

Influence du grenaillage ultrasonique en température sur la
microstructure, la fatigue et la corrosion d'un acier inoxydable
austénitique 316L

par

Yann AUSTERNAUD

THÈSE PAR ARTICLES PRÉSENTÉE EN COTUTELLE À L'ÉCOLE DE
TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE ET À L'UNIVERSITÉ DE LORRAINE
COMME EXIGENCE PARTIELLE À L'OBTENTION
DU DOCTORAT EN GÉNIE
Ph.D.

MONTRÉAL, LE 01 DÉCEMBRE 2025

ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE
UNIVERSITÉ DU QUÉBEC



Yann Austernaud, 2025



Cette licence Creative Commons signifie qu'il est permis de diffuser, d'imprimer ou de sauvegarder sur un autre support une partie ou la totalité de cette oeuvre à condition de mentionner l'auteur, que ces utilisations soient faites à des fins non commerciales et que le contenu de l'oeuvre n'ait pas été modifié.

PRÉSENTATION DU JURY

CETTE THÈSE A ÉTÉ ÉVALUÉE

PAR UN JURY COMPOSÉ DE:

M. Philippe Bocher, directeur de thèse
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

M. Thierry Grosdidier, directeur de thèse
Université de Lorraine, laboratoire d'étude des microstructures et de mécanique des matériaux

M. Marc Novelli, codirecteur
Université de Lorraine, laboratoire d'étude des microstructures et de mécanique des matériaux

Mme Ruxandra Botez, présidente du jury
Département de génie des systèmes à l'École de technologie supérieure

M Samir Mourad Chentouf, membre du jury
Département Tests Matériaux/investigations, Pratt & Whitney Canada

M Walid Jomaa, membre du jury
Département de mathématiques et de génie industriel, Polytechnique Montréal

Mme Delphine Retraint, examinatrice externe indépendante
Université de technologie de Troyes, laboratoire des Systèmes Mécaniques et d'Ingénierie Simultanée

M. Etienne Pessard, examinateur externe indépendant
Arts et Métiers Angers, laboratoire Angevin de Mécanique, Procédés et innovation

ELLE A FAIT L'OBJET D'UNE SOUTENANCE DEVANT JURY ET PUBLIC

LE 22 OCTOBRE 2025

À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

REMERCIEMENTS

Je tiens à remercier tout d'abord les institutions qui ont soutenu ce projet de recherche. Le Laboratoire d'Étude des Microstructures et de Mécanique des Matériaux (LEM3), le Laboratoire d'Excellence en Design des Alliages Métalliques pour Allègement des Structures (LABEX DAMAS) ainsi que le Laboratoire d'Optimisation des Procédés de Fabrication Avancés (LOPFA) au Canada, dont l'appui financier et logistique a été déterminant pour la bonne réalisation de ce travail. Je souhaite également adresser mes remerciements aux services administratifs de l'université de Lorraine (UL) et de l'École de Technologie Supérieure (ETS), sans qui l'avancée de ce projet n'aurait pu être aussi fluide. Un merci particulier à Natalie Niclas, Laura et Aurore du LEM3 pour leur aide précieuse, leur efficacité et leur disponibilité à chaque étape.

Je suis profondément reconnaissant envers mon encadrement : Marc Novelli, Philippe Bocher et Thierry Grosdidier, pour leur confiance, leurs conseils avisés, leur exigence scientifique et leur regard toujours constructif. Leurs conseils, nos échanges et discussions m'ont permis de progresser et de mener à bien ce projet ambitieux.

Je tiens également à remercier toutes les personnes qui ont contribué, de près ou de loin, à ce travail. Un merci particulier à Nicolas Stein, pour son accueil au sein de son équipe à l'IJL et son accompagnement durant les essais de corrosion. Merci également à Thomas Kauffmann pour son accueil et ses conseils lors des analyses de spectroscopie Raman réalisées au LMOPS.

À mes collègues doctorants et affiliés, je souhaite adresser un immense merci. Merci aux doctorants du LEM3 : Julien, Alex, Mélaine, Momo, Hafsa, Tania, Martin, Joé et tant d'autres, pour votre bonne humeur et votre soutien quotidien. Une pensée toute particulière pour Aymeric et Chloé, mes compagnons de bureau, avec qui j'ai partagé bien plus que des heures de travail. Merci aussi à Paul et Daniel pour nos soirées au bar, nos discussions sincères, nos moments de joie et nos questionnements partagés. Merci aux doctorants du LOPFA, notamment Clément, Jean-Baptiste, Loïc, Antonio et Rémy, pour ces escapades à vélo, ces sorties organisées et tous ces souvenirs précieux. J'espère que la vie, malgré la distance entre nos continents, nous offrira d'autres occasions de nous retrouver.

