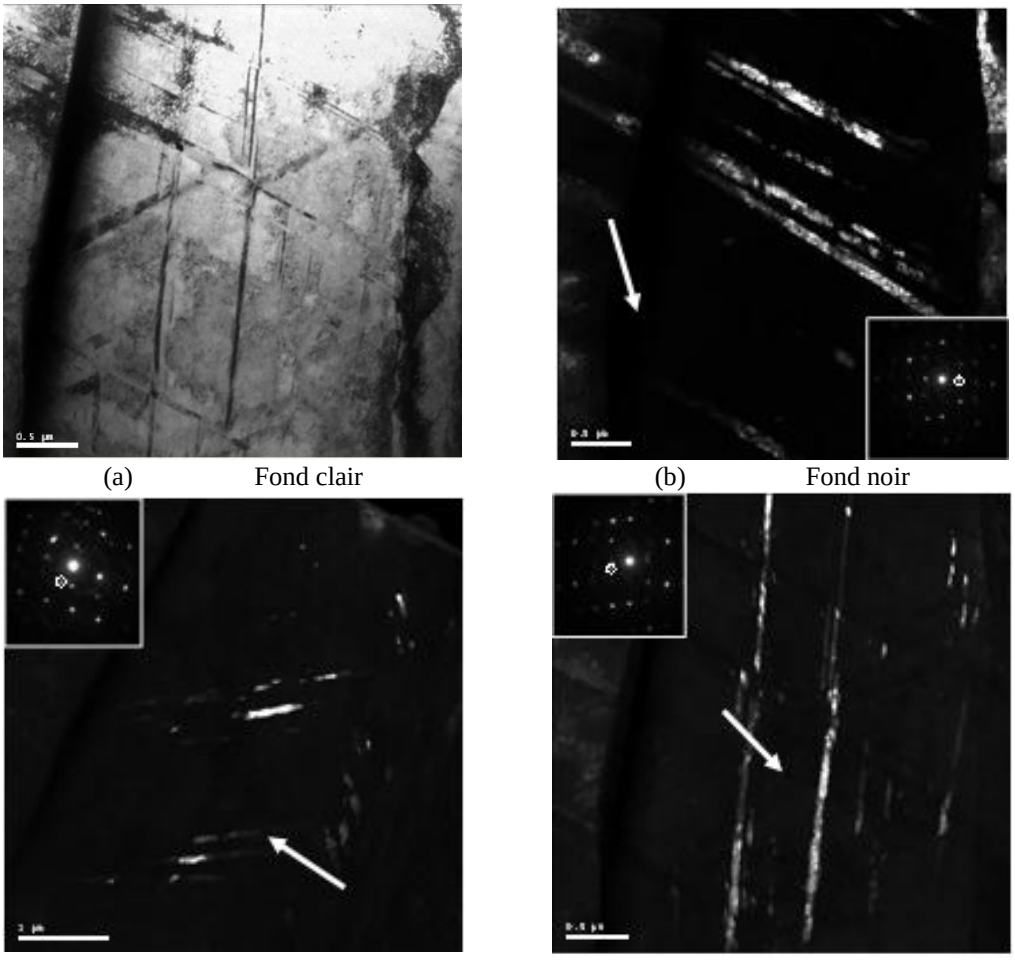


Figure 146 : (a) Micrographies électroniques en transmission d'une lame mince extraite par FIB en coupe sens transverse entre 0 et 25 µm de la surface impactée. (b) Agrandissement de la zone juste au-dessous de la surface impactée en fond clair et (c) son diagramme de diffraction des électrons en air sélectionnée associé. (d) Fond noir de la zone proche de la surface.



(a) Fond clair (b) Fond noir (c) Fond noir

Figure 147 : Micrographies électroniques en transmission et clichés de diffraction des électrons. (a) micrographie en fond clair, (b) micrographie et cliché de diffraction de la même zone en fond noir (c) micrographie et cliché de diffraction de la même zone en fond noir.



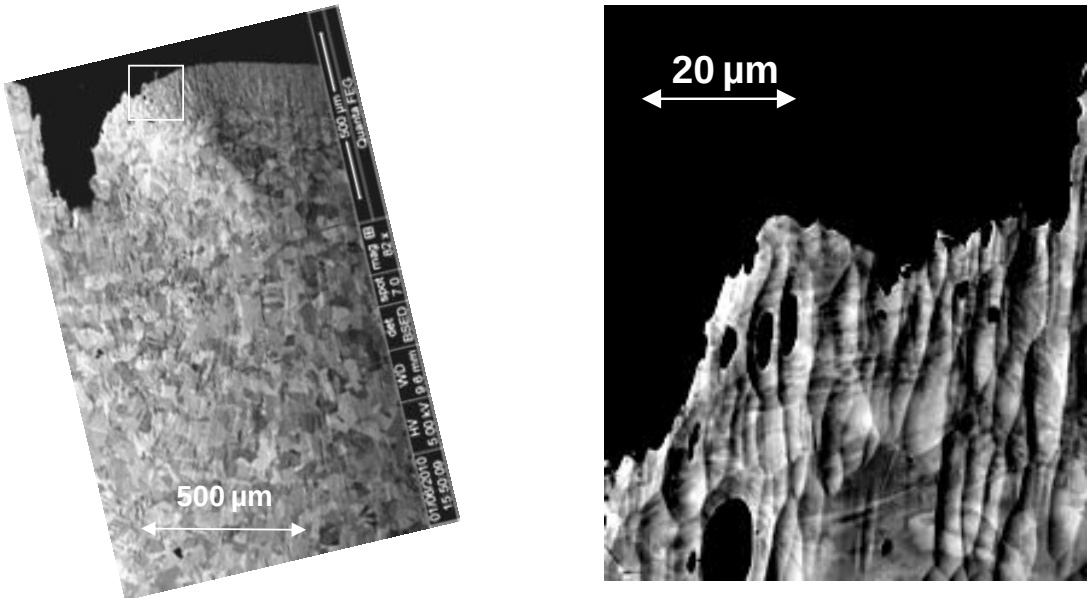
(a) Fond clair (b) Fond noir

(c) Fond noir (d) Fond noir

Figure 148 : Micrographies électroniques en transmission et clichés de diffraction des électrons. (a) micrographie en fond clair, (b) micrographie et cliché de diffraction de la même zone en fond noir (c) micrographie et cliché de diffraction de la même zone en fond noir, (d) micrographie et cliché de diffraction de la même zone en fond noir.

III.6.5 Résumé

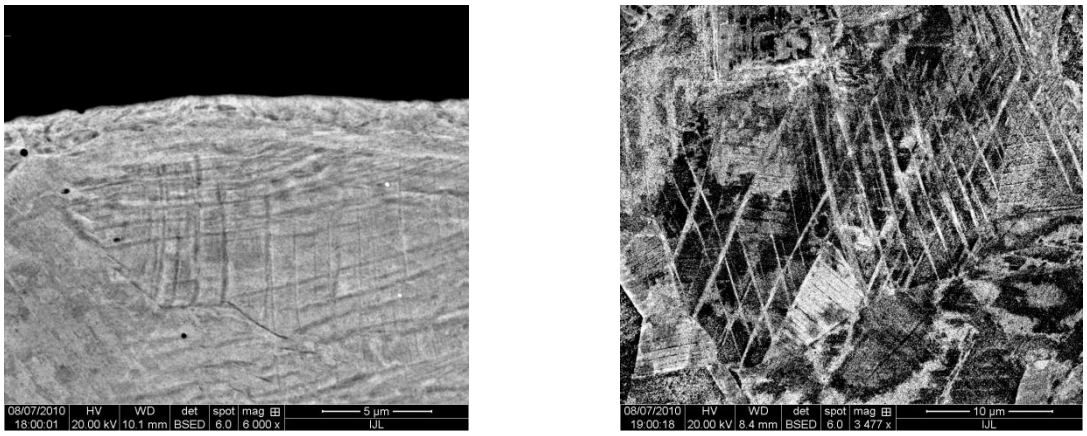
L'observation par microscopie électronique à transmission de la zone de déformation plastique créée lors du grenaillage a permis d'étudier dans le détail les mécanismes qui s'y produisent. Ainsi, l'alliage 718 se déforme par maclage mécanique. À mesure que l'on s'approche de la surface impactée, la densité de macles mécaniques augmente. En surface, la présence d'une couche nanostructurée de quelques micromètres d'épaisseur montre que l'alliage 718 semble être plus difficile à nanostructurer que l'acier inoxydable ou d'autres matériaux. Pour confirmer les résultats observés précédemment, une étude sur l'échantillon grenaillé en condition R12 a également été effectuée. Nous avons choisi de réaliser cette lame mince à l'aide d'une autre technique, pour être sûre que le FIB ne modifie pas la matière observée. Pour ce faire, nous avons préparé la lame mince par PIPS (Precision Ion Polishing System). Une micrographie à balayage de la lame est présentée sur la figure 149. Un inconvénient de cette technique est l'impossibilité de déterminer avec précision à quelle profondeur de la surface sont réalisées les observations. Il est également impossible d'observer la couche nanostructurée, faute de zone mince à la surface. Néanmoins, les conclusions de l'étude révèlent un comportement identique : arrangement des dislocations et activation de systèmes de maclages. Dans ce cas, les micro-macles mécaniques sont présentes sur une plus grande profondeur.



(a) (b)

Figure 149 : Micrographies électroniques à balayage d'un échantillon en alliage 718 grenaillé en condition R12 après la finition par PIPS (a) vue globale des zones amincies (b) agrandissement de la zone d'observation qui se situe dans la couche déformée plastiquement.

Connaissant les mécanismes de déformation de l'alliage 718 après grenaillage, il devient évident d'essayer de les identifier sur des coupes sens transverse. La réalisation d'un agrandissement de la zone impactée sur les échantillons grenaillés permet particulièrement bien de mettre en évidence les systèmes de maclage activés, comme le montre les micrographies électroniques à balayage de la figure 150 et figure 151. Une micrographie d'ensemble (figure 151 et figure 152) permet de mettre en évidence la décroissance du nombre de systèmes de maclage activés avant d'arriver dans une zone déformée puis dans la matrice : les trois zones mises en évidence par EBSD se retrouvent sur ces micrographies.



(a) R11 – 50 µm – 10 000% (b) BN14 – 30 µm– 3 000%

Figure 150 : Micrographies électroniques à balayage d'un échantillon en alliage 718 grenaillé en condition R11 (a) et en AISI 316L grenaillé en condition BN14 (b). Sur ces micrographies, la présence de macles mécaniques est mise en évidence par une attaque électrochimique.

Par contre, la résolution de l'EBSD (pas > 100 nm) n'était pas suffisante pour bien mettre en évidence le maclage mécanique (les macles étant trop fines). Un agrandissement sur l'échantillon grenaillé en condition R11 (figure 150-a) met en évidence une couche de microstructure différente qui pourrait correspondre à la couche nanostructurée. Si tel était le cas, l'analyse au MEB révèle que cette couche nanostructurée n'est pas homogène sur l'échantillon grenaillé. Dans cet exemple, elle mesure au maximum 1 µm et pourrait correspondre à ce qui est observé par MET.

Il ne faut pas oublier qu'en enlevant de la matière sur une pièce possédant des contraintes résiduelles, l'équilibre de ces contraintes est rompu : cet équilibre se rétablit au prix d'une nouvelle répartition des contraintes qui engendre des nouvelles déformations. Ce phénomène est particulièrement présent lors de la réalisation des lames minces : nous n'observons qu'une partie de la réalité.

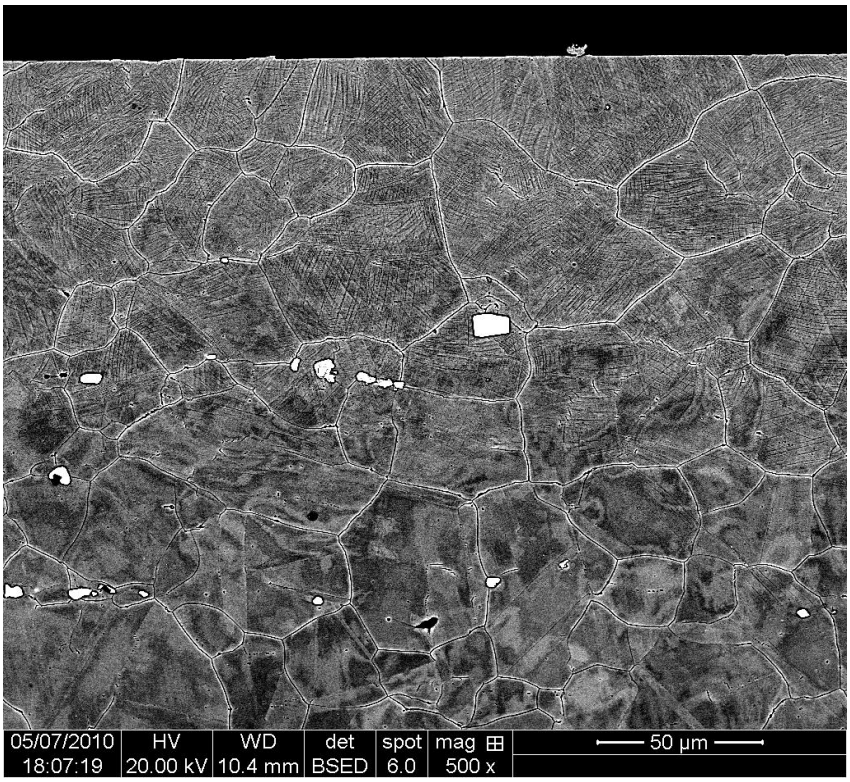


Figure 151 : Micrographie électronique à balayage d'un échantillon en alliage 718 grenaillé en condition R15. Sur cette photo la présence des macles mécaniques est mise en évidence par une attaque électrochimique.



Figure 152 : Micrographie électronique à balayage d'un échantillon en AISI 316LM grenaillé en condition BN14. Sur cette photo la présence des macles mécaniques est mise en évidence par une attaque électrochimique.

III.7 Discussion

Nous avons traité deux types de matériau avec des propriétés mécaniques différentes. C'est pourquoi les observations révèlent des comportements distincts. Les mécanismes de déformations microstructurales ne sont pas totalement identiques comme l'étude bibliographique du chapitre I nous l'a montré. D'une façon générale, les mêmes constats sont retrouvés : augmentation de la dureté, déformation plastique induite par grenaillage, évolution structurale (élargissement des pics de diffractions et dans certain cas transformation de phase), mise en contrainte biaxiale de compression de la surface…

Dans cette partie, nous avons fait un résumé des différents résultats et une discussion sur leurs origines possibles.

III.7.1 Rugosité de la surface grenaillée

La rugosité permet d'avoir une petite idée sur l'apport du grenaillage à la surface car elle reflète de la quantité d'énergie emmagasinée par le matériau révélant ainsi les paramètres de grenaillage utilisés.

L'augmentation du temps de traitement permet d'homogénéiser la surface qui tend vers une rugosité limite. Des auteurs ont remarqué le même phénomène lors de l'étude de la surface des échantillons après un traitement par le procédé de SNH [51,53,54]. Cette rugosité limite, qui est fonction des conditions de grenaillage et du matériau étudié, traduit l'écrouissage du matériau. Au fur et à mesure des impacts, le matériau est écroui et il devient de plus en plus dur. Si l'énergie de grenaillage reste identique au cours du traitement, un équilibre est atteint et le matériau ne pourra plus être déformé plastiquement (il devient trop dur) et la rugosité n'évoluera plus. C'est pourquoi, dans la littérature certains auteurs annoncent que la rugosité finale et identique à la rugosité initiale [6,15].

III.7.2 Durcissement

Les indentations à charge croissante et les profils de microdureté révèlent une augmentation de la dureté du matériau traité pour des taux de recouvrement supérieur à 100%. Sur les profils, un maximum est obtenu au niveau de la surface libre, le minimum correspond au cœur de l'échantillon. Un aspect général, mis en évidence par les différentes mesures réalisées et recensées dans la littérature [48,53,54,59], montre un comportement monotone à mesure de l'enfoncement dans le matériau. Dans la publication de Roland [48], un échantillon d'acier inoxydable austénitique AISI 316L a été grenaillé avec une amplitude de vibration de 25 et 50 µm. Les courbes de nanoindentation sur coupes transverses à 20 mN montrent une profondeur affectée plus importante mais avec une valeur de dureté superficielle en surface identique. En revanche, la variation du temps de traitement semble ne pas influencer la profondeur affectée : des résultats de la littérature confirment qu'à partir d'un certain temps de traitement la profondeur affectée n'augmente plus [53-55].

III.7.2.4 Interpolation des profils de microduretés Vickers

Les profils de microdureté effectués sur des coupes sens transverse peuvent être interpolés avec une loi exponentielle décroissante de type :

$$H = k_1 \cdot \exp\left(-\frac{x}{k_2}\right) + H_0 , \qquad \textbf{(III-10)}$$

où H_0 est la dureté du matériau avant grenaillage ou à cœur hors de la zone affectée plastiquement, $H_0 + k_1$ représente la dureté en surface après grenaillage, k_2 est une constante liée à la profondeur affectée plastiquement par le grenaillage.

Les courbes présentées sur la figure 138 page 133 représentent le résultat des interpolations des mesures de microduretés par la fonction exponentielle décroissante de la formule (III-10). Une étude des résultats obtenus à partir des interpolations réalisées sont présentées dans le tableau 41 pour les échantillons grenaillés en AISI 316L et dans le tableau 42 pour les échantillons grenaillés en alliage 718.

Les coefficients de corrélation (R^2) obtenus confirment que la fonction de la formule (III-10) interpole bien les données expérimentales. Pour des conditions de traitement identiques, le temps de grenaillage n'influence pas significativement la profondeur affectée par la déformation plastique (constante k_2 dans les tableaux ci-dessous). Pour des diamètres de billes plus importants, la profondeur affectée est plus importante. A conditions identiques, la déformation plastique atteint des profondeurs plus importantes sur les échantillons en AISI 316L. Les valeurs de dureté à cœur (constante H_0) sont sensiblement identiques pour les deux matériaux traités : ~200 HV pour le 316L et ~260 HV pour l'alliage 718. Les valeurs de dureté superficielle ne sont plus dépendantes des conditions de grenaillage et sont comprises entre 300 et 430 HV pour le 316L et entre 450 et 670 HV pour l'alliage 718. Une valeur de 2100 HV est obtenue sur le tableau 42. Cependant, la condition R01 correspond à un échantillon grenaillé avec un taux de 100% et il est impossible d'obtenir dans ces conditions une telle valeur de dureté. Ainsi, la fonction exponentielle décroissante ne donne pas de résultats valables pour les échantillons en alliage 718 grenaillé à 100%. Ceci est dû au fait qu'il n'y a pas assez de points dans la décroissance sur le profil de microdureté. En revanche pour les échantillons en 316L, le problème n'existe pas car les points sont plus nombreux dans la décroissance pour réaliser l'interpolation.

En assimilant l'aire en dessous des courbes des profils de microdureté à une énergie emmagasinée dans le matériau, on peut montrer que la valeur des coefficients de restitution de l'échantillon est plus élevée lorsque celui-ci est en alliage 718 que lorsqu'il est en acier inoxydable 316L. Cette information est intéressante et peut changer de façon significative les cinétiques dans le nuage de billes. C'est pourquoi il faut dans le système de grenaillage considérer le matériau traité.

Tableau 41 : Paramètres obtenus en interpolant les profils de microdureté Vickers à l'aide d'une fonction exponentielle décroissante mesurés sur des échantillons en AISI 316L grenaillé. R^2 est le coefficient de corrélation, H_0 est la dureté à cœur et H_0+k_1 est la dureté en surface et k_2 est le facteur lié à la profondeur plastique.

Condition de grenaillage		R^2	Dureté à cœur H_0 [HV]	Dureté en surface H_0+k_1 [HV]	k_2 [µm]
SMAT1	?? µm – 100C6 – Ø 2 mm – 30 s – ?? J	0,97	194	334	159
SMAT2	?? µm – 100C6 – Ø 2 mm – 4 min – ?? J	0,99	209	367	166
SMAT3	?? µm – 100C6 – Ø 2 mm – 30 s – ?? J	0,91	203	303	174
BN20	30 µm – 100C6 – Ø 1 mm – 30 s – 1 J	0,96	192	301	49
BN22	30 µm – 100C6 – Ø 1 mm – 15 min – 12 J	0,97	199	446	57
BN10	30 µm – Zirshot – Ø 2 mm – 40 s – 1 J	0,97	180	431	164
BN14	30 µm – Zirshot – Ø 2 mm – 20 min – 25 J	0,98	195	413	127
BN04	30 µm – 100C6 – Ø 2 mm – 40 s – 0,5 J	0,96	202	403	96
BN08	30 µm – 100C6 – Ø 2 mm – 20 min – 32 J	0,97	179	434	164

Tableau 42 : Paramètres obtenus en interpolant les profils de microdureté Vickers à l'aide d'une fonction exponentielle décroissante mesurés sur des échantillons en alliage 718 grenaillé. R^2 est le coefficient de corrélation, H_0 est la dureté à cœur et H_0+k_1 est la dureté en surface et k_2 est le facteur lié à la profondeur plastique.

Condition de grenaillage		R^2	Dureté à cœur H_0 [HV]	Dureté en surface H_0+k_1 [HV]	k_2 [µm]
S41	30 µm – 100C6 – Ø 2 mm – 30 min – 49 J	0,96	280	524	160
S45	30 µm – Zirshot – Ø 2 mm – 30 min – 38 J	0,94	312	529	110
S48	30 µm – Zirshot – Ø 2 mm – 30 min – 38 J	0,91	286	535	120
S63	30 µm – 100C6 – Ø 1 mm – 20 min – 16 J	0,89	290	552	50
S65	30 µm – Zirshot – Ø 1 mm – 20 min – 13 J	0,93	299	558	50
B4	50 µm – 100C6 – Ø 2 mm – 15 min – 89 J	0,96	256	608	180
B5	50 µm – 100C6 – Ø 2 mm – 30 min – 178 J	0,96	268	575	200
B6	50 µm – 100C6 – Ø 2 mm – 60 min – 355 J	0,96	254	568	210
R10	30 µm – Zirshot – Ø 2 mm – 10000% – 107 J	1,00	255	512	77
R11	50 µm – Zirshot – Ø 2 mm – 10000% – 237 J	0,95	237	630	140
R12	90 µm – Zirshot – Ø 2 mm – 10000% – 480 J	0,96	217	669	228
R01	30 µm – Zirshot – Ø 2 mm – 100% – 1 J	0,92	247	2110	9
R07	30 µm – Zirshot – Ø 2 mm – 3000% – 32 J	0,99	258	451	79

III.7.3 Contraintes internes

Le traitement de grenaillage impose au matériau un cycle de chargement élasto-plastique dans une couche superficielle d'épaisseur plus ou moins importante. Le reste de la pièce qui demeure élastique, impose au volume déformé un retour à une déformation totale quasi-nulle. C'est pourquoi après un traitement de grenaillage, la surface de l'échantillon présente des contraintes internes de compression. Suivant le matériau, ses propriétés mécaniques et l'énergie apportée, le niveau de contraintes de compression atteint est très différent. Comme le montre les mesures de contraintes résiduelles [55,57,59,80], le maximum de contrainte se trouve toujours en dessous de la surface impactée à une profondeur qui dépends des paramètres de grenaillage (amplitude et fréquence de vibration, masse et diamètre de billes). Nous verrons dans la partie III.8 page 146 que la théorie de Hertz confirme ces observations.

III.7.4 Pollution de surface

Les études de composition chimique de la surface révèlent une contamination de celle-ci par les éléments constituant l'enceinte de grenaillage et par l'oxygène présent pendant le traitement. Une étude avec le dispositif de SNH montre que pour des temps de traitement relativement longs ($\geq$ 120 min), il est observé un transfert du matériau des billes sur le substrat. La présence de WC est mise en évidence sur des diffractogrammes de rayons X [53,55].

Dans quelques cas, certains auteurs ont relevé la présence à la surface d'un acier inoxydable AISI 316L une couche d'oxyde formée d'hématite (Fe_2O_3) et de magnétite (Fe_3O_4) après le prétraitement de déformation plastique de 2 h sous air dans un attriteur planétaire (Ball Milling) [81]. Dans une autre étude, la présence d'une couche oxydée en surface est mise en évidence par des tests électrochimiques mais elle ne gêne en rien la diffusion d'azote [18]. Cependant, dans la plupart des essais de SMAT, le prétraitement est réalisé sous argon ou sous vide pour éviter l'oxydation de la surface [1,7,6,8,3,12,15]. Dans d'autres essais, un polissage mécanique de la surface est réalisé pour supprimer la rugosité induite par le traitement de SMAT [4].

De plus, il est naturel de penser que lors de l'impact, une élévation de température peut favoriser l'oxydation ou la diffusion des atomes dans l'échantillon grenaillé. Lors de l'impact, la température au point de contact est en effet différente de la température ambiante. Rouquette et al. [82] ont montré par simulation numérique que la température de contact atteint environ 200°C pour une bille de 300 µm et une vitesse de 80 $m \cdot s^{-1}$, soit une énergie incidente de 3 mJ. Dans notre cas, la vitesse est comprise entre 2 et 6 $m \cdot s^{-1}$ pour un diamètre de 1 à 3 mm, soit une énergie incidente par bille de 0,04 à 1,17 mJ.

Les analyses que nous avons menés montrent que, même si les échantillons sont grenaillés sous atmosphère protectrice, une couche d'oxydation, d'épaisseur identique à celle formée sur les échantillons grenaillés sans atmosphère protectrice est observée (III.3.2.2.3 page 99 du présent chapitre) (formation pendant et/ou après le grenaillage).

III.7.5 La texture de déformation

Il est bien connu que l'évolution des orientations cristallographiques des grains n'est pas aléatoire lors des processus qui induisent une déformation plastique. Cette évolution entraîne la formation de textures de déformation. Ces textures dépendent du trajet de déformation, de la nature du matériau et de la température de l'essai [83,84]. En fonction du taux de déformation et de la déformation, la matière s'arrange de façon différente pour accommoder cette déformation [35,36].

Dans le cas du grenaillage, le taux de déformation décroît en fonction de la profondeur. Ainsi, l'histoire de la déformation plastique est visible sur la coupe du matériau.

Pour l'alliage 718, une texture de fibre <110> a été mise en évidence par EBSD et par DRX. De telles textures sont retrouvées lors d'une déformation en compression simple. Pendant ce type de déformation, l'évolution de l'orientation d'un CFC à haute énergie de faute d'empilement tend vers la formation d'une texture de fibre de déformation <110> [85]. Lors d'essais de déformation plastique sévère de type ECAP sur un échantillon massif de cuivre, la texture de déformation <110> est également observée [83]. Pour le cuivre, l'énergie de faute d'empilement est d'environ 78 $mJ \cdot m^{-2}$. Des simulations par éléments finis basées sur le modèle de Taylor avec des mécanismes de déformation combinés (déformation par maclage et glissement) ont mis en évidence une texture de fibre <110> [86] pour un polycristal CFC en compression simple.

Cependant, cette texture n'est pas mise en évidence sur l'acier inoxydable AISI 316L ; le grenaillage semblant supprimer la texture initiale des échantillons. Trois hypothèses peuvent être émises pour expliquer un tel phénomène :

- l'énergie apportée par le grenaillage n'est pas suffisante pour créer une texture de déformation,
- la texture apparaît pour une certaine valeur d'énergie de faute d'empilement,
- un autre mécanisme est privilégié. Lorsque le grenaillage est trop important, une transformation de phase austénite/martensite est observée [48].

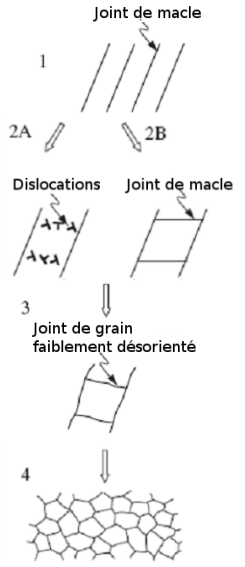
Dans le cas du 316L, l'énergie de faute d'empilement varie de 19 $mJ \cdot m^{-2}$ (Fe 17Cr 9,5Ni 0,028C) à 45 $mJ \cdot m^{-2}$ (Fe 18Cr 14Ni 0,01C) en fonction de la composition. Dans la référence [48], l'énergie de faute d'empilement est aux alentours de 20 $mJ \cdot m^{-2}$.

Dans la littérature, la déformation du Hastelloy C-2000 par le procédé SNH [53] montre qu'après le traitement, les plans {111} ont tendance à être parallèles à la surface. Cette étude, qui a été réalisée à partir de l'interprétation des rayons X, ne révèle que la structure de la surface sur 2,5 µm à 30 µm alors que la profondeur affectée par le traitement est de l'ordre de quelques centaines de micromètres. Il n'est pas exclu qu'en dessous de la surface, l'existence

d'une texture de fibre de déformation <110> soit mise en évidence. Malheureusement, la texture de la microstructure en sous-couche n'a pas encore été étudiée.

III.7.6 Nanocristallisation

Les mécanismes de déformation décrits dans les publications [42,74,87,88] sont reliés à l'énergie de faute d'empilement du matériau grenaillé. Le schéma de la figure 153, est proposé par N. Tao [88], schématise bien les mécanismes d'affinement de structure observés sur les échantillons grenaillés. La partie I.6 page 33 du chapitre I décrit également parfaitement les mécanismes d'affinement de structure. D'ailleurs, ces mêmes mécanismes ont été observés sur les échantillons grenaillés tel que l'échantillon grenaillé en condition R11. Cependant, il n'a pas toujours été possible d'observer une couche nanostructurée.



Le grain se subdivise en structure lamellaire de micro-macles : alternance macle matrice.

2A Les nombreuses dislocations s'interceptent et alternent la structure lamellaire micro-macles matrice en formant des cellules de dislocation.
2B activation de plusieurs systèmes de maclage.

Bloc de taille nanométrique avec une faible désorientation.

Nanograins équiaxes avec une orientation aléatoire.

Figure 153 : Illustration du processus d'affinement de structure pendant le procédé SMAT d'un matériau à basse énergie de faute d'empilement [88].

III.8 Grenaillage et mécanique du contact et de l'impact

Pour essayer de comprendre et de prédire le comportement des échantillons traités par grenaillage, il est intéressant de s'attarder sur l'étude de l'impact. Les paramètres influents à prendre en compte peuvent être classés en trois catégories :

- les paramètres de grenaillage,
- le matériau traité,
- les conditions de contacts entre le matériau et les billes.

Pour modéliser l'impact de la bille sur l'échantillon, nous avons utilisé la théorie de Hertz [89]. Cette théorie permet de modéliser le contact entre deux solides : dans notre cas le contact entre une bille et un plan. Une donnée d'entrée nécessaire à la modélisation par la théorie de Hertz est la force de contact (ou force d'impact dans notre cas). Pour ce faire, nous avons recherché des pistes dans la littérature pour estimer cette force. À l'aide de ce modèle, nous déterminons l'influence des paramètres sur la profondeur affectée par le grenaillage ou sur la taille et la profondeur des impacts (estimation de la rugosité).

III.8.1 Théorie du contact élastique de HERTZ pour une force normale (quasi-statique)

Le contact entre les surfaces idéales de deux corps sous l'action d'une force F_N [N] normale à l'interface crée dans chaque corps un champ de contraintes et de déformations. Une distribution de la pression de contact P [Pa] apparaît sur l'aire de contact A_0 [m^2] entre ces deux surfaces et la pression de contact est définie par :

$$P = \frac{F_N}{A_0}, \qquad \textbf{(III-11)}$$

Examinons le cas du contact sphère plan, qui peut être traité par un modèle présenté en 1881 par Hertz [89] pour décrire les petites déformations élastiques produites par le contact de deux corps homogènes et isotropes, de surfaces convexes. Lorsque la bille vient au contact du plan et que la force normale F_N est nulle, le contact a lieu au point O (figure 154).

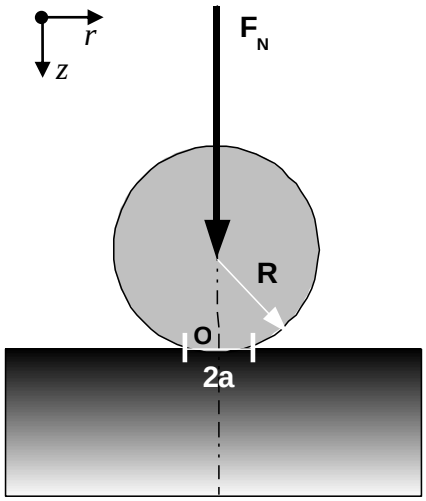


Figure 154 : Contact entre une sphère et une surface plane.

L'application d'une charge F_N non nulle provoque une déformation du matériau, et les deux corps étant au contact dans toute la zone circulaire de rayon a. La valeur de a est donnée par l'expression suivante :

$$a = \left(\frac{3F_N R}{4E^*} \right)^{1/3}, \qquad \textbf{(III-12)}$$

$$E^* = \left(\frac{1-\upsilon_1^2}{E_1} + \frac{1-\upsilon_2^2}{E_2} \right)^{-1}, \qquad \textbf{(III-13)}$$

où R, est le rayon de la sphère en m
E_1, E_2 sont les modules d'Young des deux matériaux 1 et 2 en Pa
ν_1, ν_2 sont les coefficients de poisson des deux matériaux.

L'enfoncement élastique des surfaces δ_0 est égal à :

$$\delta_0 = \frac{a^2}{R} = \left(\frac{9F_N^2}{16RE^{*2}} \right)^{1/3}, \qquad \textbf{(III-14)}$$

L'air de contact A_0 est donc :

$$A_0 = \pi \cdot a^2, \qquad \textbf{(III-15)}$$

La pression maximale P_0 obtenue lors du contact est donnée par :

$$P_0 = \frac{3F_N}{2\pi a^2} = \left(\frac{6F_N E^{*2}}{\pi^3 R^2} \right)^{1/3}, \quad \text{(III-16)}$$

Il est alors possible de calculer F_N et la pression de contact P_m :

$$F_N = \frac{\pi^3 R^2}{6E^{*2}} P_0^3, \quad \text{(III-17)}$$

$$P_m = \frac{2}{3} P_0. \quad \text{(III-18)}$$

Considérons un matériau massif, de module de Young E, de coefficient de Poisson ν et de limite d'élasticité σ_y, soumis à une indentation par le biais d'une sphère de rayon R. D'après la théorie de la plasticité, l'initiation de la plasticité dans un milieu homogène durant l'indentation sphérique se produit lorsque la valeur maximale de la contrainte de cisaillement τ_{max} atteint la moitié de celle de sa limite d'élasticité. L'évolution de la contrainte de cisaillement le long de l'axe z (r = 0), est maximale à une profondeur $z = 0{,}47 \cdot a$ de la surface de contact et la théorie de Hertz montre que $\tau_{\max} = 0{,}31 \cdot P_0$. Cette configuration est à l'origine du développement de la plasticité en sous-couche lorsque $P_0 = 1{,}6 \cdot \sigma_y$ ou $P_m = 1{,}1 \cdot \sigma_y$. Théoriquement, la charge F^*_{th} nécessaire à l'initiation de la plasticité dans un matériau massif indenté, est ainsi donnée par la relation :

$$F^*_{th} = \frac{\pi^3 R^2}{6E^{*2}} \left(\frac{\sigma_y}{0{,}62} \right)^3. \quad \text{(III-19)}$$

Tant que la vitesse de la bille est négligeable devant la vitesse de propagation de l'onde élastique dans le milieu considéré, le contact peut être considéré comme quasi-statique.

III.8.2 Choc élastique et force d'impact maximale dans le cas d'une bille

Lors d'un contact bille-plan, la vitesse de la sphère est supposée suffisamment faible pour négliger les effets de son énergie cinétique. Alors que dans le cas de l'étude des chocs, l'aspect dynamique du problème devient prédominant. Lorsque la vitesse d'impact est faible devant la vitesse de propagation des ondes élastiques dans le matériau étudié, la force d'impact peut être déterminée à l'aide de la théorie de Hertz en écrivant l'équilibre énergétique du système. La somme de l'énergie cinétique et du travail exercé par la bille sur l'échantillon pendant le choc est constante. Ainsi, la force d'impact est maximale lorsque :

$$E_{cb\max} = F_{\max} \cdot \delta_{\max}, \quad \text{(III-20)}$$

où E_{cbmax} est l'énergie cinétique maximale de la bille [J] donnée par la relation (III-6),

F_{max} est la force maximale exercée par la bille avant impact [N],

δ_{max} est la pénétration maximale de la bille sur l'échantillon pendant l'impact [m].

Lorsque l'impact est parfaitement élastique, la force d'impact et l'enfoncement de la bille sont reliés par les formules de la théorie de Hertz. La force d'impact (F_{max}) peut être calculée en connaissant l'énergie d'impact de la bille :

$$F_{\max} = \frac{4}{3} \cdot \left(\frac{15}{16} \right)^{3/5} \cdot \left(m^3 \cdot V^6 \cdot E^{*2} \cdot R \right)^{1/5}, \quad \text{(III-21)}$$

$$F_{\max} = \frac{4}{3} \cdot \left(\frac{5}{4}\right)^{3/5} \cdot R^2 \cdot \left(\pi^9 \cdot \rho^3 \cdot \left(A \cdot f\right)^6 \cdot E^{*2}\right)^{1/5}, \quad \textbf{(III-22)}$$

avec *m* masse de la bille [kg], *V* vitesse de la bille [m·s^{-1}], *E** le module équivalent [Pa] donné par la relation (III-13), *R* rayon de la bille [m] et ρ masse volumique des billes [kg·m^{-3}].

L'enfoncement maximal de la bille pendant cet impact est alors :

$$\delta_{\max} = \left(\frac{5}{4}\right)^{4/5} \left(\frac{m \cdot V^2}{E^* \cdot \sqrt{R}}\right)^{2/5}. \quad \textbf{(III-23)}$$

Le rebond de la bille est obtenu par le retour élastique de l'échantillon qui restitue le travail emmagasiné pendant le choc sous la forme d'énergie cinétique. La substitution de la force (F_N par F_{max}) dans les relations (III-12) et (III-16) permet de déterminer le profil de la contrainte générée par un impact donné. La connaissance de la limite élastique de l'échantillon permet de prévoir la vitesse d'impact à partir de laquelle il commence à plastifier.

III.8.3 Le choc élastique et la force d'impact maximale dans le cas d'un nuage de billes

L'équipe d'Abramov [90] a démontré, en posant certaines hypothèses, que la force maximale obtenue pendant un grenaillage ultrason peut s'écrire sous la forme suivante :

$$F_{\max} = (2R)^2 \left(\frac{125}{576} \cdot \pi^3 \cdot \rho^3 \cdot E^{*2} \cdot \left(A \cdot \pi \cdot f\right)^6 \cdot \exp\left(-6 \cdot \frac{l}{q}\right)\right)^{\frac{1}{5}} \quad \textbf{(III-24)}$$

avec *l* distance échantillon sonotrode [m], *q* libre parcours moyen d'une bille [m], E^* module d'Young réduit [MPa] défini par l'équation (III-13).

Le libre parcours moyen (*q*) des particules dans l'enceinte sera déterminé en supposant que la distribution des vitesses dans le milieu est maxwellienne :

$$q = \frac{1}{n \cdot \sigma_s \cdot \sqrt{2}}, \quad \textbf{(III-25)}$$

$$\sigma_s = \pi \cdot R^2, \quad \textbf{(III-26)}$$

avec σ_s section efficace [m^2], *n* densité de billes dans l'enceinte.

Les collisions des billes avec les surfaces sont rares quand le libre parcours moyen *q* n'excède pas la taille moyenne du volume de travail. En chaque instant, seulement $\frac{N \cdot 2R}{l}$ billes sont en contact avec l'échantillon. Dans cette relation, *N* est le nombre total de billes dans l'enceinte. La force normale F_N lors de l'impact d'une bille est alors donnée par la formule suivante :

$$F_N = \frac{N \cdot 2R}{l} F_{\max}, \quad \textbf{(III-27)}$$

La vitesse d'impact V_N peut s'écrire sous la forme :

$$V_N = V_{\max} \cdot \exp\left(-\frac{l}{q}\right) = A \cdot \pi \cdot f \cdot \exp\left(-\frac{l}{q}\right), \quad \textbf{(III-28)}$$

L'équation (III-24) démontre que la force d'impact augmente avec le carré du diamètre des billes utilisées, à la puissance 6 de l'amplitude et de la fréquence de vibration. F_{max} décroît avec l'augmentation de la distance entre l'échantillon et la sonotrode.

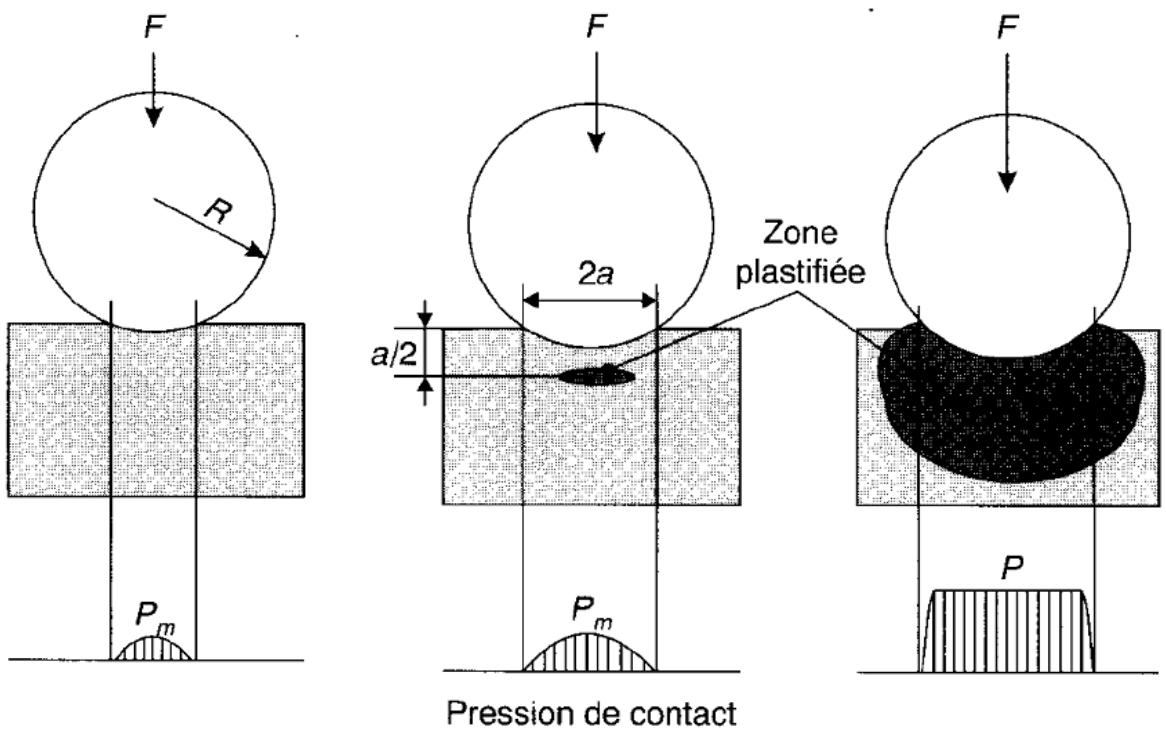
III.8.4 Les contacts élasto-plastiques et plastiques

Lorsque l'énergie cinétique de la bille est suffisante, l'échantillon est le siège d'écoulements plastiques irréversibles. Cette situation se caractérise par la présence d'une empreinte après l'impact et une vitesse de rebond de la bille inférieure à la vitesse d'impact. Différents degrés sont distingués dans la sévérité du contact :

- le contact parfaitement élastique de la théorie de Hertz, dans lequel les déformations sont réversibles,
- le contact élasto-plastique, où l'écoulement plastique ne concerne qu'un volume de matière situé en dessous de la surface de l'échantillon,
- le contact parfaitement plastique, dans lequel la déformation irréversible atteint toute la surface en contact avec la sphère.

Dans un contact sphère-plan sous effort normal, l'écoulement d'un matériau indenté se produit en trois étapes caractérisées par le rapport entre la pression de contact moyenne (P_m, équation (III-18)) et la limite d'élasticité (σ_y) en traction simple de la surface indentée. Un rapport $C = \frac{P_m}{\sigma_y}$ est défini et trois cas se présentent (figure 155) :

1. $C \leq 1{,}1$: la contrainte produite est insuffisante pour créer l'écoulement plastique, la déformation après déchargement est parfaitement réversible. La déformation est purement élastique.
2. $1{,}1 < C \leq 2{,}8$: L'écoulement commence par une zone localisée au-dessous du centre de la surface de contact (en sous couche). Cette zone plastifiée apparaît au point de cisaillement maximal pour $z = 0{,}47 \cdot a$ et son volume augmente progressivement lorsque la pression moyenne du contact augmente. Si la charge appliquée augmente, cette zone s'agrandit en produisant une déformation élasto-plastique jusqu'à ce que C approche 2,8. Quand C = 2,8 l'écoulement commence à engendrer des déformations irréversibles (zones plastifiées) au bord du contact. L'effet de l'apparition de ces déformations conduit à des traces résiduelles mesurables. Ce cas se présente souvent lorsque le substrat est peu ductile et que le grenaillage est réalisé avec des billes de dureté relativement faible. La pression moyenne de contact P_m est calculée à l'aide la relation (I-2) [91] dans le cas des contacts bille/plan :
$$\frac{P_m}{\sigma_y} = \frac{2}{3}\left(1{,}7 + \ln\left(\frac{E^* \cdot a}{3 \cdot \sigma_y \cdot R}\right)\right). \qquad \textbf{(III-29)}$$
3. $C > 2{,}8$: Un écoulement parfaitement plastique se développe, ce qui permet d'augmenter le rayon de contact. Après la décharge, une déformation plastique (la déformation élastique est très faible par rapport à celle plastique) significative demeure. Ce cas est particulièrement visible lorsque le substrat est très ductile et qu'il est grenaillé avec des billes dures.



(a) $C \leq 1{,}1$ $1{,}1 < C \leq 2{,}8$ **(b)** $C > 2{,}8$ **(c)**

Figure 155 : Plastification sous la bille sphérique lors du contact d'après Tabor. [92]

En admettant que les conditions quasi-statiques restent valables dans le domaine des vitesses d'impact de grenaillage et que l'indentation dynamique produit une force similaire à celle obtenue en statique qui aboutit à la même zone plastique, la profondeur de la zone plastique est donnée par la relation suivante [93] :

$$h_p = 2{,}57 \cdot R \cdot \rho \cdot \left(\frac{2}{3}\right)^{1/4} \cdot \left(\frac{V_{\max}^2}{P_m}\right). \qquad \textbf{(III-30)}$$

Lors du grenaillage, sous chaque impact se développe une zone plastique contrainte par un champ élastique. Après le rebond, la zone plastique interagit avec le champ élastique résultant de la distribution des contraintes résiduelles en profondeur dans le matériau. La zone plastique résiduelle ressemble à un clou qui est enfoncé dans un bloc de bois. À mesure que le temps de grenaillage augmente, et donc de la répétition des impacts, de plus en plus de zones plastiques sont créées jusqu'à ce qu'elles se rejoignent toutes pour former une couche plastique uniforme d'épaisseur h_p. La déformation locale produite par chaque impact interagit avec une autre déformation pour produire une couche avec une épaisseur moyenne finale h_p sur toute la surface. Ainsi, l'état de contrainte final est le résultat des effets intégrés de l'action progressive du grenaillage plutôt que le résultat d'une action instantanée sur toute la surface. Les paramètres qui influencent la profondeur affectée sont le diamètre et la densité des billes utilisées et la vitesse d'impact.