Si ce projet s'est construit dans les laboratoires, il n'aurait pas pu aboutir sans le soutien indéfectible de ma famille, que je tiens à remercier du fond du cœur. Merci à mes parents pour leur soutien indéfectible, leur bienveillance et l'éducation qu'ils m'ont transmise, même si ce chemin n'était pas toujours facile à comprendre de l'extérieur. Merci à mon frère Cédric, qui prouve qu'on peut être un grand frère exemplaire, même à distance. Merci à tous mes oncles, tantes, cousins et cousines, et en particulier à Virginie et Aurore, dont la détermination et l'énergie m'ont souvent servi d'exemples.

Enfin, je souhaite exprimer toute ma gratitude à Diana, qui partage ma vie. Merci pour ta patience dans les moments difficiles, ton soutien sans faille, ton amour et ta confiance inébranlable.

Influence du grenaillage ultrasonique en température sur la microstructure, la fatigue et la corrosion d'un acier inoxydable austénitique 316L

Yann AUSTERNAUD

RÉSUMÉ

La surface des pièces mécaniques constitue une zone critique, soumise à des sollicitations mécaniques et chimiques susceptibles d'engendrer des défaillances. Pour renforcer leur tenue en service, diverses stratégies d'amélioration des propriétés de surface ont été développées. Parmi elles, les traitements mécaniques de surface modifient les caractéristiques superficielles tout en préservant les propriétés du matériau en cœur. Le grenaillage ultrasonique, procédé de déformation plastique sévère, introduit des gradients de microstructure et de propriétés (dureté, contraintes résiduelles) via des impacts aléatoires de billes. Toutefois, son efficacité est limitée dans le cas de matériaux difficiles à déformer, au risque de surtraitement. L'introduction de la température comme paramètre de traitement permet de réduire la limite d'écoulement du matériau et de faciliter sa déformation, tout en ouvrant la voie à la formation de microstructures inaccessibles à température ambiante.

Cette étude porte sur l'analyse des microstructures de déformation induites par grenaillage ultrasonique à différentes températures sur un acier inoxydable austénitique 316L. Il a été démontré que la température de traitement contrôle la nature et la profondeur du gradient de microstructure et de propriétés, en modifiant les mécanismes de déformation activés. À température cryogénique, la déformation est dominée par l'effet TRIP ("TRansformation Induced Plasticity"), avec formation de martensite induite par la déformation et assistée par la contrainte. À température ambiante et jusqu'à 250°C, l'effet TWIP ("TWinning Induced Plasticity") prédomine, tandis qu'à 500°C, le glissement des dislocations et la recristallisation dynamique conduisent à la formation d'une couche ultrafine en surface.

L'étude du comportement en fatigue par flexion rotative quatre points montre que le grenaillage à chaud, bien qu'engendrant une rugosité plus élevée et des contraintes résiduelles de compression plus faibles en surface, permet d'augmenter la limite d'endurance d'environ 15% par rapport aux traitements réalisés à plus basse température. Cette amélioration est attribuée à une relaxation réduite des contraintes résiduelles sous sollicitations cycliques, grâce à la stabilisation des dislocations dans une microstructure restaurée. La plus grande profondeur du gradient de dureté ainsi que la réduction du pic de contrainte en sous-couche jouent également un rôle clé.

En revanche, le grenaillage ultrasonique à chaud induit une contamination de surface accrue, liée à un transfert de matière des billes de grenaillage et à une oxydation intensive des échantillons. Cette contamination, hétérogène en surface et en sous-couche, entraîne une dégradation notable des propriétés de corrosion de l'acier 316L.

Mots-clés: Grenaillage ultrasonique, acier inoxydable austénitique, déformation plastique sévère de surface, déformation à chaud, fatigue en flexion rotative, corrosion

Effect of ultrasonic shot peening temperature on the microstructure, fatigue, and corrosion behavior of austenitic stainless steel 316L

Yann AUSTERNAUD

ABSTRACT

The surface of mechanical components is a critical zone subjected to specific mechanical and chemical solicitations. Component failure generally occurs at the surface, driving the industry to seek solutions to enhance surface properties. Among these, mechanical surface treatments modify surface properties by plastic deformation while preserving core ductility. Ultrasonic shot peening, a severe surface deformation process, introduces gradients of microstructure and properties (hardness, residual stresses) through random shot impacts. However, its effectiveness may be limited when the material is difficult to deform, potentially leading to over-processing and crack formation. A possible solution is to introduce temperature as a processing variable to lower flow stress and facilitate deformation, enabling the formation of microstructures not achievable at room temperature.

This study analyzes the deformation microstructures induced by ultrasonic shot peening at different temperatures on 316L stainless steel. It was demonstrated that deformation temperature controls microstructure and property gradients by modifying activated mechanisms. At cryogenic temperature, deformation is dominated by the TRIP effect with deformation-induced and stress-assisted martensite. At room temperature and up to 250°C, the TWIP effect predominates, whereas at 500°C, dislocation glide and dynamic recrystallization form an ultrafine-grained surface layer.

Fatigue testing revealed that high-temperature ultrasonic shot peening, despite inducing higher roughness and lower surface compressive residual stresses, improves the endurance limit by 15% compared to lower temperatures. This is attributed to reduced residual stress relaxation under cyclic loading due to dislocation stabilization, along with a deeper hardness gradient and lower subsurface stress peak.

However, high-temperature ultrasonic shot peening promotes surface contamination via increased material transfer from peening shots and specimen oxidation. This heterogeneous contamination degrades the corrosion resistance of 316L stainless steel.

Keywords: Ultrasonic shot peening, austenitic stainless steel, surface severe plastic deformation, warm deformation, rotary bending fatigue

TABLE DES MATIÈRES

	Page
INTRODUCTION	1
CHAPITRE 1 ÉTAT DE L'ART	5
1.1 Les aciers inoxydables austénitiques	5
1.2 Les mécanismes de déformation des aciers inoxydables austénitiques	7
1.2.1 Énergie de faute d'empilement	8
1.2.2 Déformation par mouvement des dislocations	11
1.2.3 Le maclage	12
1.2.4 La transformation de phase martensitique	15
1.2.5 Cristallographie et relations d'orientation des phases martensitiques	18
1.2.6 Effet de la température sur les mécanismes de déformation	19
1.3 Mécanismes activés thermiquement : restauration, recristallisation dynamique, précipitation dynamique	21
1.3.1 La restauration dynamique	22
1.3.2 La recristallisation dynamique	23
1.3.3 La précipitation et le vieillissement dynamique	27
1.3.4 Paramètres influençant les mécanismes thermiquement activés	28
1.4 La déformation plastique sévère de surface	29
1.4.1 Les différents procédés de SSPD	30
1.4.2 Le grenaillage ultrasonique (SMAT)	34
1.4.3 Description des gradients générés par SMAT	36
1.4.4 Mécanismes d'affinement microstructuraux lors de SSPD	38
1.4.5 Les paramètres de traitement SMAT	41
1.4.5.1 Influence de l'amplitude de la sonotrode et du temps de traitement	42
1.4.5.2 Influence de la nature, de la taille et du nombre de billes	45
1.4.5.3 Autres paramètres	46
1.5 Température comme variable lors des procédés de déformation plastique de surface	47
1.5.1 Modifications de surface apportées par les traitements de déformation plastique en température	47
1.5.2 Modification des gradients	48
1.5.2.1 Effet de la température de traitement thermomécanique sur le gradient de dureté	48
1.5.2.2 Effet de la température de traitement de déformation sur le gradient de contraintes résiduelles	50
1.5.3 Effet de la température de traitement sur les propriétés mécaniques et de corrosion	52
1.5.3.1 Effet du SMAT à température ambiante sur les propriétés en fatigue	52