Dans un autre article [94] la profondeur plastique h_p est approchée par la formule suivante :

$$h_p = 2 \cdot a \qquad \textbf{(III-31)}$$

III.8.5 Conclusion

La théorie de Hertz permet dans un premier temps de définir les paramètres à utiliser pour obtenir une déformation plastique en sous couche et à partir de la surface. Grâce à ce modèle, il est également possible de connaître les relations physiques liant les paramètres de grenaillage aux conditions de grenaillage utilisées. Ainsi en fonction de la force maximale d'impact choisi, les relations suivantes sont obtenues :

en utilisant la force maximale (F_{max}) donnée l'équation (III-22), on obtient pour le rayon de contact (a) :

$$a = \left(\frac{5 \cdot \pi^3}{4 \cdot E^*}\right)^{1/5} \cdot R \cdot \rho^{1/5} \cdot (A \cdot f)^{2/5}, \qquad \textbf{(III-32)}$$

et pour l'enfoncement élastique (δ_0), on obtient :

$$\delta_0 = \left(\frac{5 \cdot \pi^3}{4 \cdot E^*}\right)^{2/5} \cdot R \cdot \rho^{2/5} \cdot (A \cdot f)^{4/5} \qquad \textbf{(III-33)}$$

Par contre, lorsque la force maximale ($Fmax$) donnée par l'équation (III-24) est utilisée, on obtient pour le rayon de contact (a) :

$$a = \left(\frac{3375 \cdot \pi^9 \cdot \exp\left(-6\frac{l}{q}\right)}{64 \cdot E^{*3}}\right)^{1/15} \cdot R \cdot \rho^{1/5} \cdot (A \cdot f)^{6/15} \qquad \textbf{(III-34)}$$

et pour l'enfoncement élastique (δ_0), on obtient :

$$\delta_0 = \left(\frac{3375 \cdot \pi^9 \cdot \exp\left(-6\frac{l}{q}\right)}{64 \cdot E^{*3}}\right)^{2/15} \cdot R \cdot \rho^{2/5} \cdot (A \cdot f)^{12/15} \qquad \textbf{(III-35)}$$

Et il est possible d'en déduire la profondeur affectée par la déformation plastique à l'aide de l'équation suivante :

$$h_p = 2{,}57 \cdot R \cdot \rho \cdot \left(\frac{2}{3}\right)^{1/4} \cdot \left(\frac{V_{max}^2}{P_m}\right) \qquad \textbf{(III-36)}$$

III.9 Comparaison entre la modélisation et l'expérimentation

Dans cette partie, une comparaison entre les données issues de l'expérimentation et de la modélisation est réalisée afin de vérifier la validité du modèle. Deux modes de représentation ont été choisis pour présenter les résultats. Les données sont disposées sous forme de tableau et ensuite sous forme de graphique pour visualiser l'écart entre la modélisation et les données expérimentales. Dans un premier temps, une comparaison des résultats obtenus par la profilométrie (rugosité) est faite avec les diamètres de contact et l'enfoncement calculés par le modèle. Ensuite, les profondeurs plastiques, déterminées sur les profils de microduretés, sont comparées à celles obtenus par notre modèle. Des résultats puisés dans la littérature sont comparés au modèle. Pour finir les limites et améliorations à apporter au modèle sont abordées.

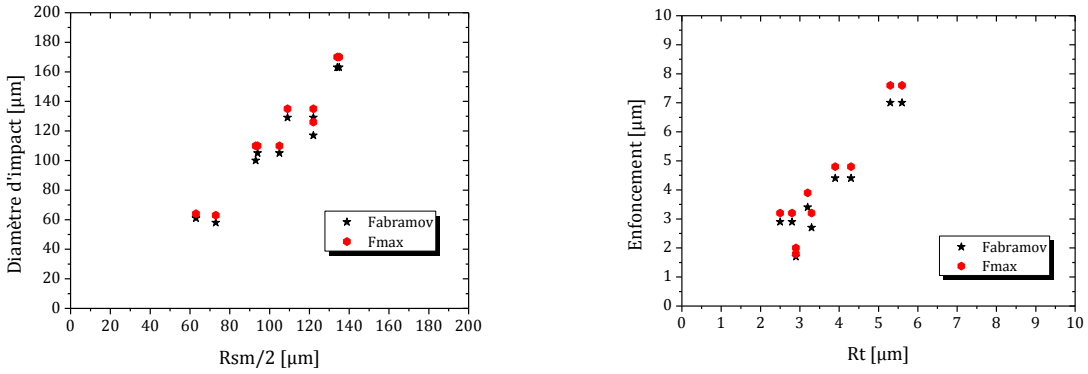
III.9.1 Paramètres de rugosité, diamètre de contact et enfoncement

Les résultats des calculs et les paramètres de rugosité qui nous intéressent (hauteur total du profil Rt et largeur moyenne du profil RSm) sont répertoriés dans le tableau 43 pour l'alliage 718 et dans le tableau 44 pour le 316L. Les données sont également représentées sur les graphiques de la figure 156 (alliage 718) et de la figure 157 (AISI 316L). La comparaison des tableaux de valeurs montre dans l'ensemble que la modélisation donne des résultats proches de l'expérimentation. Le modèle étant relativement simple (prise en compte de la partie élastique seulement), il est normal de constater un écart entre les valeurs calculées et celles mesurées. D'autant plus que, dans le modèle, la plasticité n'est pas prise en compte. Cependant, certaines tendances se confirment sur les deux matériaux étudiés. Lorsque l'amplitude de vibration devient importante, l'écart entre les valeurs s'accentue. Ceci peut s'expliquer par une déformation plastique de la surface mise en évidence par le critère de plasticité C : pour des amplitudes de vibration de 90 µm, il est de 6 alors que, pour des amplitudes plus faible, il est d'environ 4,5. Lorsque des billes de diamètre 1 mm sont utilisées, un écart plus important est visible entre les valeurs expérimentales et celles calculées : les valeurs expérimentales sont supérieures aux valeurs numériques. Ceci peut s'expliquer par une plasticité plus importante des échantillons : l'écrouissage est plus grand.

L'effet inverse est observé (valeurs expérimentales < valeurs numériques) lorsque le temps de grenaillage est augmenté (comparaison des conditions R07-R09 3000% et R10-R12 10000% du tableau 43). Nous avons montré précédemment que lorsque le temps augmente la rugosité diminue car le matériau s'écrouit et il devient de plus en plus dur de le déformer plastiquement.

Tableau 43 : Tableau comparatif entre les données expérimentales obtenues par profilométrie et les données obtenues par la modélisation sur des échantillons en alliage 718 grenaillés dans différentes conditions. Les éléments comparés sont le diamètre de contact et l'enfoncement de la bille dans le matériau.

Condition de grenaillage		Diamètre de contact ($F_{abramov}$)	Rsm/2	Diamètre de contact (F_{max})	Enfoncement ($F_{abramov}$)	Rt	Enfoncement (F_{max})	$C = \frac{P_m}{\sigma_y}$
		[µm]	[µm]	[µm]	[µm]	[µm]	[µm]	
R7	30 µm – Zirshot – Ø 2 mm – 3000% – 32 J	105	105	110	2,9	2,8	3,2	4,0
R8	50 µm – Zirshot – Ø 2 mm – 3000% – 74 J	129	122	135	4,4	4,3	4,8	4,9
R9	90 µm – Zirshot – Ø 2 mm – 3000% – 144 J	163	134	170	7,0	5,6	7,6	6,2
R10	30 µm – Zirshot – Ø 2 mm – 10000% – 107 J	105	94	110	2,9	2,5	3,2	4,0
R11	50 µm – Zirshot – Ø 2 mm – 10000% – 237 J	129	109	135	4,4	3,9	4,8	4,9
R12	90 µm – Zirshot – Ø 2 mm – 10000% – 480 J	163	135	170	7,0	5,3	7,6	6,2
S41	30 µm – 100C6 – Ø 2 mm – 30 min – 49 J	117	122	126	3,4	3,2	3,9	3,6
S43	30 µm – Zirshot – Ø 2 mm – 30 min – 38 J	100	93	110	2,7	3,3	3,2	3,8
S63	30 µm – 100C6 – Ø 1 mm – 20 min – 16 J	58	73	63	1,7	2,9	2,0	3,6
S65	30 µm – Zirshot – Ø 1 mm – 20 min – 13 J	61	63	64	1,7	2,9	1,8	4,0



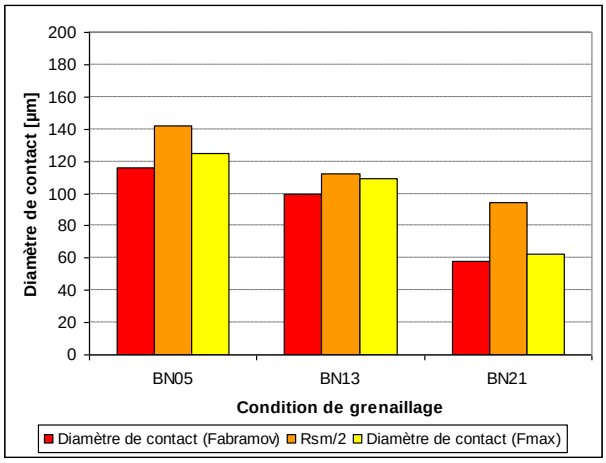
(a) Diamètre de contact (b) Enfoncement

Figure 156 : Graphiques de comparaison entre les données issues de l'expérience et celles obtenues par la modélisation pour différentes conditions de grenaillage sur des échantillons en alliage 718. (a) comparaison du diamètre de contact et (b) comparaison de l'enfoncement.

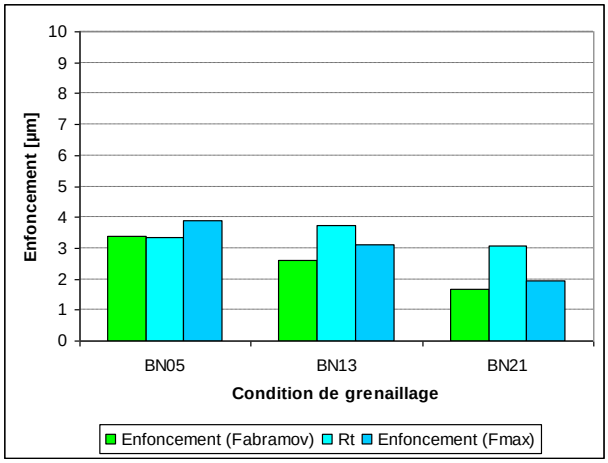
Pour prendre en compte l'écrouissage sur l'acier inoxydable AISI 316L, la limite élastique a été estimée à partir de la dureté après grenaillage. Celle-ci est d'environ 350 HV après grenaillage ce qui conduit à une limite élastique d'environ 1144 MPa. Dans les valeurs calculées, la limite élastique rentre en compte seulement dans le critère de plasticité C. L'ajustement de celle-ci permet d'avoir une valeur de C plus proche de la réalité. Dans le cas de l'alliage 718, la limite élastique étant nettement plus élevée (1150 MPa contre 205 MPa dans le cas de l'acier inoxydable), l'ajustement n'est pas nécessaire.

Tableau 44 : Tableau comparatif entre les données expérimentales obtenues par profilométrie et les données obtenues par la modélisation sur des échantillons en AISI 316L grenaillés dans différentes conditions. Les éléments comparés sont le diamètre de contact et l'enfoncement de la bille dans le matériau.

Condition de grenaillage		Diamètre de contact (Fabramov)	RSm/2	Diamètre de contact (Fmax)	Enfoncement (Fabramov)	Rt	Enfoncement (Fmax)	$C = \frac{P_m}{\sigma_y}$
		[µm]	[µm]	[µm]	[µm]	[µm]	[µm]	
BN05	30 µm – 100C6 – Ø 2 mm – 20 min – 32 J	116	142	125	3,4	3,4	3,9	3,7
BN13	30 µm – Zirshot – Ø 2 mm – 20 min – 25 J	100	112	109	2,6	3,8	3,1	3,9
BN21	30 µm – 100C6 – Ø 1 mm – 15 min – 12 J	58	94	62	1,7	3,1	1,9	3,7



(a) Diamètre de contact



(b) Enfoncement

Figure 157 : Graphiques de comparaison entre les données issues de l'expérience et celles obtenues par la modélisation pour différentes conditions de grenaillage sur des échantillons en AISI 316L. (a) comparaison du diamètre de contact et (b) comparaison de l'enfoncement.

III.9.2 Comparaison des profondeurs affectées par la déformation plastique

Le tableau 45 et le tableau 46 présentent le récapitulatif des profondeurs affectées mesurées par l'interpolation des profils de microdureté et des profondeurs calculées à l'aide la formule (III-36) respectivement pour l'alliage 718 et l'acier inoxydable. Un examen des données montre une bonne correspondance entre les valeurs calculées et les valeurs mesurées (figure 158 et figure 159). Cependant, un seul point pose un problème et il s'agit de celui correspond à la condition de grenaillage R01. Cette condition, qui correspond à un taux de recouvrement de 100%, est particulière car on ne doit pas former une couche homogène (voir page 151). La même tendance est retrouvée pour le 316L. En effet, la condition BN09, qui correspond à un taux de recouvrement de 100%, n'est pas sur la droite (figure 159).

Tableau 45 : Tableau comparatif entre les données expérimentales obtenues par les profils de microdureté Vickers et les profondeurs calculées par la modélisation sur des échantillons en alliage 718 grenaillés dans différentes conditions.

Condition de grenaillage		k_2 [µm]	h_p [µm]
S41	30 µm – 100C6 – Ø 2 mm – 30 min – 49 J	160	131
S45	30 µm – Zirshot – Ø 2 mm – 30 min – 38 J	110	115
S48	30 µm – Zirshot – Ø 2 mm – 30 min – 38 J	120	115
S63	30 µm – 100C6 – Ø 1 mm – 20 min – 16 J	50	65
S65	30 µm – Zirshot – Ø 1 mm – 20 min – 13 J	50	66
R10	30 µm – Zirshot – Ø 2 mm – 10000% – 107 J	77	113
R11	50 µm – Zirshot – Ø 2 mm – 10000% – 237 J	140	140
R12	90 µm – Zirshot – Ø 2 mm – 10000% – 480 J	228	176
R01	30 µm – Zirshot – Ø 2 mm – 100% – 1 J	9	113
R07	30 µm – Zirshot – Ø 2 mm – 3000% – 32 J	79	113

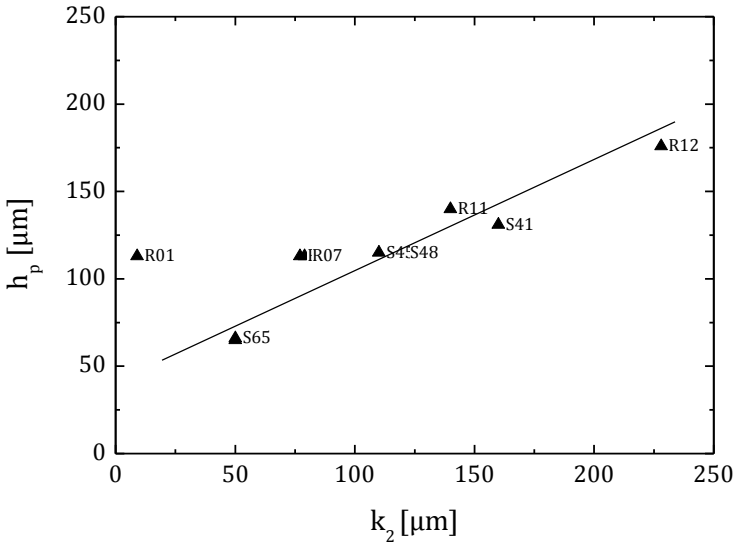


Figure 158 : Relation entre le paramètre déterminé k_2 par l'interpolation des profils de microdureté et la profondeur plastique h_p déterminée par la relation (III-36) pour l'alliage 718.

Tableau 46 : Tableau comparatif entre les données expérimentales obtenues par les profils de microdureté Vickers et les profondeurs calculées par la modélisation sur des échantillons en AISI 316L grenaillés dans différentes conditions.

Condition de grenaillage		k2 [µm]	hp [µm]
SMAT1	?? µm – 100C6 – Ø 2 mm – 30 s – ?? J	159	184
SMAT2	?? µm – 100C6 – Ø 2 mm – 4 min – ?? J	166	190
SMAT3	?? µm – 100C6 – Ø 2 mm – 30 s – ?? J	174	190
BN17	30 µm – 100C6 – Ø 1 mm – 30 s – 1 J	49	65
BN21	30 µm – 100C6 – Ø 1 mm – 15 min – 12 J	57	65
BN09	30 µm – Zirshot – Ø 2 mm – 40 s – 1 J	164	130
BN13	30 µm – Zirshot – Ø 2 mm – 20 min – 25 J	127	130
BN01	30 µm – 100C6 – Ø 2 mm – 40 s – 0,5 J	96	114

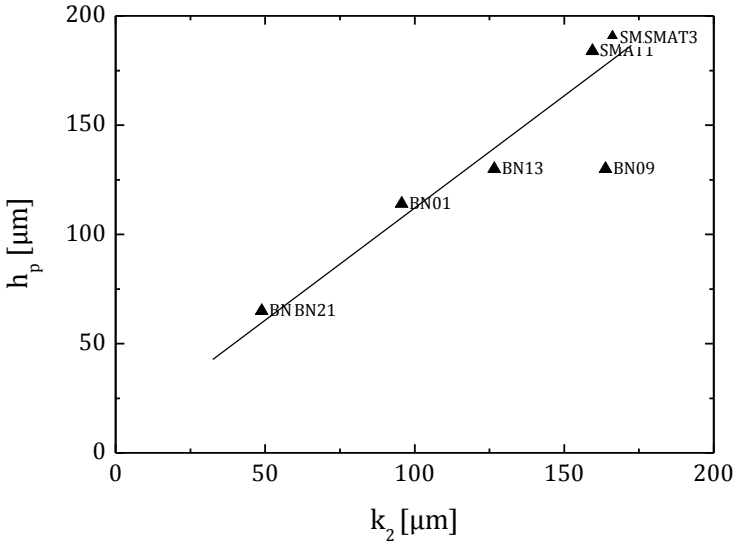


Figure 159 : Relation entre le paramètre k_2 déterminé par l'interpolation des profils de microdureté et la profondeur plastique h_p déterminée par la relation (III-36) pour l'acier inoxydable.

III.9.3 Comparaison avec des données issues de la littérature

Dans les conditions de grenaillage de la publication [55] sur du Hastelloy C-2000, avec le modèle de Hertz, le maximum de contrainte de Von Mises se situe à ~200 µm de la surface et les mesures par diffraction des rayons X donnent un maximum de contrainte résiduelle à ~150 µm. Pour un alliage d'aluminium de type Al-5052, dans les conditions de grenaillage utilisées dans [58], les valeurs d'enfoncement (Rt et δ_0) données par l'expérience sont respectivement de 65 et 110 µm et notre modèle donne 46 et 85 µm.

III.9.4 Limite de la modélisation

Pendant la phase de grenaillage, le chargement successif de surface entraîne une évolution de la limite élastique en fonction de la déformation et du nombre de cycles. C'est pourquoi, une saturation de la rugosité (i.e. déformation plastique) est observée lorsque le taux de recouvrement augmente. Pour mieux rendre compte de l'évolution observée, il faudrait prendre en compte la plasticité. Dans le modèle réalisé à partir de la théorie de Hertz, la déformation plastique n'est pas prise en compte : seul le comportement élastique est considéré. Pour améliorer le modèle, il faudrait introduire la limite d'élasticité en fonction des paramètres de grenaillage pour prendre en compte l'écrouissage du matériau. Dans notre modèle, les effets de « sinking in »[15] et de « pilling up »[16] ne sont pas pris en compte. Dans le cas du « pilling up » les valeurs de rugosité peuvent être très différentes.

L'équipe de Dai [58] a développé également un modèle analytique permettant de déterminer la valeur de la hauteur du profil Rt en prenant en compte une loi puissance de l'écrouissage de type :

$$\varepsilon = k \cdot \sigma^n \qquad \textbf{(III-37)}$$

où ε est la déformation, k est la limite d'écoulement, σ est la contrainte et n est le coefficient d'écrouissage du matériau.

15 Sinking in : Lorsque le matériau est dur, durant l'impact il a tendance à former un effondrement de matière autour de l'empreinte.

16 Pilling up : Lorsque le matériau est très ductile et écrouissable, il a tendance à former un cratère avec formation de bourrelets plastiques autour de l'empreinte.

Ils en déduisent l'équation suivante :

$$R_t = R\left[\left(\frac{9\pi}{8\cdot\sqrt{2}}\right)^n \frac{(n+2)\cdot(n+4)}{36\cdot k}\rho_b v_1^2\right]^{\frac{2}{n+4}} \quad \textbf{(III-38)}$$

En fonction de la valeur de n, ils ajoutent un facteur correctif pour prendre en compte les effets de « pilling-up », v_1 est la vitesse d'impact [m·s^{-1}].

Lors de la définition de notre critère énergétique ou de la vitesse d'impact, nous avons raisonné sur un système statique : la bille a une vitesse nulle et la sonotrode est mise en mouvement. Or ce système est réaliste pour les premiers instants mais ne l'est plus lorsque le régime de grenaillage est atteint. Dans l'enceinte, les billes n'arrivent pas avec une vitesse nulle sur la sonotrode. Lors d'un stage de fin d'étude d'un étudiant de l'ENISE a travaillé sur la simulation du nuage de bille [95]. Il a utilisé le Logiciel Mécanique Gérant le Contact (LMGC[90]). Une simulation 3D du dispositif a été réalisée et a été validée avec les résultats obtenus par Micoulaut [72]. Une étude de l'influence de différents paramètres (nombre, diamètre et masse des billes, coefficient de restitution des parois, amplitude de vibration de la sonotrode…) a montré que la vitesse maximale d'impact peut être quatre fois supérieure à la vitesse maximale de la sonotrode. Néanmoins, la distribution de vitesse, qui suit une distribution de type Maxwell–Boltzmann, est en général centrée sur la vitesse maximale de la sonotrode. Ainsi, notre modèle ne prend pas en compte la vitesse maximale mais plutôt la vitesse moyenne des billes. Tout récemment, H.L. Chan et son équipe ont publié une étude sur l'optimisation des paramètres de grenaillage pour l'acier inoxydable 304 [96]. Dans cette étude, ils ont utilisé une caméra rapide pour estimer la vitesse d'impact des billes. Ils ont pris en compte, le nombre, la masse et le diamètre de billes et la puissance d'amplitude[17]. Le tableau 47 regroupe les vitesses et les énergies maximales obtenues en fonction du diamètre et de la nature des billes. Ainsi, une vitesse de l'ordre de 12 m·s^{-1} est obtenue. Pour faire une comparaison avec notre modélisation, la vitesse maximale atteinte est de l'ordre de 5 m·s^{-1}. Les mesures par caméra rapide permettent de valider l'approche réalisée à l'aide du logiciel LMGC[90]. Elles montrent également l'existence d'une relation entre les résultats obtenus sur la microstructure et le taux de déformation qui est lui-même lié à la vitesse d'impact des billes. Un taux de déformation important tend à la nanostructuration et est plus efficace dans la génération des nanostructures.

Tableau 47 : Tableau récapitulatif des vitesses maximales et de l'énergie cinétique des billes en fonction du diamètre et de la nature de celles-ci pour une puissance d'amplitude de 80% et un échantillon en AISI 304 [96].

Billes (matière et diamètre)	Masse [g]	Vitesse maximale [m·s^{-1}]	Énergie cinétique maximale [mJ]
Acier Ø 2 mm	0,0335	12	2,41
Acier Ø 3 mm	0,1124	10	5,62
Acier Ø 4 mm	0,2626	4	2,1
Zirshot Ø 3 mm	0,1018	11,5	6,73

L'utilisation de la théorie de Hertz repose sur une autre hypothèse simplificatrice : le système est statique. La prise en compte de l'aspect dynamique présent lors de l'impact de la bille sur l'échantillon est négligée. Pour vérifier cette hypothèse, un autre étudiant de master a travaillé sur la question. Pour savoir si les aspects dynamiques sont importants, il a réalisé deux simulations de l'impact répété : une simulation dynamique et une simulation quasi-statique. La comparaison des deux simulations indique qu'il est possible de simuler

17 Ce critère n'est pas défini dans la publication, il est défini en pourcentage. Il devrait traduire l'amplitude de vibration.

l'impact des billes par une méthode quasi-statique dans la gamme des paramètres que nous avons fixés. Ce travail montre qu'il est possible d'utiliser la théorie de Hertz en considérant les hypothèses quelle impliquent.

Afin de valider le modèle et l'approche que nous avons développés, une campagne d'expérience a été menée sur un micropercuteur instrumenté [97,98]. Les avantages de ce dispositif sont multiples. Il est possible de contrôler et/ou mesurer tous les paramètres qui entrent en jeu lors de l'impact. Malheureusement à l'heure de la rédaction de cette thèse, nous n'avons pas eu tous les résultats. Les premiers résultats en notre possession montrent que l'effort de l'impact croit en fonction du nombre d'impact. La vitesse de remontée de l'indenteur (assimilable à la vitesse des billes) croit également au début des impacts et se stabilise par la suite. Ces deux phénomènes nous amènent à la conclusion suivante : la durée d'impact se réduit avec le nombre de chocs. Ceci peut s'expliquer par le durcissement de la matière qui est dû à son écrouissage.

III.9.5 Conclusion

La théorie de Hertz permet d'avoir une bonne estimation de l'effet du grenaillage sur la matière. Il semble qu'une relation linéaire existe entre les valeurs expérimentales et les valeurs calculées en termes d'enfoncement et de diamètre d'impact. La profondeur affectée, déterminée par les mesures de profils de microdureté, semble également être en bon accord avec l'estimation donnée par la relation (III-36).

Notre modèle et les différents travaux réalisés permettent d'approcher la modélisation et la simulation du processus de grenaillage des matériaux. Nous avons ainsi mis en évidence les paramètres et les résultats essentiels à partir des moyens à notre disposition pour mener à bien le projet de la modélisation et de la simulation du procédé. Les campagnes de camera rapide et de micropercussion sont des techniques d'essais prometteuses et indispensables pour étudier complètement l'influence des paramètres de grenaillage. Grâce à ces résultats, il sera possible d'analyser et de comprendre plus en détails les mécanismes et les relations physiques mises en jeux afin de pouvoir simuler le procédé.

III.10 Conclusion

Le procédé de « Surface Mechanical Attrition Treatment » induit de fortes déformations plastiques dans les échantillons traités. L'avantage de ce dispositif est qu'il permet d'appliquer une déformation plastique de façon cyclique comme dans le cas de la fatigue. Il est bien connu que si la déformation plastique était appliquée en une seule fois (exemple du galetage), la microstructure n'évoluerait pas de façon considérable et ne serait pas comparable à ce qui est observé. Par contre, sa répétition prolongée entraîne une transformation cumulative résultante du mouvement irréversible des dislocations.

Ce chapitre a permis de mettre en évidence un certain nombre de points clefs et de nouveautés concernant le traitement de grenaillage de type SMAT. La grande variété des paramètres de traitement de ce procédé rend son analyse complexe. Notre étude révèle quelques points intéressants et importants qui permettent de mieux maîtriser le procédé. La définition d'un critère énergétique caractérisant le grenaillage permet de comparer les traitements entre eux. Ce critère n'est pas tout à fait juste, car il ne prend pas en compte la nature du matériau grenaillé. Par exemple, pour des paramètres de grenaillage identiques, les résultats obtenus sur 316L et alliage 718 sont différents. Il serait intéressant d'avoir un critère prenant en compte le volume dans lequel l'énergie est dissipée et d'obtenir au final un critère par unité de volume.

La rugosité est la première caractéristique que nous avons étudiée après le traitement de grenaillage. En connaissant les paramètres de grenaillage, il devient facile de connaître l'énergie transmise par les billes au matériau et de prédire sa rugosité finale. La rugosité est le miroir de l'énergie transmise au matériau. Lorsque la rugosité de surface est un critère important, la mise en œuvre d'un double traitement de grenaillage apporte des avantages très intéressants. Le premier traitement utilise des billes de gros diamètre et une forte énergie pour générer une forte précontrainte sur une profondeur importante. Le second utilise des billes de plus petit diamètre et une intensité plus faible pour réduire la rugosité et gommer les défauts de surface. Le modèle développé dans ce chapitre permet d'estimer les paramètres de grenaillage à envisager pour obtenir la rugosité souhaitée.

Ensuite, nous avons réalisé des analyses mécaniques, de structure et chimiques de la surface impactée. Généralement après le grenaillage, une augmentation de la dureté de surface est observée. Elle est due à la déformation plastique et à l'écrouissage de la matière. Après le grenaillage, nous observons un durcissement de l'ordre d'un facteur 2 : la dureté de la surface de l'échantillon est doublée ($HV = 2 \times HV_{coeur}$). La diffraction des rayons X traduit une modification structurale. Un décalage des pics de diffraction vers les petits angles et un élargissement des pics sont visibles. Le grenaillage crée une déformation du réseau cristallin (donnant naissance à des contraintes de compression de l'ordre du gigapascal), des défauts (micro-macles, dislocations,…) et un affinement de la structure. L'analyse chimique de la surface montre, que pendant le grenaillage, une pollution de la surface a lieu. La présence d'éléments constituant l'enceinte de grenaillage est détectée et une augmentation de la concentration en oxygène est mesurée.

L'analyse de la matière impactée, se trouvant en dessous de la surface, donne des informations particulièrement intéressantes. Le grenaillage crée un gradient de dureté (ou gradient d'écrouissage). La matière affectée présente donc un gradient de défauts. La densité de bandes de glissement et de macles diminue à mesure de l'éloignement de la surface impactée. Une texture de fibre de déformation <110> est visible uniquement sur les échantillons en alliage 718 (mise en évidence par DRX et EBSD). La déformation dans l'alliage 718 se manifeste par la présence de nombreuses micro-macles. À une profondeur de quelques micromètres, plusieurs réseaux de maclage sont activés (3 dans le cas de la

condition R11). Cependant, ceux-ci ne sont pas mis en évidence par EBSD car la résolution de la technique n'était pas suffisante.

Les paramètres de grenaillage influencent énormément le résultat de grenaillage. Pour obtenir une modification de la matière, il faut apporter une certaine énergie au matériau. Ce seuil d'énergie peut être déterminé par le modèle que nous avons développé (critère de Tabor page 150).

Afin de faire une synthèse de ce travail, nous proposons un schéma de couche en coupe transverse d'un échantillon grenaillé (figure 160). Au début, la bille percute la surface de l'échantillon à grenailler. Elle apporte de l'énergie à la surface. Cette énergie est fonction des paramètres de vibration et d'amplitude de la sonotrode ainsi que du diamètre et de la masse de la bille. Le contact de la bille avec l'échantillon crée un maximum de contraintes de Von Mises en sous-couche. Au niveau du contact se forme une zone de déformation plastique. Cette déformation plastique introduit des défauts par le mécanisme d'écrouissage. Le matériau est écroui, ce qui induit un gradient de dureté entre la surface et le cœur de l'échantillon. En surface, une couche nanostructurée est présente sur des profondeurs pouvant aller jusque 20 µm. Généralement celle-ci est pollué par les éléments présent dans l'enceinte et par l'oxygène. Ensuite, dans certains cas, une couche avec une faible densité de défauts peut être présente si le grenaillage produit seulement une plastification en sous couche (< 50 µm). Puis une couche à forte densité de défauts, correspondant au maximum de contrainte, est observée. Cette couche présente une texture de fibre de déformation <110>. Elle s'étend sur une profondeur allant jusque 300 µm. En dessous, nous retrouvons une couche déformée plastiquement avec une faible densité de défauts sur une profondeur allant jusque 500 µm. Au final, la dernière couche du schéma est le cœur du matériau non modifié par la déformation plastique. L'épaisseur de ces couches dépend fortement des paramètres de grenaillage utilisés pour traiter l'échantillon.

En fonction de la géométrie de la pièce et de son utilisation, il faut trouver le bon compromis afin d'obtenir les meilleures performances. Par exemple, si on ne souhaite pas déformer la pièce, il faut que la profondeur affectée par la déformation plastique ne dépasse pas une certaine valeur de son épaisseur. Si on souhaite grenailler des pièces avec des formes géométriques complexes, il faudra utiliser des billes adaptées à la géométrie ou adapter la géométrie au grenaillage. Les études récemment publiées empruntent cette voie d'optimisation du procédé [96].

Connaissant plus en détails les conséquences du grenaillage sur la matière, nous étudierons dans le prochain chapitre la nitruration assistée plasma des échantillons grenaillés.

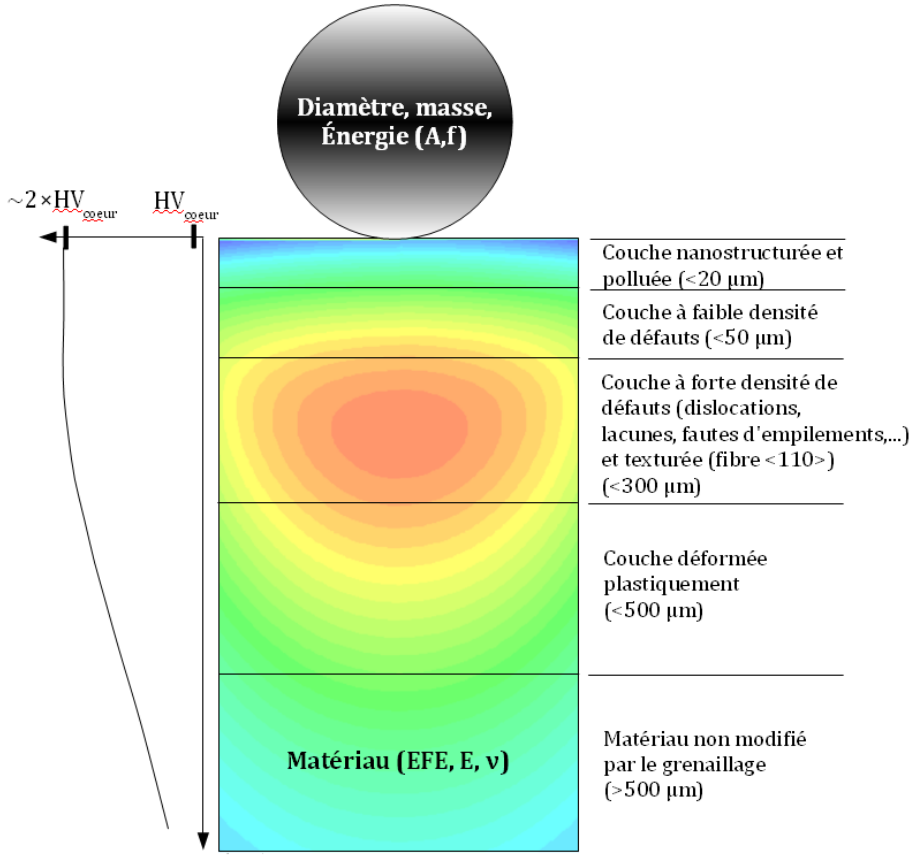


Figure 160 : Modèle de couches schématiques en coupe sens transverse d'un échantillon ayant subi un traitement de grenaillage. Le fond de l'échantillon représente le niveau de contrainte de Von Mises lors de l'impact d'une sphère sur un plan : la couleur rouge représente le maximum et la couleur bleue représente le minimum de contrainte.

Chapitre IV : Couplage du grenaillage avec les traitements thermochimiques de nitruration

IV.1 Introduction

Connaissant l'effet du traitement de grenaillage sur les matériaux traités, nous procédons à l'étude de leurs comportements vis-à-vis d'un traitement thermochimique de nitruration assistée plasma.

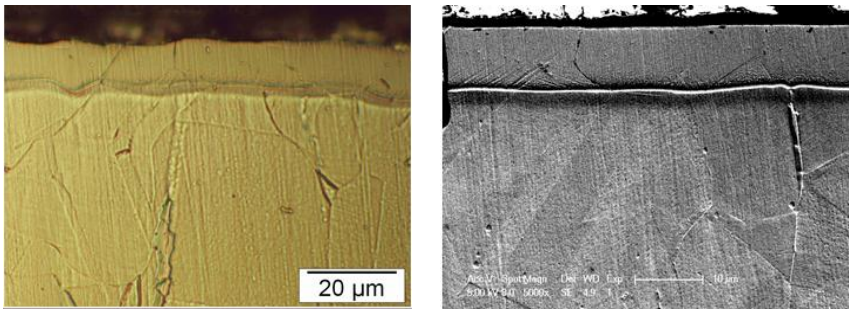
En 1985 Z.L. Zhang et T. Bell [99] ont révélé pour la première fois qu'un processus de nitruration assistée plasma à une température relativement basse (350 - 450°C) permettait de réaliser des couches de diffusion présentant d'excellentes propriétés de dureté et de résistance à l'usure et à la fatigue avec un maintien, voire une amélioration du caractère inoxydable des aciers inoxydables austénitiques. La phase formée dans ces conditions présente une structure très particulière qui a suscité, et suscite encore, de nombreuses controverses. Elle est ainsi connue sous de multiples appellations : austénite expansée (expanded austenite), phase S, phase M ou encore phase γ_N. Depuis les vingt dernières années, des progrès significatifs ont été réalisés sur l'étude de cette phase. À l'heure actuelle il est plus ou moins reconnu que cette phase est une solution solide sursaturée en azote, métastable et associée à une structure cubique à faces centrées déformée. Dans la suite du manuscrit, cette phase sera appelée γ_N.

Pour comprendre les mécanismes de nitruration (diffusion d'azote) dans les matériaux austénitiques déformés par un traitement mécanique, il est nécessaire dans un premier temps d'étudier la nitruration assistée plasma des aciers inoxydables austénitiques et des alliages à base nickel à basse température. Une introduction de la nitruration de ces différents alliages est effectuée afin de montrer les conséquences de ce traitement sur les matériaux de notre étude. Dans une seconde partie, une série d'expérimentation de nitruration des échantillons grenaillés est présentée afin de faire une synthèse dans une dernière partie.

IV.2 La nitruration assistée plasma

IV.2.1 Résultats du traitement thermochimique de nitruration assistée plasma

Après un traitement de nitruration assistée plasma, la pièce traitée devient plus résistante vis-à-vis de son environnement. Elle a de meilleures propriétés tribologiques telles que la résistance à l'abrasion, à l'usure, au frottement… Elle est généralement plus résistante à la corrosion. Ces améliorations sont en partie dues à la couche qui se forme en surface après le traitement. Sur la figure 161, les coupes sens transverse révèlent au niveau de la surface de l'échantillon une couche d'austénite expansée. Il s'agit d'une couche de diffusion dans laquelle de l'azote a diffusé en insertion. Par la suite, cette couche sera appelée couche de nitruré.



(a) (b)

Figure 161 : Coupes micrographiques en sens transverse observées au Microscope Optique (a) et au MEB (b) après un traitement de nitruration de 8 h à 420°C dans un mélange 90% N_2-10% H_2.

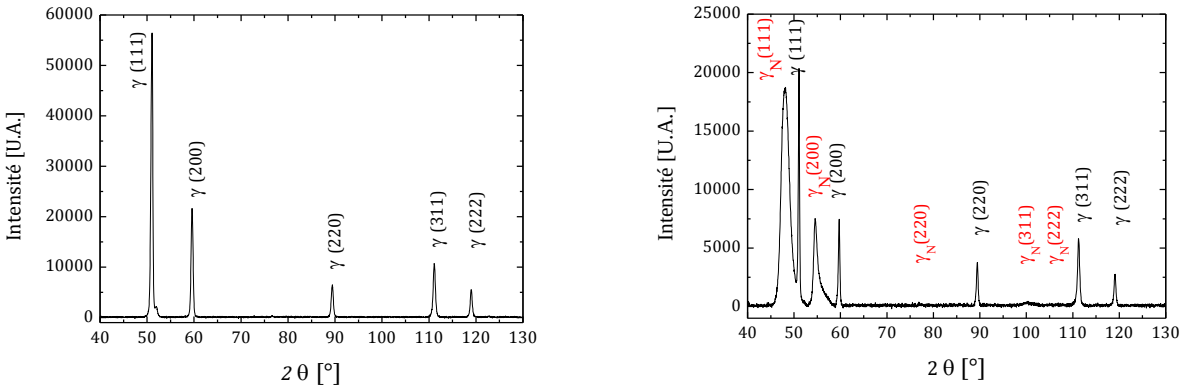


Figure 162 : Diffractogrammes de rayon X en configuration θ-2θ (CoKα) d'un échantillon d'acier inoxydable austénitique non nitruré (a) et après un traitement de nitruration de 4 h à 420°C dans 90%N_2-10%H_2 (b).

Après un traitement de nitruration, des pics de diffraction liés à la couche de nitruration apparaissent en plus des pics de diffraction de l'austénite du substrat. Sur la figure 162-a se trouve un diffractogramme de rayons X d'un échantillon non traité et sur la figure 162-b se trouve celui d'un échantillon traité. À chaque pic de diffraction de l'acier inoxydable austénitique (γ) est associé, aux plus petits angles un pic de diffraction de la phase d'austénite expansée : appelée γ_N. L'austénite expansée est une phase métastable sursaturée en azote qui est une solution solide d'azote cubique à faces centrées désordonnée et déformée.

Un profil SNMS (figure 163) permet de déterminer la concentration en azote en fonction de la profondeur (pour un maximum d'environ 15 µm). Dans le cas de la nitruration assistée plasma des aciers inoxydables à basse température, la concentration superficielle est généralement comprise entre 20 et 25 at.%. Elle peut dans certains cas atteindre une sursaturation d'environ 40 at.%.

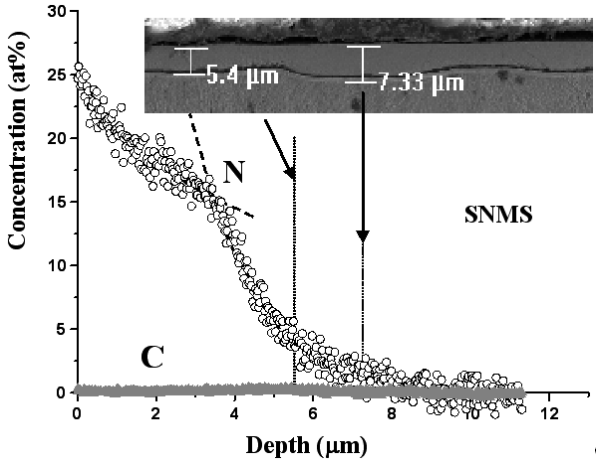


Figure 163 : Profils de concentration SNMS des éléments N et C suivant la profondeur ainsi qu'une coupe micrographique observé au MEB d'un échantillon en 316L ayant subi un traitement de 4 h à 420°C dans un mélange 80% N_2-20% H_2 précédé d'un décapage ionique sous Ar-H_2 d'une heure [100].

La nitruration des alliages à base nickel révèle un résultat légèrement différent. Après nitruration, les diffractogrammes de rayons X montrent la présence d'une seconde phase d'austénite expansée γ_N apparaissant aux petits angles de diffraction comme c'est le cas sur les aciers inoxydables. Néanmoins, dans certains cas, notamment pour les temps courts de

nitruration et les faibles profondeurs de diffusion, deux phases γ_N sont observées : une phase noté γ_{N1} qui apparaît aux plus petits angles de diffraction et une phase γ_{N2} qui apparaît entre les pics de diffraction de γ_{N1} et de γ (figure 164).

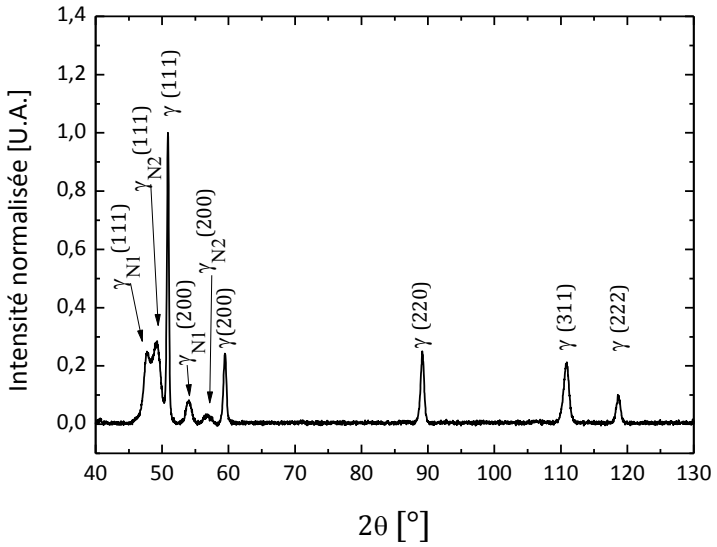


Figure 164 : Diffractogrammes des rayons X en configuration θ-2θ (CoKα) d'un échantillon en alliage 718 après un traitement de nitruration réalisé dans le réacteur en configuration diode à 380°C pendant 4 h dans un mélange 90% N_2-10% H_2.

Ainsi, Leroy et al. [101] affirment que les phases γ_{N1} et γ_{N2} se répartissent dans deux couches distinctes et superposées (figure 165). Les deux phases identifiées sont des solutions solides métastables CFC se distinguant par leurs concentrations en azote et par leurs niveaux de contrainte. Ainsi, la couche superficielle, qui correspond à une zone très fautée dans laquelle des lignes de glissement sont observées, est associée à la phase γ_{N1}. La couche comprise entre le substrat et la couche superficielle, qui est beaucoup moins fautée, est associée à la phase γ_{N2}. La phase γ_{N2} n'apparaît aux rayons X que lorsque la profondeur de diffusion est inférieure à une valeur critique (typiquement quelques micromètres et qui dépend du matériau et du rayonnement X utilisé). Ce phénomène peut se révéler être un atout dans notre cas pour comparer deux échantillons nitrurés dans les mêmes conditions et estimer la profondeur de diffusion.

Dans la littérature, seulement un article écrit par Singh [102] relate la possibilité de nitruré à basse température l'alliage 718. Il montre également que les propriétés obtenues sur les aciers inoxydables sont les mêmes pour cet alliage : augmentation de la dureté, meilleure résistance à l'usure et à la corrosion…

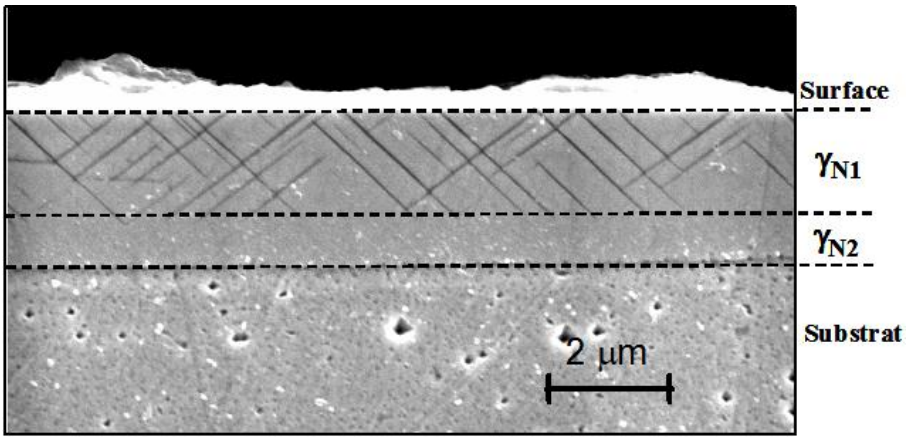


Figure 165 : Micrographie MEB de la coupe transversale d'un échantillon en alliage 690 base nickel nitruré 1 h à 400°C dans un mélange 95% N_2-5% H_2 à 200 Pa [101]. [Attaque à l'eau régale glycérinée]

Dans l'état de nos connaissances, la phase γ_N dite austénite expansée n'a pas révélé tous ses secrets. De nombreux auteurs ont tenté de mieux connaitre cette mystérieuse phase. Il reste cependant beaucoup de questions sans réponses. Dans la suite, nous essayerons d'apporter des éléments supplémentaires à la compréhension de l'austénite expansée.

IV.2.2 Cinétiques de nitruration

Nous avons réalisé des séries d'expériences de nitruration sur acier inoxydable 316L et alliage 718 avec un état de référence poli miroir. Après une étude sur le réacteur pour en déterminer les points de fonctionnement (température et pression de nitruration) qui varient en fonction de paramètres (tels que la puissance, débit des gaz, le laminage…), nous avons étudié plusieurs conditions de traitement. La nitruration des échantillons est grandement influencée par les conditions choisies. Par exemple, pour des faibles puissances, pressions ou débits, la diffusion d'azote n'est pas homogène à la surface des échantillons. Ainsi, des essais ont été réalisés en faisant varier la température de traitement, la composition du mélange gazeux (x % N_2- [1-x] % H_2). Des expériences, avec ou sans étape de décapage[18], ont été accomplies. Les cinétiques de diffusion, représentées par l'évolution de l'épaisseur des couches de diffusion en fonction du temps de traitement, sont en racine carrée du temps. Pour doubler la profondeur de diffusion, le temps de traitement doit être multiplié par quatre. Il est possible d'écrire la relation suivante :

$$< e >= \sqrt{2 \cdot D_N \cdot t}\ , \qquad \textbf{(IV-1)}$$

où $<e>$ est l'épaisseur moyenne de la couche de diffusion [cm], D_N est le coefficient de diffusion effectif [$cm^2 \cdot s^{-1}$] et t est le temps de traitement [s].