1.5.3.2	Effet de la température de déformation plastique de surface sur les propriétés en fatigue	53
1.5.3.3	Effet de la température de SMAT sur les propriétés en corrosion	56
1.6	Bilan partiel	59
CHAPITRE 2 DISPOSITIF DE GRENAILLAGE ET MÉTHODE EXPÉRIMENTALE 61		
2.1	Matériaux et éprouvettes	61
2.2	Dispositifs de SMAT en température	63
2.2.1	Banc de SMAT	63
2.2.2	Banc de traitement de SMAT pour réaliser des traitements en température	64
2.2.2.1	Conception du four de traitement SMAT à chaud	64
2.2.3	Mesure de la température	67
2.2.4	Banc de SMAT à température cryogénique	67
2.2.5	Protocole de traitement de SMAT en température	68
2.3	Matériaux et paramètres de traitement SMAT	69
2.4	Objectifs de l'étude	72
CHAPITRE 3 EFFET DE LA TEMPÉRATURE DE GRENAILLAGE SUR LES MICROSTRUCTURES INDUITES PAR DÉFORMATION PLASTIQUE SÉVÈRE DE SURFACE SUR UN ACIER INOXYDABLE AUSTÉNITIQUE 75		
3.1	Introduction	76
3.2	Matériaux et méthodologie	79
3.2.1	Matériaux et paramètres de traitement de surface	79
3.2.2	Analyses de surface et des sous-surfaces	82
3.3	Résultats	84
3.3.1	Observation des surfaces	84
3.3.2	Observation des microstructures	86
3.3.3	Gradients de dureté, de contraintes résiduelles et de FWHM	97
3.4	Discussion	102
3.4.1	Effet de l'EFE sur l'interaction entre les différents modes de déformation	103
3.4.2	Effet de la déformation et des mécanismes identifiés sur la dureté et les gradients de contraintes résiduelles	107
3.5	Conclusions	110
CHAPITRE 4 AMÉLIORATION DE LA PERFORMANCE EN FATIGUE DE L'ACIER INOXYDABLE AUSTÉNITIQUE PAR DÉFORMATION PLASTIQUE SÉVÈRE DE SURFACE À CHAUD VIA UN PROCÉDÉ DE GRENAILLAGE ULTRASONIQUE 113		
4.1	Introduction	114

4.2	Matériaux et méthodologie	116
4.2.1	Matériaux et conditions de grenaillage	116
4.2.2	Évaluation des propriétés en fatigue	118
4.2.3	Caractérisation des modifications de surface et de sous-couche	118
4.3	Résultats	120
4.3.1	Caractéristiques des surfaces grenaillées	120
4.3.2	Caractéristiques des gradients introduits	122
4.3.3	Comportement en fatigue et amorçage de fissures	127
4.3.4	Relaxation des contraintes résiduelles pendant la fatigue	132
4.4	Discussion	135
4.4.1	Effet de la température de SMAT sur les performances en fatigue : modification des sites d'amorçages	135
4.4.2	Effet de la stabilité des contraintes sur les performances en fatigue	138
4.4.3	Analyse du comportement en fatigue en utilisant l'approche de Goodman	140
4.5	Conclusions	143
CHAPITRE 5 CONTAMINATION DE SURFACE INDUITE PAR TRAITEMENTS DE GRENAILLAGE ULTRASONIQUE À CHAUD EN UTILISANT DES BILLES EN ACIER 100C6 ET EN ZRO₂ 147		
5.1	Introduction	147
5.2	Matériaux et méthodologie	148
5.3	Résultats et discussion	150
5.4	Conclusions	157
CHAPITRE 6 EFFET DE LA TEMPÉRATURE DE SMAT SUR LE COMPORTEMENT À LA CORROSION DE L'ACIER INOXYDABLE AUSTÉNITIQUE 316L 159		
6.1	Introduction	159
6.2	Surfaces et sous-couche après traitement de SMAT	160
6.3	Démarche des essais de corrosion	163
6.4	Propriétés électrochimiques	165
6.5	Mécanismes de corrosion	168
6.6	Effet de la nature des billes de grenaillage sur les propriétés en corrosion	171
6.7	Conclusion	172
CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS 175		
ANNEXE I MESURE DE TEMPÉRATURE ET CALIBRATION DU PYROMÈTRE 179		
BIBLIOGRAPHIE 183		

LISTE DES TABLEAUX

	Page
Tableau 1.1	Valeurs d'énergie de faute d'empilement et mécanismes de déformation associés
	10
Tableau 2.1	Nature des billes et état métallurgique des éprouvettes utilisées pour les différentes études
	70
Tableau 2.2	Paramètres de traitement SMAT utilisés
	71
Tableau 3.1	Composition chimique de l'acier 316L étudié
	80
Tableau 4.1	Rugosité de surface en fonction du traitement et valeur du K_t associée
	119
Tableau 5.1	Compositions chimiques (en % massique) des différents composants utilisés dans le dispositif de SMAT en température
	150
Tableau 6.1	Composition de la solution SBF simulant le corps humain pour 1000 ml
	165
Tableau 6.2	Valeurs des différents paramètres de corrosion pour les différentes conditions de SMAT
	167

LISTE DES FIGURES

	Page	
Figure 1.1	Diagramme de Pryce et Andrews donnant la structure des aciers inoxydables	7
Figure 1.2	Empilement compact de type (ABC) et maille cristalline CFC	8
Figure 1.3	Faute d'empilement dans une structure CFC	9
Figure 1.4	Schéma du glissement dévié	12
Figure 1.5	Schéma du mécanisme de maclage	13
Figure 1.6	Schéma de la formation d'une macle	14
Figure 1.7	Évolution de l'énergie libre chimique des phases austénitique et martensitique avec la température et application d'une force mécanique U	16
Figure 1.8	Contrainte seuil de transformation martensitique en fonction de la température de déformation	17
Figure 1.9	Maille cristallographique des différentes phases présentes dans l'acier austénitique inoxydable 316L	18
Figure 1.10	Mécanismes de déformation activés en fonction de la température	21
Figure 1.11	Représentation schématique du processus de glissement et de montée des dislocations	22
Figure 1.12	Représentation schématique du processus de restauration	23
Figure 1.13	Courbe de contrainte déformation et schéma des mécanismes d'adoucissement dynamique	25
Figure 1.14	Microstructures typiques obtenues par dDRX et cDRX	27
Figure 1.15	Comparaison des mécanismes thermiquement activés en fonction de la température et de l'EFE du matériau	29
Figure 1.16	Schéma du concept de "mechanical design" permettant de modifier les propriétés de surface d'un matériau	31

Figure 1.17	Schéma des principaux procédés de déformation plastique sévère de surface	32
Figure 1.18	Comparaison des gradients de dureté et de contraintes résiduelles après galetage, martelage laser et grenaillage	33
Figure 1.19	Schéma de fonctionnement du SMAT	35
Figure 1.20	Gradient de microstructure formé après SMAT	37
Figure 1.21	Gradient de dureté et de contraintes résiduelles introduits lors du SMAT	38
Figure 1.22	Mécanismes d'affinement microstructural dans les matériaux à faible EFE	40
Figure 1.23	Mécanismes d'affinement microstructural dans les matériaux à EFE élevée	41
Figure 1.24	Paramètres SMAT influençant la dureté de surface d'une pièce traitée	42
Figure 1.25	Effet du temps et de l'amplitude de la sonotrode sur le gradient de dureté	44
Figure 1.26	Effet de la durée de SMAT sur a) le gradient de dureté, b) la rugosité de surface d'un acier 316L	45
Figure 1.27	Gradient de dureté d'un acier SUP9 après grenaillage effectué à différentes températures	49
Figure 1.28	Gradient de contraintes résiduelles d'un acier SUP9 après grenaillage effectué à différentes températures	51
Figure 1.29	Courbe SN d'un acier 4140 ayant subi du grenaillage à chaud	54
Figure 1.30	Faciès de rupture d'un acier martensitique non traité et galeté à 200°C	54
Figure 1.31	Évolution des contraintes résiduelles de surface au cours d'un essai de flexion rotative pour des échantillons "deep rolled" à RT et 200°C	55
Figure 1.32	Courbes de polarisation pour des échantillons d'acier inoxydable 304 grenaillés avec différentes tailles de billes	57
Figure 1.33	Courbes de polarisation d'un alliage d'aluminium non grenaillé et grenaillé ultrasoniquement avec des billes en acier et en zircone	58