L'analyse des différentes cinétiques obtenues montre que le coefficient de diffusion effectif varie en fonction des conditions de nitruration (température et composition du mélange de gaz) et du matériau traité. Lors d'un traitement de nitruration assistée plasma de type diode à 420°C dans un mélange 90% N_2-10% H_2 sans étape de décapage préalable, le coefficient de diffusion effectif de l'azote dans le 316L D_N est d'environ 1,16 10^{-11} $cm^2 \cdot s^{-1}$. Le tableau 48 recense les coefficients de diffusion effectifs calculés pour diverses conditions de traitement et différents matériaux. Par exemple, dans le cas d'une nitruration en MDECR à 350°C dans un mélange 20%N_2-80%H_2, le coefficient de diffusion effectif est d'environ 0,20

18 Le plasma de décapage est créé sur les échantillons en appliquant une tension de polarisation négative d'environ 300 à 500 V. Ainsi, pendant la nitruration l'échantillon est continuellement bombardé par des ions qui pulvérisent la couche native d'oxyde de chrome (couche passive), présente sur les aciers inoxydables et qui perturbe la nitruration. Cependant, le décapage permet de démarrer la nitruration plus tôt et au même moment sur tout l'échantillon.

10^{-11} $cm^2 \cdot s^{-1}$ pour deux matériaux (316LM et alliage 718) mais il est différent pour le 316L. Une analyse du tableau 48 révèle bien l'influence des conditions de traitement sur la diffusion de l'azote dans les matériaux.

Tableau 48 : Coefficients de diffusion effectifs mesurés dans différents matériaux en fonction du type de réacteur, de la température et de la teneur en azote dans le mélange gazeux.

Échantillon	Condition de nitruration	Coefficient de diffusion effectif [10^{-11} $cm^2 \cdot s^{-1}$]
718	MDECR à 350°C dans un mélange 20% N_2-80% H_2 précédé décapage19	**0,20**
316LM	MDECR à 350°C dans un mélange 20% N_2-80% H_2 précédé décapage[19]	**0,20**
316L	MDECR à 350°C dans un mélange 20% N_2-80% H_2 précédé décapage[19]	**0,32**
316LM	Diode à 380°C dans un mélange 15% N_2-85% H_2 précédé de 30 min de montée en température sous plasma réactif.	**0,16**
718	Diode à 380°C dans un mélange 15% N_2-85% H_2 précédé de 30 min de montée en température sous plasma réactif.	**0,03**
316L	Diode à 380°C dans un mélange 90% N_2-10% H_2 précédé de 30 min de montée en température sous plasma réactif.	**0,42**
316L	Diode à 420°C dans un mélange 90% N_2-10% H_2 précédé d'un décapage d'une heure dans un mélange 50%Ar-50%H_2.	**0,76**
316L	Diode à 420°C dans un mélange 90% N_2-10% H_2 précédé de 30 min de montée en température sous plasma réactif.	**1,16**

Pour illustrer l'effet du temps sur la diffusion, les micrographies optiques en coupe sens transverse des échantillons correspondant à la cinétique à 420°C dans un mélange 90% N_2-10% H_2 sans étape préalable de décapage dans le réacteur diode sont présentées sur la figure 166. L'absence d'attaques aux joints de grains dans la couche nitrurée rend compte d'une amélioration de la tenue en corrosion.

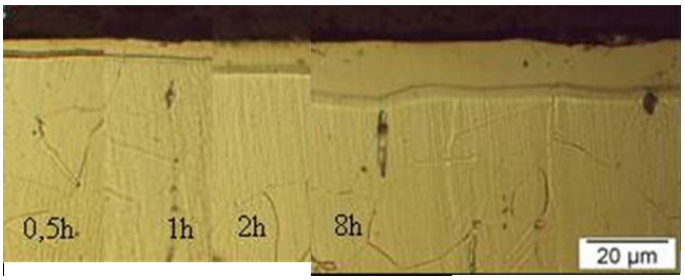


Figure 166 : Micrographies optiques en coupe transverse des échantillons en 316L nitrurés à 420°C dans un mélange 90% N_2-10% H_2 sans étape préalable de décapage dans le réacteur diode. [Réactif de Curran].

Les diffractogrammes de rayons X des échantillons nitrurés sont présentés sur la figure 167. Les profils de concentration, obtenus par SNMS, sont reportés sur la figure 168. Dans ces conditions, la concentration superficielle d'équilibre est atteinte rapidement (figure 168 ~20 at.% au bout de 0,5 h). Par contre, un décalage des pics de diffraction des plans $\gamma_N(111)$ et $\gamma_N(200)$ est observé : plus le temps augmente plus ce décalage vers les petits angles est important.

19 Cette étape de décapage est expliquée dans le chapitre II (partie II.3.1 page 61)

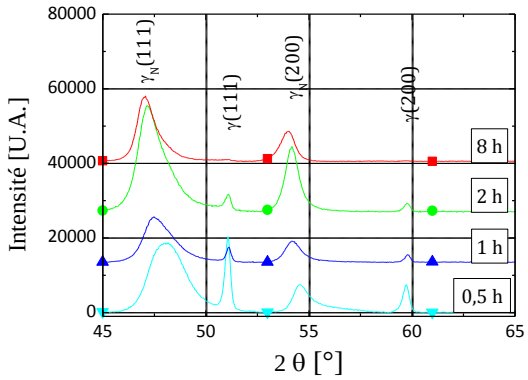


Figure 167 : Diffractogrammes de rayons X en configuration θ-2θ (CoKα) des échantillons en 316L nitrurés en configuration diode à 420°C dans un mélange 90% N_2-10% H_2.

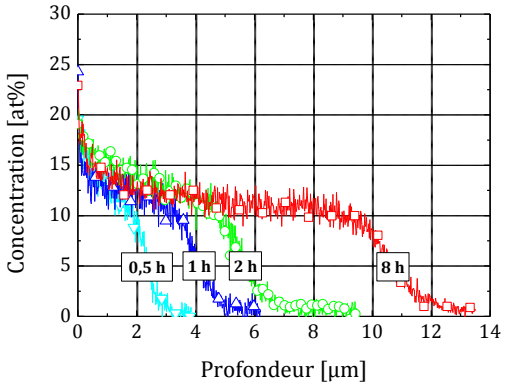


Figure 168 : Profils de concentration en azote déterminés par SNMS des échantillons en 316L nitrurés en configuration diode à 420°C dans un mélange 90% N_2-10% H_2.

T. Czerwiec a développé dans son Habilitation à Diriger les Recherches [103] un modèle élastique simple permettant d'évaluer les contraintes à partir des données fournies par les diffractogrammes des rayons X de la couche nitrurée. Dans ce modèle, l'état de contraintes résiduelles supposé s'établir dans la couche nitrurée, se traduit par des contraintes de compressions biaxiales ($\sigma_1 < 0$ et $\sigma_2 < 0$) dont la valeur dépend de z. Ce modèle est également présenté dans les références [69,104]. Il permet d'estimer les contraintes résiduelles de compression moyennées sur l'ensemble de la couche nitrurée ($<\sigma>$) et d'en déduire la déformation de composition ε_c induite par la diffusion de l'azote. Ensuite, en utilisant une loi de Vegard pour l'azote (équation (IV-2)) qui lie le paramètre de maille de l'austénite expansée $a_{\gamma N}$ [nm] à la concentration en azote C_N [at.%], il devient aisé de déterminer la concentration en azote de la couche nitrurée.

$$a_{\gamma_N} = a_{\gamma_0} + \eta_N^{'} \cdot C_N \,, \qquad \textbf{(IV-2)}$$

pour l'azote, $\eta_N^{'}$ vaut $9 \cdot 10^{-4}$ [nm/at.%] et $a_{\gamma 0}$ est pris égal à 0,3599 [nm] pour l'acier inoxydable 316L. Un exemple d'exploitation des diffractogrammes de rayons X (figure 167) à l'aide du modèle est tracé sur la figure 169. Les contraintes de compression sont relativement élevées au début du traitement et se stabilisent pour des temps plus longs. La concentration de surface augmente pour les temps courts et se stabilise également pour des temps longs. Afin de vérifier la validité du modèle, des mesures de concentrations en azote ont été réalisées par SNMS (figure 168) et comparées aux résultats du modèle (figure 170). Les valeurs mesurées par SNMS sont inférieures à celles calculées. Pour justifier cet écart, on peut avancer les raisons suivantes : (a) les mesures de SNMS sous-estiment la concentration en azote ou (b) les défauts du modèle. Le modèle ne prend pas en compte la déformation plastique puisqu'il est basé sur une déformation anisotrope élastique. Donc l'écrouissage est négligé. De plus, le modèle est basé sur les résultats déterminés par diffraction des rayons X. Il ne faut pas oublier que les rayons X diffractés par le matériau dépendent d'une combinaison de plusieurs facteurs (structure, paramètre de maille, taille de grains, défauts, contraintes, microdéformation, texture…). Le problème est bien connu par les personnes qui utilisent la méthode de Rietveld pour simuler des diffractogrammes des rayons X. À titre d'exemple d'interprétation incomplète, citons le cas d'une étude des diffractogrammes de rayons X, obtenus sur des échantillons nitrurés, a été réalisée par Mingolo [105]. La conclusion est la suivante : la nitruration à 400°C crée une austénite expansée à l'azote de structure cristalline triclinique déformée spéciale due à la sursaturation de l'azote avec la présence de précipités de nitrure de fer et de nitrure de chrome. Dans cette étude, les auteurs n'ont pas pris en

compte la rotation des grains (texturation de la surface) ce qui tend à une interprétation incomplète de la réalité.

En conclusion, les résultats donnés par le modèle ne sont pas à prendre au pied de la lettre. Ils permettent uniquement de comparer les échantillons nitrurés entre eux lorsque les mécanismes de nitruration sont identiques.

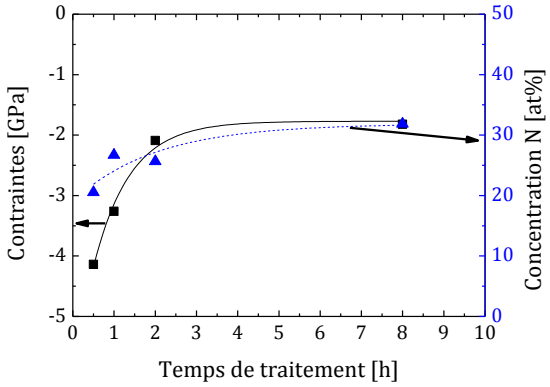


Figure 169 : Résultats obtenus avec le modèle des références [69,103,104]. En noir est tracée l'évolution de la contrainte moyenne en surface dans la couche de nitruration et en bleu est tracée l'évolution de la concentration superficielle en azote.

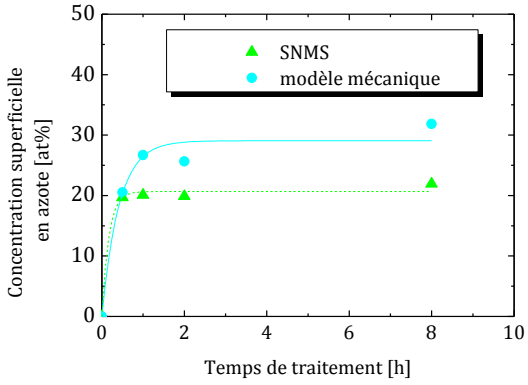


Figure 170 : Comparaison entre les résultats obtenus par le modèle [69,103,104] et les valeurs mesurées par SNMS.

Un autre phénomène a attiré notre attention, lors de l'observation de la surface, nous nous sommes aperçus que le traitement de nitruration révélait les grains par déchaussement. Pour essayer de quantifier ce phénomène, des mesures de rugosité de la surface traitée ont été réalisées. L'évolution des paramètres Rt, Rp et Rv est tracée sur la figure 171. Tous les paramètres mesurés ont tendance à croître de façon linéaire en fonction de la racine carrée du temps. Précédemment, il a été mentionné que le paramètre qui évolue linéairement en fonction de la racine carrée du temps est l'épaisseur de la couche de diffusion. Il est donc logique de penser que la rugosité finale des échantillons est liée à la profondeur de diffusion de l'azote. Le paragraphe suivant permet d'expliquer en partie une telle évolution de la rugosité.

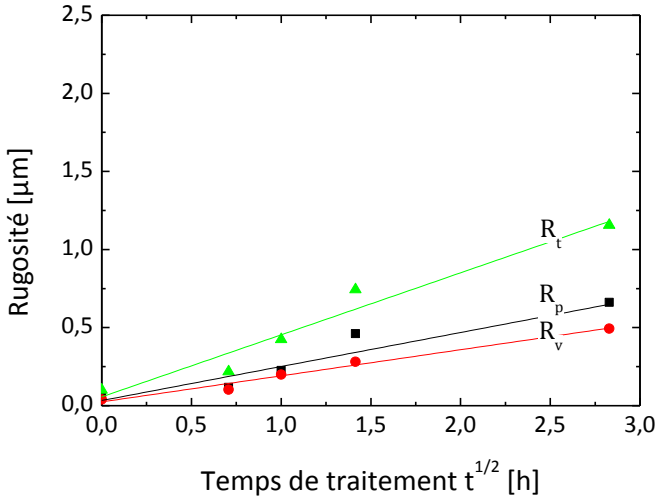


Figure 171 : Évolution en fonction de la racine carrée du temps de traitement des paramètres de rugosité (Rt, Rp et Rv).

IV.2.3 La déformation plastique

Lors des traitements de nitruration assistée plasma, l'azote diffuse dans les pièces métalliques et créée une rugosité. Pour comprendre l'origine de l'apparition d'hétérogénéité de déformation, une grille utilisée en microscopie électronique à transmission avec un motif carré d'une ouverture de 200×200 µm^2 a été posée sur la surface à traiter lors du traitement d'un échantillon en acier inoxydable AISI 316LM. Après un traitement de nitruration et après le retrait de la grille de MET, une extrusion du matériau est visible (figure 172). Par le passé, on pensait que ce phénomène pouvait être lié à la pulvérisation préférentielle qui est fonction de l'orientation des grains en surface. Cependant, aujourd'hui, les expériences présentées ici ont été réalisées dans un réacteur de type MDECR où le phénomène de pulvérisation est nettement atténué. Dans ce dispositif, la polarisation de l'échantillon très faible (de l'ordre du potentiel plasma ~10 V). La figure 172 met en évidence le phénomène d'extrusion après un traitement en MDECR de 1 h à 400°C dans un mélange 60% N_2-40% H_2. Les profils extraits de la profilométrie 3D (figure 172) révèlent une expansion d'environ 250 nm. L'extrusion donne dans ce cas des plots de ~200×200×0,2 µm^3.

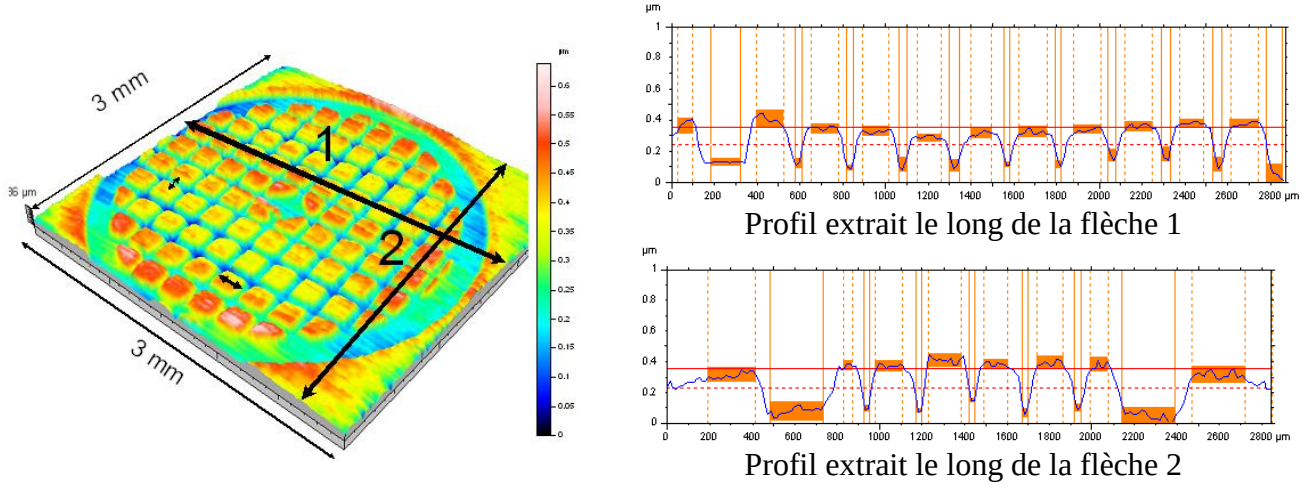


Figure 172 : Profilométrie et extraction de deux profils montrant l'extrusion induite par la nitruration assistée plasma.

Pour montrer que l'expansion est induite par la nitruration de l'acier inoxydable, une coupe sens transverse (figure 173) a été réalisée. La micrographie révèle que les plots obtenus sont bien constitués d'une phase γ_N comme sur les échantillons nitrurés dans les mêmes conditions. En revanche, les parties recouvertes par la grille ne sont pas traitées. Néanmoins, récemment, nous avons montré que l'azote diffuse légèrement en dessous du cache [106].

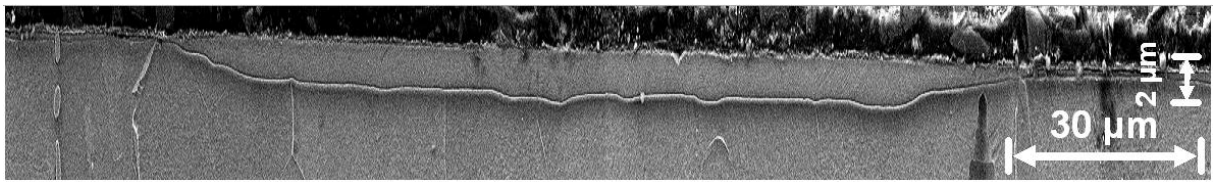


Figure 173 : Micrographie électronique en coupe sens transverse d'un plot après traitement de nitruration assistée plasma. [Réactif de Curran]

La surface des échantillons après nitruration est observée par microscope optique sur la figure 174. La micrographie révèle les grains du matériau sur les zones nitrurées tandis que sur les zones non traitées, l'état de surface correspond à un poli miroir. Pour bien mettre en évidence le déchaussement des grains une micrographie électronique de la surface d'un

échantillon nitruré est représentée sur la figure 175. La mise en évidence des grains révèle une anisotropie de déformation suite à la diffusion de l'azote dans ce type de matériau (316L et 718) [102,107]. La présence de bandes de glissement dans certains grains à la surface est associée à de fortes déformations plastiques induite par les contraintes internes. Cette déformation plastique n'est pas visible dans tous les grains car celle-ci dépend de l'orientation du grain par rapport à la surface : le glissement est réalisé dans les plans denses {111} du CFC.

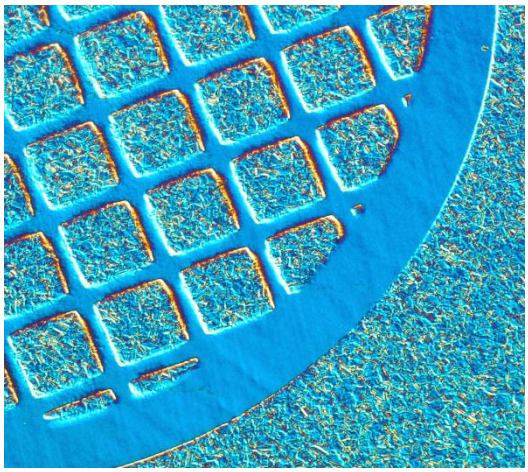


Figure 174 : Micrographie optique de la surface d'un échantillon en 316LM préalablement poli miroir après traitement de nitruration assistée plasma en MDECR à 400°C pendant 1 h dans un mélange 60% N_2-40% H_2. (sans attaque).

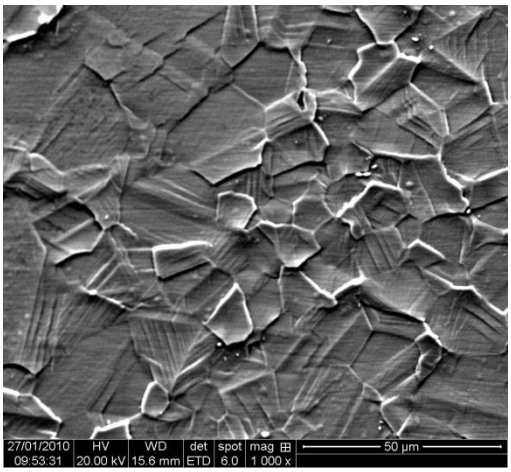
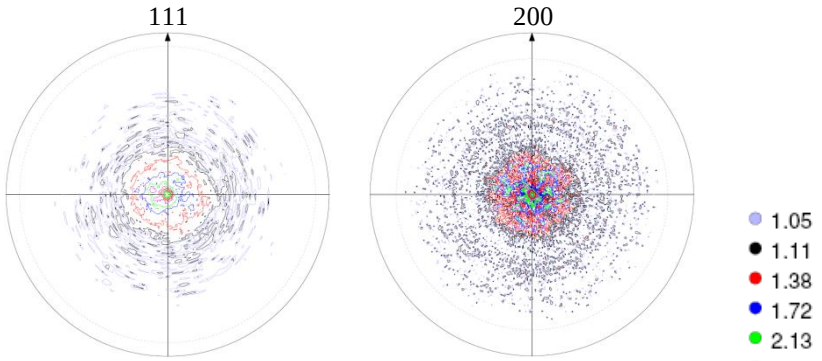
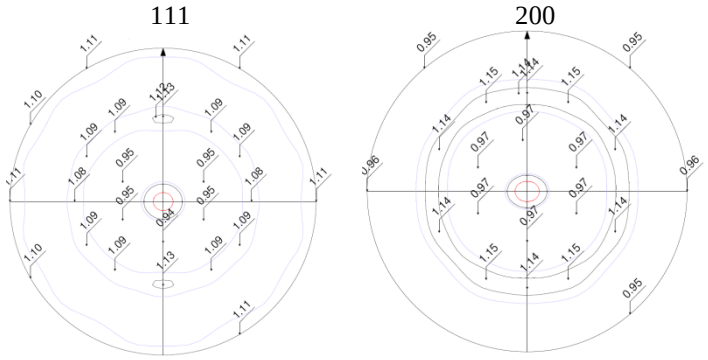


Figure 175 : Micrographie électronique de la surface d'un échantillon en 316LM préalablement poli miroir après traitement de nitruration assistée plasma en MDECR à 420°C pendant 4 h dans un mélange 90%N_2-10%H_2. (sans attaque)

Dans le chapitre III, nous avons évoqué et mis en évidence que la déformation plastique des matériaux induit, lorsque celle-ci est importante, une texture de déformation cristallographique qui est fonction de la sollicitation exercée. Dans le cas des aciers inoxydables nitrurés, la contrainte résiduelle après nitruration résultant du couple couche de nitruration-substrat est de l'ordre de quelques gigapascals [67,108,109]. Cette forte contrainte provoque un changement de texture cristallographique de la surface nitrurée. Pour mettre en évidence cette modification, des figures de pôles des pics de diffraction (111) et (200) ont été mesurées par diffraction des rayons X suivant la méthode présentée dans le chapitre II (partie II.4.4.2 page 60). Pour cette étude deux échantillons ont été sélectionnés. Ils sont de nature différente (718 et 316LM) et le réacteur de nitruration utilisé est également différent (MDECR et Diode). Les résultats des mesures sont présentés dans la figure 109 (718 – MDECR) et figure 177 (316LM – diode). Les figures de pôles révèlent une texture sur les deux pics de diffraction analysés. C'est-à-dire que les plans (111) et (200) sont parallèles à la surface de l'échantillon. La nitruration conduit à une rotation des grains de la surface de l'échantillon traité.

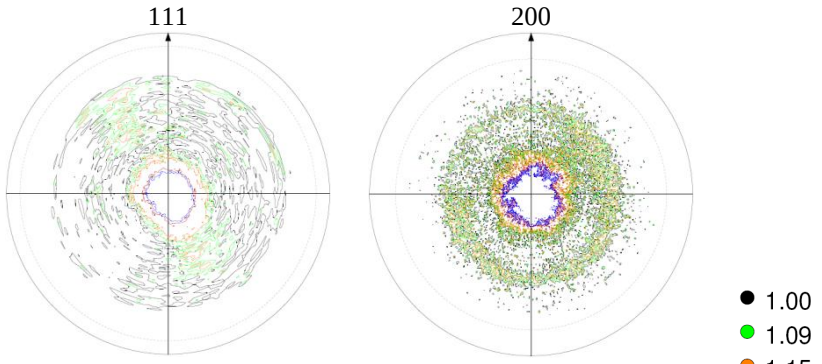


(a) Figures de pôles brutes.

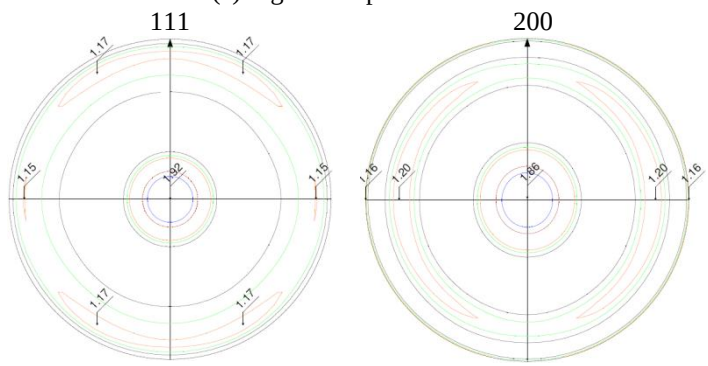


(b) Figures de pôles calculées.

Figure 176 : Figures de pôles brutes (a) et calculées (b) sur les pics de diffraction des plans (111), (200) d'un échantillon en alliage 718 (718N167) nitruré en MDECR à 350°C pendant 8 h dans un mélange 20% N_2 – 80% H_2.



(a) Figures de pôles brutes.



(b) Figures de pôles calculées.

Figure 177 : Figures de pôles brutes (a) et calculées (b) sur les pics de diffraction des plans (111), (200) d'un échantillon en acier inoxydable AISI 316L (316LN63) nitruré en diode à 420°C pendant 4 h dans un mélange 90% N_2 – 10% H_2.

IV.2.4 Discussion

Il a déjà été montré dans certaines conditions, notamment dans le cas de la pulvérisation cathodique magnétron, que la texture des dépôts réalisés dépend de la concentration en azote introduite [110-113].

La déformation plastique se traduit par l'apparition à la surface des échantillons de bandes de glissement. Ceci a également était mis en évidence dans d'autres travaux [102,107,108,114-117]. Ce résultat caractéristique est obtenu quel que soit le dispositif de nitruration plasma.

Dans la littérature, les premiers à avoir mis en évidence cette texture sont des brésiliens [118]. Plus récemment, une équipe de Poitiers a étudié plus en détails l'évolution de cette texture de déformation [67,108,119-121]. Cette déformation s'explique par l'introduction de l'azote dans la maille. Ainsi, la structure cubique à face centrée de l'acier inoxydable ou de l'alliage 718 est sollicitée en traction suivant la normale à la surface [67]. Précédemment, dans le chapitre I au paragraphe I.5, nous évoquions le cas de la texture de déformation des fils tréfilés. Si le fils présente une structure cubique centrée, il présentera une texture <110> alors que s'il est cubique à faces centrées, il présentera une texture <111> et <100>. La texture <111> est favorisée par les systèmes de glissement pour les métaux à haute énergie de faute d'empilement comme l'aluminium. Dans le cas d'une faible énergie de faute d'empilement, la texture prédominante est <100>. Il est logique de penser que dans notre cas, où les matériaux ont une énergie de faute d'empilement intermédiaire, nous serons en présence d'une texture de déformation composée de fibres <111> et <100>.

La figure 178 présente l'évolution de l'orientation cristallographique sur une figure de pôles inverse suivant la direction normale à la surface pour 20 min et 8 h de traitement de nitruration à 400°C dans un mélange 60% N_2-40% H_2. Les points donnent l'orientation d'un grain avant nitruration tandis que l'évolution de l'orientation de ce grain après nitruration est schématisée par le trait. L'extrémité du trait (sans point) correspond à l'orientation finale. La direction du trait représente la direction de rotation et sa longueur l'amplitude. La figure 21 page 24 permet d'expliquer les observations de modification de textures réalisées par Stinville et al [67,120]. Dans le triangle standard et en fonction de l'énergie de faute d'empilement, il existe une zone d'orientation qui n'est pas modifiée par la déformation appliquée (figure 178, zone indicée 2) : cette zone a été mise en évidence dans un certain nombre de publications [67,108,119,120].

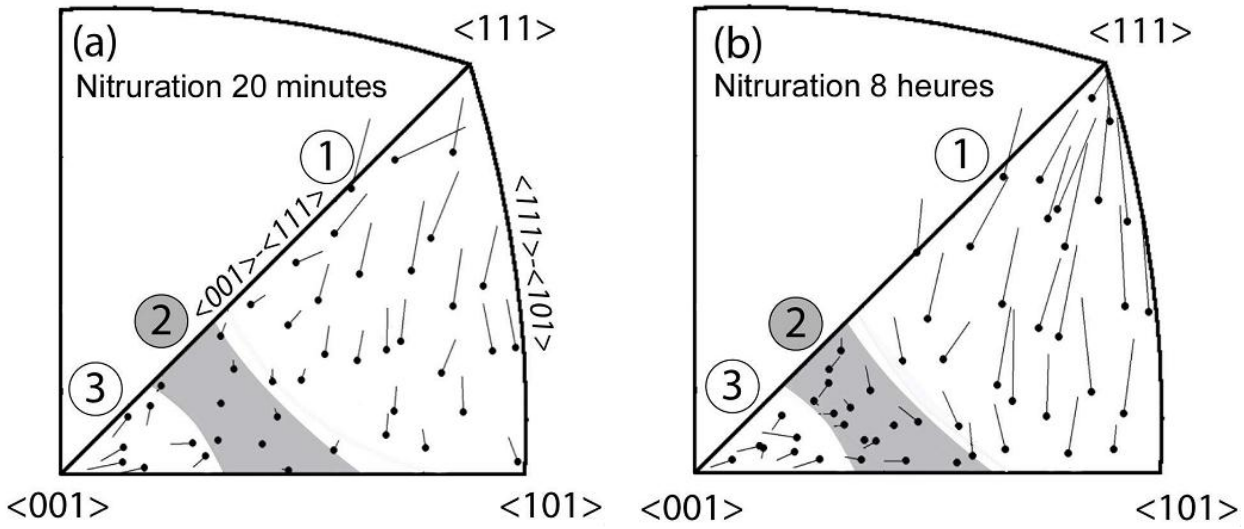


Figure 178 : Évolution de l'orientation cristallographique des grains de la surface d'un acier inoxydable AISI 316L nitruré à 400°C dans un mélange 60% N_2-40% H_2 représentée à l'aide de figures de pôles inverses ND pour deux durées de traitement (a) 20 minutes et (b) 8 heures. [67,120]

Cette texture peut également être mise en évidence lors des analyses par rayons X en incidence rasante. Pour des faibles angles 2°, 4° et 8° (figure 179), l'intensité des pics de diffraction de la phase γ_N associée aux plans (111) et (200) diminue fortement. Il apparaît également un pic de diffraction associé aux plans (220) de la phase γ_N. Habituellement, ce pic de diffraction est rarement mis en évidence sur les diffractogrammes en condition θ-2θ. En fonction du mode de diffraction choisi, incidence fixe ou θ-2θ, les plans analysés ne sont pas les mêmes. En θ-2θ, les plans qui diffractent sont parallèles à la surface de l'échantillon. Tandis que dans le cas de l'incidence fixe (γ), les plans analysés sont fonction de 2θ et de l'angle d'incidence. Ainsi, l'orientation du plan diffractant (η) par rapport à la surface est déterminée par :

$$\eta = \frac{2\theta}{2} - \gamma \qquad \textbf{(IV-3)}$$

Sur les diffractogrammes de rayons X de la figure 179, le pic de diffraction $\gamma_N(220)$ est présent pour 2θ = ~84°. Les plans (220) qui diffractent sont à η = 40° (γ = 2°), 38° (γ = 4°), 34° (γ = 8°) et à 26° (γ = 16°). Dans la structure cubique à faces centrées, les plans {220} sont à 35° ou 90° des plans {111} et sont à 45°, 90° ou 135° des plans {200}. Lors de la diffraction en incidence rasante, les plans $\gamma_N(220)$ qui diffractent correspondent aux orientations des plans $\gamma_N(220)$ associés aux orientations $\gamma_N(111)$ et $\gamma_N(200)$ qui sont parallèles à la surface de l'échantillon. Dans le cas des diffractogrammes en θ-2θ et pour γ = 16°, le pic de diffraction $\gamma_N(220)$ n'est pas observable car la configuration de diffraction n'est pas favorable. L'apparition ou la disparition du pic de diffraction $\gamma_N(220)$ est due à la texture de la couche nitrurée. Les mêmes résultats sont trouvés sur les couches de nitruration des alliages à base nickel 718. Cette caractéristique est également observée lorsque l'angle de déclinaison ψ varie [118].

Pour connaître l'état tridimensionnel des contraintes internes du matériau, nous avons réalisé des diffractogrammes du pic de diffraction associé aux plans de la famille (111) sous différentes déclinaisons ψ (7 au total avec 0 < ψ < 71,57°) et suivant différentes orientations φ de l'échantillon (6 au total avec 0 < φ < 360°). La figure 95 représente les diffractogrammes du pic (111) suivant les différentes déclinaisons ψ pour une position φ = 0. Sur cette figure, la position du pic (111) se décale vers les grands angles de diffraction à mesure que l'angle de déclinaison augmente : ce qui est signe de la présence de contraintes internes. Au total 42 diffractogrammes ont été réalisés. L'exploitation des résultats de ces diffractogrammes est illustrée par le graphique de la figure 96. Il montre l'évolution de la déformation mesurée en fonction du carré du sinus de l'angle de déclinaison ψ. D'une manière générale, l'intensité des pics de diffraction chute grandement dès que l'échantillon est incliné en ψ. Pour la position ψ = 22,79°, les points mesurés sont assez éloignés d'une droite car l'erreur de mesure est plus grande. En effet, les diffractogrammes de la position ψ = 22,79° et 0 < φ < 360° ne révèlent qu'un pic de diffraction qui n'est pas très intense. Il devient assez difficile dans ces conditions de mesurer sa position exacte. Le même phénomène est observé pour la position ψ = 33,21°. Cette baisse d'intensité, pour cette déclinaison, est due à la texture et aux déformations plastiques au sein de la couche nitrurée.

Afin de déterminer la contrainte moyenne dans la couche nitrurée de l'échantillon, nous avons opté pour un modèle de contraintes biaxiales. Ces mesures ont permis ainsi de définir le tenseur des contraintes biaxiales suivant :

$$\overline{\overline{\sigma}} = \begin{pmatrix} -1650 & -120 & 0 \\ -120 & -1640 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \pm \begin{pmatrix} 480 & 440 & 0 \\ 440 & 20 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \text{ [MPa].} \qquad \textbf{(IV-4)}$$

L'échantillon après un traitement de nitruration de 4h à 420°C dans un mélange 90% N_2-10% H_2 présente des contraintes de compression biaxiales qui sont de l'ordre

de -1,6 GPa. Notre modèle donne une valeur de contrainte moyenne dans la couche de nitruration d'environ -1,5 GPa. À titre d'exemple, pour un échantillon de 316 nitruré par implantation ionique sur une profondeur bien inférieure à celle de la nitruration en configuration diode ou MDECR, les contraintes de compression mesurées pour une concentration en azote de 23 at.% sont de 2,5-3 GPa [107].

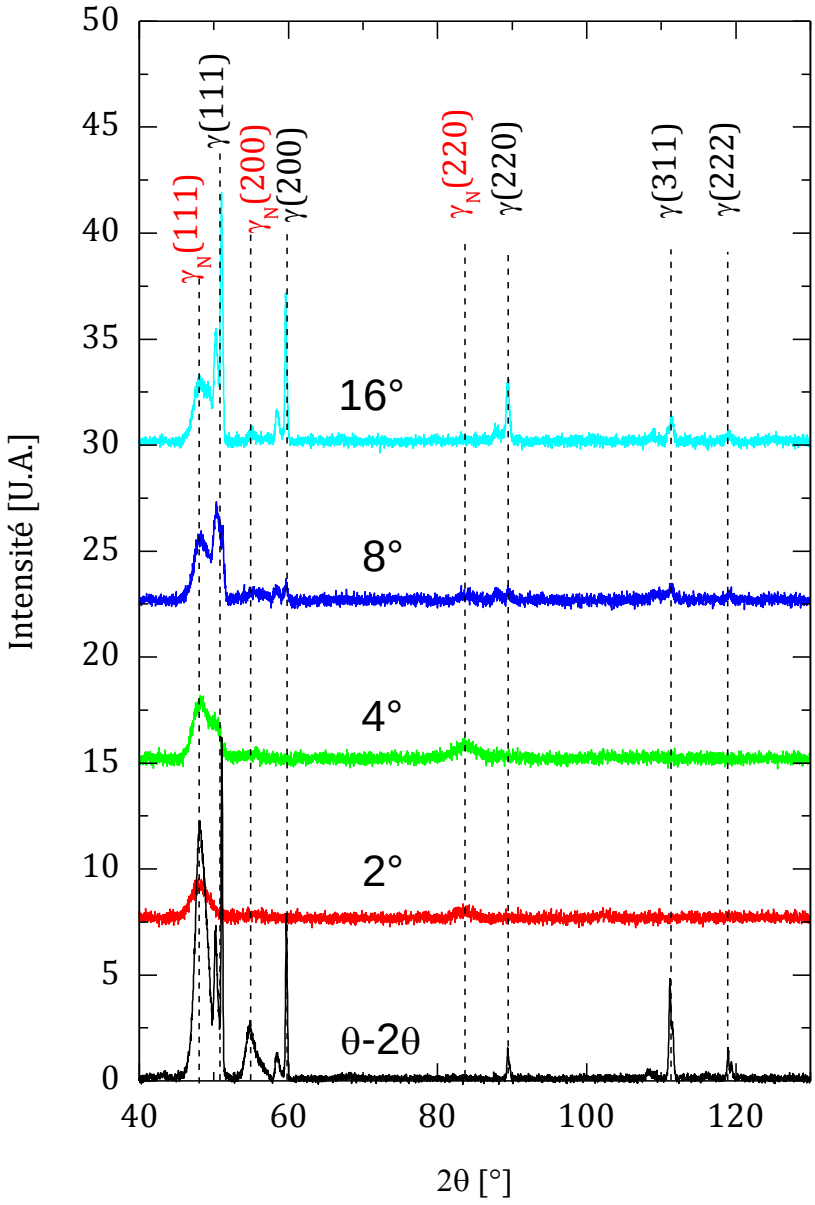


Figure 179 : Diffractogrammes de rayon X (CoKα) suivant différentes configurations géométriques de diffraction d'un échantillon en acier inoxydable austénitique nitruré en configuration MDECR à 350°C pendant 8 h dans un mélange 20% N_2 - 80% H_2. Diffractogrammes en condition θ-2θ et incidence fixe à 2°, 4°, 8° et 16°.

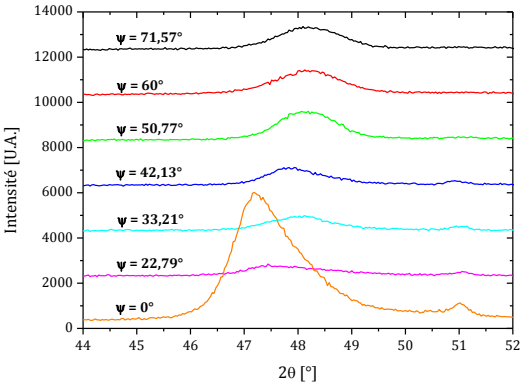


Figure 180 : Diffractogrammes des pics de diffraction (111) de la phase γ et γ_N de l'échantillon 316LN63[20] après nitruration en fonction de la déclinaison ψ à φ = 0.

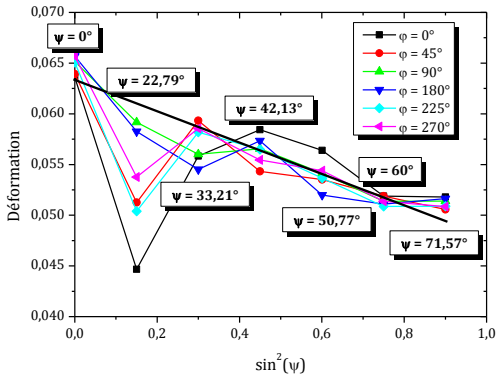


Figure 181 : Résultats de la mesure de la contrainte par la méthode du sin²(ψ) sur le pic de diffraction (111) sur l'échantillon 316LN63[20] après nitruration en fonction de φ et de l'angle de déclinaison ψ.

L'explication de la structure de la phase γ_N est encore assujettie à de nombreuses controverses. À l'heure actuelle, les publications sur le sujet parlent d'un certain nombre de structure possible. Une étude récente de Fewell et Priest [122] sur un acier inoxydable austénitique nitruré à basse température a permis d'obtenir des informations jusqu'au pic de diffraction (640) en utilisant un rayonnement synchrotron. Cette étude montre que la variation de concentration en azote ne dépend pas de l'orientation des grains car a_{hkl} ne dépend pas de l'angle d'incidence. Les structures tétragonales, monocliniques et tricliniques sont exclues car la séparation des pics de diffraction n'a pas été observée aux grands angles. Par contre, les possibilités restantes sont une distorsion rhomboédrique, des fautes d'empilement ou des déformations du paramètre de maille dues aux contraintes résiduelles introduites par l'azote présent dans les sites interstitiels. Plus récemment, Kahn et al. [123] ont émis l'hypothèse des effets du coefficient de Poisson. Ainsi, ils en déduisent que la structure de la phase γ_N est composée d'un réseau de Bravais CFC. D'autres travaux [124], vont également dans ce sens. Le décalage qui existe entre les positions théoriques et expérimentales est expliqué par la présence de défauts dans la phase γ_N.

IV.3 Évolution de la microstructure après traitement thermochimique

Lors d'un traitement thermochimique de nitruration assistée plasma, il est nécessaire de chauffer les échantillons à des températures pouvant aller jusque 450°C. Afin d'étudier l'influence de la température sur la microstructure des échantillons grenaillés, un traitement thermique de 6 heures à 500°C sous flux d'argon a été réalisé sur différent échantillons (tableau 49) en alliage à base nickel 718.

Cette étude montre qu'après un traitement thermique, la structure et la microstructure n'évoluent pas beaucoup. L'analyse des diffractogrammes de rayons X à l'aide de l'équation de Scherrer révèle une taille de grains identique. Par contre, les microdéformations calculées à l'aide de l'équation de Stocke Wilson montrent que les déformations sont sensiblement inférieures.

20 Nitruration de type diode à 420°C pendant 4 h dans un mélange 90% N_2-10% H_2 précédé d'une étape de décapage d'une heure dans un mélange 50% Ar-50% H_2.

Tableau 49 : Conditions de grenaillage des échantillons en alliage 718 traités thermiquement.

Échantillon	Condition de grenaillage
Ref	Non grenaillé
B4	50 µm – 100C6 Ø 2 mm – 15 min – 90 J
B5	50 µm – 100C6 Ø 2 mm – 30 min – 178 J

Les indentations superficielles et les profils de dureté Vickers (figure 182) réalisés après le traitement thermique se superposent parfaitement aux mesures réalisées précédemment. Les profils de microdureté obtenus après nitruration sont identiques à ceux avant nitruration : la température du traitement thermochimique (350°C pendant 8 h) ne semble pas modifier la microstructure du matériau grenaillé (profils de dureté identique). Roland et al. avaient également montré qu'un recuit ne modifiait pas la microstructure du matériau [48].

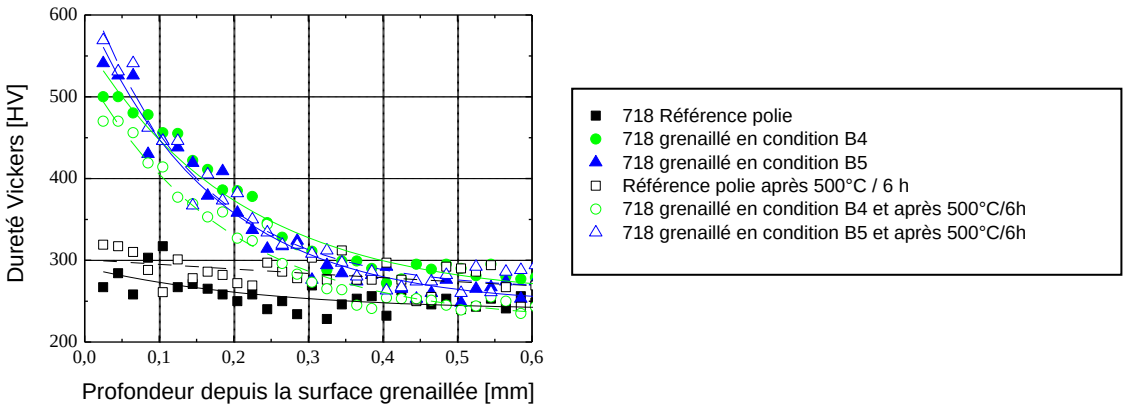


Figure 182 : Profils de dureté Vickers ($HV_{0,025}$) sur coupe sens transverse de la zone déformée plastiquement par le grenaillage avant (symboles pleins) et après (symbole vide) un traitement thermique de 6 h à 500°C sous flux d'argon.

Les coupes sens transverse (figure 183) mettent en évidence les mêmes traces de déformation plastique. En revanche, l'analyse des orientations cristallographiques obtenues par EBSD signale une légère modification. La zone déformée plastiquement est moins perturbée, comme si le traitement thermique avait entrainé une restauration de la matière. L'évolution de la texture, quantifiée par le calcul des figures de pôles entre l'état initial, le matériau grenaillé avant et après traitement thermique, dévoile une augmentation de l'indice de texture (figure 184).

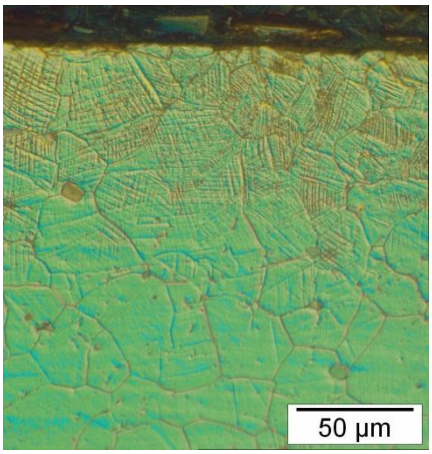
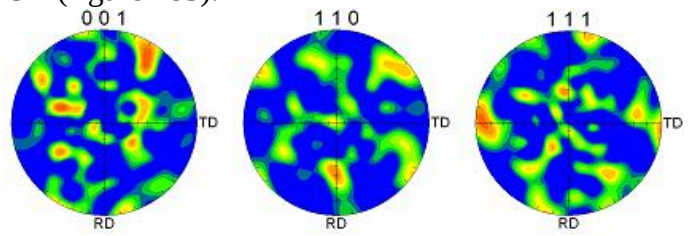
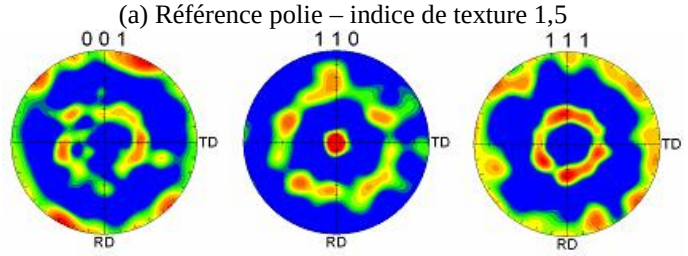


Figure 183 : Micrographie optique en coupe sens transverse d'un échantillon en alliage 718 grenaillé en condition B5 après avoir subi un traitement thermique de 6 h à 500°C sous flux d'argon. [Attaque électrochimique].

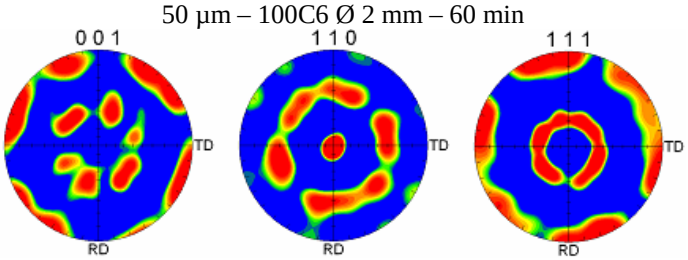
L'apport énergétique du maintien en température permet à la matière de s'homogénéiser : elle se restaure. La restauration ne change presque pas l'orientation cristallographique du métal : mais certains défauts réticulaires, lacunes, interstitiels ou dislocation s'annihilent. D'autres se réorganisent : généralement une polygonisation est observée, c'est-à-dire la formation de sous-grains presque parfaits, séparés de leurs voisins d'orientation proche par des sous-joints constitués par un réseau de dislocations. Les textures de restauration ainsi obtenues coïncident pratiquement avec les textures de déformation : elles peuvent être plus stables vis-à-vis d'un recuit en température [34]. C'est pourquoi, les sous-grains sont mieux définis en EBSD (figure 185).



(a) Référence polie – indice de texture 1,5



(b) B5 – indice de texture 4,3
50 µm – 100C6 Ø 2 mm – 60 min



(b) B5 après un traitement thermique 6h à 500°C – indice de texture 5,4
50 µm – 100C6 Ø 2 mm – 60 min

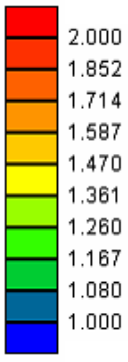


Figure 184 : Figures de pôles calculées à partir des données EBSD suivant ND de (a) la référence polie et de la zone proche de la surface d'un échantillon grenaillé en condition B5 (b) avant et (c) après un traitement thermique de 6 h à 500°C sous flux d'argon.

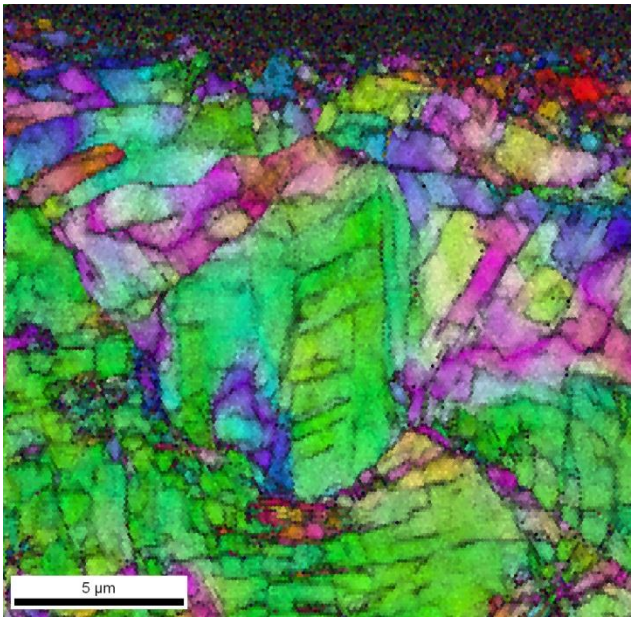


Figure 185 : Image composée de la cartographie d'orientations et de l'image de décalage de fit à fort grandissement de la zone proche de la surface grenaillée d'un échantillon grenaillé en conditions B5 après le traitement thermique de 6 h à 500°C sous flux d'argon.

Pour étudier en détails l'effet de l'apport d'énergie par l'intermédiaire du traitement thermique, une étude par microscopie électronique à transmission a été réalisée. La lame a été préparée par FIB. L'étude a porté sur une zone où l'azote n'a pas diffusé. La micrographie électronique en fond clair d'une zone situé à 30 µm de la surface (figure 186) révèle que les mécanismes de déformation par maclage sont toujours présents. Deux systèmes sont mis en évidence sur les micrographies en fond noir de la figure 187. Comme nous nous y attendons, cette étude montre que le traitement thermique à 350°C pendant 8 h ne modifie pas significativement la microstructure et la structure de l'échantillon grenaillé.

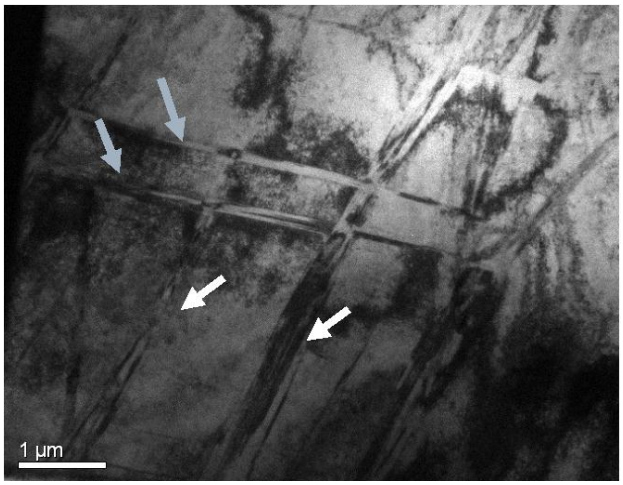


Figure 186 : Micrographie électronique en transmission en fond clair d'une zone située à 30 µm de l'échantillon R11 (50 µm – Zirshot Ø 2 mm – 10000 % – 240 J tableau 12 page 89) après un traitement de nitruration de 8 h à 350°C. Les flèches indiquent les macles.

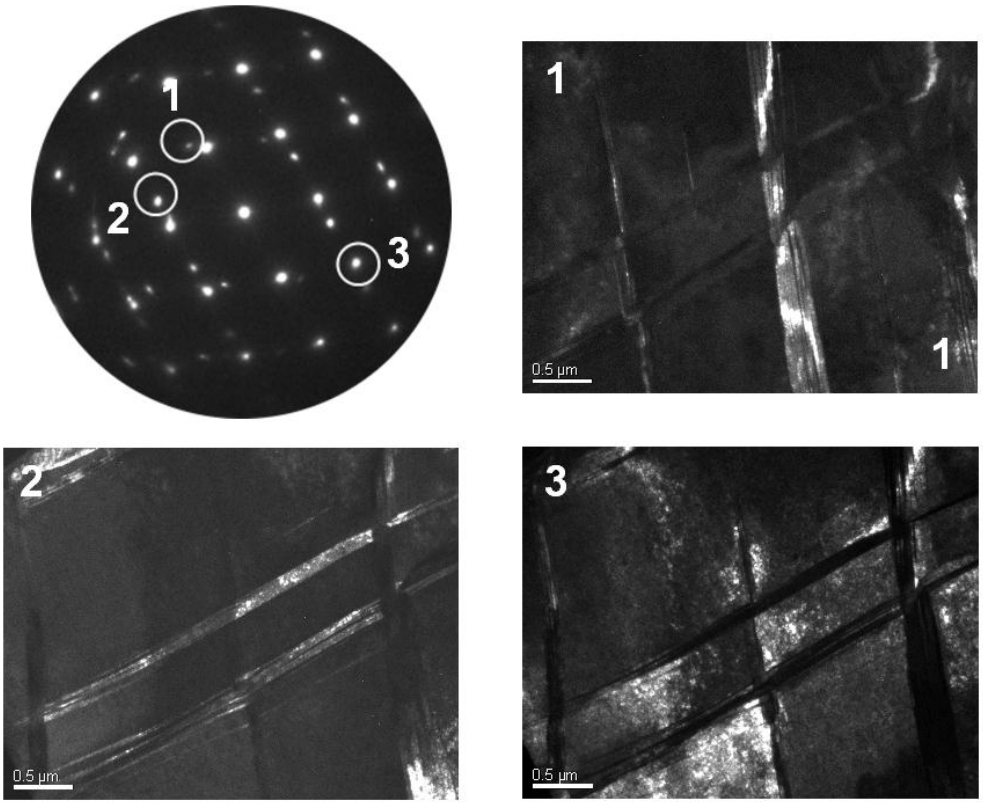


Figure 187 : Cliché de diffraction des électrons en aire sélectionnée de la figure 186 et micrographies électroniques en transmission en fond noir associées aux taches sélectionnées 1, 2 et 3. Zone à 30 µm de la surface impactée d'un échantillon grenaillé en alliage 718 en condition R11 (50 µm – Zirshot Ø 2 mm – 10000 % – 240 J tableau 12 page 89) et ayant subi un traitement de nitruration de 8 h à 350°C. Les fonds noirs mettent en évidence les macles mécaniques.

Remarque : pendant le traitement thermochimique de nitruration, une température est imposée aux échantillons. Elle crée une dilatation du paramètre de maille des échantillons. D'après les coefficients trouvés sur internet[21], la dilatation à une température de 400°C est d'environ 0,8% pour les échantillons en 316L et d'environ 0,5% pour les alliages 718. Cette déformation est plus faible que la déformation de composition obtenue après nitruration (typiquement de l'ordre de 10%).

IV.4 Couplage grenaillage nitruration

Maintenant, que nous connaissons un peu plus les effets de la nitruration assistée plasma basse température sur la structure et microstructure des matériaux de notre étude, nous allons étudier l'effet de prétraitements mécaniques de surface sur la nitruration. Précédemment, nous avons présenté un modèle synthétique des différentes couches induites par le grenaillage dans la conclusion du chapitre III. Ce schéma montre qu'en dessous de la surface impactée, il existe un certain nombre de couche avec des caractéristiques différentes. Afin de découvrir l'influence de celles-ci sur la nitruration, nous avons réalisé une nitruration sur des échantillons grenaillés présentant des couches en surface différentes :

1. brut de grenaillage.
2. polissage superficiel des échantillons à la pâte diamantée 6 µm pour éliminer la rugosité introduite par le traitement de grenaillage et la couche polluée en surface.

21 www.matweb.com

3. polissage mécanique pour atteindre la zone du maximum des contraintes de Von Mises déterminés par le modèle de Hertz présenté dans le chapitre III.

Nous verrons que la nature de la couche en surface influence grandement la diffusion de l'azote. Lors de chaque expérience, il est introduit en même temps que les échantillons grenaillés, un échantillon poli miroir (gamme de polissage définie dans la partie II.4.5.7 page 65) qui sert de référence.

IV.4.1 Nitruration sur échantillons bruts de grenaillage

Pour étudier la nitruration des échantillons bruts de grenaillage, des campagnes de traitement ont été réalisées sur des échantillons polis miroirs et sur des échantillons grenaillés en alliage 718 et acier inoxydable 316L. Par exemple, un traitement sur les échantillons en alliage 718 à 380°C pendant 4 h dans un mélange 90% N_2-10% H_2 précédé d'une étape de 1h de décapage a été réalisé sur les échantillons grenaillés par l'UTT (tableau 50).

Tableau 50 : Conditions de grenaillage des échantillons en alliage 718 nitrurés.

Échantillon	Condition de grenaillage
Ref	Non grenaillé
B4	50 µm – 100C6 Ø 2 mm – 15 min – 90 J
B5	50 µm – 100C6 Ø 2 mm – 30 min – 178 J
B6	50 µm – 100C6 Ø 2 mm – 60 min – 350 J

Les diffractogrammes des rayons X des échantillons (figure 188) montrent que la nitruration s'est déroulée correctement. Il apparaît sur les diffractogrammes des pics de la phase γ_N aux petits angles. Cependant, pour des temps plus longs de grenaillage, le décalage vers les petits angles est moins important. Le pic de diffraction de la phase γ des plans (200) voit son intensité croitre en fonction du temps de grenaillage : ce qui rend compte d'une diminution de l'épaisseur de la couche nitrurée. Ces deux constats laissent présager que la profondeur de diffusion de l'azote est moins importante à mesure que le temps de grenaillage (énergie cumulée) augmente.

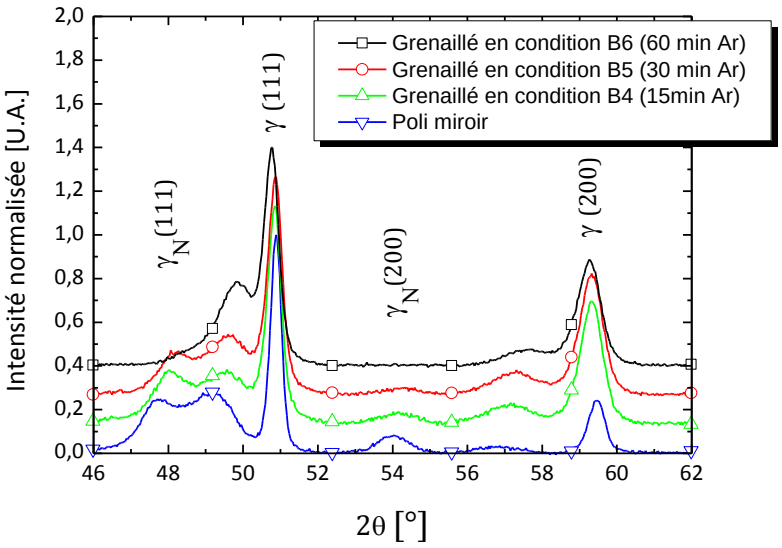
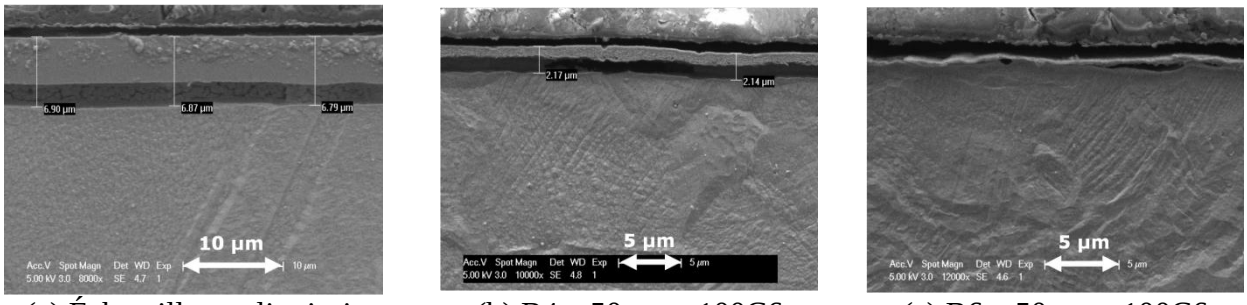


Figure 188 : Diffractogrammes des rayons X en configuration θ-2θ (CoKα) des échantillons en alliage 718 poli miroir et grenaillés (conditions B4, B5 et B6) après un traitement de nitruration à 380°C pendant 4 h dans un mélange 90% N_2-10% H_2 réalisé dans le réacteur en configuration diode.

Pour vérifier cette hypothèse, des coupes sens transverse ont été effectuées afin de connaître avec précision l'épaisseur et la microstructure de la couche de diffusion. Les micrographies électroniques à balayage (figure 189) confirment l'hypothèse : plus l'échantillon est grenaillé, plus la diffusion de l'azote est freinée. Une épaisseur de 6,9 µm est mesurée sur la référence polie alors que seulement 2,1 µm et 0,5 µm sont respectivement obtenus pour les échantillons grenaillés en condition B4 et B6.



(a) Échantillon poli miroir (b) B4 – 50µm – 100C6 Ø 2 mm – 15 min – 90 J (c) B6 – 50 µm– 100C6 Ø 2 mm – 60 min – 350 J

Figure 189 : Micrographies électroniques à balayage en coupe sens transverse des échantillons en alliage 718 (a) poli miroir, (b) grenaillé en condition B4 et (c) grenaillé en condition B6 après un traitement de nitruration à 380°C pendant 4 h dans un mélange 90% N_2-10% H_2 réalisé dans le réacteur en configuration diode. [attaque eau régale]

Pour observer et comparer, les résultats obtenus sur les échantillons grenaillés en acier inoxydable, nous avons réalisé un traitement de nitruration à 420°C pendant 4 h dans un mélange 90% N_2-10% H_2. Les conditions de grenaillage des échantillons nitrurés sont répertoriées dans le tableau 51.

Les diffractogrammes de rayons X des échantillons après nitruration (figure 190) révèlent la présence d'une importante couche de nitruration. Les pics de diffraction de la phase γ associés au substrat ne sont plus très intenses. Les diffractogrammes laissent également penser que la diffusion de l'azote a été plus importante sur l'échantillon de référence que sur l'échantillon grenaillé.

Tableau 51 : Conditions de grenaillage des échantillons 316L nitrurés.

Échantillon	Condition de grenaillage
Ref	Non grenaillé
C1	Conditions de grenaillage UTT non connues

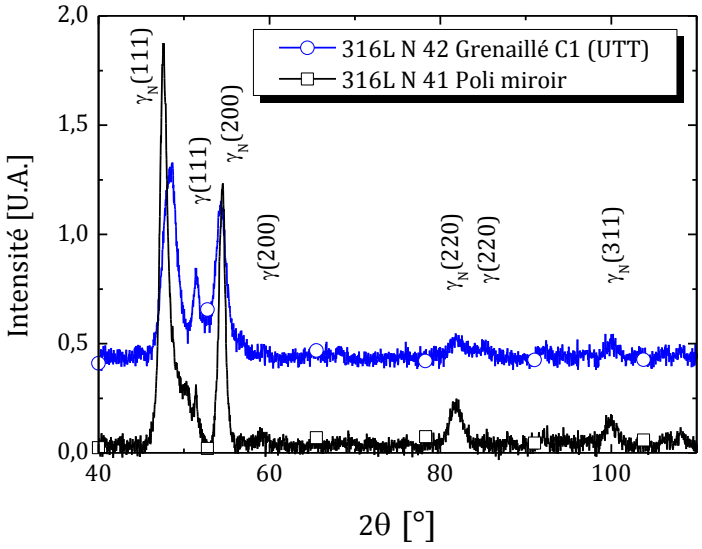
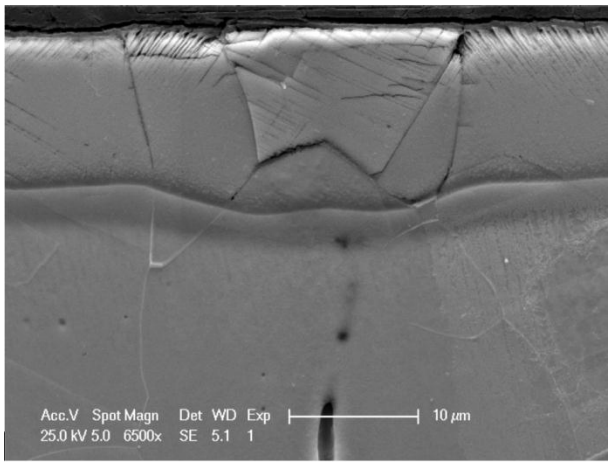


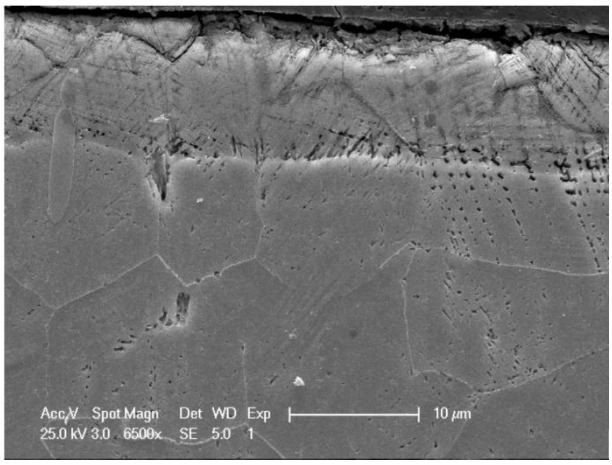
Figure 190 : Diffractogrammes des rayons X en incidence rasante 4° avec une source CoKα des échantillons en 316L poli miroir et grenaillés (condition C1) après un traitement de nitruration à 420°C pendant 4 h dans un mélange 90% N_2-10% H_2 réalisé dans le réacteur en configuration diode.

Les coupes transverses (figure 191) confirment cette idée : une couche de diffusion de 12 µm est mesurée sur la référence et une couche de 11 µm est mesurée sur l'échantillon grenaillé en condition C1. Par contre, il est intéressant de noter que dans le cas de la nitruration de C1, les coupes (figure 192) montrent une couche de diffusion qui n'est pas homogène sur la surface de l'échantillon. La nature chimique de la surface des échantillons après grenaillage est modifiée (partie III.3.2.2.3 page 99). Il est envisageable que localement, la composition chimique de la surface ne soit pas homogène. Pendant le traitement de nitruration, il est possible que la diffusion d'azote ne commence pas en même temps en chaque point de l'échantillon.

Nous avons réalisé un nombre important d'expériences sur les échantillons bruts de grenaillage et nous avons toujours observé les mêmes tendances. Ici, nous sommes en présence de cas où le grenaillage n'améliore pas la diffusion mais pour des raisons qui semblent différentes. Le grenaillage serait-il un frein à la diffusion de l'azote ?

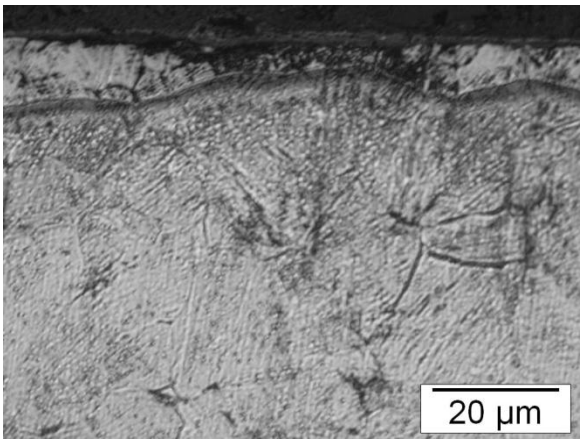


(a) Référence polie miroir (316L)

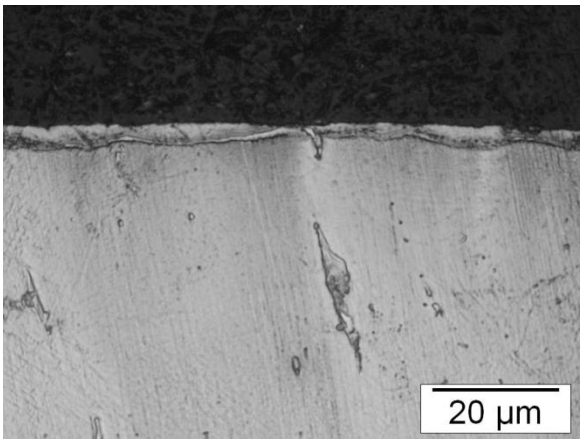


(b) échantillon grenaillé en condition C1 (316L)

Figure 191 : Micrographies électroniques à balayage en coupe sens transverse des échantillons en 316L (a) poli miroir et (b) grenaillé (condition C1) après un traitement de nitruration à 420°C pendant 4 h dans un mélange 90% N_2-10% H_2 réalisé dans le réacteur en configuration diode. [attaque Curran et métallisation à l'or]



(a) Nitruration à 420°C (316L)



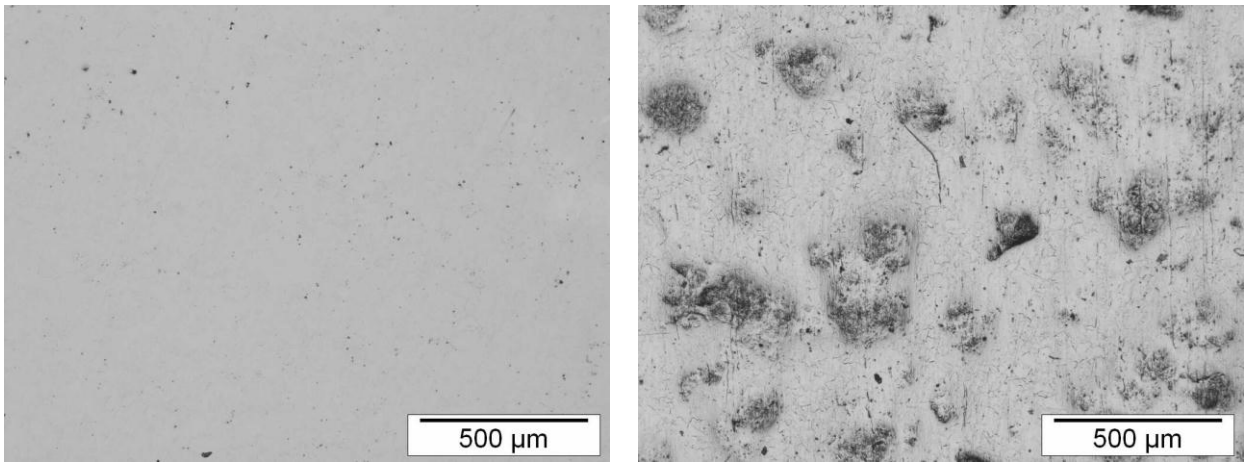
(b) Nitruration à 350°C (316L)

Figure 192 : Micrographies optiques en coupe sens transverse d'échantillons en 316L grenaillé (condition C1) après un traitement de nitruration pendant 4 h dans un mélange 90% N_2-10% H_2 à (a) 420°C et (b) 350°C réalisé dans le réacteur en configuration diode. [attaque Curran]

IV.4.2 Nitruration sur échantillons polis superficiellement

Dans cette partie, nous nous focalisons sur l'effet du polissage superficiel des échantillons. Il permet de s'affranchir de la couche polluée et de la couche nanostructurée. Le polissage superficiel est réalisé par polissage mécanique de la surface à partir d'une suspension diamantée de 6 µm de diamètre.

Un exemple de surface polie superficiellement est représenté sur les micrographies optiques de la figure 193. Lorsque l'échantillon est grenaillé, le polissage superficiel doit juste effacer la rugosité introduite par le traitement (figure 193-b). Une estimation de l'épaisseur ôtée nous est fournie par le paramètre de rugosité Rt (dans le cas de la condition de grenaillage R11 ~ 3,5 µm).



(a) 718N154 – Poli miroir (b) 718N150 – R11

Figure 193 : Micrographies optiques de la surface des échantillons en alliage 718 après le polissage superficiel : (a) échantillon poli miroir et (b) échantillon grenaillé en condition R11.

Dans l'exemple présenté, les échantillons sont nitrurés dans le réacteur MDECR à 350°C pendant 8 h dans un mélange 20% N_2-80% H_2. Les conditions de grenaillage des échantillons nitrurés lors de cet essai sont répertoriées dans le tableau 52.

Tableau 52 : Conditions de grenaillage des échantillons en alliage 718 (condition R11) et en 316LM (BN21) nitrurés.

Échantillon	Condition de grenaillage
Ref	Non grenaillé alliage 718
R11	50 µm – ZrO_2 Ø 2 mm – 10000% – 240 J
Ref	Non grenaillé 316LM
BN21	30 µm – 100C6 Ø 1 mm –3000% – 12 J

Après un traitement thermochimique de nitruration, la dureté de la surface des échantillons traités est améliorée de façon significative. La figure 194 montre les résultats des indentations superficielles à charge croissante obtenus sur des échantillons nitrurés avec ou sans grenaillage préalable.

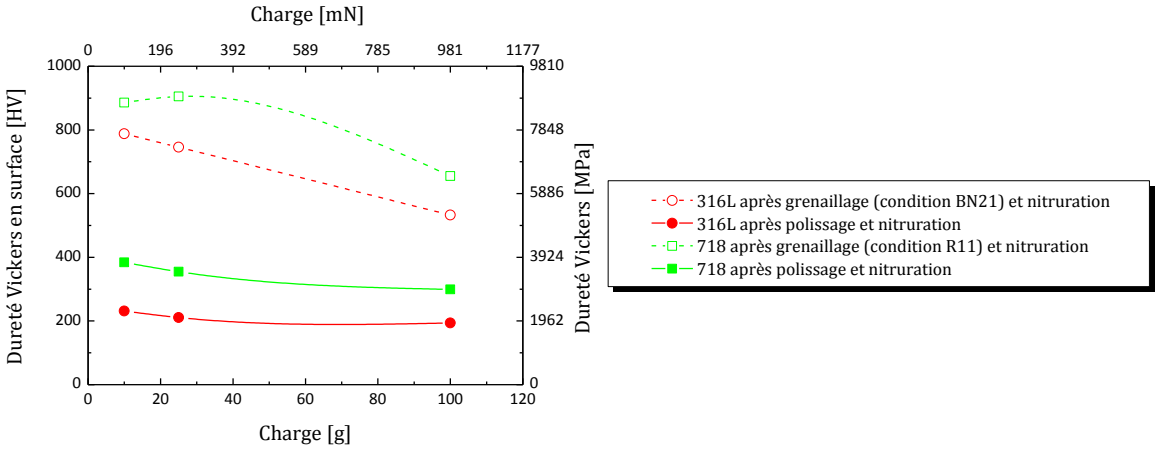
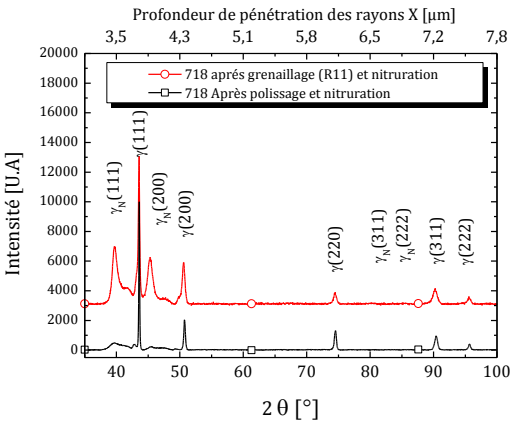
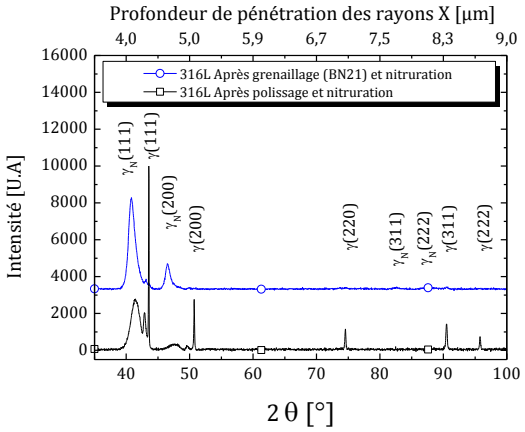


Figure 194 : Indentation superficielle d'échantillon en 316L et en 718 après polissage / nitruration et après grenaillage / nitruration.

La dureté Vickers ($HV_{0,010}$) sur 316LM poli est d'environ 200 avant nitruration et après nitruration elle est de 220. Pour le 718, la même tendance est observée : la dureté Vickers ($HV_{0,010}$) est de 250 et d'environ 400 après nitruration. La dureté de surface n'est pas beaucoup améliorée après un traitement de 8h à 350°C sur des échantillons polis miroirs. Les traitements de grenaillage et de nitruration permet d'accroitre la dureté ($HV_{0,010}$) en passant pour le 316L de 200 à l'état poli, 220 poli grenaillé, 350 grenaillé, 800 grenaillé poli nitruré. Il en est de même pour le 718. Les diffractogrammes de la figure 195 montrent l'effet de la nitruration.



(a) alliage 718 poli miroir et grenaillé en condition R11



(b) acier inoxydable AISI 316L poli miroir et grenaillé en condition BN21

Figure 195 : Diffractogrammes de diffraction des rayons X en configuration θ-2θ (CuKα) des échantillons en (a) alliage 718 et en (b) 316LM avant et après grenaillage de la surface ayant subi un traitement de nitruration assistée plasma à 350°C pendant 8 h en configuration MDECR.

Sur les échantillons préalablement grenaillés, l'intensité des pics de diffraction associés à γ_N est plus intense et le décalage vers les petits angles est plus important. Le premier fait est attribué à une couche de diffusion plus importante. Dans le cas du 316LM, les pics de diffractions du substrat ne sont plus visibles : la couche nitrurée est suffisamment importante pour ne plus laisser passer les rayons X diffractés par le substrat. La seconde constatation peut être attribuée à 2 effets : contraintes résiduelles plus importantes et / ou une concentration en azote plus importante sur les cinq premiers micromètres. Nous avons utilisé notre modèle sur les données extraites des diffractogrammes de la figure 195 : les résultats obtenus sont présentés dans le tableau 53. L'échantillon en 316LM grenaillé présente des contraintes résiduelles et une concentration en azote plus importantes que l'échantillon en 316LM poli. Le modèle ne peut pas être appliqué aux échantillons en alliage 718 car nous manquons de données sur les constantes radiocristallographiques de ce matériau.

Tableau 53 : Valeurs des contraintes, de l'expansion due à l'insertion d'azote et de la concentration superficielle en azote d'après le modèle présenté dans les références [69,104] sur un échantillon de référence poli et sur un échantillon grenaillé et poli superficiellement.

	Échantillon AISI 316LM poli et nitruré	**Échantillon AISI 316LM grenaillé (condition BN21) et nitruré** 30 µm – 100C6 Ø 1 mm –3000% – 12 J
σ [Pa]	$-1{,}3\times10^{9}$	$-2{,}9\times10^{9}$
ε_c [%]	4,9	6,1
C_N [at.%]	**20**	**24**

Afin de vérifier ces hypothèses, des coupes sens transverse ont été réalisées, permettant de faire une mesure moyenne de l'épaisseur de la couche de nitruration. La figure 196 laisse apparaître, après attaque au « Marble Reagent », la couche de diffusion d'azote sur AISI 316L. Elle apparaît en blanc sur le haut des micrographies optiques. Sur les échantillons en AISI 316L, la couche de nitruration mesure environ 1,7 µm sur l'échantillon poli et 4 µm sur l'échantillon grenaillé. Tandis que sur les échantillons en alliage 718, la couche de nitruration mesure environ 1,3 µm sur l'échantillon poli et 3,1 µm sur l'échantillon grenaillé. Dans les deux cas, une augmentation de la diffusion est mise en évidence lorsque les échantillons ont subi un traitement préliminaire de grenaillage suivi d'un léger polissage.

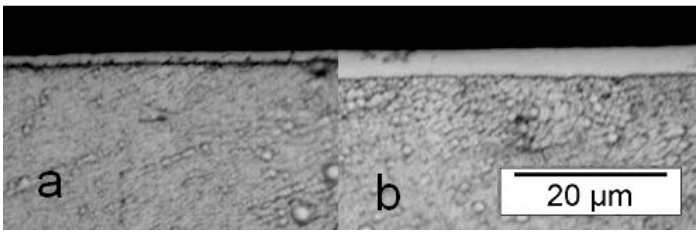


Figure 196 : Micrographies optiques en sens transverse des échantillons en AISI 316LM (a) poli et nitruré et (b) grenaillé et nitruré (350°C pendant 8 h en configuration MDECR). [Attaque Marble Reagent]

La figure 197 montre des profils de diffusion de l'azote et du carbone, mesurés par SIMS, sur les échantillons nitrurés en 316LM. Les profils reflètent ce qui a déjà été présenté précédemment et confirment l'amélioration de la diffusion de l'azote par le grenaillage suivi d'un léger polissage. Sur l'échantillon en 316LM poli miroir, l'azote est présent sur le premier micromètre alors que dans le cas de l'échantillon préalablement grenaillé, l'azote est présent sur 3,5 µm. Les analyses réalisées par SIMS permettent de confirmer l'hypothèse émise sur le décalage des pics de diffraction de la phase γ_N : à savoir une présence d'azote plus importante sur l'échantillon grenaillé nitruré.

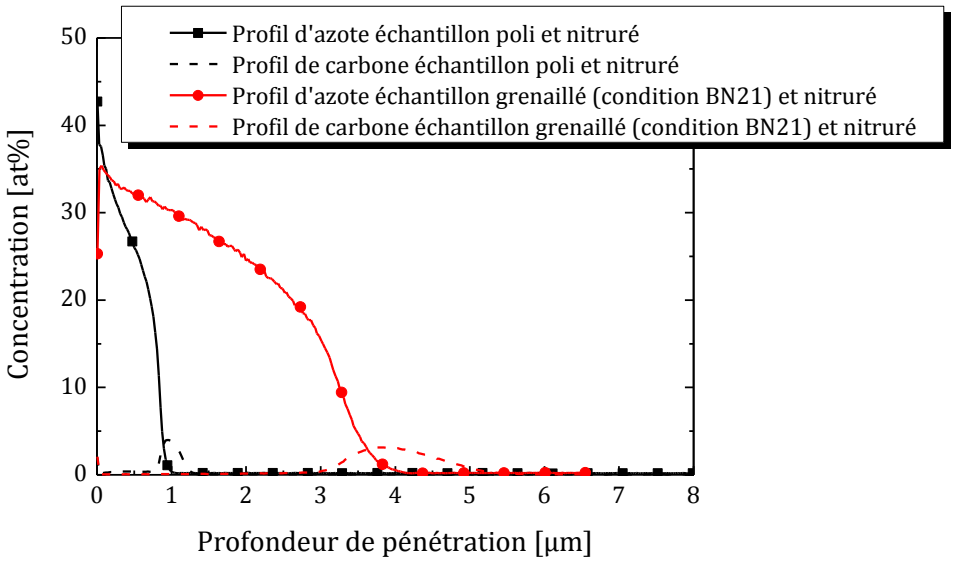


Figure 197 : Profils d'azote et de carbone obtenu par SIMS sur un échantillon 316LM poli et nitruré (noir) et sur un échantillon en 316LM grenaillé poli et nitruré (rouge) à 350°C pendant 8 h en configuration MDECR.

D'autres résultats montrent que dans certains cas, même en intégrant un polissage superficiel des échantillons, aucune amélioration de diffusion n'est constatée.

IV.4.3 Nitruration sur échantillons polis mécaniquement

Dans cette partie, nous nous intéressons à la couche qui présente le maximum de contraintes de Von Mises déterminé par la théorie de Hertz. Dans un premier temps, nous avons déterminé la profondeur à laquelle se trouve la contrainte maximale lors de l'impact et ensuite, nous avons poli mécaniquement les échantillons pour mettre en surface cette partie de la couche. Pour avoir plus d'information sur les caractérisations des échantillons après l'étape de polissage, le lecteur peut se reporter à la partie III.3.2.3.4 page 107 du chapitre III où la méthode et les résultats sont présentés. Nous détaillons deux essais de nitruration avec des temps de traitement différents : un temps de nitruration court (8 h) et un temps de nitruration long (50 h).

IV.4.3.1 Temps court

Dans cet exemple, la nitruration en configuration MDECR a été réalisée à 350°C pendant 8 h dans un mélange 20% N_2-80% H_2. 3 échantillons en alliage 718 ont été sélectionnés : un échantillon grenaillé par l'UTT (condition B17), un échantillon grenaillé par SONATS (condition R17) et un échantillon de référence poli. Les échantillons grenaillés (B17 et R17) ont subi une étape de polissage mécanique pour enlever ~ 20 µm sur B17 et ~ 50 µm sur R17. Les conditions de grenaillage sont regroupées dans le tableau 54.

Tableau 54 : Conditions de grenaillage des échantillons en alliage 718 nitrurés.

Échantillon	Condition de grenaillage	Enlèvement de matière [µm]
Ref	Non grenaillé	0
B5	50 µm – 100C6 – Ø 2 mm – 30 min – 180 J	20
R17	50 µm – Zirshot – Ø 3 mm – 35 min – 150 J	50

Les diffractogrammes de rayons X des échantillons nitrurés révèlent aux petits angles la présence de la phase d'austénite expansée à l'azote γ_N (figure 198). Après nitruration, la texturation observée sur les échantillons avant nitruration est toujours visible (présence de la fibre de déformation <110>). Chose étonnante, le pic de diffraction des plans γ_N(220) est parfaitement visible sur les diffractogrammes des échantillons grenaillés-nitrurés.

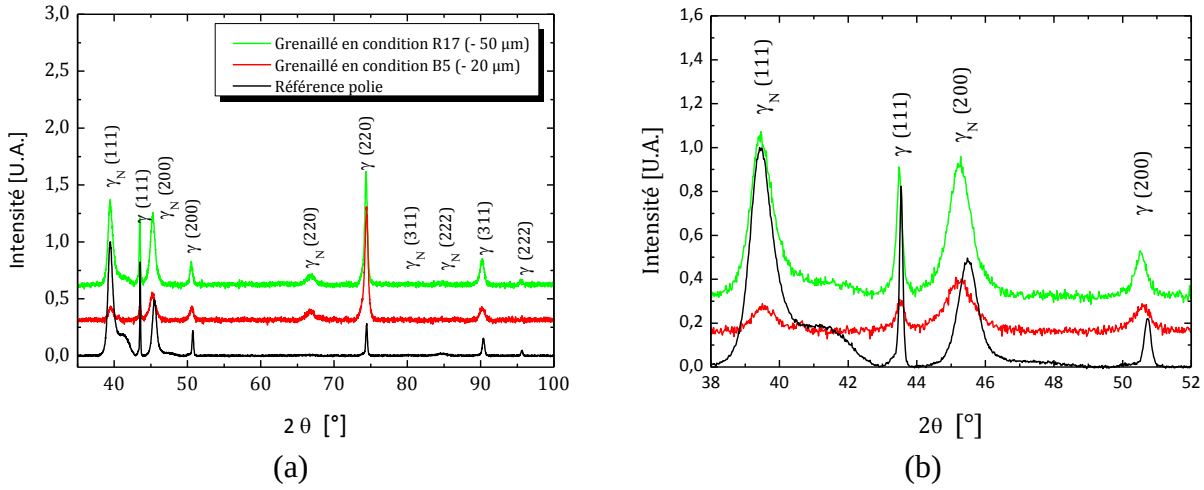


Figure 198 : Diffractogrammes des rayons X en configuration θ-2θ (CuKα) des échantillons en alliage 718 grenaillés (B17 et R17) et non grenaillé (poli) après une nitruration en configuration MDECR pendant 8 h à 350°C en configuration MDECR. (a) 35 < θ < 100 et (b) 38 < θ < 52.

Après le traitement de nitruration à 350°C pendant 8 h, la dureté des échantillons est augmentée, principalement à cause de la diffusion de l'azote. Dans ce cas, le couplage d'un traitement de SMAT avec une nitruration permet d'améliorer la dureté Vickers ($HV_{0,01}$) d'un facteur ~3 par rapport à un échantillon poli miroir et d'un facteur ~2 pour $HV_{0,1}$ (figure 199). La nitruration seule (sans SMAT) augmente la dureté Vickers ($HV_{0,01}$) d'un facteur ~2 et ne l'améliore pas de façon significative pour des charges plus importantes (figure 199).

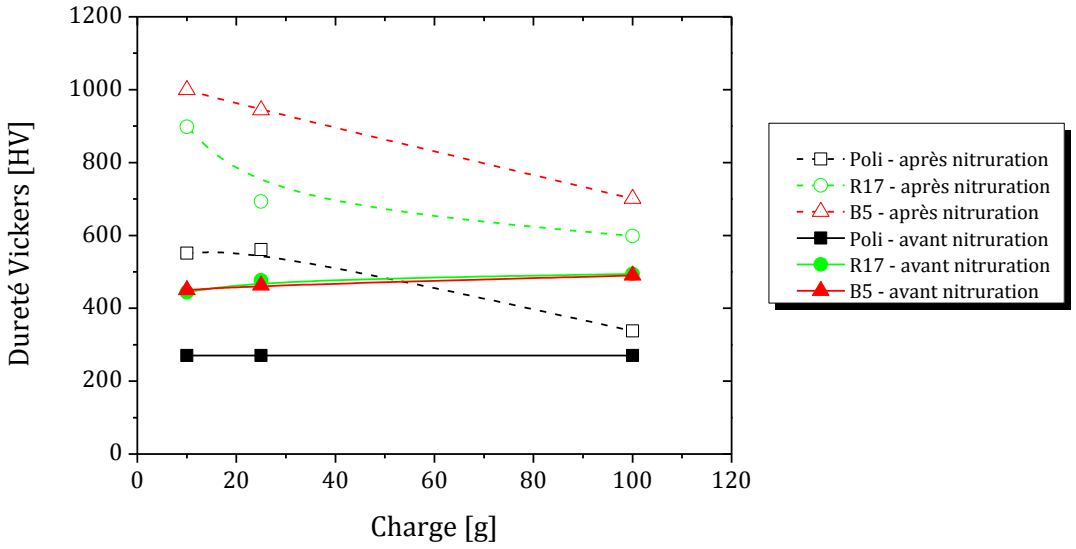
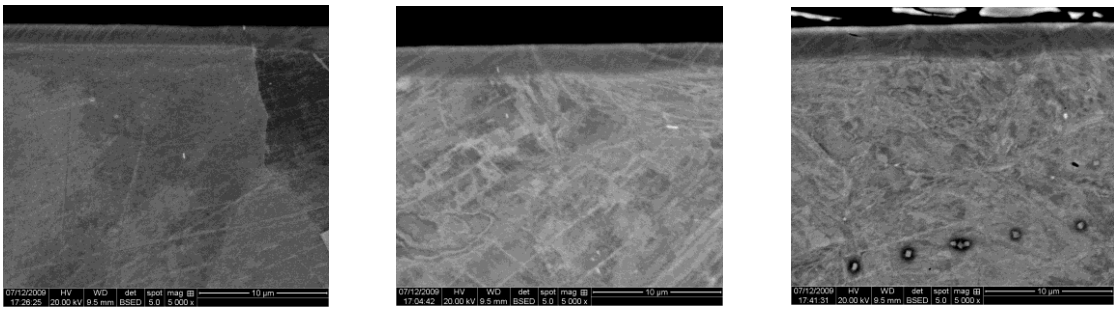


Figure 199 : Indentation Vickers superficielle des échantillons grenaillés et grenaillés nitrurés pendant 8 h à 350°C en configuration MDECR.

Les coupes sens transverse, observées au MEB, laissent apparaître une couche plus épaisse sur les échantillons grenaillés (figure 200). La couche mesure ~1,7 µm sur l'échantillon de référence poli et ~2,5 µm sur les échantillons grenaillés et poli avant nitruration. Ceci représente une augmentation de l'épaisseur de la couche de nitruration d'environ 50%. Pour vérifier et avoir un profil de concentration de l'azote qui a diffusé, des mesures SIMS (figure 201) ont été réalisées. Elles montrent une profondeur de diffusion d'azote plus importante sur l'échantillon grenaillé en condition B5 et poli en surface sur 20 µm que sur l'échantillon de référence.



Référence polie miroir

Condition R17 (- 50 µm)
50 µm – ZrO_2 – Ø 3 mm – 35 min – 150 J

Condition B5 (- 20 µm)
50 µm – 100C6 – Ø 2 mm – 30 min – 180 J

Figure 200 : Micrographies électroniques en coupe transverse d'échantillons polis, et grenaillés suivant les conditions R17 et B5 et ayant subi un traitement de nitruration à 350°C pendant 8 h en configuration MDECR [polissage OPS].

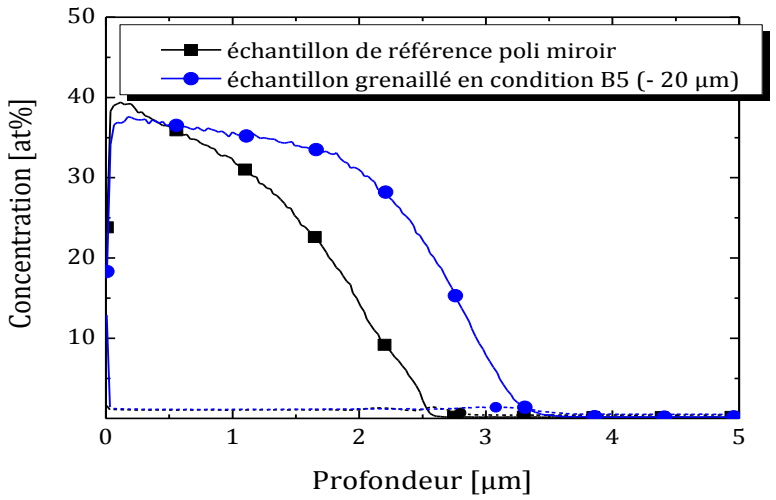


Figure 201 : Profils d'azote et de carbone obtenu par SIMS sur un échantillon en alliage 718 poli et nitruré (carré noir) et sur un échantillon grenaillé en condition B5, poli sur 20 µm et nitruré (rond bleu) pendant 8 h à 350°C en configuration MDECR.

Nous avons également réalisé une expérience dans les mêmes conditions pour l'acier inoxydable. Trois échantillons ont été nitrurés : échantillon grenaillé par PHK (condition SMAT2), un échantillon grenaillé par SONATS (condition BN13) et un échantillon de référence poli à la pâte diamant 3 µm. Les échantillons grenaillés (SMAT2 et BN13) ont subi une étape de polissage mécanique pour enlever ~ 20 µm sur BN13 et ~ 60 µm sur SMAT2.

Tableau 55 : Conditions de grenaillage des échantillons en AISI 316LM nitrurés.

Échantillon	Condition de grenaillage	Enlèvement de matière [µm]
Ref	Non grenaillé	0
SMAT2	80% – 100C6 Ø 2 mm – 1 min – ?? J	60
BN13	30 µm – 100C6 Ø 2 mm –3000% – 25 J	20

Les diffractogrammes des rayons X des échantillons après nitruration sont présentés sur la figure 202. L'absence de pic de diffraction associé à l'austénite sur les diffractogrammes de échantillons grenaillés nitrurés révèle que les échantillons grenaillés-nitrurés ont une couche de nitruration plus importante que celle de l'échantillon poli de référence pour lequel le pic de diffraction de l'austénite est visible sur le diffractogramme.

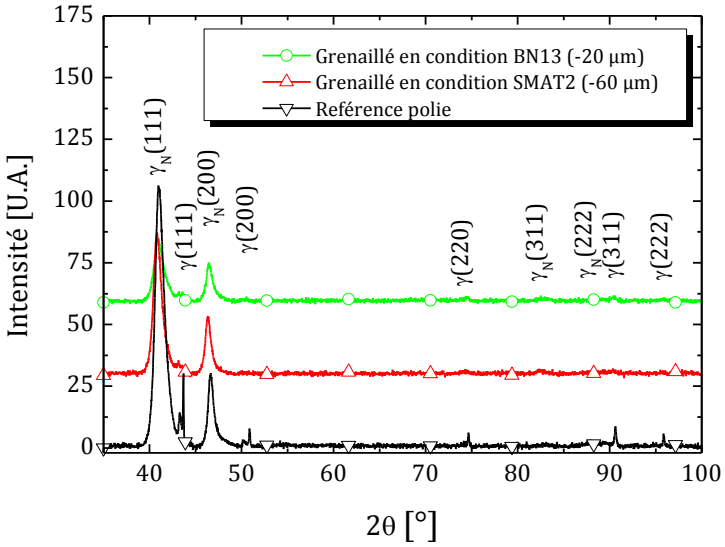


Figure 202 : Diffractogrammes des rayons X en configuration θ-2θ (CuKα) des échantillons en 316LM grenaillés (SMAT2 et BN13) et non grenaillé (poli) après une nitruration en MDECR pendant 8 h à 350°C.

L'utilisation du modèle mécanique permet de déterminer le niveau de contrainte moyen et les concentrations en azote des différents échantillons. Les valeurs calculées sont regroupées dans le tableau 56. Le niveau de contrainte dans les différents échantillons est légèrement supérieur lorsque ceux-ci ont été grenaillés avant le traitement de nitruration. Par contre, la déformation de composition liée à la concentration en azote est identique sur les trois échantillons.

Tableau 56 : Valeurs des contraintes, de l'expansion due à l'insertion d'azote et de la concentration superficielle en azote d'après [104,69] sur un échantillon de référence poli et sur des échantillons grenaillés et polis mécaniquement.

	Référence polie	Grenaillé en condition SMAT2 (-60 µm)	Grenaillé en condition BN13 (-20 µm)
σ [Pa]	-3×10^{9}	**$-3{,}5\times10^{9}$**	**$-3{,}6\times10^{9}$**
ε_c[%]	0,56	0,58	0,56
C_N [at.%]	**22**	**23**	**22**

La profondeur de diffusion, mesurée par microscopie optique est d'environ 2 µm sur l'échantillon de référence alors qu'elle est d'environ 3 µm sur l'échantillon grenaillé en condition SMAT2 et d'environ 2,5 µm sur l'échantillon grenaillé en condition BN13. Ceci représente une amélioration comprise entre 25 et 50%. Les profils d'azote déterminés par SIMS confirment les observations précédentes (figure 203).

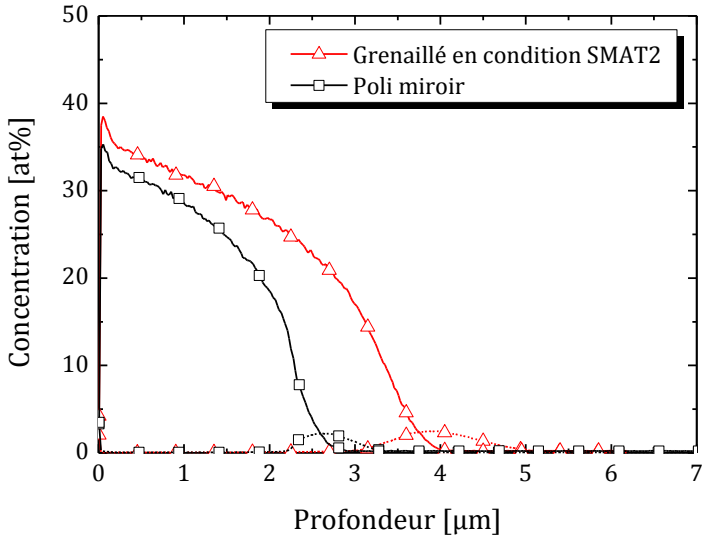


Figure 203 : Profils d'azote et de carbone obtenu par SIMS sur un échantillon en 316LM poli et nitruré (carré noir) et sur un échantillon grenaillé en condition SMAT2, poli sur 60 µm et nitruré (triangle rouge).

IV.4.3.2 Temps long

Pour connaître le comportement des échantillons grenaillés en nitruration, nous avons réalisé un traitement thermochimique à 380°C pendant 50h dans un mélange 20% N_2-80% H_2 en MDECR pour se rapprocher des conditions utilisées dans l'industrie. Pour cet essai, le comportement de 4 échantillons d'acier inoxydable et 4 échantillons en alliage 718 a été étudié. La première partie présente les résultats obtenus sur le 316LM et la seconde partie ceux obtenus sur l'alliage 718.

IV.4.3.2.1 Échantillons en acier inoxydable AISI 316LM

Pour cette expérience, les caractéristiques des échantillons grenaillés en 316LM sélectionnés sont regroupées dans le tableau 57.

Tableau 57 : Conditions de grenaillage des échantillons en AISI 316LM nitrurés.

Échantillon	Condition de grenaillage	Enlèvement de matière [µm]
Ref	Non grenaillé	0
BN09	30 µm – 100C6 Ø 2 mm –100% – 1 J	Superficiel
BN13	30 µm – 100C6 Ø 2 mm –3000% – 25 J	20
BN17	30 µm – 100C6 Ø 1 mm –100% – 0,5 J	Superficiel

Après un traitement de 50 h de nitruration, la dureté des échantillons est largement améliorée. Elle passe d'environ 200 $HV_{0,025}$ à 800 $HV_{0,025}$ pour l'échantillon poli miroir (figure 204). Par contre pour les plus fortes charges sur ce même échantillon, un abaissement significatif de la dureté est observé (1000 $HV_{0,01}$ et 400 $HV_{0,1}$). Ceci est dû à une couche de nitruration pas assez épaisse pour « encaisser » la déformation causée par l'indenteur. En revanche, sur les échantillons grenaillés-nitrurés, la chute de la dureté est moins importante : 1000 $HV_{0,01}$ et 800 $HV_{0,1}$ sur l'échantillon grenaillé-nitruré en condition BN09 (figure 204). Pour les autres conditions de grenaillage les mêmes tendances sont observées et la diminution de dureté avec une augmentation de la charge est moins importante. En considérant ces

observations, il est déjà possible d'effectuer un classement et de dire que l'azote a diffusé plus profondément sur l'échantillon grenaillé en condition BN17 suivi de l'échantillon BN13, BN09 et de la référence polie.

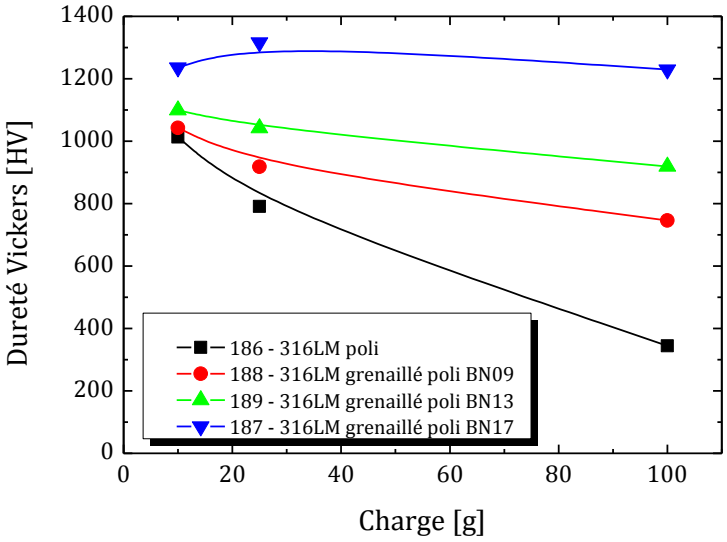


Figure 204 : Indentation Vickers superficielle des échantillons de référence, grenaillés en 316LM ayant subi un traitement de nitruration à 380°C pendant 50 h dans un mélange 20% N_2-80% H_2 en MDECR.

Le classement est confirmé par les coupes sens transverse des échantillons (figure 205). Ainsi, la couche de nitruration la plus importante est d'environ 15 µm pour l'échantillon grenaillé en condition BN17. Elle est suivie par celle de l'échantillon grenaillé en condition BN13 avec environ 7,6 µm. Puis suivent les épaisseurs des échantillons grenaillés en condition BN09 avec 6,5 µm et on obtient 5,4 µm pour l'échantillon de référence. Ceci représente une amélioration de la profondeur de diffusion d'environ 20 à 40%. En revanche, sur l'échantillon grenaillé en condition BN17, la profondeur de diffusion est 2,8 fois plus importante que sur la référence.

Les diffractogrammes des rayons X (figure 206) confirment la présence de la phase γ_N. Il n'y a pas de trace de la formation de nitrure. L'analyse des diffractogrammes et des positions des pics de diffraction de l'austénite expansée a permis de calculer les contraintes, la déformation de composition et la concentration en azote des couches de nitruration grâce au modèle présenté précédemment. Les valeurs obtenues sont regroupées dans le tableau 58. La concentration d'azote calculée et la déformation de composition sont identiques pour les 4 échantillons. Par contre, les contraintes sont plus importantes sur les échantillons grenaillés : -3,1 GPa sur l'échantillon grenaillé en condition BN17 contre -1,5 GPa sur la référence. La profondeur nitrurée est d'autant plus importante que les contraintes sont importantes mais ne semble pas avoir de lien avec les conditions de grenaillage.

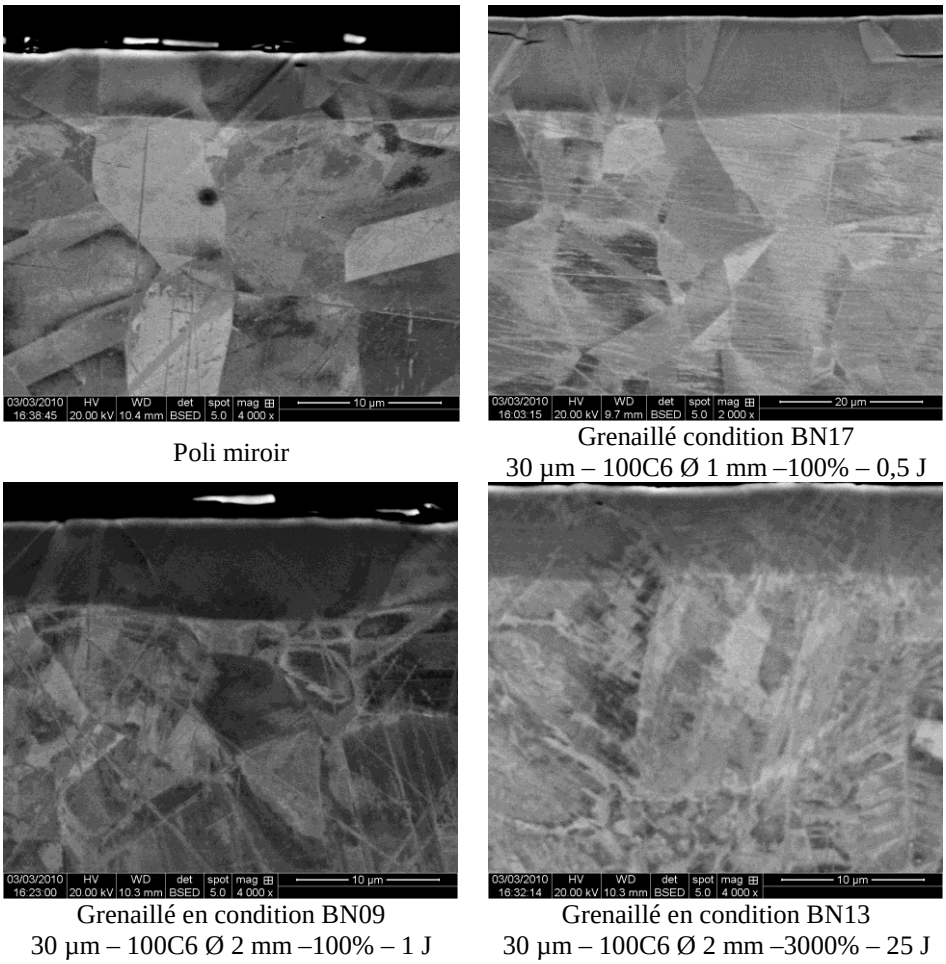


Figure 205 : Micrographies électroniques en coupe transverse d'échantillons en 316LM polis, et grenaillés suivant les conditions BN17, BN09 et BN13 et ayant subi un traitement de nitruration à 380°C pendant 50 h [polissage OPS].

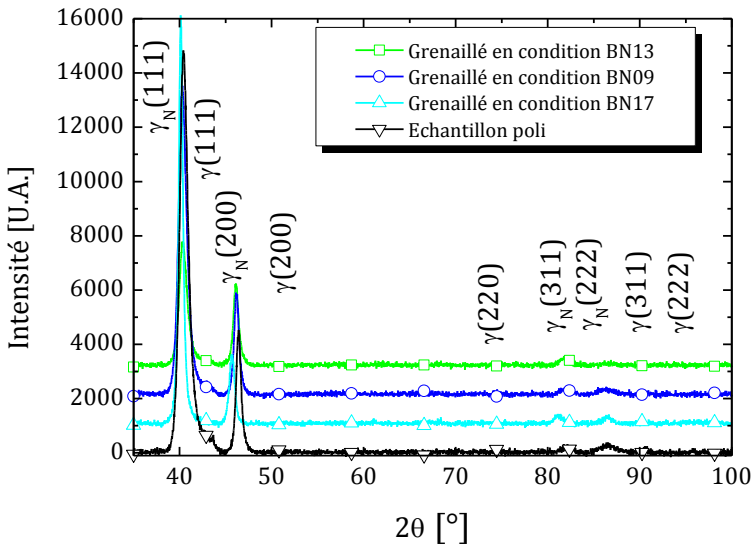


Figure 206 : Diffractogrammes des rayons X en configuration θ-2θ (CuKα) des échantillons en 316LM grenaillés (BN20, BN09 et BN13) et non grenaillé (poli) après une nitruration en configuration MDECR pendant 50 h à 380°C.

Tableau 58 : Valeurs des contraintes, de l'expansion due à l'insertion d'azote et de la concentration superficielle en azote d'après [104,69] sur un échantillon de référence poli et sur des échantillons grenaillés et polis mécaniquement.

	Référence polie	Grenaillé en condition BN09 (polissage superficiel)	Grenaillé en condition BN13 (-20 µm)	Grenaillé en condition BN17 (polissage superficiel)
σ [Pa]	$-1{,}4\times10^{9}$	**$-1{,}7\times10^{9}$**	**$-2{,}16\times10^{9}$**	**$-3{,}1\times10^{9}$**
ε_c [%]	0,76	0,77	0,75	0,77
C_N [at.%]	**30**	**31**	**30**	**31**

IV.4.3.2.2 Échantillons en alliage 718

Nous avons procédé aux mêmes caractérisations pour les échantillons en alliage 718. Les échantillons introduits dans cet essai sont répertoriés dans le tableau 59.

Tableau 59 : Conditions de grenaillage des échantillons en alliage 718 nitrurés.

Échantillon	Condition de grenaillage	Enlèvement de matière [µm]
Ref	Non grenaillé	0
B2	50 µm – 100C6 – Ø 2 mm – 30 min – 178 J	20
S41	30 µm – 100C6 – Ø 2 mm – 30 min – 49 J	20
S43	50 µm – Zirshot® – Ø 2 mm – 30 min – 37 J	20

Les mêmes tendances sont observées. Une augmentation de la dureté après nitruration : elle passe de 250 $HV_{0,01}$ à 1200 $HV_{0,01}$. Une chute de la dureté est observée sur l'échantillon de référence à mesure de l'augmentation de la charge d'indentation (figure 207) : de 1200 $HV_{0,01}$ à 500 $HV_{0,1}$. Sur les échantillons préalablement grenaillés, la dureté reste constante même lorsque la charge augmente. Ceci est le signe d'une profondeur de diffusion plus importante.

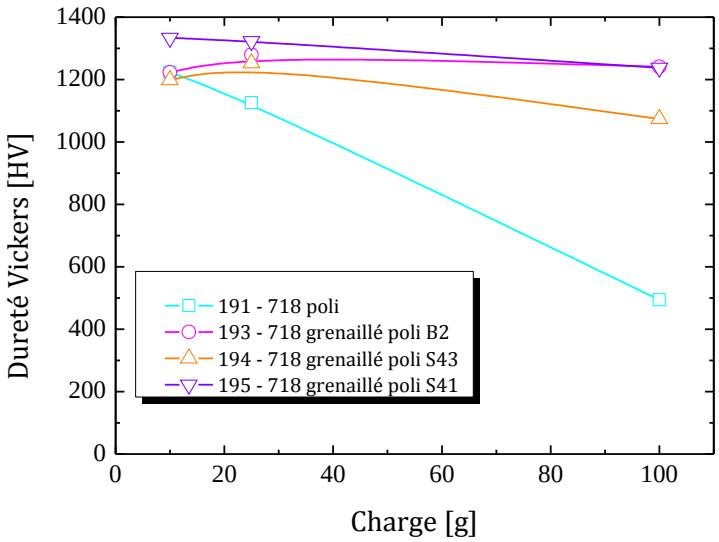


Figure 207 : Indentation Vickers superficielle des échantillons de référence, grenaillés en 718 ayant subi un traitement de nitruration à 380°C pendant 50 h dans un mélange 20% N_2-80% H_2 en configuration MDECR.

Les coupes transverses des échantillons permettent de déterminer la profondeur de diffusion (figure 208). La profondeur de diffusion la plus importante est obtenue pour l'échantillon grenaillé en condition B2 (9,7 µm) suivent les échantillons grenaillés en conditions S41 et S43 (9,1 µm) puis l'échantillon de référence avec seulement 4,9 µm : un doublement de la profondeur de diffusion est observé sur les échantillons préalablement grenaillés.

Une analyse plus fine des micrographies électroniques en coupe transverse met en évidence des morphologies des couches de nitruration différentes pour les échantillons grenaillés comparés à la morphologie de l'échantillon de référence (figure 208). Sur l'échantillon de référence, une couche fortement déformée est visible (bande de glissement) tandis que sur les échantillons grenaillés, les bandes de glissement dues au grenaillage sont également visibles mais la déformation induite par la couche de nitruration semble moins importante. La diffusion d'azote ne semble pas avoir modifié plastiquement la matière. Les bandes de glissement se prolongent dans la partie sous-jacente du grain non nitruré, contrairement à ce qui est observé sur l'échantillon de référence où les bandes de glissement ne sont visibles que dans la couche nitrurée.

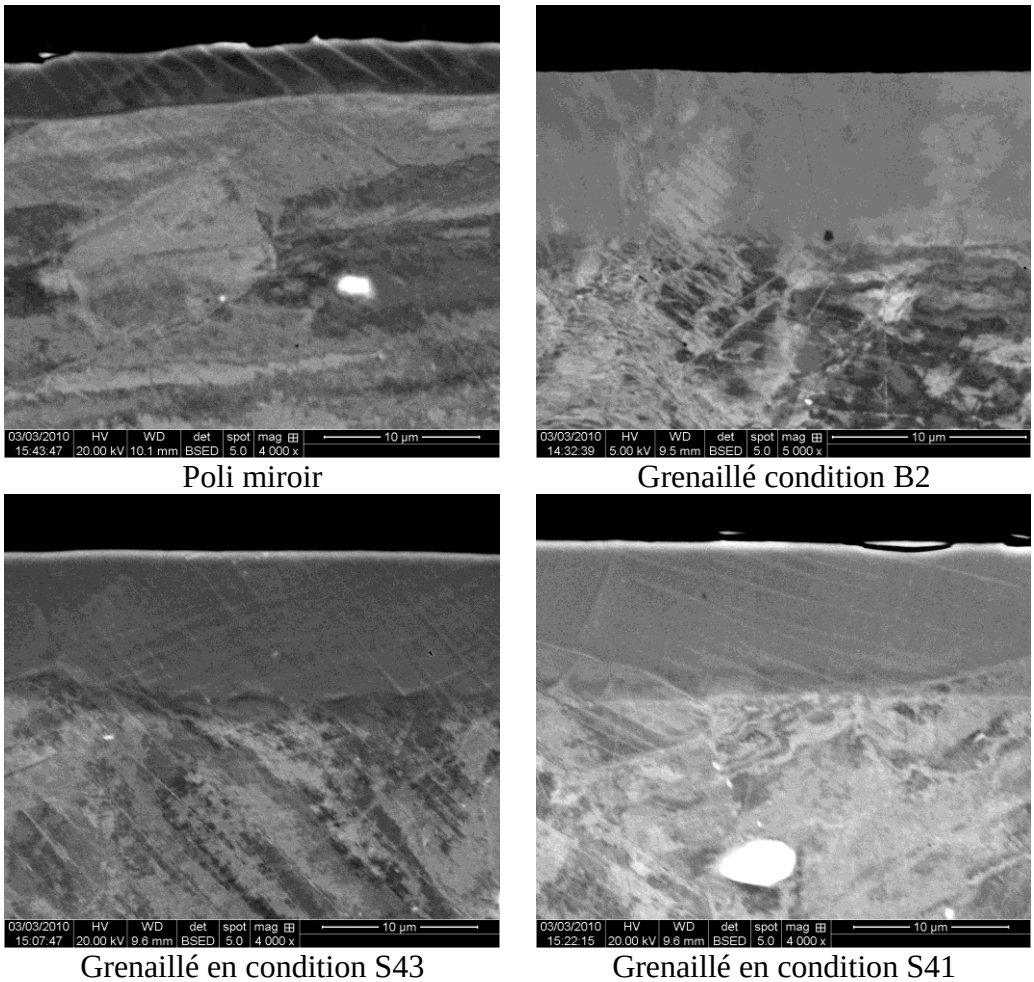


Figure 208 : Micrographies électroniques en coupe transverse d'échantillons en 718 poli, et grenaillés suivant les conditions B2, S43 et S45 et ayant subi un traitement de nitruration à 380°C pendant 50 h configuration MDECR [polissage OPS].

Les diffractogrammes de rayons X des échantillons révèlent une phase d'austénite expansée sur la référence polie. Par contre, sur les échantillons préalablement grenaillés, la diffraction des rayons X fait apparaître de nouveaux pics de diffraction associés à une

nouvelle phase. Sur les échantillons grenaillés, il y a eu précipitation de nitrures cubiques de type MN (ou M représente un élément métallique). Il s'agit probablement du nitrure de chrome (CrN). La présence de nitrures pourrait expliquer la différence de morphologie observée sur les micrographies électroniques. Par ailleurs, il conviendrait de vérifier que l'apparition de ces nitrures ne modifie pas le comportement électrochimique de la surface grenaillée-nitrurée.

Les profils de concentration en unités arbitraires, effectués par SDL sur les échantillons de référence et grenaillé en condition S41, confirment les résultats précédents. L'azote a diffusé plus profondément sur l'échantillon grenaillé (environ 6 µm sur la référence et 10 µm sur l'échantillon grenaillé).

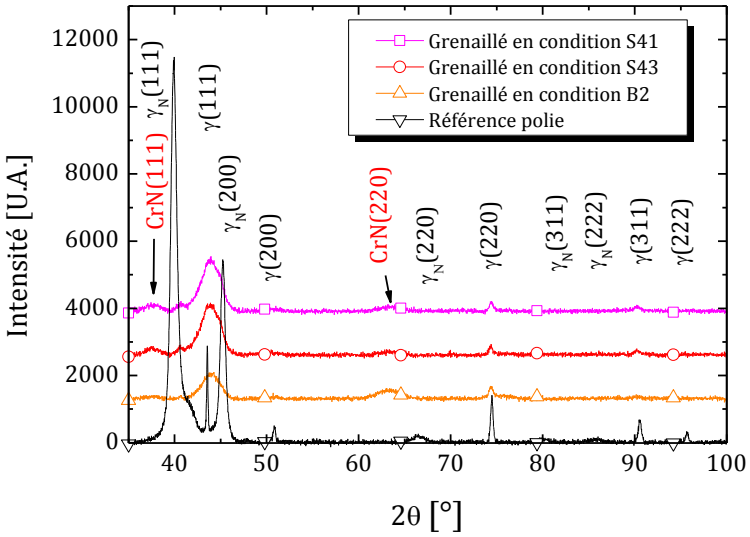


Figure 209 : Diffractogrammes des rayons X en configuration θ-2θ (CuKα) des échantillons en 718 grenaillés (B2, S43 etS41) et non grenaillé (poli) après une nitruration pendant 50 h à 350°C en configuration MDECR.

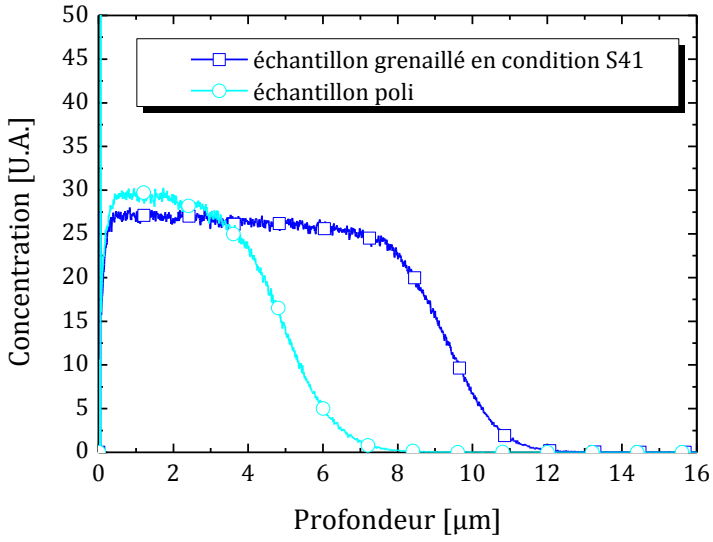


Figure 210 : Profils d'azote et de carbone obtenu par SDL sur un échantillon en 718 poli et nitruré (rond) et sur un échantillon grenaillé en condition S41 nitruré (carré).

IV.4.4 Résumé

Dans cette partie, certains résultats ont été détaillés afin d'essayer de comprendre l'apport du grenaillage sur la nitruration. La première partie montre que lorsque les échantillons sont nitrurés directement après grenaillage, aucune amélioration de la diffusion de l'azote n'est observée. Une diminution de la profondeur de diffusion est même observée lorsque le temps de grenaillage augmente. Cette diminution peut s'expliquer par la présence d'une couche de blocage. Ensuite, une étape de polissage superficielle des échantillons a été introduite avant la nitruration. Dans la majorité des cas, une amélioration de la profondeur de diffusion de l'azote a été observée : la nitruration est « boostée » par le grenaillage. Ces résultats confirment que les échantillons bruts de grenaillage possèdent en extrême surface une couche de blocage. Pour finir, un polissage mécanique contrôlé de la surface a permis de mettre à jour la couche où se situe le maximum des contraintes de Von Mises déterminé par calcul (théorie de Hertz partie III.8.1 page 147). La nitruration de cette couche confirme la tendance et montre une amélioration de la profondeur de diffusion de l'azote. Néanmoins pour des temps de nitruration plus longs, le grenaillage peut favoriser la formation de nitrures (observé sur l'alliage 718).

Ainsi, nous avons pu montrer l'importance de l'élimination d'une couche superficielle après le grenaillage pour augmenter la diffusion de l'azote (doublement). En revanche, l'effet des conditions de grenaillage sur cette augmentation de la diffusion n'est pas encore clarifié (corrélation avec l'énergie des billes, la durée de traitement…). Une discussion sur la nature et l'origine de cette couche de blocage est réalisée après dans la partie IV.6.1 page 207.

L'utilisation du grenaillage pour booster la nitruration reste cependant une voie d'étude prometteuse.

IV.5 Observation par microscopie électronique en transmission des couches nitrurées

De la même façon que dans le chapitre précédemment, nous avons souhaité étudier plus en détails la structure et microstructure des échantillons après nitruration. L'utilisation de la microscopie électronique en transmission s'est révélée être très utile pour ces observations.

Nous avons choisi deux échantillons en alliage 718 traités dans les mêmes conditions de nitruration. Un échantillon de référence et un échantillon grenaillé en condition R11 (50 µm – Zirshot Ø 2 mm – 10000% – 240 J). Il s'agit de la même condition de grenaillage que pour l'étude de microscopie électronique en transmission présentée précédemment dans le chapitre III (partie III.6 page 133). Ceci dans le but d'observer la différence de comportement entre un échantillon poli et un échantillon grenaillé. Les échantillons étudiés ici ont été caractérisés et présentés dans la partie IV.4.2 page 186 du présent chapitre. Les résultats ont montré une amélioration de la diffusion sur l'échantillon grenaillé.

IV.5.1 Couche nitrurée sur échantillon de référence

La nitruration d'un échantillon en alliage 718 poli crée une couche de diffusion de l'azote. Sur l'échantillon étudié, la couche de nitruration mesure ~1,3 µm d'épaisseur (figure 211-a). La moyenne des mesures de la couche réalisées au microscope optique est de 1,3 µm (partie IV.4.2 page 186).

En s'intéressant de plus près à la couche de diffusion, les micrographies électroniques en transmission révèlent une couche fortement déformée (figure 211-c). Les micrographies en fond noir permettent de mettre en évidence des macles mécaniques (figure 211-e). Ici les macles mécaniques se trouvent perpendiculaires à la surface de l'échantillon. Pour continuer notre étude, nous avons sélectionné une zone (figure 212) et réalisé un cliché de diffraction

des électrons (figure 213). Sur le cliché de diffraction apparaît la structure CFC de la couche nitrurée avec un paramètre de maille proche de 0,4 nm. Sur le cliché de diffraction de la matrice se superposent des anneaux pouvant être indexés en CFC. La micrographie en fond noir (figure 214-b) d'un faisceau diffracté de l'anneau met en évidence de petits précipités intragranulaires sans orientations particulières. Sur la figure 214-a qui est le fond clair associé, les précipités ne sont pas visibles. La taille des précipités est de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres (figure 215).

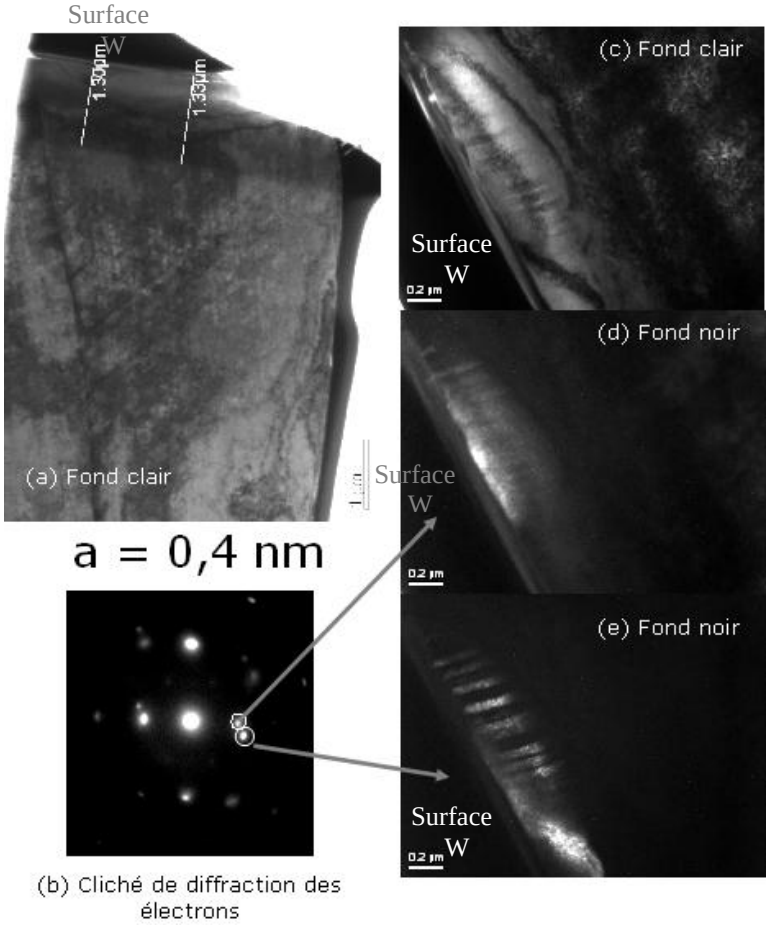


Figure 211 : Micrographies électroniques en transmission d'un échantillon poli et nitruré en configuration MDECR à 350°C pendant 8 h. (a) Micrographie en fond clair de la couche nitrurée. (b) Cliché de diffraction (CD) des électrons de la couche nitrurée. (c) Micrographie en fond clair de la couche nitrurée en sélectionnant le faisceau diffracté repéré sur le CD (b). (d) micrographie en fond noir du faisceau diffracté sélectionné en (b). (e) Micrographie en fond noir de la couche nitrurée en sélectionnant le faisceau diffracté repéré sur le CD (b).

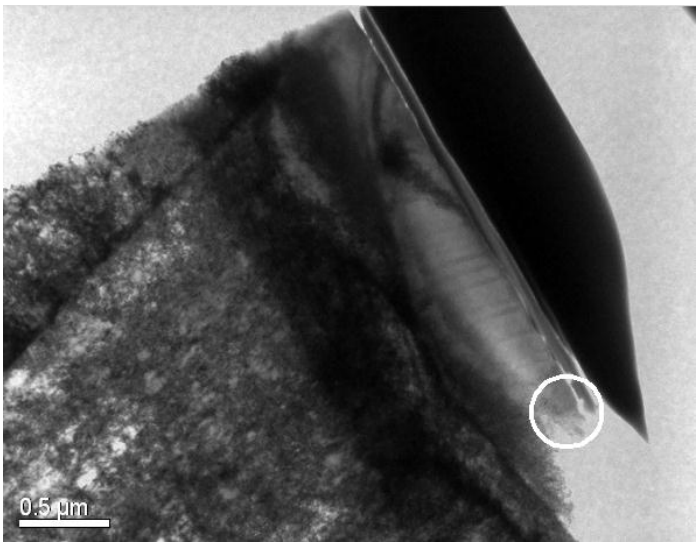
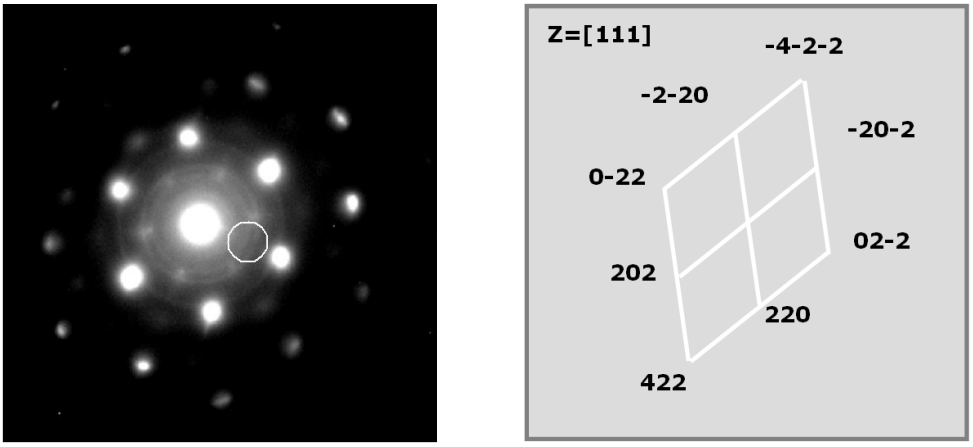
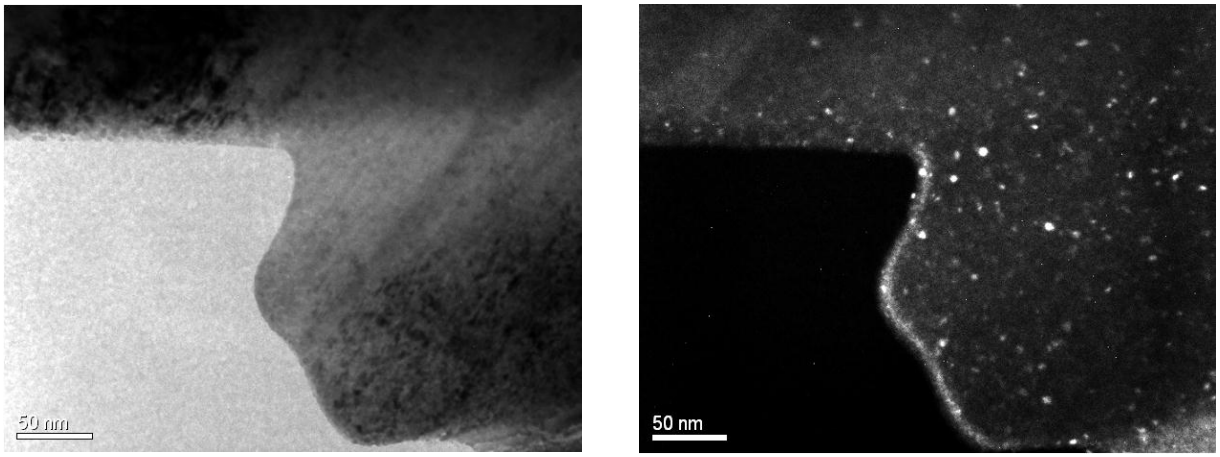


Figure 212 : Micrographie électronique en transmission en fond clair d'un échantillon poli et nitruré en configuration MDECR à 350°C pendant 8 h.



(a) CD (b) CD indexé

Figure 213 : Cliché de diffraction des électrons de la zone sélectionnée sur la figure 212 et son indexation.



(a) FC (b) FN

Figure 214 : Micrographies électroniques en transmission de la zone sélectionnée sur la figure 212. (a) micrographie en fond clair. (b) micrographie en fond noir avec le faisceau diffracté sélectionné sur la figure 213.

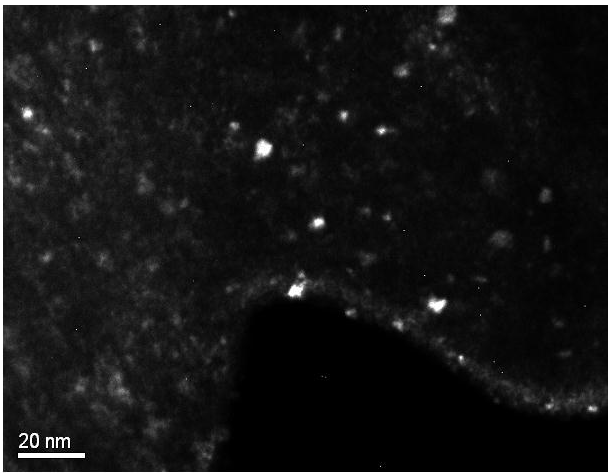


Figure 215 : Agrandissement de la micrographie en fond noir de la figure 214.

IV.5.2 Couche nitrurée sur échantillon grenaillé en condition R11

Dans cette partie, nous étudions une lame mince réalisée sur un échantillon grenaillé en condition R11 et nitruré. Une vue d'ensemble de la lame est illustrée sur la micrographie électronique de la figure 216. La zone proche de la surface nitrurée révèle la présence d'une couche de diffusion. L'épaisseur de la couche est d'environ 3 µm comme observée précédemment dans la partie IV.4.2 page 186.

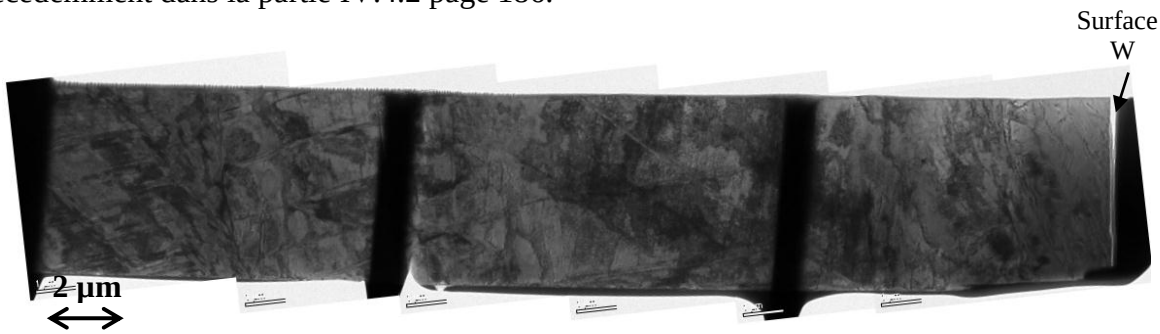


Figure 216 : Micrographies électroniques en transmission de l'ensemble de la lame mince de l'échantillon grenaillé en condition R11 et nitruré en configuration MDECR à 350°C pendant 8 h.

La microstructure à environ 0,5 µm en dessous de la surface (figure 216) est le résultat d'une déformation plastique importante : ceci se traduit par la présence d'une densité de dislocations élevée et par l'activation de plusieurs systèmes de maclage. Il ne semble pas y avoir d'évolution par rapport aux observations précédentes sur l'échantillon grenaillé (chapitre III partie III.6 page 133). L'effet de la température sur la microstructure des échantillons grenaillés est présenté dans la partie IV.3 page 178. Les conclusions de cette étude montrent que le traitement thermique de nitruration ($\leq 500°C$) ne modifie pas significativement la microstructure des échantillons grenaillés.

L'étude de la couche nitrurée met en évidence des macles mécaniques (figure 217). Cependant, il est difficile de dire avec exactitude si elles sont issues de la nitruration ou du grenaillage.

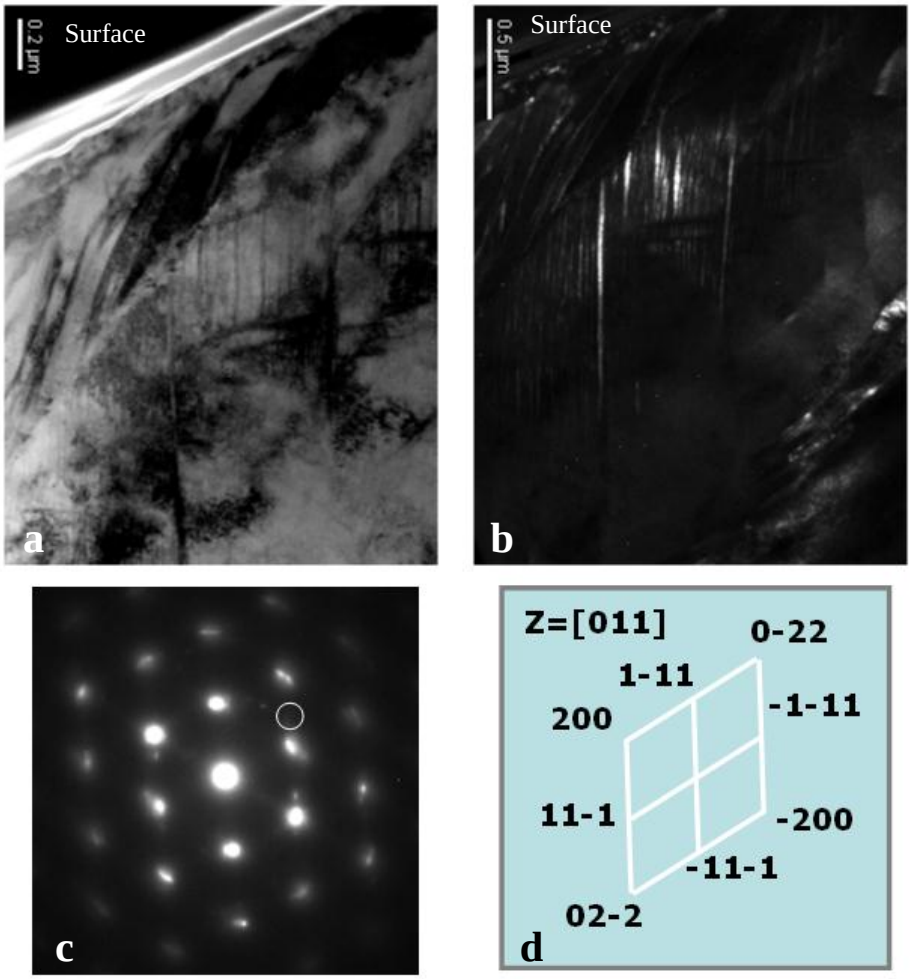


Figure 217 : Micrographies électroniques en transmission et cliché de diffraction d'un échantillon grenaillé en condition R11 et nitruré en configuration MDECR à 350°C pendant 8 h. (a) Micrographie en fond clair de la couche nitrurée. (b) Micrographie en fond noir de la couche nitrurée avec le faisceau diffracté repéré sur le CD (c). (d) indexation de la matrice du cliché de diffraction.

Toujours dans l'optique de comprendre les mécanismes de nitruration sur les échantillons grenaillés, la couche est observé à un grandissement plus important (figure 218-a). Le cliché de diffraction des électrons associé (figure 218-b) révèlent la présence de faisceaux diffractés inhabituels : sous forme d'anneaux et de structure différente. La micrographie électronique en fond noir de l'anneau révèle la présence de précipités au joint de grain (figure 218-d). Tandis que la micrographie électronique de la structure différente révèle la présence d'un plus gros précipité dans ce même joint de grain (figure 218-c).

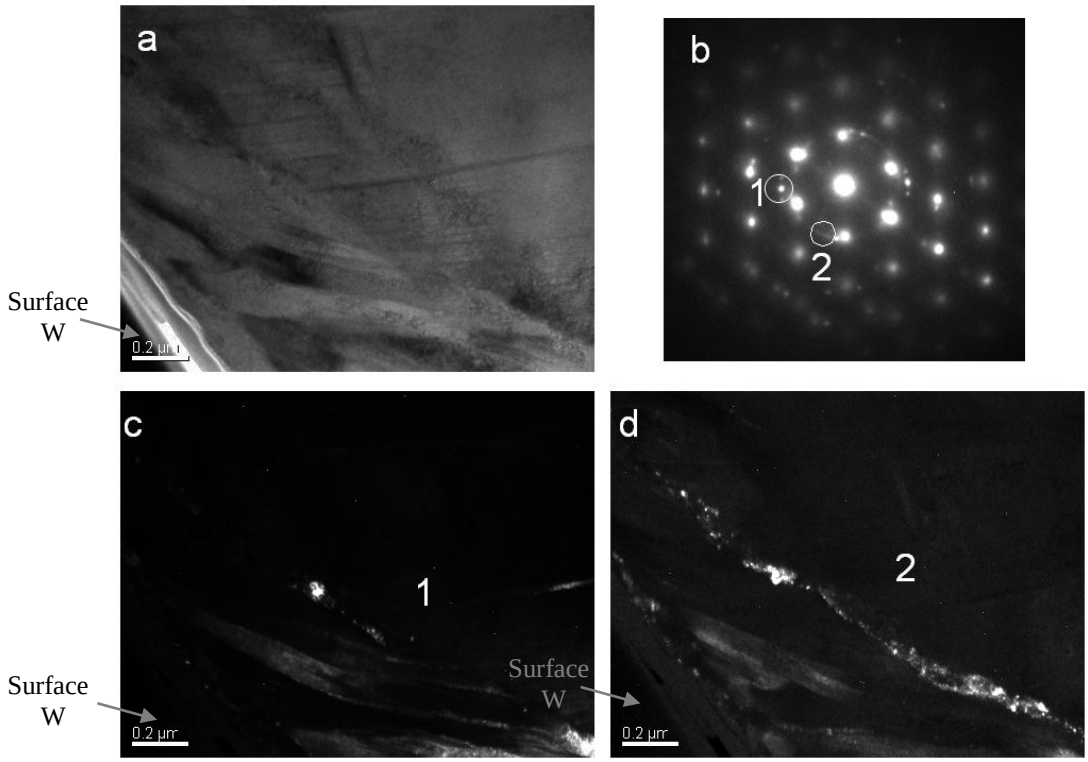


Figure 218 : Micrographies électroniques en transmission d'un échantillon grenaillé en condition R11 et nitruré en configuration MDECR à 350°C pendant 8 h. La surface est à gauche sur les micrographies. (a) Micrographie en fond clair de la couche nitrurée. (b) Cliché de diffraction des électrons de la couche nitrurée. (c) Micrographie en fond noir de la couche nitrurée avec le faisceau diffracté repéré 1 sur le Cliché de diffraction (b). (d) micrographie en fond noir du faisceau diffracté repéré 2 sur le CD (b).

Un agrandissement de la zone du joint de grain est réalisé sur la figure 219-a. Le cliché de diffraction du joint de grain est constitué d'anneaux (figure 219-c). Ces anneaux peuvent être indexés suivant une structure CFC de paramètre de maille ~0,4 nm. Une micrographie en fond noir d'un morceau de l'anneau met en évidence les précipités intergranulaires observés précédemment. Un agrandissement du précipité observé sur la figure 218-c est réalisé figure 219-d.

Un autre phénomène a attiré notre attention. Il est possible de mettre en évidence des macles mécaniques qui ont une forme de lentille (figure 220). Elles sont différentes de celles observées auparavant. Elles sont peut-être issues de la déformation plastique induite par la diffusion d'azote.

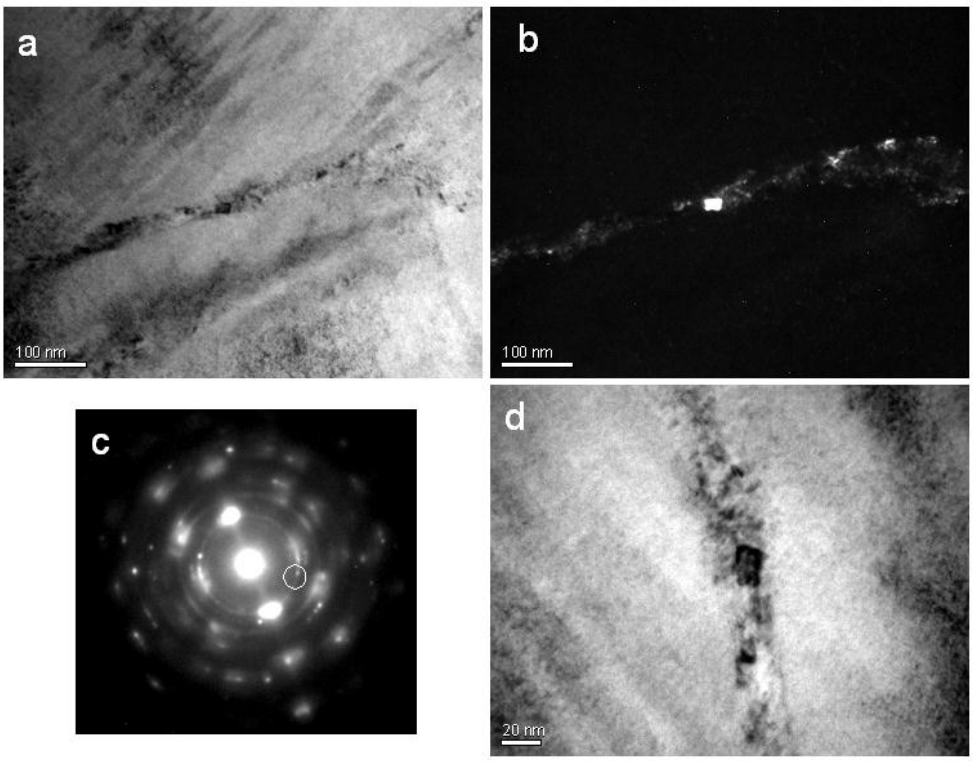


Figure 219 : Micrographies électroniques en transmission d'un échantillon grenaillé en condition R11 et nitruré en configuration en configuration MDECR à 350°C pendant 8 h. (a) Micrographie en fond clair de la couche nitrurée. (b) Micrographie en fond noir de la couche nitrurée avec le faisceau diffracté repéré sur le Cliché de diffraction (c). (d) agrandissement du précipité.

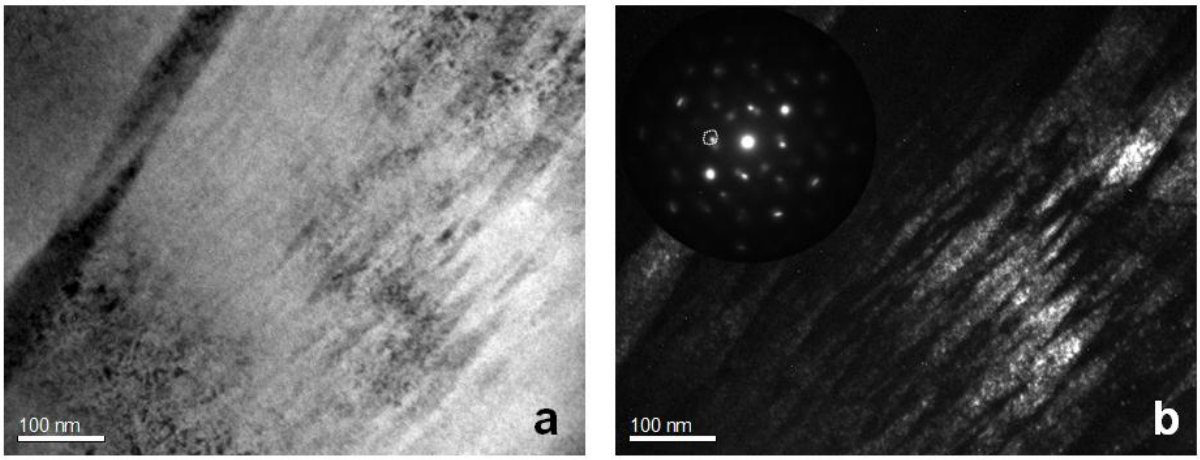


Figure 220 : Micrographies électroniques en transmission d'un échantillon grenaillé en condition R11 et nitruré en configuration MDECR à 350°C pendant 8 h. (a) Micrographie en fond clair de la couche nitrurée. (c) Micrographie en fond noir de la couche nitrurée avec le faisceau diffracté repéré sur le cliché de diffraction.

IV.5.3 Conclusion

La microscopie électronique en transmission est une technique puissante et très intéressante. Cependant, elle ne permet pas d'analyser une grande surface d'échantillon. Ainsi, l'étude des lames minces porte sur une seule zone et n'est pas le reflet de ce qui se passe à l'échelle macroscopique. Pour bien faire, il faudrait faire une série de lames minces et les observer pour les comparer ensemble : c'est un travail très long et très coûteux qui demande beaucoup d'efforts. De plus, il faut également garder à l'esprit que la réalisation de la lame mince modifie l'équilibre local de l'échantillon.

L'observation des couches nitrurées par MET montre une couche déformée avec des macles mécaniques issues des fautes d'empilement dues à l'introduction d'azote. L'observation des couches de nitruration obtenues sur les aciers inoxydables montre les mêmes mécanismes [125-132].

En revanche la microscopie révèle un autre phénomène. La présence de précipités est observée sur les deux échantillons analysés. Cependant une différence est observée sur la localisation de ces précipités. Ils n'apparaissent pas dans les mêmes configurations sur les échantillons. Si l'échantillon est poli, la présence de précipités intragranulaires est relevée tandis que pour les échantillons grenaillés, des précipités intergranulaires sont présents.

La couche de nitruration est le résultat de la diffusion de l'azote mais également de la déformation plastique qui se traduit par la présence de macles mécaniques. Nous n'avons pas pu identifier avec précision la composition chimique de ces précipités. Des analyses complémentaires permettraient d'identifier leur nature. Néanmoins, nous pensons qu'il s'agit de nitrure de type MN et plus particulièrement de nitrure de chrome (CrN).

IV.6 Discussion

Dans cette partie, nous allons essayer de comprendre ce qui se passe lors de la nitruration des échantillons grenaillés.

IV.6.1 Influence d'une étape préliminaire avant la nitruration.

Les premiers essais de nitruration réalisés sur les échantillons bruts de grenaillage n'ont pas donnés de résultats satisfaisants : 2 hypothèses ont été émises pour expliquer ceci.

Précédemment, lors de l'étude des échantillons grenaillés, nous avons montré l'existence en surface d'une couche polluée par les éléments de l'enceinte de grenaillage et par de l'oxygène. Cette couche, qui ne semble pas homogène, peut être à l'origine des observations obtenues sur les échantillons nitrurés brut de grenaillage. La présence d'éléments étrangers entraîne un retard à la nitruration et crée une inhomogénéité de la profondeur de diffusion à la surface des échantillons en AISI 316L.

Une autre hypothèse surtout dans le cas des alliages 718 peut être formulée. La présence d'une couche nanostructurée pourrait être défavorable à la nitruration. Nous avons vu dans les précédentes parties de ce chapitre qu'une conséquence de la diffusion d'azote est la déformation plastique de la couche nitrurée. La déformation plastique est due à l'expansion du réseau cristallin (figure 221) et à la réaction du substrat sur la couche comme le résume la figure 222. L'échantillon avant nitruration est homogène (figure 222-a). Ensuite, il est nitruré. En imaginant que la couche soit non solidaire du substrat, elle aurait tendance à se dilater (figure 222-b) à cause de l'insertion d'azote : cette déformation est appelée déformation de composition. Or dans la réalité, elle est liée au substrat (figure 222-c) et la déformation latérale n'est pas possible. La couche n'a d'autre choix que de se déformer vers la surface libre induisant des déformations élastiques et plastiques verticales et donnant naissance à des contraintes biaxiales de compression dans le plan de la couche (figure 222-d).

Cependant, il est connu depuis longtemps que les propriétés mécaniques des matériaux polycristallins sont liées à la taille des grains. C'est-à-dire que plus les grains sont petits, plus la limite élastique est importante. Dans le cas de l'alliage 718, la limite élastique du matériau à l'état de référence est de 1150 MPa. Le grenaillage produit typiquement une couche de nanostructure d'une taille moyenne de grains d'environ 20 nm ce qui aurait pour conséquence une augmentation considérablement la limite élastique (relation de Hall et Petch chapitre I partie I.3.1 page 15). Habituellement, lorsque l'azote diffuse il crée un écrouissage de la matière. Or cette couche pourrait être un frein à la nitruration car la déformation de composition serait alors plus difficile à réaliser, limitant ainsi la diffusion de l'azote.

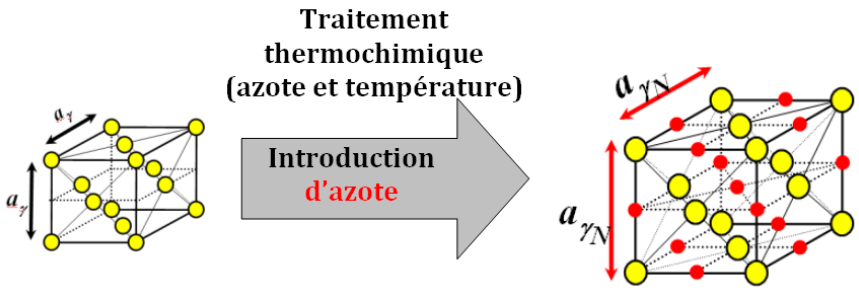


Figure 221 : Schéma de l'expansion du réseau cristallin dû à l'insertion d'azote pendant le traitement de nitruration.

Dans le cas du 316L, la limite élastique est relativement faible. Dans l'état hypertrempé, non écroui, elle est de 205 MPa. Après 30 min de grenaillage, la limite élastique passe à 1450 MPa pour une nanostructure de 40 nm [74]. Pour un échantillon de 500 µm d'épaisseur présentant une couche nanostructurée et un substrat déformé, la limite élastique est de 750 MPa [48]. Donc même si une couche nanostructurée est présente, la diffusion de l'azote est toujours possible.

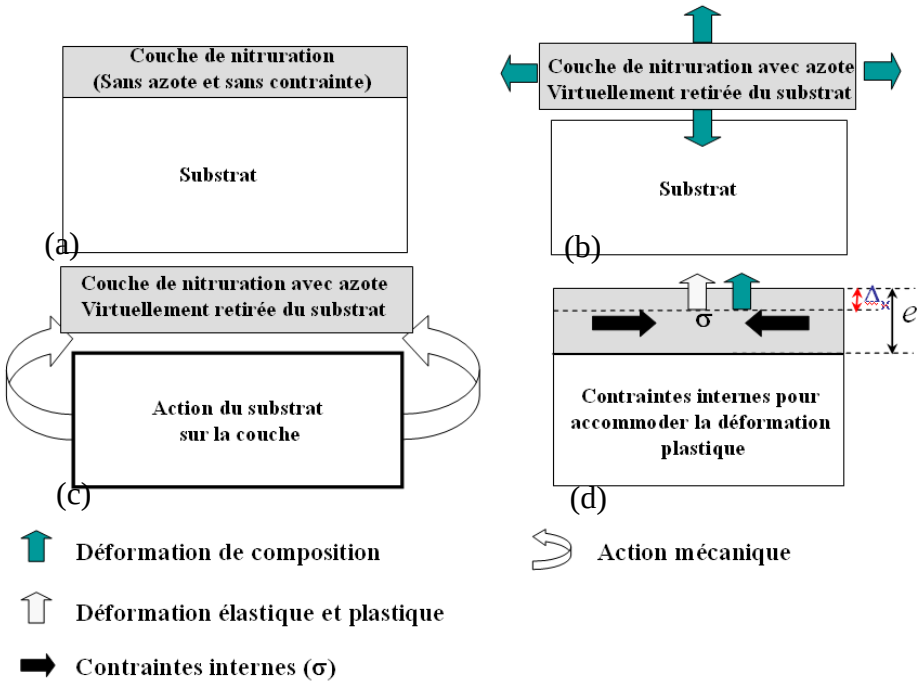


Figure 222 : Schéma de principe illustrant l'effet de l'expansion du réseau cristallin due à l'insertion d'azote pendant le traitement de nitruration et l'origine des contraintes résiduelles de compression présentes dans la couche de nitruration [104].

Pour les essais intégrant une étape préliminaire de polissage superficiel ou de polissage mécanique contrôlé, une amélioration de la profondeur de diffusion est généralement observée (typiquement 30 à 50%) dans la majorité des cas et confirme les hypothèses avancées précédemment.

Il ne faut pas oublier que le coefficient de diffusion dans l'austénite expansée est supérieur à celui de l'austénite [125]. C'est-à-dire que plus l'échantillon est nitruré, plus l'azote diffuse rapidement. Ce constat peut également expliquer pourquoi l'azote diffuse plus rapidement dans une couche déformée plastiquement. L'introduction de l'azote crée une déformation plastique. Sur les échantillons grenaillés, la déformation plastique est introduite par le grenaillage. Finalement, le grenaillage facilite le travail que l'azote doit fournir pour déformer et diffuser.

IV.6.2 Influence du taux de recouvrement ou temps de traitement.

Les résultats présentés ne montrent pas de très grandes différences en fonction des conditions de grenaillage. Cependant, certains résultats ont attiré plus particulièrement notre attention.

Nos premières réflexions issues des analyses de la littérature sur le grenaillage, laissent penser qu'il fallait grenailler le matériau longtemps pour modifier la microstructure initiale des échantillons afin d'observer des améliorations de diffusion de l'azote. Toutes les publications qui relatent une amélioration de diffusion sont réalisées sur des échantillons grenaillés relativement longtemps. Logiquement, nous avions éliminé les échantillons grenaillés avec un taux de recouvrement de 100% de notre planning d'expérience. Cependant les échantillons grenaillés à 100% sont nécessaires pour déterminer le taux de recouvrement. Nous disposions de ces échantillons et nous avons décidé de les utiliser. Cette étude s'est révélée être particulièrement intéressante. Il est ainsi possible d'observer des améliorations de diffusion de l'azote sur certains échantillons grenaillés quelques secondes (temps pour atteindre un taux de recouvrement de 100% sur le 316L) à quelques dizaines de secondes (temps nécessaire pour atteindre un taux de recouvrement de 100% sur le 718). Cependant les améliorations observées ne sont visibles que lorsque les billes sont petites (Ø 1 mm pour 30 µm d'amplitude de vibration) ou lorsque l'amplitude de vibration est plus importante. Nous pensons que le grenaillage avec un taux de recouvrement de 100% permet de diminuer fortement les contraintes introduites pendant la préparation ou l'élaboration des échantillons. En effet, le polissage effectué sur les échantillons introduit des contraintes : le but étant à chaque granulométrie de supprimer la matière perturbée par le polissage précédent [133]. À titre d'exemple, il est couramment admis qu'un polissage avec une suspension diamant de 5 µm affecte environ 15 µm de matière en profondeur. Or les couches de nitruration réalisées à basse température sont typiquement de cet ordre de grandeur. D'après Hirsch, les contraintes de compression entrainent une diminution de la diffusion de l'azote [134]. Ainsi, lors des premiers impacts des billes à la surface, la déformation induite permet de relaxer et d'homogénéiser la surface. Il en est de même sur les échantillons en alliage 718 qui sont brut de grenaillage avant nitruration. Néanmoins cette voie d'investigation est à approfondir pour confirmer ces idées, notamment sur les alliages à base nickel où nous n'avons pas réalisé d'expérience de nitruration avec des échantillons grenaillés avec un faible taux de recouvrement.

IV.6.3 Transformation de phase.

Il est également possible de jouer sur un autre paramètre pour améliorer la diffusion. Il s'agit de la transformation de phase. Lors du grenaillage sur des échantillons en aciers inoxydable austénitique à très faible énergie de déformation, le grenaillage induit une transformation de phase $\gamma \rightarrow \alpha'$ visible sur les diffractogrammes de rayons X. Le coefficient

de diffusion dans la martensite/ ferrite est nettement supérieur à celui de l'austénite [10]. L'azote qui diffuse dans le matériau est gammagène et permet de transformer dans une moindre mesure la martensite/ferrite en austénite. L'amélioration de la diffusion de l'azote peut être également expliquée par ce phénomène.

La déformation plastique pourrait induire une transformation de phase qui ne serait pas visible par les techniques utilisées pour étudier les couches grenaillées-nitrurées sur l'acier inoxydable. Il serait intéressant de réaliser des lames minces sur l'acier inoxydable pour observer localement la microstructure des échantillons grenaillés pour confirmer ou non la présence de la phase α'.

De plus, l'insertion d'azote dans le réseau cristallin CFC aurait tendance à diminuer l'énergie de faute d'empilement du matériau [125]. Lors de la nitruration, une diminution de cette énergie peut permettre une transformation de phase $\gamma \rightarrow \alpha'$ (pour certains matériaux) au front de diffusion et permettre à l'azote de diffuser plus rapidement. Cependant, l'énergie de faute d'empilement croit avec la température [135]. Il devient difficile dans ces conditions de savoir quel phénomène est prédominant. Y a-t-il une diminution ou une augmentation de l'énergie de faute d'empilement ? Cette réflexion peut peut-être expliquer certaines observations.

IV.6.4 Formation de nitrures.

Habituellement, le traitement thermochimique de nitruration est réalisé pour produire à la surface des échantillons traités une couche relativement dure afin d'augmenter sa durée de vie tout en conservant le caractère inoxydable des matériaux. Il a été montré que la nitruration à plus haute température de ce type de matériau crée des nitrures (principalement des nitrures de chrome). Le chrome est ainsi piégé et ne peut plus migrer vers la surface pour assurer la formation d'une couche passive. Nos expériences ont relevé la présence de nitrure.

Lors des traitements de nitruration de longues durées sur des échantillons en alliage 718 grenaillés, il a été observé une couche de structure différente. Cette nouvelle structure correspondrait à un nitrure de type MN. Les études des lames minces au MET ont également mis en évidence la formation de nitrure sur des échantillons nitrurés, qu'ils soient polis ou grenaillés. À l'heure actuelle, nous ne pouvons pas expliquer pourquoi ils se sont formés sur ces échantillons. Néanmoins, nous pouvons émettre l'hypothèse suivante : lors du grenaillage des échantillons, des défauts sont introduits dans le matériau et la microstructure évolue, le matériau cherchant à minimiser son énergie interne. Lors de la nitruration, une part supplémentaire d'énergie est apportée par la température et la diffusion de l'azote. Au début du traitement de nitruration, pour diminuer son énergie interne il continu à affiner sa microstructure par la déformation plastique. À partir d'un certain seuil, il ne peut plus accommoder la déformation et le seul mécanisme permettant de diminuer son énergie interne est la précipitation de nitrure. L'azote est alors mobilisé et la sursaturation diminue. Ceci pourrait être comparé au grenaillage seul, lorsque la déformation augmente, pour certains matériaux, une transformation martensitique (elle est énergétiquement plus favorable) a lieu afin de diminuer les contraintes. Il a été observé par le passé sur un acier inoxydable 304 pour un mélange réactif (95% N_2-5% H_2) et une température de nitruration de 420°C pour un temps de traitement supérieur à 15 h, une précipitation de nitrures de type cubique de type MN [114].

IV.6.5 Améliorations relatées par différents auteurs.

Une analyse des articles de la littérature concernant l'effet des contraintes sur la diffusion contredit les hypothèses avancées dans les articles relatant une amélioration de la diffusion.

Hirsch et al. [134] ont travaillé sur l'effet des contraintes sur la nitruration assistée plasma l'acier AISI M2. Ils concluent que les contraintes résiduelles introduites par sablage[22] ou par un dispositif de charge, réduisent la diffusion de l'azote à 500°C. Dans cette étude, la contrainte macroscopique a été étudiée séparément de la microstructure. Dans le cas du grenaillage, une déformation cyclique est imposée. Ils modifient ainsi simultanément la microstructure et l'équilibre mécanique de l'échantillon. Ils introduisent beaucoup de défauts et des dislocations géométriquement nécessaires aux joints de grain.

Précédemment, dans le chapitre I (partie I.2.3 page 10), nous avons présenté une amélioration de la diffusion obtenue sur un acier inoxydable en 304L qui a été traité par grenaillage de précontrainte avec différents types de grenailles avant d'être nitruré [11]. Sur la figure 7 page 11 présentant les coupes sens transverse des échantillons après nitruration, il est observé des morphologies et des épaisseurs de couches différentes. Dans cet article, les auteurs n'ont pas su expliquer les observations et les améliorations constatées. À partir de notre travail, il est possible d'expliquer les différences observées. Les paramètres de grenaillage de précontrainte sont identiques, excepté les grenailles. Le diamètre moyen des grenailles utilisées est de 70 µm par contre le matériau les constituants est différent. Les données qui permettent de comprendre ce qui se passe résident principalement dans les caractéristiques de grenailles utilisées (tableau 60). Lorsque l'échantillon est traité avec les grenailles de 50 Ni-50 Cr, ce sont les billes qui se déforment. La limite élastique (dureté) de celles-ci est faible. Beaucoup d'énergie est dissipée par la déformation de la grenaille et le shot peening n'est pas efficace : c'est pourquoi la profondeur de diffusion semble identique à la référence.

Tableau 60 : Caractéristiques des grenailles utilisées pour le traitement de grenaillage de précontrainte dans la référence [11].

Grenaille	SiO_2	SiC	50 Ni-50 Cr	AISI M2
Masse volumique [g·cm^{-3}]	2,6	3,2	7,7	8
Dureté Vickers [$HV_{0,025}$]	600	3000	260	900
Taille [µm]	70			

Dans le cas des grenailles en SiO_2 et SiC, les masses volumiques sont proches et les limites élastiques sont supérieures à celle de l'acier inoxydable (tableau 60) : la profondeur affectée est sensiblement identique. Cependant, la structure de la surface est légèrement différente (diffractogrammes des rayons X figure 223) car il y a plus de martensite α' (rapport d'intensité entre le pic d'austénite γ(111) et le pic de martensite α(110)) sur l'échantillon traité avec SiO_2. Après nitruration, les profondeurs mesurées sont sensiblement identiques et supérieures à celle de la référence. La sensibilité de la couche de nitruration à l'attaque métallographique observée sur l'échantillon traité par SiO_2 s'explique par la fraction importante de martensite avant nitruration. Tandis que sur l'échantillon traité par SiC, une diffusion de Si (mesurée par profil SDL) est observée et peut expliquer la non sensibilité de la couche. La diffusion de SiC est sûrement due à la forme de la grenaille car celle-ci n'est pas sphérique ce qui la rend plus abrasive : des grains de SiC doivent être présents à la surface de l'échantillon après traitement. Les autres types de grenaillage sont sphériques : donc il n'y a pas de problème d'abrasion.

22 Le sablage consiste à projeter des grenailles (typiquement du sable) sur la pièce à traiter. Il est couramment employé sur les surfaces pour les nettoyer, les rendre rugueuses et les abraser. C'est la forme non sphérique des particules qui favorise l'abrasion.

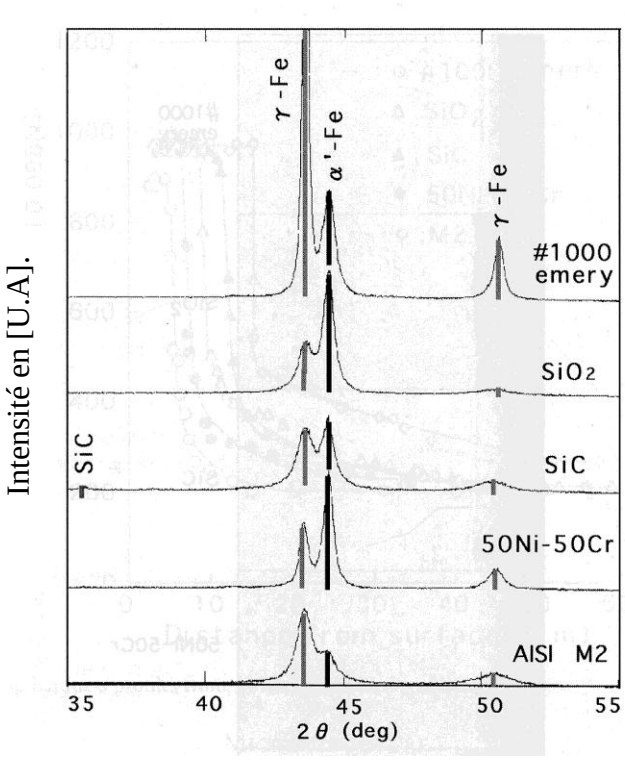


Figure 223 : Diffractogrammes des rayons X d'échantillons en acier inoxydable 304 ayant subi un traitement de surface de grenaillage de précontrainte avec différents types de grenailles [11].

En ce qui concerne l'échantillon traité à l'aide de grenaille en AISI M2, l'énergie transmise à la matière est beaucoup plus importante car la masse volumique et ainsi la force d'impact sont plus importantes. La limite élastique est aussi plus importante que pour les autres grenailles. La grenaille ne se déforme pas plastiquement à l'impact. Cet échantillon présente d'ailleurs la profondeur de diffusion la plus élevée. Par contre, le grenaillage étant plus énergétique, il a introduit plus de défauts (aidant à la diffusion) mais rendant la surface de l'échantillon plus sensible à la formation de nitrure. Ceci explique la sensibilité de la couche à l'attaque métallographique.

Le lien entre introduction de défauts et transformation de phase semble établi. Cependant, une transformation de phase est observée lorsque le taux de déformation et l'énergie apportée sont suffisants [136]. Les échantillons qui présentent après le grenaillage de précontrainte une transformation $\gamma \rightarrow \alpha'$ sont : SiO_2, SiC et 50Ni-50Cr [11]. L'échantillon traité par AISI M2 présente le moins de transformation alors que l'énergie transmise est supérieure à celle transmise dans les autres conditions (équation (III-8) de la partie III.3.2.1.6 page 86 du chapitre III). Ici, la vitesse d'impact des billes peut être considérée comme identique. Par contre, la force d'impact ne sera pas identique et donc le diamètre d'impact aussi (équation (III-32) de la partie III.8.5 page 152 du chapitre III). Dans ce cas, ils dépendent essentiellement de la masse volumique de la grenaille.

Habituellement le taux de déformation $\dot{\varepsilon}$ est estimé par la relation suivante :

$$\dot{\varepsilon} \approx \frac{V_{impact}}{2 \cdot a} \qquad \textbf{(IV-5)}$$

Donc le taux de déformation est inversement proportionnel à la masse volumique : plus la masse volumique est importante, plus le diamètre d'impact est important plus le taux de déformation est faible. La relation (IV-5) permet ainsi d'expliquer pourquoi une transformation de phase est observée ou non.

IV.7 Conclusion

Dans un premier temps, ce chapitre a permis de montrer que, pendant la nitruration à basse température des aciers inoxydables et des alliages base nickel, une déformation plastique importante de la couche de diffusion est observée. L'introduction d'azote dans le réseau cristallin CFC dilate la maille pour donner naissance à l'austénite expansée. Cette expansion n'est pas sans conséquence sur la microstructure du matériau. Les analyses montrent des améliorations des propriétés physiques telles qu'une augmentation de la dureté (écrouissage et atome en insertion) et une résistance à l'usure et la corrosion. Une déformation de la surface (déchaussement des grains, augmentation de la rugosité), de fortes contraintes internes, un affinement de microstructure (présence de macles mécaniques) sont des éléments constatés après un traitement de nitruration. Les fortes contraintes internes et la déformation plastique introduites sur l'échantillon ont un autre effet sur la microstructure. Elles ont tendance à modifier l'orientation cristallographique des grains nitrurés suivant deux orientations particulières : une orientation de plan {111} et {110} parallèles à la surface. La texture de la surface peut également être une voie permettant d'expliquer les améliorations des propriétés mécaniques, d'usures, de corrosion des couches nitrurées.

Ce chapitre a également permis de faire une petite synthèse sur le couplage grenaillage nitruration et permet d'apporter des éléments de réponses sur les observations constatées.

Dans un premier temps, le couplage grenaillage-nitruration permet d'améliorer significativement la dureté de la surface même si aucune amélioration de la diffusion de l'azote n'est observée. Par exemple pour un alliage 718 grenaillé, la dureté Vickers ($HV_{0,1}$) passe de 250 avant grenaillage à près de 500 voire 1000 après grenaillage-nitruration pour un temps de traitement effectif de 9 h. Alors que dans le cas d'un échantillon non grenaillé, la dureté Vickers ($HV_{0,1}$) est quasiment identique pour les mêmes conditions de nitruration que l'échantillon précédent.

Pour obtenir une amélioration de la diffusion de l'azote, il est nécessaire de passer par une étape préalable de polissage qui permet de supprimer au moins la première couche superficielle (figure 160 page 162). Cette couche freine la diffusion de l'azote lors des traitements de nitruration à basse température. L'amélioration de la diffusion de l'azote peut aussi être expliquée par une autre propriété du grenaillage : la transformation de phase. Néanmoins cette voie requiert une grande maîtrise des processus de grenaillage et de nitruration pour éviter d'avoir de la martensite sur le produit fini, ce qui altère considérablement les propriétés inoxydables de ces aciers.

D'un point de vue mécanique, le couplage grenaillage-nitruration peut être intéressant pour certaines applications où il y a du frottement. Généralement, l'échantillon nitruré présente une couche très dure avec de fortes contraintes résiduelles de compression sur un matériau ductile. La présence de cette couche très dure permet d'améliorer de façon significative la durée de vie de la pièce en service. L'avantage du couplage grenaillage-nitruration est qu'il permet d'obtenir une couche plus épaisse et toujours aussi dure sur un échantillon cette fois si écroui : le gradient de dureté entre le matériau et la couche est moins important.

Malgré nos efforts, il reste encore beaucoup d'interrogations. Le couplage grenaillage nitruration mérite d'être approfondi afin optimiser les conditions de traitement de grenaillage et de nitruration pour éviter la formation de nitrure et assurer une durée de vie optimale à la pièce traitée.

Conclusion et perspectives

L'objectif de ce travail était de mieux appréhender et si possible de proposer une simulation de la synergie entre un traitement mécanique de surface et un traitement thermochimique ultérieur. Les améliorations attendues sont un abaissement de la température du traitement thermochimique et/ou une profondeur de diffusion plus importante sur les matériaux prétraités. La littérature montre que ce type d'améliorations a été constaté principalement lorsque le matériau a subi une déformation plastique (écrouissage) importante. Le contexte industriel de ce travail apporte d'autres contraintes, il faut que le procédé de traitement de surface soit industrialisable, qu'il ne modifie pas la géométrie des pièces et souvent qu'il soit possible de ne traiter qu'une partie de la surface des composants.

Considérant tous ces critères, nous avons choisi d'étudier la technique d'attrition mécanique de surface (Surface Mechanical Attrition Treatment (SMAT) en anglais). Ce procédé peut être mis en œuvre à l'échelle industrielle à partir d'excitateurs piézoélectriques réalisés par exemple par SONATS (Stressonic®). Le grenaillage ultra sonore induit de façon cyclique de fortes déformations plastiques dans les échantillons. Il est bien connu que si la déformation plastique était appliquée en une seule fois (par exemple dans le cas du galetage), la microstructure n'évoluerait pas de manière considérable et comparable à ce qui est observé. Par contre sa répétition prolongée entraîne une transformation cumulative résultante du mouvement irréversible des dislocations.

La mise à profit des améliorations de diffusion observées lors du couplage d'un traitement de surface mécanique et d'un traitement de diffusion thermochimique nécessite d'en identifier les paramètres clefs. De cette étude il en ressort que pour avoir les améliorations attendues, il faut réaliser une importante déformation plastique cumulée de la surface. La présentation des caractéristiques de la déformation plastique des métaux CFC permet de mettre en évidence les mécanismes responsables de l'écrouissage tels que la naissance et la multiplication des dislocations, le glissement des plans denses et la contrainte nécessaire à la mise en mouvement du glissement, les mécanismes de maclage mécanique, voire même dans certains cas une transformation de phase. Le paramètre intrinsèque au matériau, qui permet de prédire le comportement face à la déformation plastique, est l'énergie de fautes d'empilement.

- Pour les matériaux à <u>très faibles énergies</u> de fautes d'empilement (exemple acier inoxydable austénitique), le glissement des dislocations est planaire mais le maclage qui suit laisse la place à une transformation de phase induite par la déformation. Cette transformation de phase correspond à la formation de phase martensitique ε et α' à partir de l'austénite
- Pour les matériaux CFC à <u>haute et moyenne énergie</u> de fautes d'empilement (exemple Ni et alliages qui ont des mécanismes de déformation considérés comme standards), le glissement des dislocations est planaire au début de la déformation. Pour une contrainte critique, le glissement dévié est activé et pour de fortes densités de dislocation, celles-ci s'organisent en cellules.

C'est à partir de cette valeur qu'il est possible de connaître le comportement d'un matériau vis-à-vis d'une sollicitation extérieure. En connaissant, l'énergie de faute d'empilement d'un matériau, il est possible de prédire les mécanismes mis en jeu lors de l'affinement (subdivision des grains) de la microstructure en nanostructure. La revue bibliographique réalisée sur les conséquences du grenaillage sur les aciers inoxydables austénitiques et alliages de nickel permet de renforcer les conclusions précédentes

Dans notre étude expérimentale, nous nous sommes particulièrement intéressés à caractériser l'effet grenaillage USSP par trois fournisseurs différents sur nos propres matériaux. Un certain nombre de points clefs et de nouveautés concernant le traitement de grenaillage ont été mis en évidence, bien que la variété importante des paramètres (et parfois leur méconnaissance) entrant dans le processus rende complexe l'analyse du procédé. Cependant, notre étude révèle quelques points important permettant de maîtriser le processus. Par exemple, nous avons pu montrer comment la rugosité finale et la profondeur affectée sont influencées par le diamètre des billes et par l'amplitude de vibration de la sonotrode.

L'impact de la bille à la surface du matériau créée une déformation plastique de la surface visible par la rugosité présente après un traitement de grenaillage. Cette rugosité évolue en fonction des paramètres de grenaillage ; elle est liée aux caractéristiques des billes utilisées (nombre, diamètre, matériau…) et aux paramètres opératoires de la sonotrode qui transmet l'énergie aux billes (amplitude et fréquence de vibration essentiellement). Pour des paramètres de grenaillage identiques et un temps de traitement (ou taux de recouvrement) qui augmentent, les paramètres de rugosité standards mesurés augmentent puis décroissent vers une valeur limite.

Les paramètres de rugosité révélateurs de l'énergie transmise au matériau pendant le grenaillage sont la hauteur totale du profil Rt et la largeur du profil à l'intérieur de la longueur de base Rsm. Rt traduit l'enfoncement résiduel de la bille après l'impact dans le matériau et Rsm est proportionnel au diamètre résiduel moyen des impacts.

D'un point de vue mécanique, les surfaces grenaillées présentent un gain de la résistance à l'enfoncement (i.e. la dureté) pouvant aller jusque 80% de la valeur initiale.

D'un point de vue structural, la déformation plastique ne crée pas systématiquement de transformation de phase. La comparaison des diffractogrammes de rayons X avant et après le traitement de la surface montre un décalage des pics vers les petits angles, un élargissement de la largeur à mi-hauteur et une évolution des intensités relatives (signe d'une modification de la texture cristallographique). Le décalage des pics vers les petits angles est généralement associé à la présence de contraintes résiduelles. La méthode du $\sin^2(\psi)$ a permis de déterminer qu'il s'agit de contraintes biaxiales de compression parallèles à la surface grenaillée. Globalement, les contraintes résiduelles de compression sont plus importantes sur les échantillons en alliage 718 que ceux en AISI 316L. Une augmentation de la largeur à mi-hauteur des pics de diffraction est le signe d'une modification microstructurale et de microdéformations plus importantes dans le matériau après le grenaillage. Ces défauts représentent une énergie emmagasinée dans l'échantillon. Le paramètre de maille déterminé par diffraction des rayons X est augmenté de 0,4% au maximum.

L'analyse par rayons X est limitée par l'absorption des éléments du matériau et par la profondeur analysée à la surface de l'ordre d'une vingtaine de micromètres. Un polissage mécanique de la surface permet d'accéder aux informations structurales de la sous couche déformée plastiquement. Les diffractogrammes des échantillons en alliage 718 ainsi obtenus révèlent une intensité beaucoup plus importante pour la famille de plans (220) qui traduit une texturation de l'échantillon mise en évidence par les figures de pôles. La déformation plastique par le grenaillage produit une texture de fibre de déformation suivant la direction <110> parallèle à la surface vérifiée également par les analyses EBSD (Electron BackScatter Diffraction). La texture est visible sur les diffractogrammes (intensité plus importante des pics de diffraction) dès que le grenaillage correspondant à une énergie de grenaillage cumulée de 13 J. Cependant, les études EBSD ne révèlent pas cette texture sur un échantillon grenaillé avec une énergie cumulée de 38 J. En revanche, pour une énergie cumulée de 240 J la texture est visible sur les cartographies d'orientation. Pour les échantillons en acier inoxydable, la déformation plastique en sous-couche (observée après polissage) révèle une évolution de

l'intensité relative des pics de diffraction qui semble traduire une suppression de la texture initiale des échantillons. Les analyses de texture par EBSD confirment ces observations.

Une étude de la zone déformée plastiquement montre qu'elle résulte principalement de mécanismes de glissement, mis en évidence par les observations aux microscopes optique et électronique à balayage. Les analyses EBSD montrent également une déformation par maclage mécanique de certains grains. Pour quantifier la profondeur affectée par le grenaillage, la technique la plus fiable est la microdureté sur coupe transverse. À l'aide d'un profil de microdureté ($HV_{0,025}$), il est aisé de déterminer la profondeur de matière qui a été affectée par la déformation plastique.

Un autre phénomène observé est la contamination de la surface par les matériaux présents dans l'enceinte durant le grenaillage. Les analyses chimiques des premiers micromètres révèlent des concentrations plus élevées que la normale en oxygène, en titane, en aluminium…, tous éléments issus de l'atmosphère et de l'enceinte (sonotrode en TA6V). Cette contamination qui peut atteindre quelques micromètres est le fruit d'un processus de mécanosynthèse plutôt que de diffusion thermique. Ceci semble corroborer d'autres observations d'AREVA.

L'application de la théorie de Hertz permet d'avoir une bonne estimation de l'effet du grenaillage sur la matière. Il semble y avoir une relation linéaire entre les valeurs expérimentales et les valeurs calculées en termes d'enfoncement et de diamètre d'impact. La profondeur affectée, déterminée par les mesures de profils de microdureté, semble également être en bon accord avec l'estimation que nous avons donnée. Ce modèle est une première étape vers la modélisation et la simulation de l'effet du grenaillage sur le matériau.

Enfin, dans l'analyse de la nitruration assistée par plasma des alliages à base nickel et des aciers inoxydables austénitiques, nous examinons la déformation plastique et les effets qu'elle induit sur les matériaux. Une expansion et une rotation des grains de la surface sont ainsi constatées. Ensuite, une série de couplage grenaillage-nitruration est décrite. Les premiers essais montrent qu'il n'est pas simple de contrôler l'amélioration des traitements thermochimiques. Beaucoup d'effets influent et il est difficile de les découpler pour identifier ceux qui sont importants. Il semblerait que, pour améliorer effectivement la profondeur de diffusion d'azote, il faut passer par une étape préliminaire. Les échantillons bruts de grenaillage ne présentent aucune amélioration. Par contre après un polissage superficiel ou mécanique contrôlé, les profondeurs de diffusion d'azote sont plus importantes sur certains échantillons grenaillés.

Malgré toutes ces années, nous n'avons pas eu le temps et les moyens de tout comprendre ni de réaliser toutes les caractérisations et interprétations nécessaires à la compréhension du couplage grenaillage-nitruration. Ce sujet touche beaucoup de domaines tels que la physique des plasmas, la science des matériaux, la mécanique, la physicochimie... Autant de domaines, où il a fallu acquérir des connaissances et des compétences en un minimum de temps. Un réseau de relation entre des laboratoires et des industriels a vu le jour pour améliorer la compréhension des phénomènes physiques observés et fédérer une interaction constructive en fonction des moyens et des compétences de chacun. Malgré tout, beaucoup de questions restent sans réponse. Grâce à l'expérience acquise au court de ces trois années, nous commençons à avoir une vision d'ensemble. Ce travail ne peut en rester là. Il a ouvert un certain nombre de portes et a apporté des éléments clefs à la compréhension de la problématique. Quelques pistes de réflexion sont ainsi énoncées pour poursuivre ce projet.

Ces recherches se sont centrées sur l'effet du grenaillage sur des alliages métalliques complexes (solution solide de plusieurs éléments chimiques) à structure austénitique. Il

pourrait être intéressant de poursuivre ces recherches en étudiant des matériaux de structures différentes où les modes de déformations plastiques sont différents.

Ce travail s'intéresse exclusivement aux résultats du grenaillage : caractérisation structurale et microstructurale couplé à quelques essais mécaniques (dureté). Il serait intéressant de pouvoir étudier l'influence du grenaillage sur l'augmentation des durées de vie des pièces traitées. Pour ce faire, une campagne d'essais mécaniques pourrait être réalisée : sollicitations thermomécaniques, essais de traction, études de tenue en fatigue, en usure-frottement. Il serait également intéressant de mener des tests de corrosion haute température, en milieu aqueux ou en milieu primaire... Ces campagnes sont nécessaires pour caractériser totalement l'amélioration ou la dégradation des propriétés physiques en fonction des paramètres de grenaillage.

La simulation du procédé de grenaillage serait un atout inestimable pour prédire les résultats du traitement. Il serait ensuite possible d'intégrer les nouvelles propriétés des pièces traitées dans les logiciels de calcul commerciaux pour optimiser leurs conceptions et prédire leurs comportements mécaniques. La simulation permettrait également d'optimiser les paramètres de grenaillages en fonction de l'application (augmentation de la tenue en fatigue, de la durée de vie, de la résistance à l'usure-frottement…). Notre modèle et les différents travaux réalisés permettent d'aborder la modélisation et la simulation du processus de grenaillage des matériaux. Nous avons mis en évidence les paramètres et les résultats essentiels ainsi que les moyens à notre disposition pour mener à bien ce projet. Des outils tels qu'une chambre de grenaillage instrumentée avec une caméra rapide permettraient d'étudier la dynamique des collisions dans l'enceinte pour optimiser le transfert d'énergie : à savoir, diminuer le nombre de collisions bille-bille, optimiser la masse de bille… On pourrait également ajouter une matrice de capteurs piézo-électriques mise à la place de l'échantillon pour quantifier le nombre, la densité, la vitesse et l'énergie d'impact pendant le grenaillage. L'ajout, en extrême surface, d'un thermocouple ultrasensible permettrait d'avoir l'évolution de la température. Ces données serviraient à valider la simulation du procédé.

Dans le grenaillage ultrasonique, les impacts successifs en un même point sont variables en intensité et en orientation. Il devient difficile d'obtenir des informations locales et instantanées sur la force, la déformation appliquée pendant le contact. L'observation microstructurale ne peut être liée qu'à des grandeurs moyennes déterminées par le modèle développé. Pour essayer de comprendre la mécanique d'impact du grenaillage (vitesse, énergie, force, facteur de restitution…) il serait intéressant de reproduire des chocs par un dispositif plus simple similaire au grenaillage dont un contrôle total des paramètres est possible. Un tel dispositif existe et il s'agit du système de micropercussion.

Ces études de dynamique dans l'enceinte et de chocs élémentaires sont des voies de recherche prometteuses et indispensables pour étudier complètement l'influence globale des paramètres de grenaillage. Grâce à ces résultats, il sera possible d'analyser et de comprendre plus en détails les mécanismes et les relations physiques mises en jeux pour aboutir à une simulation du procédé.

Faute de temps, nous n'avons pas pu réaliser des essais de traitements thermochimiques avec d'autres éléments diffusant tels que le carbone, le chrome, le bore… Il pourrait être très intéressant d'étudier la diffusion de ces autres éléments sur un échantillon grenaillé. Les mécanismes de diffusion étant différents, il est possible que les conditions de grenaillage à utiliser soient également différentes. Ce type de couplage peut également avoir un intérêt économique. Par exemple dans le cas de la chromisation, il faut atteindre des températures de traitement de l'ordre de 900°C pour les aciers. Or, on sait que le traitement de grenaillage rend possible la diffusion à plus basse température. La température de traitement est

proportionnelle à l'énergie consommée. Une baisse importante de la température diminue le coût énergétique et simplifie les installations de traitement.

D'autre part, l'étude de la déformation plastique présente au cours du grenaillage a permis d'avoir une autre vision sur les procédés de nitruration assistée plasma à basse température. Ainsi la prise en compte de la déformation plastique au cours du processus permet d'expliquer certains mécanismes de nitruration. L'énergie de fautes d'empilement peut expliquer des comportements observés en nitruration. Nous avons vu précédemment que les paramètres de nitruration et le type du matériau influencent la formation de l'austénite expansée. Lors de ce travail, nous avons étudié des alliages métalliques austénitiques complexes (multitude d'éléments d'alliage). Avec ce type de matériau, il devient difficile de trouver des données dans la littérature sur l'énergie de faute d'empilement, sur les constantes élastiques du cristal, les coefficients de diffusion… Pour étudier plus finement les mécanismes de diffusion, il pourrait être intéressant de travailler avec des composées métalliques ternaires présentant des caractéristiques différentes (énergie de fautes d'empilement, paramètres mécaniques, propriétés physiques, nature des constituants…). Les composés ternaires sont plus simples et il existe des logiciels permettant de calculer leurs paramètres thermodynamiques. Dans certains cas, on trouve des articles qui permettent d'estimer en fonction des éléments d'alliage l'énergie de faute d'empilement ou l'évolution de celle-ci en température… Ces campagnes permettraient de comprendre et expliquer les mécanismes de diffusion, l'anisotropie de déformation, la diffusion plus rapide dans certaines orientations (l'influence de l'orientation des grains), l'évolution de la rugosité… L'objectif final est de passer à la simulation du procédé. Pour compléter cette simulation, il faudra également étudier le plasma de nitruration et l'interaction de celui-ci à la surface. Finalement lors d'une nitruration dans le réacteur diode, un bombardement constant par les ions est présent. Ne serait-il pas possible de faire une analogie entre attrition atomique et grenaillage ultrasonique ?

Liste des références

[1] W.P. Tong, N.R. Tao, Z.B. Wang, J. Lu, et K. Lu, "Nitriding Iron at Lower Temperatures," *Science*, vol. 299, Jan. 2003, p. 686-688.

[2] H. Gleiter, "Nanostructured Materials," *Advanced Materials*, vol. 4, 1992, p. 474-481.

[3] W. Tong, C. Liu, W. Wang, N. Tao, Z. Wang, L. Zuo, et J. He, "Gaseous nitriding of iron with a nanostructured surface layer," *Scripta Materialia*, vol. 57, Sep. 2007, p. 533-536.

[4] Y. Lin, J. Lu, L. Wang, T. Xu, et Q. Xue, "Surface nanocrystallization by surface mechanical attrition treatment and its effect on structure and properties of plasma nitrided AISI 321 stainless steel," *Acta Materialia*, vol. 54, Déc. 2006, p. 5599-5605.

[5] D. Bei, J. Gu, J. Pan, J. Lu, et K. Lu, "Gaseous nitriding process of surface nanocrystallized (SNCed) steel," *Journal of Materials Science and Technology*, vol. 18, 2002, p. 566-568.

[6] Z.B. Wang, N.R. Tao, W.P. Tong, J. Lu, et K. Lu, "Diffusion of chromium in nanocrystalline iron produced by means of surface mechanical attrition treatment," *Acta Materialia*, vol. 51, Aoû. 2003, p. 4319-4329.

[7] Z. Wang, J. Lu, et K. Lu, "Chromizing behaviors of a low carbon steel processed by means of surface mechanical attrition treatment," *Acta Materialia*, vol. 53, Avr. 2005, p. 2081-2089.

[8] S. Lu, Z. Wang, et K. Lu, "Enhanced chromizing kinetics of tool steel by means of surface mechanical attrition treatment," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 527, Fév. 2010, p. 995-1002.

[9] J.F. Gu, D.H. Bei, J.S. Pan, J. Lu, et K. Lu, "Improved nitrogen transport in surface nanocrystallized low-carbon steels during gaseous nitridation," *Materials Letters*, vol. 55, Aoû. 2002, p. 340-343.

[10] S. Ji, L. Wang, J. Sun, et Z. Hei, "The effects of severe surface deformation on plasma nitriding of austenitic stainless steel," *Surface and Coatings Technology*, vol. 195, Mai. 2005, p. 81-84.

[11] N. Yamauchi, N. Ueda, A. Okamoto, et K. Demizu, "Effect of Peening on Formation of S-Phase in Plasma Nitrided 304 Austenitic Stainless Steel," *Reports of Industrial Technology Research Institute*, vol. 15, 2001, p. 70-75.

[12] W.P. Tong, C.S. He, J.C. He, L. Zuo, N.R. Tao, et Z.B. Wang, "Strongly enhanced nitriding kinetics by means of grain refinement," *Applied Physics Letters*, vol. 89, Juil. 2006, p. 021918-3.

[13] J. Wang, G. Zhang, J. Sun, Y. Bao, L. Zhuang, et H. Ning, "Low temperature nitriding of iron by alternating current pretreatment," *Surface and Coatings Technology*, vol. 200, Aoû. 2006, p. 6666-6670.

[14] J. Wang, G. Zhang, J. Sun, Y. Bao, L. Zhuang, et H. Wen, "Low temperature nitriding of medium carbon steel," *Vacuum*, vol. 80, Juin. 2006, p. 855-859.

[15] W. Tong, Z. Han, L. Wang, J. Lu, et K. Lu, "Low-temperature nitriding of 38CrMoAl steel with a nanostructured surface layer induced by surface mechanical attrition treatment," *Surface and Coatings Technology*, vol. 202, Juil. 2008, p. 4957-4963.

[16] H. Zhang, L. Wang, Z. Hei, G. Liu, J. Lu, et K. Lu, "Low-temperature plasma nitriding of AISI 304 stainless steel with nano-structured surface layer," *Zeitschrift fuer Metallkunde/Materials Research and Advanced Techniques*, vol. 94, 2003, p. 1143-1147.

[17] H. Ferkel, M. Glatzer, Y. Estrin, et R.Z. Valiev, "RF plasma nitriding of a severely deformed high alloyed steel," *Scripta Materialia*, vol. 46, Mai. 2002, p. 623-628.

[18] S. Kikuchi, Y. Nakahara, et J. Komotori, "Fatigue properties of gas nitrided austenitic

stainless steel pre-treated with fine particle peening," *International Journal of Fatigue*, vol. In Press, Corrected Proof.
[19] C. Suryanarayana, "Nanocrystalline materials," *International Materials Reviews*, vol. 40, 1995, p. 41-64.
[20] W.P. Tong, N.R. Tao, Z.B. Wang, H.W. Zhang, J. Lu, et K. Lu, "The formation of [var epsilon]-Fe3-2N phase in a nanocrystalline Fe," *Scripta Materialia*, vol. 50, Mar. 2004, p. 647-650.
[21] R.Z. Valiev, R.K. Islamgaliev, et I.V. Alexandrov, "Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation," *Progress in Materials Science*, vol. 45, Mar. 2000, p. 103-189.
[22] Z. Ni, X. Wang, E. Wu, et G. Liu, "Martensitic phase transformations in the nanostructured surface layers induced by mechanical attrition treatment," *Journal of Applied Physics*, vol. 98, 2005, p. 1-6.
[23] H.W. Zhang, Z.K. Hei, G. Liu, J. Lu, et K. Lu, "Formation of nanostructured surface layer on AISI 304 stainless steel by means of surface mechanical attrition treatment," *Acta Materialia*, vol. 51, Avr. 2003, p. 1871-1881.
[24] K. Lu et J. Lu, "Nanostructured surface layer on metallic materials induced by surface mechanical attrition treatment," *Materials Science and Engineering A*, vol. 375-377, Juil. 2004, p. 38-45.
[25] B. Thomas et J. Schmitt, "Durcissement des aciers : Mécanismes," *Techniques de l'ingénieur*, p. 1-20.
[26] S. Copley et B. Kear, "The dependence of the width of a dissociated dislocation on dislocation velocity," *Acta Metallurgica*, vol. 16, Fév. 1968, p. 227-231.
[27] I. Karaman, H. Sehitoglu, H.J. Maier, et Y.I. Chumlyakov, "Competing mechanisms and modeling of deformation in austenitic stainless steel single crystals with and without nitrogen," *Acta Materialia*, vol. 49, Nov. 2001, p. 3919-3933.
[28] P. Lacombe, B. Baroux, et G. Béranger, *Les aciers inoxydables*, Edp Sciences, 1990.
[29] I. Karaman, H. Sehitoglu, Y. Chumlyakov, et H. Maier, "The deformation of low-stacking-fault-energy austenitic steels," *JOM Journal of the Minerals, Metals and Materials Society*, vol. 54, Juil. 2002, p. 31-37.
[30] S. Asgari, E. El-Danaf, S. Kalidindi, et R. Doherty, "Strain hardening regimes and microstructural evolution during large strain compression of low stacking fault energy fcc alloys that form deformation twins," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 28, 1997, p. 1781-1795.
[31] F. Hamdi et S. Asgari, "Evaluation of the Role of Deformation Twinning in Work Hardening Behavior of Face-Centered-Cubic Polycrystals," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 39, Fév. 2008, p. 294-303.
[32] G.E. Dieter, *Mechanical metallurgy*, McGraw-Hill Book Co, 1988.
[33] M.F. Ashby, "The deformation of plastically non-homogeneous materials," *Philosophical Magazine*, vol. 21, 1970, p. 399-424.
[34] P. Coulomb, *Les textures dans les métaux de réseau cubique*, Paris: Dunod, 1972.
[35] D.A. Hughes et N. Hansen, "High angle boundaries formed by grain subdivision mechanisms," *Acta Materialia*, vol. 45, Sep. 1997, p. 3871-3886.
[36] D.A. Hughes et N. Hansen, "High angle boundaries and orientation distributions at large strains," *Scripta Metallurgica et Materialia*, vol. 33, Juil. 1995, p. 315-321.
[37] D.A. Hughes, "Microstructure evolution, slip patterns and flow stress," *Materials Science and Engineering A*, vol. 319-321, Déc. 2001, p. 46-54.
[38] N.R. Tao, M.L. Sui, J. Lu, et K. Lua, "Surface nanocrystallization of iron induced by ultrasonic shot peening," *Nanostructured Materials*, vol. 11, Juin. 1999, p. 433-440.
[39] X. Wu, N. Tao, Y. Hong, B. Xu, J. Lu, et K. Lu, "Microstructure and evolution of

mechanically-induced ultrafine grain in surface layer of AL-alloy subjected to USSP," *Acta Materialia*, vol. 50, Mai. 2002, p. 2075-2084.
[40] S. Bagheri et M. Guagliano, "Review of shot peening processes to obtain nanocrystalline surfaces in metal alloys," *Surface Engineering*, vol. 25, 2009, p. 3-14.
[41] F. Guo, Y. JI, N. Trannoy, et J. Lu, "Local thermal property analysis by scanning thermal microscopy of an ultrafine-grained copper surface layer produced by surface mechanical attrition treatment," *Materials Science and Engineering: B*, vol. 130, Juin. 2006, p. 24-30.
[42] N. Tao, X. Wu, M. Sui, J. Lu, et K. Lu, "Grain refinement at the nanoscale via mechanical twinning and dislocation interaction in a nickel-based alloy," *Journal of Materials Research*, vol. 19, 2004, p. 1623-1629.
[43] H. Conrad, "Plastic deformation kinetics in nanocrystalline FCC metals based on the pile-up of dislocations," *Nanotechnology*, vol. 18, 2007, p. 325701.
[44] G. Maeder, L. Castex, et J. Barralis, "Précontraintes et traitements superficiels," *Techniques de l'ingénieur*, vol. Traitements des métaux, 1999, p. 50.
[45] G. Saada, "L'état métallique : Déformation plastique," *Techniques de l'ingénieur*, vol. Traité matériaux métalliques, p. 1-25.
[46] G. Liu, J. Lu, et K. Lu, "Surface nanocrystallization of 316L stainless steel induced by ultrasonic shot peening," *Materials Science and Engineering A*, vol. 286, Juin. 2000, p. 91-95.
[47] A. Lu, Y. Zhang, Y. Li, G. Liu, Q. Zang, et C. Liu, "Effect of nanocrystalline and twin boundaries on corrosion behavior of 316l stainless steel using smat," *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)*, vol. 19, Juin. 2006, p. 183-189.
[48] T. Roland, D. Retraint, K. Lu, et J. Lu, "Enhanced mechanical behavior of a nanocrystallised stainless steel and its thermal stability," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 445-446, Fév. 2007, p. 281-288.
[49] Z. Ni, X. Wang, E. Wu, et G. Liu, "Martensitic phase transformations in the nanostructured surface layers induced by mechanical attrition treatment," *Journal of Applied Physics*, vol. 98, Déc. 2005, p. 114319-6.
[50] W. Ye, Y. Li, et F. Wang, "Effects of nanocrystallization on the corrosion behavior of 309 stainless steel," *Electrochimica Acta*, vol. 51, Juin. 2006, p. 4426-4432.
[51] K. Dai, J. Villegas, Z. Stone, et L. Shaw, "Finite element modeling of the surface roughness of 5052 Al alloy subjected to a surface severe plastic deformation process," *Acta Materialia*, vol. 52, Déc. 2004, p. 5771-5782.
[52] J.C. Villegas, K. Dai, L.L. Shaw, et P.K. Liaw, "Nanocrystallization of a nickel alloy subjected to surface severe plastic deformation," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 410-411, Nov. 2005, p. 257-260.
[53] J. Villegas, "Investigation of the effects of the surface nanocrystallization and hardening (SNH) process on bulk metallic components," Thèse, University of Connecticut, 2005.
[54] J. Tian, K. Dai, J. Villegas, L. Shaw, P. Liaw, D. Klarstrom, et A. Ortiz, "Tensile properties of a nickel-base alloy subjected to surface severe plastic deformation," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 493, Oct. 2008, p. 176-183.
[55] A. Ortiz, J. Tian, J. Villegas, L. Shaw, et P. Liaw, "Interrogation of the microstructure and residual stress of a nickel-base alloy subjected to surface severe plastic deformation," *Acta Materialia*, vol. 56, Fév. 2008, p. 413-426.
[56] K. Dai et L. Shaw, "Comparison between shot peening and surface nanocrystallization and hardening processes," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 463, Aoû. 2007, p. 46-53.
[57] L.L. Shaw, J. Tian, A.L. Ortiz, K. Dai, J.C. Villegas, P.K. Liaw, R. Ren, et D.L.

Klarstrom, “A direct comparison in the fatigue resistance enhanced by surface severe plastic deformation and shot peening in a C-2000 superalloy,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 527, Fév. 2010, p. 986-994.
[58] K. Dai, J. Villegas, et L. Shaw, “An analytical model of the surface roughness of an aluminum alloy treated with a surface nanocrystallization and hardening process,” *Scripta Materialia*, vol. 52, Fév. 2005, p. 259-263.
[59] J. Tian, L. Shaw, P. Liaw, et K. Dai, “On the ductility of a surface severely plastically deformed nickel alloy,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 498, Déc. 2008, p. 216-224.
[60] K. Zhang, I.V. Alexandrov, R.Z. Valiev, et K. Lu, “The thermal behavior of atoms in ultrafine-grained Ni processed by severe plastic deformation,” *Journal of Applied Physics*, vol. 84, 1998, p. 1924-1927.
[61] J. Lu et K. Lu, “Mechanical method for generating nanostructures and mechanical device for generating nanostructures,” U.S. Patent 7,147,726, 2006.
[62] J. Lu et K. Lu, “Method for generating nanostructures and device for treating nanostructures,” U.S. Patent US 2004/0250920 A1, 2004.
[63] J. Lu et K. Lu, “Device for generating nanostructures,” U.S. Patent US 7,300,622 B2, 2007.
[64] T.H. Dao, “Dépôt de couches minces de silicium à grande vitesse par plasma MDECR,” Thèse, Ecole polytechnique de France, 2007.
[65] A Lacoste et al, “Multi-dipolar plasmas for uniform processing: physics, design and performance,” *Plasma Sources Science and Technology*, vol. 11, 2002, p. 407.
[66] T.V. Tran, “Caractérisation et modélisation des plasmas micro-onde multi-dipolaires Application à la pulvérisation assistée par plasma multi-dipolaire,” Université Joseph Fourier, 2006.
[67] J. Stinville, “Evolution des microstructures et textures locales par nitruration plasma de l'acier 316L. Répercussion sur sa durabilité en fatigue.,” Thèse, Ecole Supérieure de mécanique et d'aérotechnique, 2010.
[68] H. King et E. Payzant, “Error corrections for x-ray powder diffractometry,” *Canadian Metallurgical Quarterly*, vol. 40, 2001, p. 385-394.
[69] T. Czerwiec, H. He, G. Marcos, T. Thiriet, S. Weber, et H. Michel, “Fundamental and Innovations in Plasma Assisted Diffusion of Nitrogen and Carbon in Austenitic Stainless Steels and Related Alloys,” *Plasma Processes and Polymers*, vol. 6, 2009, p. 401-409.
[70] J. Ligot, U. Welzel, P. Lamparter, A.C. Vermeulen, et E.J. Mittemeijer, “Stress analysis of polycrystalline thin films and surface regions by X-ray diffraction,” *Journal of Applied Crystallography*, vol. 38, Fév. 2005, p. 1-29(29).
[71] W. Oliver et G. Pharr, “Improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments,” *Journal of Materials Research*, vol. 7, 1992, p. 1564-1580.
[72] M. Micoulaut, S. Mechkov, D. Retraint, P. Viot, et M. François, “Granular gases in mechanical engineering: on the origin of heterogeneous ultrasonic shot peening,” *Granular Matter*, vol. 9, Jan. 2007, p. 25-33.
[73] A. Mézin, “Coating internal stress measurement through the curvature method: A geometry-based criterion delimiting the relevance of Stoney's formula,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 200, Mai. 2006, p. 5259-5267.
[74] X. Chen, J. Lu, L. Lu, et K. Lu, “Tensile properties of a nanocrystalline 316L austenitic stainless steel,” *Scripta Materialia*, vol. 52, Mai. 2005, p. 1039-1044.
[75] A. Lu, Y. Zhang, Y. Li, G. Liu, Q. Zang, et C. Liu, “Effect of nanocrystalline and twin boundaries on corrosion behavior of 316l stainless steel using SMAT,” *Acta*

Metallurgica Sinica (English Letters), vol. 19, Juin. 2006, p. 183-189.
[76] A. Révész et L. Takacs, "Coating metals by surface mechanical attrition treatment," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 441, Aoû. 2007, p. 111-114.
[77] Z. Ning, Y. He, et W. Gao, "Mechanical attrition enhanced Ni electroplating," *Surface and Coatings Technology*, vol. 202, Fév. 2008, p. 2139-2146.
[78] H. Du, Y. Wei, W. Lin, L. Hou, Z. Liu, Y. An, et W. Yang, "One way of surface alloying treatment on iron surface based on surface mechanical attrition treatment and heat treatment," *Applied Surface Science*, vol. 255, Juil. 2009, p. 8660-8666.
[79] H. Pelletier, J. Krier, et M. Bach, "Relation entre les mesures de nanodureté et la présence de contraintes résiduelles," *Mater. Tech.*, vol. 92, 2004, p. 75-81.
[80] J. Li, S. Chen, X. Wu, A. Soh, et J. Lu, "The main factor influencing the tensile properties of surface nano-crystallized graded materials," *Materials Science and Engineering: A*, vol. In Press, Corrected Proof.
[81] F. Cemin, F.G. Echeverrigaray, A.C. Rovani, C.L. Amorim, R.L. Basso, I.J. Baumvol, et C.A. Figueroa, "Influence of atomic and mechanical attrition on low temperature plasma nitriding of ferrous alloys," *Materials Science and Engineering: A*, vol. In Press, Corrected Proof.
[82] S. Rouquette, E. Rouhaud, M. François, A. Roos, et J. Chaboche, "Coupled thermo-mechanical simulations of shot impacts: Effects of the temperature on the residual stress field due to shot-peening," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 209, Avr. 2009, p. 3879-3886.
[83] A. Mishra, V. Richard, F. Grégori, R. Asaro, et M. Meyers, "Microstructural evolution in copper processed by severe plastic deformation," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 410-411, Nov. 2005, p. 290-298.
[84] H. Jiang, Y.T. Zhu, D.P. Butt, I.V. Alexandrov, et T.C. Lowe, "Microstructural evolution, microhardness and thermal stability of HPT-processed Cu," *Materials Science and Engineering A*, vol. 290, Oct. 2000, p. 128-138.
[85] P. Lipinski, J. Krier, et M. Berveiller, "Elastoplasticité des métaux en grandes déformations : comportement global et évolution de la structure interne," *Revue de Physique Appliquée*, vol. 25, 1990, p. 361-388.
[86] A. Staroselsky et L. Anand, "Inelastic deformation of polycrystalline face centered cubic materials by slip and twinning," *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, vol. 46, Avr. 1998, p. 671-673, 675-696.
[87] X. Wu, N. Tao, Y. Hong, J. Lu, et K. Lu, "[gamma] --> [epsilon] martensite transformation and twinning deformation in fcc cobalt during surface mechanical attrition treatment," *Scripta Materialia*, vol. 52, Avr. 2005, p. 547-551.
[88] N. Tao, H. Zhang, J. Lu, et K. Lu, "Development of Nanostructures in Metallic Materials with Low Stacking Fault Energies during Surface Mechanical Attrition Treatment (SMAT)," *Materials Transactions*, vol. 44, 2003, p. 1919-1925.
[89] H. Hertz, "Über die Berührung fester elastischer Körpe," *Journal für die reine und angewandte Mathematik*, vol. 92, 1881, p. 156-171.
[90] V.O. Abramov, O.V. Abramov, F. Sommer, O.M. Gradov, et O.M. Smirnov, "Surface hardening of metals by ultrasonically accelerated small metal balls," *Ultrasonics*, vol. 36, Oct. 1998, p. 1013-1019.
[91] J. Georges, *Frottement, usure et lubrification*, Eyrolles, CNRS Editions, 2000.
[92] A. Cornet et J. Deville, *Physique et ingénierie des surfaces*, EDP Sciences, 1998.
[93] S. Al-Hassani, "Mechanical aspects of residual stress development in shot peening.," Paris: 1981, p. 583-602.
[94] Y.F. Al-Obaid, "Shot peening mechanics: experimental and theoretical analysis," *Mechanics of Materials*, vol. 19, Jan. 1995, p. 251-260.

[95] M. Zarwel, *Modélisation du microbillage par ultrasons*, 2010.
[96] H. Chan, H. Ruan, A. Chen, et J. Lu, "Optimization of the strain rate to achieve exceptional mechanical properties of 304 stainless steel using high speed ultrasonic surface mechanical attrition treatment," *Acta Materialia*, vol. 58, Sep. 2010, p. 5086-5096.
[97] F. Ledrappier, C. Langlade, Y. Gachon, et B. Vannes, "Blistering and spalling of thin hard coatings submitted to repeated impacts," *Surface and Coatings Technology*, vol. 202, Fév. 2008, p. 1789-1796.
[98] A. Sekkal, C. Langlade, et A. Vannes, "Tribologically transformed structure of titanium alloy (TiAl6V4) in surface fatigue induced by repeated impacts," *Materials Science and Engineering A*, vol. 393, Fév. 2005, p. 140-146.
[99] Z. Zhang et T. Bell, "Structure and corrosion resistance of plasma nitrided stainless steel," *Surface Engineering*, vol. 1, 1985, p. 131-136.
[100] T. Czerwiec, H. He, S. Weber, C. Dong, et H. Michel, "On the occurrence of dual diffusion layers during plasma-assisted nitriding of austenitic stainless steel," *Surface and Coatings Technology*, vol. 200, Mai. 2006, p. 5289-5295.
[101] C. Leroy, T. Czerwiec, C. Gabet, T. Belmonte, et H. Michel, "Plasma assisted nitriding of Inconel 690," *Surface and Coatings Technology*, vol. 142-144, Juil. 2001, p. 241-247.
[102] V. Singh et E.I. Meletis, "Synthesis, characterization and properties of intensified plasma-assisted nitrided superalloy Inconel 718," *Surface and Coatings Technology*, vol. 201, Oct. 2006, p. 1093-1101.
[103] T. Czerwiec, "Procédés de traitement thermochimique appliqués aux surfaces métalliques : diagnostics des plasmas et des post-décharges et caractérisation des surfaces transformées," Habilitation à Diriger les Recherches, Institut National Polytechnique de Lorraine, 2008.
[104] T. Czerwiec, G. Marcos, T. Thiriet, Y. Guo, et T. Belmonte, "Austenitic stainless steel patterning by plasma assisted diffusion treatments," *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, vol. 5, 2009, p. 012012.
[105] N. Mingolo, A. Tschiptschin, et C. Pinedo, "On the formation of expanded austenite during plasma nitriding of an AISI 316L austenitic stainless steel," *Surface and Coatings Technology*, vol. 201, Déc. 2006, p. 4215-4218.
[106] G. Marcos, S. Guillet, F. Cleymand, T. Thiriet, et T. Czerwiec, "Stainless steel patterning by combination of micro-patterning and driven strain produced by plasma assisted nitriding," *Surface and Coatings Technology*, vol. submitted, 2010.
[107] S. Grigull et S. Parascandola, "Ion-nitriding induced plastic deformation in austenitic stainless steel," *Journal of Applied Physics*, vol. 88, Déc. 2000, p. 6925-6927.
[108] J. Stinville, P. Villechaise, C. Templier, J. Riviere, et M. Drouet, "Plasma nitriding of 316L austenitic stainless steel: Experimental investigation of fatigue life and surface evolution," *Surface and Coatings Technology*, vol. In Press, Corrected Proof.
[109] S. Sienz, S. Mändl, et B. Rauschenbach, "In situ stress measurements during low-energy nitriding of stainless steel," *Surface and Coatings Technology*, vol. 156, Juil. 2002, p. 185-189.
[110] A.K. Jhingan, "Effect of nitrogen on the crystal texture and microstructure of sputtered Ni-Fe films," *Journal of Applied Physics*, vol. 57, Avr. 1985, p. 3991-3993.
[111] A. Billard, "Etude de la pulvérisation cathodique magnétron des aciers inoxydables austénitiques dans des plasmas réactifs Ar-CH4, N2 ou O2 : caractérisation chimique et structurale des dépôts réalisés, propriétés des revêtements enrichis en carbone.," Thèse, Institut National Polytechnique de Lorraine, 1991.
[112] T. Czerwiec, H. He, A. Saker, L. Tran Huu, C. Dong, C. Frantz, et H. Michel,

"Reactive magnetron sputtering as a way to improve the knowledge of metastable f.c.c. nitrogen solid solutions formed during plasma assisted nitriding of Inconel 690," *Surface and Coatings Technology*, vol. 174-175, Sep. , p. 131-138.

[113] J. Schneider, C. Rebholz, A. Voevodin, A. Leyland, et A. Matthews, "Deposition and characterization of nitrogen containing stainless steel coatings prepared by reactive magnetron sputtering," *Vacuum*, vol. 47, Sep. 1996, p. 1077-1080.

[114] T. Roux, *Contribution à l'étude de la nitruration ionique de l'acier inoxydable austénitique Z2CND17-12 à basse température. Influence de la forme du courant de décharge et de la concentration en hydrogène des plasmas N2-H2 sur la vitesse de croissance des couches de diffusion.*, Nancy: 195.

[115] D. Manova, S. Mandl, H. Neumann, et B. Rauschenbach, "Influence of grain size on nitrogen diffusivity in austenitic stainless steel," *Surface and Coatings Technology*, vol. 201, Avr. 2007, p. 6686-6689.

[116] X. Xu, Z. Yu, L. Wang, J. Qiang, et Z. Hei, "Phase depth distribution characteristics of the plasma nitrided layer on AISI 304 stainless steel," *Surface and Coatings Technology*, vol. 162, Jan. 2003, p. 242-247.

[117] F. Pedraza, C. Savall, G. Abrasonis, J. Rivière, J. Dinhut, et J. Grosseau-Poussard, "Low energy, high-flux nitridation of face-centred cubic metallic matrices," *Thin Solid Films*, vol. 515, Fév. 2007, p. 3661-3669.

[118] L. Gontijo, R. Machado, E. Miola, L. Casteletti, N. Alcântara, et P. Nascente, "Study of the S phase formed on plasma-nitrided AISI 316L stainless steel," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 431, Sep. 2006, p. 315-321.

[119] M. Drouet, J. Stinville, P. Villechaise, J. Rivière, et C. Templier, "Surface evolution during low temperature plasma assisted nitriding of austenitic stainless steel," *EPJ Applied Physics*, vol. 43, 2008, p. 349-351.

[120] J. Stinville, P. Villechaise, C. Templier, J. Rivière, et M. Drouet, "Lattice rotation induced by plasma nitriding in a 316L polycrystalline stainless steel," *Acta Materialia*, vol. 58, Mai. 2010, p. 2814-2821.

[121] C. Templier, J. Stinville, P. Villechaise, P. Renault, G. Abrasonis, J. Rivière, A. Martinavicius, et M. Drouet, "On lattice plane rotation and crystallographic structure of the expanded austenite in plasma nitrided AISI 316L steel," *Surface and Coatings Technology*, vol. 204, Mai. 2010, p. 2551-2558.

[122] M. Fewell et J. Priest, "High-order diffractometry of expanded austenite using synchrotron radiation," *Surface and Coatings Technology*, vol. 202, Fév. 2008, p. 1802-1815.

[123] H. Kahn, G.M. Michal, F. Ernst, et A.H. Heuer, "Poisson Effects on X-Ray Diffraction Patterns in Low-Temperature-Carburized Austenitic Stainless Steel," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 40, 2009, p. 1799-1804.

[124] T.L. Christiansen, T.S. Hummelshøj, et M.A.J. Somers, "Expanded austenite, crystallography and residual stress," *Surface Engineering*, vol. 26, 2010, p. 242-247.

[125] X.L. Xu, L. Wang, Z.W. Yu, et Z.K. Hei, "Microstructural characterization of plasma nitrided austenitic stainless steel," *Surface and Coatings Technology*, vol. 132, Oct. 2000, p. 270-274.

[126] D.R.G. Mitchell, D.J. Attard, G.A. Collins, et K.T. Short, "Characterisation of PI3 and RF plasma nitrided austenitic stainless steels using plan and cross-sectional TEM techniques," *Surface and Coatings Technology*, vol. 165, Fév. 2003, p. 107-118.

[127] W. Liang, X. Xiaolei, X. Jiujun, et S. Yaqin, "Characteristics of low pressure plasma arc source ion nitrided layer on austenitic stainless steel at low temperature," *Thin Solid Films*, vol. 391, Juil. 2001, p. 11-16.

[128] X. Li, M. Samandi, D. Dunne, et R. Hutchings, "Evolution of the microstructure of

austenitic stainless steel nitrogen implanted at elevated temperatures," *Surface and Coatings Technology*, vol. 71, Mar. 1995, p. 175-181.
[129] E. Menthe et K.-. Rie, "Further investigation of the structure and properties of austenitic stainless steel after plasma nitriding," *Surface and Coatings Technology*, vol. 116-119, Sep. 1999, p. 199-204.
[130] W. Liang, S. Juncai, et X. Xiaolei, "Low pressure plasma arc source ion nitriding compared with glow-discharge plasma nitriding of stainless steel," *Surface and Coatings Technology*, vol. 145, Aoû. 2001, p. 31-37.
[131] J.C. Jiang et E.I. Meletis, "Microstructure of the nitride layer of AISI 316 stainless steel produced by intensified plasma assisted processing," *Journal of Applied Physics*, vol. 88, Oct. 2000, p. 4026-4031.
[132] G.A. Collins, R. Hutchings, K.T. Short, J. Tendys, X. Li, et M. Samandi, "Nitriding of austenitic stainless steel by plasma immersion ion implantation," *Surface and Coatings Technology*, vol. 74-75, Sep. 1995, p. 417-424.
[133] R. Tournier, "Polissage mécanique," *Techniques de l'ingénieur*, vol. [ARCHIVE] Traitements des métaux, 1982.
[134] T.K. Hirsch, A.D.S. Rocha, F.D. Ramos, et T.R. Strohaecker, "Residual stress-affected diffusion during plasma nitriding of tool steels," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 35, 2004, p. 3523-3530.
[135] A. Cuitiño, "Effect of temperature and stacking fault energy on the hardening of FCC crystals," *Materials Science and Engineering A*, vol. 216, Oct. 1996, p. 104-116.
[136] W. Lee et C. Lin, "The morphologies and characteristics of impact-induced martensite in 304L stainless steel," *Scripta Materialia*, vol. 43, Sep. 2000, p. 777-782.

Liste des figures

Figure 1 : Schéma de principe du fonctionnement d'une centrale nucléaire de type REP. _____7
Figure 2 : Cinétiques de croissance de la couche γ' sur des échantillons en fer doux à 460°C, 500°C et 560°C avant (•) et après (▪) un prétraitement de surface mécanique de type SMAT. [9] _____8
Figure 3 : Micrographies optiques en coupe transverse des couches de nitruration obtenues sur un acier inoxydable AISI 304 après un traitement de déformations plastiques sévères (a) et sans traitement (b) nitruré à 380°C pendant 6 h.[10]_____9
Figure 4 : Épaisseurs des couches de nitruration en fonction de la température de traitement sur deux types d'échantillon : (a) sans prétraitement et (b) avec prétraitement puis nitruration de 6 h. [10] _____9
Figure 5 : Variation de la microdureté superficielle $HV_{0,1}$ en fonction de la température pour des traitements de nitruration de 6 h sur un acier inoxydable AISI 304 sans (a) et avec (b) prétraitement de DPS. [10] _____9
Figure 6 : Diffractogrammes de diffraction de rayons X d'un acier inoxydable AISI 304 nitruré sans prétraitement de DPS (1) et avec prétraitement de DPS (2) à différentes températures de nitruration pendant 6 h. [10]_____ 10
Figure 7 : Micrographies optiques en coupe transverse d'échantillons prétraités par grenaillage de précontrainte et nitrurés. [11] _____ 11
Figure 8 : Défauts d'empilement formés par la propagation de dislocations partielles dans un acier inoxydable austénitique de structure cubique à faces centrées à faible énergie de défaut d'empilement (cliché IRSID). _____ 16
Figure 9 : Déformation par maclage mécanique._____ 16
Figure 10 : Empilement de plan dense de la structure cubique face centrée. _____ 17
Figure 11 : Dislocation caractérisée par la position de sa ligne L et par son vecteur de Burgers b. 18
Figure 12 : Schéma de la formation de bandes de glissement._____ 19
Figure 13 : Multiplication des dislocations par le mécanisme de Franck et Read [25]._____ 19
Figure 14 : Blocage d'une dislocation mobile par les dislocations qui traversent son plan de glissement [25]. _____ 20
Figure 15 : Exemples de systèmes de glissement génériques dans les cristaux CFC. _____ 20
Figure 16 : Projection stéréographique faisant apparaître les systèmes de glissement. L'activation des systèmes de glissement dans le cas de la traction se détermine en fonction de la position de l'axe de traction. _____ 21
Figure 17 : Loi de Schmid. Projection de l'effort appliqué sur un plan de glissement et scission résolue τ dans une direction de glissement._____ 22
Figure 18 : Dissociation d'une dislocation parfaite $\vec{b}$ en deux dislocations partielles (ou de Shockley) $\vec{b}_1$ et $\vec{b}_2$ dans un empilement de type ABC. _____ 23
Figure 19 : Dislocations parfaites et partielles étendues dans une structure CFC, vue de dessus des plans (111)._____ 24
Figure 20 : Micrographie électronique en transmission en fond clair d'une faute d'empilement dans un alliage 718 à base nickel._____ 24
Figure 21 : Variation de la séparation des partielles de Shockley en fonction de l'axe de sollicitation dans le cas d'une traction (compression) d'après Copley et Kear. [26]_____ 24
Figure 22 : Variation de l'énergie de défaut d'empilement dans les alliages inoxydables Fe-Cr-Ni en fonction de la teneur en chrome (Cr) et en nickel (Ni) [28]. _____ 25
Figure 23 : Courbe schématique de la traction d'un monocristal CFC. _____ 26
Figure 24 : Formation d'une barrière de Lomer Cottrel._____ 27
Figure 25 : Formation schématique d'une macle mécanique dans le réseau CFC par glissement des dislocations partielles sur des plans {111} juxtaposés.[25] _____ 28
Figure 26 : Représentation schématique des stades de la réponse à une déformation de compression dans le cas des métaux CFC à basse EFE [30]._____ 29

Figure 27 : Micrographie optique d'un acier inoxydable AISI 316L après déformation de -0.25% à température ambiante. Les flèches indiquent les bandes de glissement observées après la déformation plastique [31]. (Attaque électrochimique acide oxalique) 29
Figure 28 : Présentation schématique d'un matériau monocristallin et d'un matériau polycristallin. 30
Figure 29 : Déformation d'un monocristal sans contrainte (a) et rotation des plans de glissement dues à une contrainte (b). 31
Figure 30 : (a) Modèle de déformation d'Ashby d'un matériau polycristallin déformé en traction. (b) enchevêtrements et des vides aux joints de grain (c & d) Introduction des dislocations géométriquement nécessaires[33]. 32
Figure 31 : Schéma de principe de la déformation et de la subdivision des grains. (a) Pour des faibles taux de déformation (0,06<ε<0,8), la déformation engendre la formation de longues microbandes et des murs denses de dislocations. (b) Pour des forts taux de déformation (ε >1), la déformation engendre des joints lamellaires parallèles à la direction de déformation constitués de petites cellules ou de sous grains équiaxes [35]. 34
Figure 32: Arrangement des nouveaux joints de grain dans les couches nanostructurées. (a) apparition des dislocations dans le matériau durant la déformation plastique et (b) regroupement de celles-ci pour former un mur dense de dislocations [40]. 34
Figure 33 : Représentation de l'origine des contraintes du troisième ordre [44]. 36
Figure 34 : Différentes échelles d'incompatibilité plastique et notion d'ordre de contrainte [45]. 37
Figure 35 : Micrographies en coupe transverse obtenues au MEB d'un échantillon d'acier inoxydable AISI 316L après un traitement de SMAT de 810 s (13 min 30s) (a) observations des bandes de glissement en surface (b), et un système multiple de glissement dans la couche superficielle (c). [46] 38
Figure 36 : Micrographie optique en coupe transverse d'un échantillon ayant subi un traitement de SMAT pendant 60 min, montrant la région déformée induite par le SMAT et le matériau de base.[47] 39
Figure 37 : Micrographies MET et clichés de diffraction des électrons en aire sélectionnée, observés à environs 50 µm de profondeur, montrant des macles lamellaires : (a) lamelles parallèles dans une direction et (b) lamelles dans deux directions. [47] 39
Figure 38 : Diffractogrammes de rayons X de la surface d'un échantillon brut (1) et d'échantillons traité par SMAT, et poli à environ 50 µm de profondeur (2) et à 20 µm de profondeur (3). [47] 40
Figure 39 : micrographies électroniques en transmission montrant (a) une forte densité de micro-macles mécaniques et (b) son cliché de diffraction en air sélectionnée à une profondeur d'environ 22 µm. [42] 40
Figure 40 : Micrographies MET haute résolution montrant (a) des micro-macles mécaniques produites par des déformations plastiques sévères et (b) un agrandissement de la zone encadrée dans (a). [42] 41
Figure 41 : (a) Micrographie MET en fond noir du point entouré sur le cliché de diffraction (b) de la surface d'un échantillon prétraité par SMAT et le cliché de diffraction (c) en aire sélectionnée correspondant. [42] 41
Figure 42 : Micrographies optiques en coupe transverse d'un alliage à base nickel C-2000 : (a) avant le traitement de SNH et (b) après un traitement de SNH pendant 30 min. [55] 42
Figure 43 : Micrographies en fond noir et clichés de diffraction des électrons associés obtenus par microscopie à transmission proche d'une surface impactée. (a) après un traitement de SNH de 30 min et (b) après un traitement de SNH de 180 min. Les anneaux de la structure CFC sont présents sur les deux clichés de diffraction électronique en aire sélectionnée. [55] 42
Figure 44 : Profils de dureté Vickers sur un alliage base nickel C-2000 avant et après le traitement SNH. [55] 43
Figure 45 : Profil de contraintes dans le plan de l'échantillon après un traitement SNH de 30 min en fonction de la profondeur par rapport à la surface impactée. [55] 43
Figure 46 : Images reconstituées à partir des profilométries (a) et micrographie optique (b) de la surface d'un échantillon brut de rectification avant le traitement de grenaillage. La double flèche indique le sens de la rectification fine. 48

Figure 47 : Cartographie d'orientations obtenue par EBSD de l'échantillon en alliage à base nickel 718 non grenaillé et (a) et répartition de la densité surfacique de la taille de grains (b). 48
Figure 48 : Micrographies électroniques en transmission des dislocations présentes dans le matériau de référence alliage 718. (Voir la partie II.4.11 page 2 du présent chapitre pour une explication des termes utilisés.) 49
Figure 49: Géométrie des échantillons utilisés pour l'étude. Les dimensions sont exprimées en millimètres. 50
Figure 50 : Cartographie d'orientations obtenue par EBSD de l'échantillon AISI 316L non grenaillé (a) répartition de la densité surfacique de la taille de grains dans celui-ci (b). 50
Figure 51 : Principe du traitement de type « SMAT ». 51
Figure 52 : Grenailleuse de type « SMAT » utilisée par l'UTT. 52
Figure 53 : Micrographie électronique de la surface d'un échantillon en acier inoxydable 316L après un traitement de grenaillage. 52
Figure 54 : Procédé d'attrition ultrasonique de type « USSP » (Stressonic®) utilisé par SONATS. 53
Figure 55 : Schéma de principe d'enceintes de nitruration assistée plasma : (A) réacteur de nitruration par décharge diode avec la forme des impulsions délivrées par un générateur pulsé, (B) réacteur de nitruration par MDECR. 55
Figure 56 : Exemple de plasma obtenu pendant une expérience de nitruration assistée plasma : décharge de type « diode » sur les pièces à nitrurer. 56
Figure 57 : Exemple de plasma MDECR obtenu pendant une expérience de nitruration assistée plasma. 56
Figure 58 : Définition des angles φ et ψ pour la mesure de contrainte par diffraction. S repère lié à l'échantillon et L repère lié à la diffraction (repère laboratoire). 60
Figure 59 : Exemple de figures de pôles du pic de diffraction de l'austénite 311 obtenue par diffraction des rayons X sur un alliage à base nickel 718 : (a) Figure de pôles brute et (b) Figure de pôles calculée. 60
Figure 60 : Représentation schématique du trajet d'un faisceau de rayons X dans un matériau homogène. 62
Figure 61 : Schéma de l'indenteur Vickers. 64
Figure 62 : Filiation de microdureté en zig zag sur coupe sens transverse observé au microscope optique (échantillon grenaillé en condition R12). 66
Figure 63 : (a) Exemple de profilométrie obtenue sur une surface balayée de 1 mm² avec un pas de 4 µm. (b) Exemple de profil obtenu avec une longueur balayée de 2 mm avec un pas de 8 µm. 67
Figure 64 : Profil de rugosité illustrant le principe de calcul des paramètres de rugosité Rt, Rv (moyenne des Zvx) et Rp (moyenne des Zpx). 68
Figure 65 : Profil de rugosité représentant le paramètre de rugosité R_{sk}. 68
Figure 66 : Profil de rugosité représentant le paramètre de rugosité R_{ku}. 68
Figure 67 : Profil de rugosité illustrant le principe de calcul du paramètre de rugosité R_{sm} (moyenne des Xs_x). 69
Figure 68 : Schéma de principe de la technique d'analyse SIMS et SNMS. 70
Figure 69 : Exemple de résultats obtenus par SNMS. Profils de concentration en at.% des éléments C, N, O, Cr, et Ni en fonction de la profondeur sur un échantillon d'acier inoxydable AISI 316L ayant subi un traitement de nitruration de 4 h à 420°C dans un mélange 90% N_2 - 10% H_2. 70
Figure 70 : Schéma de principe de la lampe de Grimm. 71
Figure 71 : Schéma de principe de l'analyse SDL. 72
Figure 72 : Exemple de profils de concentration obtenu par SDL sur un échantillon AISI 316L nitruré pendant 4 h dans un mélange 90% N_2 - 10% H_2 à 420 °C. 72
Figure 73 : Exemple de diagrammes EBSD obtenus par diffraction des électrons rétrodiffusés sur l'écran phosphorescent de la caméra EBSD (a) sans traitement et (b) après traitement par le logiciel (détermination de l'orientation) pour un échantillon en alliage à base nickel 718. 73
Figure 74 : Principe de formation des diagrammes EBSD. Interaction entre le faisceau d'électrons et l'échantillon et formation de bandes sur l'écran phosphorescent interceptant les cônes de diffraction. 74
Figure 75 : Décalage de fit. (a) bon fit et (b) mauvais fit 75

Figure 76 : Exemples de diagrammes de diffraction avec un bon indice de qualité (a) et avec un mauvais indice de qualité (b). _____ *75*
*Figure 77 : Exemple de cartographie d'orientation (a) et critère associé pour l'interprétation des résultats pour un échantillon en alliage à base nickel 718.*_____ *76*
*Figure 78 : Exemple de cartographie d'orientation de l'échantillon grenaillé en condition R11 : (a) cartographie d'orientation, (b), cartographie d'orientation + décalage de fit et (c) cartographie d'orientation + indice de qualité.*_____ *76*
Figure 79 : Coupes sens transverse de l'échantillon grenaillé en condition R11[14] et repérage des lames à extraire pour l'observation au microscope électronique à transmission. 1, 2, 3 et 4 sont les lames extraites par FIB prêtes pour l'observation à différentes profondeurs de la surface grenaillée. _____ *78*
*Figure 80 : Schéma de principe des différents contacts présents dans le procédé SMAT (a) contact bille-sonotrode, (b) contact bille-paroi, (c) contact bille-bille et (d) contact bille-échantillon.*_____ *82*
*Figure 81 : Exemple de variation de l'amplitude (a) et de la vitesse (b) de la sonotrode au cours du temps pour une fréquence de vibration de 20 kHz et une amplitude crête crête de 30 µm.*_____ *83*
*Figure 82 : Exemple de l'évolution de l'énergie cinétique d'une bille au cours du temps pour une fréquence de vibration de 20 kHz et une amplitude crête crête de 30 µm et pour une bille (100C6 de diamètre 2 mm) de 32 mg.*_____ *84*
Figure 83 : Schéma de l'impact d'une bille sur une surface métallique : V vitesse d'impact de la bille, ψ angle de collision, k coefficient de restitution. _____ *85*
Figure 84 : Exemple de l'évolution de l'énergie cinétique d'impact d'une bille ayant une vitesse maximale en fonction de l'angle d'impact par rapport à la normal à la surface pour une fréquence de vibration de 20 kHz et une amplitude crête à crête de 30 µm et pour une bille (100C6 de diamètre 2 mm) de 0,03 mg avec un facteur de restitution k_e de 0,8. _____ *85*
*Figure 85 : Photographies des échantillons en alliage 718 grenaillés par SONATS suivant les conditions R1-R15 (a) à R16-R24 (b).*_____ *87*
*Figure 86 : Photographie (a) et micrographie optique (b) des échantillons en alliage 718 grenaillé et mise en évidence de l'écoulement plastique sur les bords de l'échantillon.*_____ *87*
Figure 87 : Photographie de l'échantillon en alliage 718 grenaillé par UTT suivant la condition B5 et mise en évidence de la courbure après le traitement. _____ *88*
*Figure 88 : Images reconstituées à partir des profilométries représentant les morphologies des surfaces des échantillons grenaillés dans les conditions R10, R11 et R12. Le paramètre qui varie est l'amplitude de vibration de la sonotrode.*_____ *91*
*Figure 89 : Images reconstituées à partir des profilométries représentant les morphologies des surfaces des échantillons grenaillés dans les conditions R07 et R13. Le paramètre qui varie est la masse de billes dans l'enceinte.*_____ *92*
*Figure 90 : Images reconstituées à partir des profilométries représentant les morphologies des surfaces des échantillons grenaillés dans les conditions 63 et 41. Le paramètre qui varie est le diamètre de billes.*_____ *92*
*Figure 91 : Images reconstituées à partir des profilométries représentant les morphologies des surfaces des échantillons grenaillés dans les conditions B2 et B5. Le paramètre qui varie est l'atmosphère dans l'enceinte de traitement.*_____ *93*
Figure 92 : Indentations superficielles des échantillons grenaillés sous argon suivant les conditions B4, B5 et B6. _____ *94*
Figure 93 : Diffractogrammes des rayons X, obtenus avec une source CoKα en configuration θ-2θ, sur des échantillons de référence (brut de rectification et poli miroir) et grenaillés par SONATS suivant les conditions R01, R07 et R10. (a) 40< θ <130 et (b) zoom sur le pic de diffraction des plans (220). _____ *95*
*Figure 94 : Diffractogrammes des rayons X, obtenus avec une source CoKα en configuration θ-2θ, sur des échantillons de référence (brut de rectification) et grenaillés par l'UTT suivant les conditions B1, B2 et B3. (a) 40<θ<130 et (b) zoom sur le pic de diffraction des plans (220).*_____ *96*
Figure 95 : Diffractogrammes du pic de diffraction (311) de l'échantillon B2 en fonction de la déclinaison ψ et à φ = 0. _____ *99*

Figure 96 : Résultats de la mesure de la contrainte par la méthode du sin²(ψ) sur le pic de diffraction (311) sur l'échantillon B2 après polissage de la surface d'environ 20 µm en fonction de φ et de l'angle de déclinaison ψ. _____ *99*
Figure 97 : Profils de concentration en oxygène mesurés par SNMS sur des échantillons de référence (poli et brut de rectification) et sur des échantillons grenaillés par l'UTT sous air et sous argon (conditions B2 et B5). _____ *99*
Figure 98 : Profils de concentration en titane (Ti), aluminium (Al) vanadium (V) et fer (Fe) mesurés par SDL sur un échantillon de référence poli (traits continus et symboles vides) et sur un échantillon grenaillé (traits discontinus et symboles colorés) par SONATS en condition S45 (30 µm – Zirshot Ø2 mm – 3 000 % sous Argon). [Échelle logarithmique] _____ *100*
Figure 99 : Illustrations des différentes méthodes utilisées pour révéler la microstructure sur des micrographies optiques et électroniques à balayage en coupe sens transverse d'échantillons de référence en alliage 718. _____ *101*
Figure 100 : Micrographies optiques en coupe sens transverse d'échantillons en alliage 718 ayant subi un traitement de grenaillage dans les conditions R07 (a) et R10 (b) [attaque eau régale] et B3 (c) et R11 (d) [polissage OPS]. Les flèches indiquent les profondeurs visibles affectées plastiquement. _____ *102*
Figure 101 : Micrographies électroniques en coupe sens transverse d'échantillons en alliage 718 grenaillés par SONATS dans les conditions R10 (a), R11 (b) et R12 (c) [attaque électrochimique]. _____ *103*
Figure 102 : Micrographies électroniques en coupe sens transverse d'échantillons en alliage 718 avant (a) et après (b) grenaillage par l'UTT en conditions B2 [attaque par bombardement ionique]. _____ *103*
Figure 103 : Micrographie électronique en coupe sens transverse d'échantillons en alliage 718 ayant subi un traitement de grenaillage par l'UTT en condition B4 [attaque eau régale]. _____ *104*
Figure 104 : Micrographies électroniques en coupe sens transverse d'échantillons en alliage 718 ayant subi un traitement de grenaillage par l'UTT en condition B0 [attaque eau régale]. _____ *104*
Figure 105 : Profils de dureté Vickers ($HV_{0,025}$) sur coupe sens transverse de la zone déformée plastiquement après différentes conditions de grenaillage : (a) conditions SONATS 45, 48, 41 65 et 63 et avec une amplitude de vibration constante de 30 µm et un taux de recouvrement de 3000% (b) conditions UTT B4, B5 et B6 avec une amplitude de vibration de la sonotrode de 50 µm. ____ *105*
Figure 106 : Mesures de nanoindentation réalisées sur les échantillons de référence (brut de rectification) et grenaillés par SONATS (conditions R10, R11 et R12, amplitudes de vibration de la sonotrode différentes 30, 50 et 90 µm respectivement). (a) valeur de la dureté à 100 mN et (b) valeur du module d'élasticité. _____ *106*
Figure 107 : Diffractogrammes des rayons X, obtenus avec une source CuKα en configuration θ-2θ, des échantillons grenaillés en condition B5 et R17 et polis mécaniquement pour l'étude de la structure en sous couche de la zone déformée plastiquement. _____ *107*
Figure 108 : Diffractogrammes de rayons X, obtenus avec une source CuKα en configuration θ-2θ, des échantillons grenaillés en conditions 48 (a) et 65 (b). Les échantillons sont polis mécaniquement pour l'étude de la structure en sous couche de la zone déformée plastiquement. *108*
Figure 109 : Figures de pôles brutes et calculées sur les pics de diffraction des plans (111), (220) et (311) de l'échantillon B2 (50 µm – 100C6 – Ø 2 mm – 30 min – 180 J) après un enlèvement de matière par polissage mécanique contrôlé ~ 20 µm. _____ *109*
Figure 110 : Représentation en figure de pôles inverse de la répartition des plans parallèles à la surface de l'échantillon grenaillé en condition B2 (50 µm – 100C6 – Ø 2 mm – 30 min – 180 J). __ *110*
Figure 111 : Orientation du repère macroscopique de l'échantillon RD, TD, ND. ND est normal à la surface grenaillée et TD et RD sont tangents à la surface grenaillée. _____ *111*
Figure 112 : Représentation du code de couleur des orientations cristallographiques (repère cristallin) dans le triangle standard. _____ *111*
Figure 113 : Cartographie d'orientations (a) et de désorientations entre voisins (b) à faible grandissement suivant ND pour un échantillon de référence. _____ *113*
Figure 114 : Cartographies d'orientations (a) et de désorientations entre voisins (b) à faible grandissement suivant ND pour un échantillon grenaillé par SONATS en condition R11. _____ *113*

Figure 115 : Cartographies d'orientations (a) et de désorientations entre voisins (b) à faible grandissement suivant ND pour un échantillon grenaillé par SONATS en condition R12. _____ *113*
*Figure 116 : Figures de pôles suivant ND de (a) la référence polie et de la zone proche de la surface grenaillée des échantillons grenaillés par SONATS en conditions (b) R11 et (c) R12.*_____ *114*
*Figure 117 : Évolution de la désorientation entre différents échantillons grenaillés par SONATS en conditions R11 et R12 para rapport à un échantillon non grenaillé.*_____ *115*
*Figure 118 : (a) Cartographie d'orientations et (b) désorientations entre les proches voisins à faible grandissement suivant ND pour un échantillon grenaillé par SONATS en condition 43 (38 J).*____ *115*
*Figure 119 : Cartographies d'orientations de la zone affectée par le grenaillage pour des échantillons grenaillés par SONATS en conditions R11 (a) et R12 (b) : le paramètre qui évolue entre R11 et R12 est l'amplitude de vibration de la sonotrode (50 et 90 µm respectivement).*_____ *116*
*Figure 120 : Évolution de la désorientation le long des flèches positionnées sur la cartographie d'orientations de la figure 119 (a). Représentation de la désorientation entre pixel dans des grains à différentes profondeurs de la surface impactée.*_____ *117*
*Figure 121 : Cartographies de désorientations de la zone affectée par le grenaillage pour des échantillons grenaillés par SONATS en conditions R11 (a) et R12 (b) : le paramètre qui évolue entre R11 et R12 est l'amplitude de vibration de la sonotrode (50 et 90 µm respectivement).*_____ *117*
*Figure 122 : Images composées de la cartographie d'orientations et de l'image de décalage de fit à fort grandissement de la zone proche de la surface grenaillée des échantillons grenaillés par SONATS en conditions (a) 43 (b) R11 et (c) R12.*_____ *118*
Figure 123 : Photographies des surfaces des échantillons grenaillés dans les conditions de SMAT1, SMAT2 et SMAT3. _____ *120*
*Figure 124 : Images reconstituées à partir des profilométries représentant les morphologies des surfaces des échantillons grenaillés dans les conditions de SMAT 1, SMAT2 et SMAT3.*_____ *121*
*Figure 125 : Images reconstituées à partir des profilométries représentant les morphologies des surfaces des échantillons grenaillés dans les conditions BN09 et BN13. Le paramètre qui varie est le taux de recouvrement (= temps de traitement).*_____ *122*
*Figure 126 : Images reconstituées à partir des profilométries représentant les morphologies des surfaces des échantillons grenaillés dans les conditions BN05 et BN21. Le paramètre qui varie est le diamètre des billes.*_____ *122*
Figure 127 : Micrographies optiques révélant un endroit où la surface n'a pas été impacté pendant le grenaillage en conditions SMAT3. _____ *123*
Figure 128 : Micrographies optiques de la surface des échantillons grenaillés dans les conditions de SMAT1, SMAT2 et SMAT3. _____ *123*
*Figure 129 : Diffractogrammes de rayons X (CoKα) en configuration θ–2θ des échantillons grenaillés dans les conditions SMAT1, SMAT2, SMAT3 : (a) 2 θ compris entre 40° et 130° et (b) zoom sur les pics de diffraction (111) et (200) pour 2 θ compris entre 45° et 65°.*_____ *124*
Figure 130 : Profils de microdureté Vickers à 25g sur les échantillons grenaillés par PHK dans les conditions de SMAT 1, SMAT2 et SMAT3 (a) et par SONATS dans les conditions BN01 BN05 et BN17 BN21. _____ *126*
Figure 131 : Micrographie électronique de l'échantillon grenaillé en condition BN13 par SONATS (polissage OPS). _____ *127*
*Figure 132 : Diffractogrammes de rayons X des échantillons grenaillés en conditions BN10 et BN15, polis mécaniquement pour l'étude de la microstructure en sous couche de la zone déformée plastiquement.*_____ *128*
*Figure 133 : Cartographies d'orientations (a) et de désorientations entre voisins (b) à faible grandissement suivant ND pour un échantillon poli miroir en surface.*_____ *129*
*Figure 134 : Cartographies d'orientations (a) et de désorientations entre voisins (b) à faible grandissement suivant ND pour un échantillon grenaillé par PHK en condition SMAT2.*_____ *129*
*Figure 135 : Figures de pôles (a) de la référence polie et (b) de la zone proche de la surface grenaillée d'un échantillon traité par PHK en condition SMAT2.*_____ *130*
Figure 136 : Images composées de la cartographie d'orientations et de l'image de décalage de fit à fort grandissement de la zone proche de la surface des échantillons grenaillés par PHK en condition (a) SMAT2 et par SONATS en condition (b) BN21. _____ *130*

Figure 137 : Évolution de la désorientation le long des flèches positionnées sur la cartographie d'orientations de la figure 136 (b) de l'échantillon grenaillé en condition BN21 (30 µm – 100C6 Ø 1 mm –3000% – 12 J). Représentation de la désorientation entre pixels dans le grain 1 (a) et dans le grain 2 (b). 131
Figure 138 : Profils de microdureté Vickers à 25 g sur les échantillons grenaillés en condition BN13 pour l'acier inoxydable 316L et en conditions 43 pour l'alliage 718. 133
Figure 139 : Micrographie électronique à balayage de la lame 4 : 175-200 µm de la surface impactée. 134
Figure 140 : Micrographies électroniques en transmission en fond clair d'une macle thermique. 134
Figure 141 : Micrographie électronique en transmission en fond clair de l'arrangement des dislocations suivant les plans denses. 134
Figure 142 : Micrographie électronique en transmission en fond clair (a) et cliché de diffraction des électrons indexé de macles mécaniques. 135
Figure 143 : Micrographies électroniques en transmission en fond clair de macles mécaniques. 135
Figure 144 : Micrographies électroniques en transmission et clichés de diffraction des électrons d'une zone située à ~30µm de la surface grenaillée sur l'échantillon en alliage 718. (a) micrographie en fond clair, (b) micrographie de la même zone en fond noir, (c) cliché de diffraction électronique en aire sélectionnée avec le faisceau diffracté sélectionnée pour faire le fond noir obtenu en (b) et (d) indexation du cliché de diffraction électronique. 136
Figure 145 : Micrographies électroniques en transmission et cliché de diffraction des électrons. (a) micrographie en fond clair, (b) micrographie de la même zone en fond noir. 136
Figure 146 : (a) Micrographies électroniques en transmission d'une lame mince extraite par FIB en coupe sens transverse entre 0 et 25 µm de la surface impactée. (b) Agrandissement de la zone juste au-dessous de la surface impactée en fond clair et (c) son diagramme de diffraction des électrons en air sélectionnée associé. (d) Fond noir de la zone proche de la surface. 137
Figure 147 : Micrographies électroniques en transmission et clichés de diffraction des électrons. (a) micrographie en fond clair, (b) micrographie et cliché de diffraction de la même zone en fond noir (c) micrographie et cliché de diffraction de la même zone en fond noir. 138
Figure 148 : Micrographies électroniques en transmission et clichés de diffraction des électrons. (a) micrographie en fond clair, (b) micrographie et cliché de diffraction de la même zone en fond noir (c) micrographie et cliché de diffraction de la même zone en fond noir, (d) micrographie et cliché de diffraction de la même zone en fond noir. 138
Figure 149 : Micrographies électroniques à balayage d'un échantillon en alliage 718 grenaillé en condition R12 après la finition par PIPS (a) vue globale des zones amincies (b) agrandissement de la zone d'observation qui se situe dans la couche déformée plastiquement. 139
Figure 150 : Micrographies électroniques à balayage d'un échantillon en alliage 718 grenaillé en condition R11 (a) et en AISI 316L grenaillé en condition BN14 (b). Sur ces micrographies, la présence de macles mécaniques est mise en évidence par une attaque électrochimique. 140
Figure 151 : Micrographie électronique à balayage d'un échantillon en alliage 718 grenaillé en condition R15. Sur cette photo la présence des macles mécaniques est mise en évidence par une attaque électrochimique. 141
Figure 152 : Micrographie électronique à balayage d'un échantillon en AISI 316LM grenaillé en condition BN14. Sur cette photo la présence des macles mécaniques est mise en évidence par une attaque électrochimique. 141
Figure 153 : Illustration du processus d'affinement de structure pendant le procédé SMAT d'un matériau à basse énergie de faute d'empilement [88]. 146
Figure 154 : Contact entre une sphère et une surface plane. 147
Figure 155 : Plastification sous la bille sphérique lors du contact d'après Tabor. [92] 151
Figure 156 : Graphiques de comparaison entre les données issues de l'expérience et celles obtenues par la modélisation pour différentes conditions de grenaillage sur des échantillons en alliage 718. (a) comparaison du diamètre de contact et (b) comparaison de l'enfoncement. 154
Figure 157 : Graphiques de comparaison entre les données issues de l'expérience et celles obtenues par la modélisation pour différentes conditions de grenaillage sur des échantillons en AISI 316L. (a) comparaison du diamètre de contact et (b) comparaison de l'enfoncement. 155

Figure 158 : Relation entre le paramètre déterminé k_2 par l'interpolation des profils de microdureté et la profondeur plastique h_p déterminée par la relation (III-36) pour l'alliage 718. _____ *156*
Figure 159 : Relation entre le paramètre k_2 déterminé par l'interpolation des profils de microdureté et la profondeur plastique h_p déterminée par la relation (III-36) pour l'acier inoxydable. _____ *157*
Figure 160 : Modèle de couches schématiques en coupe sens transverse d'un échantillon ayant subi un traitement de grenaillage. Le fond de l'échantillon représente le niveau de contrainte de Von Mises lors de l'impact d'un sphère sur un plan : la couleur rouge représente le maximum et la couleur bleue représente le minimum de contrainte. _____ *162*
Figure 161 : Coupes micrographiques en sens transverse observées au Microscope Optique (a) et au MEB (b) après un traitement de nitruration de 8 h à 420°C dans un mélange 90% N_2-10% H_2. __ *165*
Figure 162 : Diffractogrammes de rayon X en configuration θ-2θ (CoKα) d'un échantillon d'acier inoxydable austénitique non nitruré (a) et après un traitement de nitruration de 4 h à 420°C dans 90%N_2-10%H_2 (b). _____ *166*
Figure 163 : Profils de concentration SNMS des éléments N et C suivant la profondeur ainsi qu'une coupe micrographique observé au MEB d'un échantillon en 316L ayant subi un traitement de 4 h à 420°C dans un mélange 80% N_2-20% H_2 précédé d'un décapage ionique sous Ar-H_2 d'une heure [100]. _____ *166*
Figure 164 : Diffractogrammes des rayons X en configuration θ-2θ (CoKα) d'un échantillon en alliage 718 après un traitement de nitruration réalisé dans le réacteur en configuration diode à 380°C pendant 4 h dans un mélange 90% N_2-10% H_2. _____ *167*
Figure 165 : Micrographie MEB de la coupe transversale d'un échantillon en alliage 690 base nickel nitruré 1 h à 400°C dans un mélange 95% N_2 -5% H_2 à 200 Pa [101]. [Attaque à l'eau régale glycérinée] _____ *168*
Figure 166 : Micrographies optiques en coupe transverse des échantillons en 316L nitrurés à 420°C dans un mélange 90% N_2-10% H_2 sans étape préalable de décapage dans le réacteur diode. [Réactif de Curran]. _____ *169*
Figure 167 : Diffractogrammes de rayons X en configuration θ-2θ (CoKα) des échantillons en 316L nitrurés en configuration diode à 420°C dans un mélange 90% N_2-10% H_2. _____ *170*
Figure 168 : Profils de concentration en azote déterminés par SNMS des échantillons en 316L nitrurés en configuration diode à 420°C dans un mélange 90% N_2-10% H_2. _____ *170*
Figure 169 : Résultats obtenus avec le modèle des références [69,103,104]. En noir est tracée l'évolution de la contrainte moyenne en surface dans la couche de nitruration et en bleu est tracée l'évolution de la concentration superficielle en azote. _____ *171*
Figure 170 : Comparaison entre les résultats obtenus par le modèle [69,103,104] et les valeurs mesurées par SNMS. _____ *171*
Figure 171 : Évolution en fonction de la racine carrée du temps de traitement des paramètres de rugosité (Rt, Rp et Rv). _____ *171*
Figure 172 : Profilométrie et extraction de deux profils montrant l'extrusion induite par la nitruration assistée plasma. _____ *172*
Figure 173 : Micrographie électronique en coupe sens transverse d'un plot après traitement de nitruration assistée plasma. [Réactif de Curran] _____ *172*
Figure 174 : Micrographie optique de la surface d'un échantillon en 316LM préalablement poli miroir après traitement de nitruration assistée plasma en MDECR à 400°C pendant 1 h dans un mélange 60% N_2-40% H_2. (sans attaque). _____ *173*
Figure 175 : Micrographie électronique de la surface d'un échantillon en 316LM préalablement poli miroir après traitement de nitruration assistée plasma en MDECR à 420°C pendant 4 h dans un mélange 90%N_2-10%H_2. (sans attaque) _____ *173*
Figure 176 : Figures de pôles brutes (a) et calculées (b) sur les pics de diffraction des plans (111), (200) d'un échantillon en alliage 718 (718N167) nitruré en MDECR à 350°C pendant 8 h dans un mélange 20% N_2 – 80% H_2. _____ *174*
Figure 177 : Figures de pôles brutes (a) et calculées (b) sur les pics de diffraction des plans (111), (200) d'un échantillon en acier inoxydable AISI 316L (316LN63) nitruré en diode à 420°C pendant 4 h dans un mélange 90% N_2 – 10% H_2. _____ *174*

Figure 178 : Évolution de l'orientation cristallographique des grains de la surface d'un acier inoxydable AISI 316L nitruré à 400°C dans un mélange 60% N_2-40% H_2 représentée à l'aide de figures de pôles inverses ND pour deux durées de traitement (a) 20 minutes et (b) 8 heures. [67,120] 175
Figure 179 : Diffractogrammes de rayon X (CoKα) suivant différentes configurations géométriques de diffraction d'un échantillon en acier inoxydable austénitique nitruré en configuration MDECR à 350°C pendant 8 h dans un mélange 20% N_2 - 80% H_2. Diffractogrammes en condition θ-2θ et incidence fixe à 2°, 4°, 8° et 16°. 177
Figure 180 : Diffractogrammes des pics de diffraction (111) de la phase γ et γ_N de l'échantillon 316LN63 après nitruration en fonction de la déclinaison ψ à φ = 0. 178
Figure 181 : Résultats de la mesure de la contrainte par la méthode du $\sin^2(\psi)$ sur le pic de diffraction (111) sur l'échantillon 316LN63[20] après nitruration en fonction de φ et de l'angle de déclinaison ψ. 178
Figure 182 : Profils de dureté Vickers ($HV_{0,025}$) sur coupe sens transverse de la zone déformée plastiquement par le grenaillage avant (symboles pleins) et après (symbole vide) un traitement thermique de 6 h à 500°C sous flux d'argon. 179
Figure 183 : Micrographie optique en coupe sens transverse d'un échantillon en alliage 718 grenaillé en condition B5 après avoir subi un traitement thermique de 6 h à 500°C sous flux d'argon. [Attaque électrochimique]. 180
Figure 184 : Figures de pôles calculées à partir des données EBSD suivant ND de (a) la référence polie et de la zone proche de la surface d'un échantillon grenaillé en condition B5 (b) avant et (c) après un traitement thermique de 6 h à 500°C sous flux d'argon. 180
Figure 185 : Image composée de la cartographie d'orientations et de l'image de décalage de fit à fort grandissement de la zone proche de la surface grenaillée d'un échantillon grenaillé en conditions B5 après le traitement thermique de 6 h à 500°C sous flux d'argon. 181
Figure 186 : Micrographie électronique en transmission en fond clair d'une zone située à 30 µm de l'échantillon R11 (50 µm – Zirshot Ø 2 mm – 10000 % – 240 J tableau 12 page 2) après un traitement de nitruration de 8 h à 350°C. Les flèches indiquent les macles. 181
Figure 187 : Cliché de diffraction des électrons en aire sélectionnée de la figure 186 et micrographies électroniques en transmission en fond noir associées aux taches sélectionnées 1, 2 et 3. Zone à 30 µm de la surface impactée d'un échantillon grenaillé en alliage 718 en condition R11 (50 µm – Zirshot Ø 2 mm – 10000 % – 240 J tableau 12 page 2) et ayant subi un traitement de nitruration de 8 h à 350°C. Les fonds noirs mettent en évidence les macles mécaniques. 182
Figure 188 : Diffractogrammes des rayons X en configuration θ-2θ (CoKα) des échantillons en alliage 718 poli miroir et grenaillés (conditions B4, B5 et B6) après un traitement de nitruration à 380°C pendant 4 h dans un mélange 90% N_2-10% H_2 réalisé dans le réacteur en configuration diode. 183
Figure 189 : Micrographies électroniques à balayage en coupe sens transverse des échantillons en alliage 718 (a) poli miroir, (b) grenaillé en condition B4 et (c) grenaillé en condition B6 après un traitement de nitruration à 380°C pendant 4 h dans un mélange 90% N_2-10% H_2 réalisé dans le réacteur en configuration diode. [attaque eau régale] 184
Figure 190 : Diffractogrammes des rayons X en incidence rasante 4° avec une source CoKα des échantillons en 316L poli miroir et grenaillés (condition C1) après un traitement de nitruration à 420°C pendant 4 h dans un mélange 90% N_2-10% H_2 réalisé dans le réacteur en configuration diode. 185
Figure 191 : Micrographies électroniques à balayage en coupe sens transverse des échantillons en 316L (a) poli miroir et (b) grenaillé (condition C1) après un traitement de nitruration à 420°C pendant 4 h dans un mélange 90% N_2-10% H_2 réalisé dans le réacteur en configuration diode. [attaque Curran et métallisation à l'or] 186
Figure 192 : Micrographies optiques en coupe sens transverse d'échantillons en 316L grenaillé (condition C1) après un traitement de nitruration pendant 4 h dans un mélange 90% N_2-10% H_2 à (a) 420°C et (b) 350°C réalisé dans le réacteur en configuration diode. [attaque Curran] 186
Figure 193 : Micrographies optiques de la surface des échantillons en alliage 718 après le polissage superficiel : (a) échantillon poli miroir et (b) échantillon grenaillé en condition R11. 187

Figure 194 : Indentation superficielle d'échantillon en 316L et en 718 après polissage / nitruration et après grenaillage / nitruration. ____ 187
Figure 195 : Diffractogrammes de diffraction des rayons X en configuration θ-2θ (CuKα) des échantillons en (a) alliage 718 et en (b) 316LM avant et après grenaillage de la surface ayant subi un traitement de nitruration assistée plasma à 350°C pendant 8 h en configuration MDECR. ____ 188
Figure 196 : Micrographies optiques en sens transverse des échantillons en AISI 316LM (a) poli et nitruré et (b) grenaillé et nitruré (350°C pendant 8 h en configuration MDECR). [attaque Marble Reagent] ____ 189
Figure 197 : Profils d'azote et de carbone obtenu par SIMS sur un échantillon 316LM poli et nitruré (noir) et sur un échantillon en 316LM grenaillé poli et nitruré (rouge) à 350°C pendant 8 h en configuration MDECR. ____ 189
Figure 198 : Diffractogrammes des rayons X en configuration θ-2θ (CuKα) des échantillons en alliage 718 grenaillés (B17 et R17) et non grenaillé (poli) après une nitruration en configuration MDECR pendant 8 h à 350°C en configuration MDECR. (a) 35 < θ < 100 et (b) 38 < θ < 52. ____ 190
Figure 199 : Indentation Vickers superficielle des échantillons grenaillés et grenaillés nitrurés pendant 8 h à 350°C en configuration MDECR. ____ 191
Figure 200 : Micrographies électroniques en coupe transverse d'échantillons polis, et grenaillés suivant les conditions R17 et B5 et ayant subi un traitement de nitruration à 350°C pendant 8 h en configuration MDECR [polissage OPS]. ____ 191
Figure 201 : Profils d'azote et de carbone obtenu par SIMS sur un échantillon en alliage 718 poli et nitruré (carré noir) et sur un échantillon grenaillé en condition B5, poli sur 20 µm et nitruré (rond bleu) pendant 8 h à 350°C en configuration MDECR. ____ 192
Figure 202 : Diffractogrammes des rayons X en configuration θ-2θ (CuKα) des échantillons en 316LM grenaillés (SMAT2 et BN13) et non grenaillé (poli) après une nitruration en MDECR pendant 8 h à 350°C. ____ 193
Figure 203 : Profils d'azote et de carbone obtenu par SIMS sur un échantillon en 316LM poli et nitruré (carré noir) et sur un échantillon grenaillé en condition SMAT2, poli sur 60 µm et nitruré (triangle rouge). ____ 194
Figure 204 : Indentation Vickers superficielle des échantillons de référence, grenaillés en 316LM ayant subi un traitement de nitruration à 380°C pendant 50 h dans un mélange 20% N_2-80% H_2 en MDECR. ____ 195
Figure 205 : Micrographies électroniques en coupe transverse d'échantillons en 316LM polis, et grenaillés suivant les conditions BN17, BN09 et BN13 et ayant subi un traitement de nitruration à 380°C pendant 50 h [polissage OPS]. ____ 196
Figure 206 : Diffractogrammes des rayons X en configuration θ-2θ (CuKα) des échantillons en 316LM grenaillés (BN20, BN09 et BN13) et non grenaillé (poli) après une nitruration en configuration MDECR pendant 50 h à 380°C. ____ 196
Figure 207 : Indentation Vickers superficielle des échantillons de référence, grenaillés en 718 ayant subi un traitement de nitruration à 380°C pendant 50 h dans un mélange 20% N_2-80% H_2 en configuration MDECR. ____ 197
Figure 208 : Micrographies électroniques en coupe transverse d'échantillons en 718 poli, et grenaillés suivant les conditions B2, S43 et S45 et ayant subi un traitement de nitruration à 380°C pendant 50 h configuration MDECR [polissage OPS]. ____ 198
Figure 209 : Diffractogrammes des rayons X en configuration θ-2θ (CuKα) des échantillons en 718 grenaillés (B2, S43 etS41) et non grenaillé (poli) après une nitruration pendant 50 h à 350°C en configuration MDECR. ____ 199
Figure 210 : Profils d'azote et de carbone obtenu par SDL sur un échantillon en 718 poli et nitruré (rond) et sur un échantillon grenaillé en condition S41 nitruré (carré). ____ 199
Figure 211 : Micrographies électroniques en transmission d'un échantillon poli et nitruré en configuration MDECR à 350°C pendant 8 h. (a) Micrographie en fond clair de la couche nitrurée. (b) Cliché de diffraction (CD) des électrons de la couche nitrurée. (c) Micrographie en fond clair de la couche nitrurée en sélectionnant le faisceau diffracté repéré sur le CD (b). (d) micrographie en fond noir du faisceau diffracté sélectionné en (b). (e) Micrographie en fond noir de la couche nitrurée en sélectionnant le faisceau diffracté repéré sur le CD (b). ____ 201

Figure 212 : Micrographie électronique en transmission en fond clair d'un échantillon poli et nitruré en configuration MDECR à 350°C pendant 8 h. _____202
Figure 213 : Cliché de diffraction des électrons de la zone sélectionnée sur la figure 212 et son indexation._____202
Figure 214 : Micrographies électroniques en transmission de la zone sélectionnée sur la figure 212. (a) micrographie en fond clair. (b) micrographie en fond noir avec le faisceau diffracté sélectionné sur la figure 213. _____202
Figure 215 : Agrandissement de la micrographie en fond noir de la figure 214. _____203
Figure 216 : Micrographies électroniques en transmission de l'ensemble de la lame mince de l'échantillon grenaillé en condition R11 et nitruré en configuration MDECR à 350°C pendant 8 h. _____203
Figure 217 : Micrographies électroniques en transmission et cliché de diffraction d'un échantillon grenaillé en condition R11 et nitruré en configuration MDECR à 350°C pendant 8 h. (a) Micrographie en fond clair de la couche nitrurée. (b) Micrographie en fond noir de la couche nitrurée avec le faisceau diffracté repéré sur le CD (c). (d) indexation de la matrice du cliché de diffraction._____204
Figure 218 : Micrographies électroniques en transmission d'un échantillon grenaillé en condition R11 et nitruré en configuration MDECR à 350°C pendant 8 h. La surface est à gauche sur les micrographies. (a) Micrographie en fond clair de la couche nitrurée. (b) Cliché de diffraction des électrons de la couche nitrurée. (c) Micrographie en fond noir de la couche nitrurée avec le faisceau diffracté repéré 1 sur le Cliché de diffraction (b). (d) micrographie en fond noir du faisceau diffracté repéré 2 sur le CD (b)._____205
Figure 219 : Micrographies électroniques en transmission d'un échantillon grenaillé en condition R11 et nitruré en configuration en configuration MDECR à 350°C pendant 8 h. (a) Micrographie en fond clair de la couche nitrurée. (b) Micrographie en fond noir de la couche nitrurée avec le faisceau diffracté repéré sur le Cliché de diffraction (c). (d) agrandissement du précipité._____206
Figure 220 : Micrographies électroniques en transmission d'un échantillon grenaillé en condition R11 et nitruré en configuration MDECR à 350°C pendant 8 h. (a) Micrographie en fond clair de la couche nitrurée. (c) Micrographie en fond noir de la couche nitrurée avec le faisceau diffracté repéré sur le cliché de diffraction._____206
Figure 221 : Schéma de l'expansion du réseau cristallin dû à l'insertion d'azote pendant le traitement de nitruration._____208
Figure 222 : Schéma de principe illustrant l'effet de l'expansion du réseau cristallin due à l'insertion d'azote pendant le traitement de nitruration et l'origine des contraintes résiduelles de compression présentes dans la couche de nitruration [104]._____208
Figure 223 : Diffractogrammes des rayons X d'échantillons en acier inoxydable 304 ayant subi un traitement de surface de grenaillage de précontrainte avec différents types de grenailles [11]. __212

Liste des tableaux

pages

Tableau 1 : Tableau regroupant les résultats bibliographiques obtenus lors de couplage d'un prétraitement et d'un traitement thermochimique. Les valeurs entre parenthèses sont les épaisseurs de couche mesurées sur des échantillons non prétraités. _____ *12*
Tableau 2 : Système de glissement dans les structures CFC, selon la convention de Schmid et Boas.21
Tableau 3 : Analyse de la coulée de l'alliage à base nickel 718 en pourcentage massique [%pds]. _ *47*
Tableau 4 : Propriétés mécaniques de l'alliage à base nickel 718 à l'état hypertrempé. _____ *47*
Tableau 5 : Analyse de coulée de l'acier inoxydable AISI 316L en pourcentage massique [%pds]. _ *49*
Tableau 6 : Analyse de coulée de l'acier inoxydable AISI 316LM en pourcentage massique [%pds].49
Tableau 7 : Propriétés mécaniques de l'acier inoxydable AISI 316L. _____ *50*
Tableau 8: Paramètres modifiables et paramétrables sur l'USSP et le SMAT. _____ *54*
*Tableau 9 : Propriétés mécaniques des billes Zirshot.*_____ *54*
*Tableau 10 : Propriétés mécaniques des billes en 100C6.*_____ *54*
Tableau 11 : Profondeur de pénétration des rayons X en configuration θ-2θ pour une restitution de 90% du signal dans l'acier inoxydable austénitique AISI 316L. _____ *63*
Tableau 12 : Paramètres de grenaillage R01-R24 réalisés sous air par SONATS et dans une enceinte en polymère de PET à une fréquence de vibration de 20 kHz et avec une distance sonotrode échantillon de 20 mm. _____ *89*
*Tableau 13 : Paramètres de grenaillage B1-B3 réalisés sous air et B4-B5 réalisé sous argon par l'UTT dans une enceinte acier à une fréquence de vibration de 20 kHz et avec une distance sonotrode échantillon de 20 mm.*_____ *89*
*Tableau 14 : Paramètres de grenaillage réalisé par SONATS à une fréquence de vibration de 20 kHz et avec une distance sonotrode échantillon de 30 mm.*_____ *89*
Tableau 15 : Paramètres de rugosité d'échantillons en alliage 718 ayant subi un traitement de grenaillage R01, R07 et R10. Le seul paramètre influent est le taux de recouvrement. L'amplitude de vibration est de 30 µm, les billes sont en Zirshot Ø2 mm. _____ *90*
Tableau 16 : Paramètres de rugosité d'échantillons en alliage 718 ayant subi un traitement de grenaillage B4, B5 et B6. Le seul paramètre influent est le temps de traitement. L'amplitude de vibration est de 50 µm, les billes sont en 100C6 Ø2 mm. _____ *90*
Tableau 17 : Paramètres de rugosité d'échantillons en alliage 718 ayant subi un traitement de grenaillage R10, R11 et R12. Le seul paramètre qui varie est l'amplitude de vibration. _____ *91*
Tableau 18 : Paramètres de rugosité d'échantillons en alliage 718 ayant subi un traitement de grenaillage R07 et R13. Le seul paramètre qui varie est la masse des billes. _____ *91*
*Tableau 19 : Paramètres de rugosité d'échantillons en alliage 718 ayant subi un traitement de grenaillage 63 et 41. Les seuls paramètres qui varient sont le diamètre et la masse des billes. Les billes sont en 100C6*_____ *93*
*Tableau 20 : Paramètres de rugosité d'échantillons en alliage 718 ayant subi un traitement de grenaillage 65 et 43. Les seuls paramètres qui varient sont le diamètre et la masse des billes. Les billes sont en 100C6*_____ *93*
*Tableau 21 : Paramètres de rugosités sur les échantillons grenaillés par l'UTT (B2 – B5). Les paramètres de grenaillages sont sensiblement identiques, seule l'atmosphère est différente (air ou argon).*_____ *94*
*Tableau 22 : Paramètres de maille calculés à partir des diffractogrammes de rayons X et déformations associées pour l'échantillon de référence et pour les deux séries de grenaillage réalisé par SONATS (R01, R07 et R10) et par l'UTT (B1-B3).*_____ *96*
*Tableau 23 : Étude de la texture des échantillons avant et après grenaillage par SONATS (conditions R01, R07 et R10) et par l'UTT (conditions B1, B2 et B3). Répartition de l'intensité en pourcentage mesurée par diffraction par rapport au pic de diffraction (111).*_____ *97*
Tableau 24 : Équation de Scherrer appliquée aux diffractogrammes de rayons X suivant les plans de diffraction (hkl) des échantillons grenaillés par SONATS (conditions R01, R07 et R10) et par l'UTT (conditions B1 à B3) par rapport à la référence polie miroir pour déterminer la taille des cristallites [nm] qui diffractent. _____ *97*

Tableau 25 : Équation de Stokes Wilson appliquée aux diffractogrammes de rayons X suivant les plans de diffraction (hkl) des échantillons grenaillés par SONATS (conditions R01, R07 et R10) et par l'UTT (conditions B1-B3) par rapport à la référence polie miroir pour déterminer les microdéformations [%]. 98
Tableau 26 : Tableau récapitulatif des épaisseurs des couches déformées plastiquement, mesurées par les techniques de microscopie et de microdureté, pour différentes conditions de grenaillage appliquées aux échantillons. (NM : non mesuré) 107
Tableau 27 : Étude de la texture des échantillons avant et après grenaillage (conditions 48, 65, B5 et R17). Répartition de l'intensité en pourcentage mesuré par diffraction par rapport au pic de diffraction des plans (111). 108
Tableau 28 : Équations de Scherrer et de Stokes Wilson, appliquées aux diffractogrammes de rayons X de l'échantillon grenaillé en condition B5 à différentes profondeurs de la surface impactée suivant les plans de diffractions (hkl) par rapport à un échantillon de référence poli. 110
Tableau 29 : Équations de Scherrer et de Stokes Wilson, appliquées aux diffractogrammes de rayons X de l'échantillon grenaillé en condition S48 à différentes profondeurs de la surface impactée suivant les plans de diffractions (hkl) par rapport à un échantillon de référence poli. 111
Tableau 30 : Paramètres de grenaillage SMAT1, SMAT2 et SMAT3 réalisés par Polytech Hong Kong. Les billes sont en acier et la fréquence de vibration est de 20 kHz. 120
Tableau 31 : Paramètres de grenaillage BN01 à BN21 réalisé par SONATS sous atmosphère argon dans une enceinte en acier de type Z160CDV12 à une fréquence de vibration de 20 kHz. 120
Tableau 32 : Paramètres de rugosité d'échantillons AISI 316L ayant subi un traitement de grenaillage BN09 et BN13. Le seul paramètre qui varie est le taux de recouvrement (i.e. temps de traitement). 121
Tableau 33 : Paramètres de rugosité d'échantillons en 316LM ayant subi un traitement de grenaillage BN09 et BN13. Le seul paramètre qui varie est le taux de recouvrement (i.e. temps de traitement). 122
Tableau 34 : Paramètres de rugosité d'échantillons AISI 316LM ayant subi un traitement de grenaillage BN08 et BN22. Les seuls paramètres qui varient sont le diamètre des billes et la masse des billes. Les billes sont en 100C6. 123
Tableau 35 : Paramètres de mailles et déformations calculés à partir des diffractogrammes de rayons X. 124
Tableau 36 : Étude de la texture des échantillons avant et après grenaillage dans les conditions No SMAT, SMAT1, SMAT2 et SMAT3 et dans les conditions BNXX. Répartition de l'intensité en pourcentage mesuré par rapport au pic de diffraction des plans (111). 125
Tableau 37 : Taille des cristallites [nm] calculées grâce à l'équation de Scherrer appliquée aux diffractogrammes de rayons X suivant les plans de diffraction (hkl). 125
Tableau 38 : Microdéformations [%] calculées grâce à l'équation de Stokes Wilson appliquée aux diffractogrammes de rayons X suivant les plans de diffraction (hkl). 126
Tableau 39 : Étude de la texture des échantillons avant et après grenaillage (conditions BN10 et BN13. Répartition de l'intensité en pourcentage mesurée par rapport au pic le plus intense (111). 128
Tableau 40 : Paramètres de grenaillage BN13 (acier inoxydable 316L) et 43 (alliage 718) réalisés sous atmosphère argon et dans une enceinte en acier de type Z160CDV12 à une fréquence de vibration de 20 kHz. 132
Tableau 41 : Paramètres obtenus en interpolant les profils de microdureté Vickers à l'aide d'une fonction exponentielle décroissante mesurés sur des échantillons en AISI 316L grenaillé. R^2 est le coefficient de corrélation, H_0 est la dureté à cœur et H_0+k_1 est la dureté en surface et k_2 est le facteur lié à la profondeur plastique. 143
Tableau 42 : Paramètres obtenus en interpolant les profils de microdureté Vickers à l'aide d'une fonction exponentielle décroissante mesurés sur des échantillons en alliage 718 grenaillé. R^2 est le coefficient de corrélation, H_0 est la dureté à cœur et H_0+k_1 est la dureté en surface et k_2 est le facteur lié à la profondeur plastique. 144
Tableau 43 : Tableau comparatif entre les données expérimentales obtenues par profilométrie et les données obtenues par la modélisation sur des échantillons en alliage 718 grenaillés dans

différentes conditions. Les éléments comparés sont le diamètre de contact et l'enfoncement de la bille dans le matériau. _____ *154*
Tableau 44 : Tableau comparatif entre les données expérimentales obtenues par profilométrie et les données obtenues par la modélisation sur des échantillons en AISI 316L grenaillés dans différentes conditions. Les éléments comparés sont le diamètre de contact et l'enfoncement de la bille dans le matériau. _____ *155*
Tableau 45 : Tableau comparatif entre les données expérimentales obtenues par les profils de microdureté Vickers et les profondeurs calculées par la modélisation sur des échantillons en alliage 718 grenaillés dans différentes conditions. _____ *156*
Tableau 46 : Tableau comparatif entre les données expérimentales obtenues par les profils de microdureté Vickers et les profondeurs calculées par la modélisation sur des échantillons en AISI 316L grenaillés dans différentes conditions. _____ *156*
Tableau 47 : Tableau récapitulatif des vitesses maximales et de l'énergie cinétique des billes en fonction du diamètre et de la nature de celles-ci pour une puissance d'amplitude de 80% et un échantillon en AISI 304 [96]. _____ *158*
Tableau 48 : Coefficients de diffusion effectifs mesurés dans différents matériaux en fonction du type de réacteur, de la température et de la teneur en azote dans le mélange gazeux. _____ *169*
Tableau 49 : Conditions de grenaillage des échantillons en alliage 718 traités thermiquement. __ *179*
Tableau 50 : Conditions de grenaillage des échantillons en alliage 718 nitrurés. _____ *183*
Tableau 51 : Conditions de grenaillage des échantillons 316L nitrurés. _____ *184*
Tableau 52 : Conditions de grenaillage des échantillons en alliage 718 (condition R11) et en 316LM (BN21) nitrurés. _____ *187*
Tableau 53 : Valeurs des contraintes, de l'expansion due à l'insertion d'azote et de la concentration superficielle en azote d'après le modèle présenté dans les références [69,104] sur un échantillon de référence poli et sur un échantillon grenaillé et poli superficiellement. _____ *188*
Tableau 54 : Conditions de grenaillage des échantillons en alliage 718 nitrurés. _____ *190*
Tableau 55 : Conditions de grenaillage des échantillons en AISI 316LM nitrurés. _____ *192*
Tableau 56 : Valeurs des contraintes, de l'expansion due à l'insertion d'azote et de la concentration superficielle en azote d'après [104,69] sur un échantillon de référence poli et sur des échantillons grenaillés et polis mécaniquement. _____ *193*
Tableau 57 : Conditions de grenaillage des échantillons en AISI 316LM nitrurés. _____ *194*
Tableau 58 : Valeurs des contraintes, de l'expansion due à l'insertion d'azote et de la concentration superficielle en azote d'après [104,69] sur un échantillon de référence poli et sur des échantillons grenaillés et polis mécaniquement. _____ *197*
Tableau 59 : Conditions de grenaillage des échantillons en alliage 718 nitrurés. _____ *197*
Tableau 60 : Caractéristiques des grenailles utilisées pour le traitement de grenaillage de précontrainte dans la référence [11]. _____ *211*

INSTITUT NATIONAL
POLYTECHNIQUE
DE LORRAINE

AUTORISATION DE SOUTENANCE DE THESE DU DOCTORAT DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

o0o

VU LES RAPPORTS ETABLIS PAR :
Monsieur Maxence BIGERELLE, Professeur, UTC, Compiègne

Monsieur Patrick VILLECHAISE, Directeur de Recherche, ENSMA, Poitiers

Le Président de l'Institut National Polytechnique de Lorraine, autorise :

Monsieur THIRIET Tony

NANCY BRABOIS
2, AVENUE DE LA
FORET-DE-HAYE
BOITE POSTALE 3
F - 54501
VANDŒUVRE CEDEX

à soutenir devant un jury de l'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE, une thèse intitulée :

"Traitements mécaniques et thermochimiques couplés sur acier inoxydable et alliage base nickel austénitiques"

en vue de l'obtention du titre de :

DOCTEUR DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

en **"Sciences des Matériaux"** "Spécialité : **« Science et Ingénierie des Matériaux et Métallurgie»**

Fait à Vandoeuvre, le 28 octobre 2010

Le Président de l'I.N.P.L.,

F. LAURENT

INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE - NANCY -

TEL. 33/03.83.59.59.59
FAX. 33/03.83.59.59.55

Traitements mécaniques et thermochimiques couplés sur acier inoxydable et alliage base nickel austénitiques

Résumé :

Des travaux scientifiques récents ont ouvert de nouveaux champs d'application aux traitements mécaniques tels que le grenaillage. Il a été montré que de tels traitements, réalisés avant un traitement de nitruration à la surface d'alliage ferreux, permettaient d'abaisser les températures de traitement et d'augmenter significativement les cinétiques de diffusion.

Nous avons entrepris de tester les performances de cette combinaison de traitements mécanique et thermochimique sur des aciers inoxydables et des alliages à base nickel austénitiques. Des essais ont été réalisés à partir d'une technique de grenaillage mécanique appelée « Surface Mechanical Attrition Treatment » (SMAT). Des billes en métal ou en céramique sont introduites dans l'enceinte et mises en mouvement par la sonotrode. Les billes percutent et introduisent donc une déformation plastique à la surface des échantillons. Après cette étape, les échantillons subissent un traitement thermochimique de nitruration assisté plasma. La comparaison des résultats obtenus après nitruration sur des échantillons traités mécaniquement avec ceux n'ayant pas été pré-traités mécaniquement a permis de quantifier les effets des traitements combinés.

Les analyses par diffraction des rayons X, les mesures de microdureté, les observations au microscope optique/électronique à balayage/électronique en transmission, les analyses de texture par EBSD (Electron BackScatered Diffraction) et la mesure des profils de concentration en azote par SIMS (Secondary Ion Mass Spectrometry) et SDL (Spectroscopie à Décharge Luminescente) ont montré l'importance de la nature de la couche transformée mécaniquement sur la diffusion de l'azote.

Mot clefs : Traitement de nitruration basse température, traitement mécanique, SMAT, grenaillage ultrason, déformation plastique, EBSD, caractérisation métallurgiques, mécanique du contact, traitement de surface, modélisation, affinement de microstructure, acier inoxydable, alliage base nickel

Combination of mechanical and thermochemical treatments on austenitic stainless steel and nickel base alloy.

Abstract :

Recent scientific work has opened new fields of application to mechanical treatments such as shot blasting or peening. Indeed, it has been shown that this treatment, performed before a nitriding treatment on the surface of ferrous alloy, lowers processing temperatures and significantly increases the diffusion kinetics.

We undertook to test this combination of mechanical and thermochemical treatments on stainless steels and nickel-based alloys. The mechanical treatments were done by Surface Mechanical Attrition Treatment (SMAT). This method is implemented in a box where metal or ceramic balls were introduced and set in motion by an ultrasound system in order to impact the surface of the pieces. The treated samples were then nitrided at low temperature by using a remote plasma. The comparison of the results obtained after nitriding treatments on mechanically treated samples and those not mechanically treated allows quantifying the effects of the combined treatments.

Analyses by X-ray diffraction, microhardness measurement, observations by optical and scanning and transmission electron microscopy, texture analysis by EBSD (Electron Diffraction BackScatered) and measurement of nitrogen concentration profiles by SIMS (Secondary Ion Mass Spectrometry) show the importance of the nature of the deformed layer.

Key words : nitriding treatment at low temperature, mechanical treatment, SMAT, ultrasonic shot peening, plastic deformation, metallurgical characterizations, contact mechanic, surface treatment, modeling, microstructure refinement, stainless steel, nickel base alloy