Figure 2.1	Microstructure de l'acier 316L a) recristallisé et b) écroui	62
Figure 2.2	Schéma de la géométrie des éprouvettes de fatigue	62
Figure 2.3	Banc de SMAT	64
Figure 2.4	Schéma du four de traitement permettant de grenailler des éprouvettes en température	65
Figure 2.5	Four de traitement permettant de grenailler des éprouvettes en température	66
Figure 2.6	Exemple du cycle thermique acquis sur une éprouvette grenaillée à 500°C	69
Figure 2.7	Gradient de dureté après SMAT en température avec des billes en acier et en zircone	72
Figure 3.1	Cycles thermomécaniques utilisés pendant le SMAT en température et représentations schématiques des chambre de SMAT à chaud et à température cryogénique	81
Figure 3.2	Aspect de surface des échantillons soumis au SMAT	85
Figure 3.3	Images MEB des sections transverses des échantillons après SMAT	87
Figure 3.4	Images MEB a fort grossissement des sections transverses des échantillons SMATés à CT et 500°C	88
Figure 3.5	Cartes EBSD des 50 premiers microns sous la surface traitée	90
Figure 3.6	Acquisitions TKD de la région UFG à l'extrême surface après SMAT à CT et 500°C	92
Figure 3.7	Carte de phase EBSD et figures de pôle associées réalisées à une profondeur de 100 µm de la surface traitée CT	94
Figure 3.8	Cartes EBSD acquises à une profondeur de 125 µm dans l'échantillon (a) RT (b) 500°C	96
Figure 3.9	Gradient de dureté après SMAT en température	98
Figure 3.10	Gradient de contraintes résiduelles après SMAT en température	100
Figure 3.11	FWHM en fonction de la profondeur de l'échantillon pour les traitement de grenaillage réalisés à CT, RT, 250°C, et 500°C	101

Figure 3.12	Mécanismes accommodant la déformation lors du SMAT à différentes températures de traitement et épaisseurs associées des 3 couches conventionnelles	103
Figure 4.1	Géométrie des éprouvettes de fatigue	117
Figure 4.2	Carte EBSD de la microstructure initiale	117
Figure 4.3	Evolution de la rugosité et images MEB des surfaces en fonction de la température de SMAT	122
Figure 4.4	Images MEB et EBSD en coupes transverses des échantillons grenaillés en température	124
Figure 4.5	Évolution de la dureté le long de la profondeur des échantillons grenaillés en température	125
Figure 4.6	Évolution des contraintes résiduelles le long de la profondeur des échantillons grenaillés en température	127
Figure 4.7	Évolution des contraintes résiduelles le long de la profondeur des échantillons grenaillés en température	128
Figure 4.8	Fractographie des échantillons brut d'usinage et grenaillés en température	131
Figure 4.9	Relaxation relative des contraintes résiduelles	134
Figure 4.10	Diagramme de Goodman	141
Figure 5.1	Schéma du SMAT et de la chambre de traitement	149
Figure 5.2	Observations optiques de la surface des échantillons après SMAT en température et spectres Raman associés	152
Figure 5.3	Images optiques des billes et spectres Raman associés	154
Figure 5.4	Acquisitions EDS réalisées à la surface des échantillons après SMAT	156
Figure 5.5	Acquisitions EDS réalisées sur les surfaces des billes	157
Figure 6.1	Évolution de la rugosité de surface et images MEB des surfaces grenaillées	161

Figure 6.2	Images MEB en coupe transverse des échantillons après SMAT à RT et à 500°C, respectivement, en utilisant des billes de 100C6. Cartes EDX de l'échantillon grenaillé à 500°C associée.	162
Figure 6.3	Évolution du potentiel libre d'un échantillon dans une solution NaCl et SBF	164
Figure 6.4	Courbes de polarisation cyclique pour les différentes conditions de SMAT	167
Figure 6.5	Images MEB des surfaces des échantillons exposées aux tests de corrosion après SMAT	168
Figure 6.6	Images MEB en section transverse des échantillons corrodés	169
Figure 6.7	Images MEB en coupe transverse de l'échantillon traité par SMAT avec des billes de 100C6 à 500°C a) avant le test de corrosion b) après le test de corrosion.	170
Figure 6.8	Représentation schématique de la surface après SMAT à température ambiante (a) et à 500°C (b). (c) et (d) représentent les surfaces SMATées à température ambiante et à 500°C soumises à la corrosion, respectivement.	171

LISTE DES ABRÉVIATIONS, SIGLES ET ACRONYMES

BSE	"Back-scattered Electrons" Electrons rétrodiffusés
CC	Maille cubique centrée
CFC	Maille cubique à face centrée
CSL	"Coincidence Site Lattice" Maille de coïncidence
cDRX	"Continuous DRX" Recristallisation dynamique continue
CPP	"Cyclic Potentiondynamic Polarization" Polarisation pontentiodynamique cyclique
DP	"Dynamic Precipitation" précipitation dynamique
dDRX	"Discontinuous DRX" Recristallisation dynamique discontinue
DRX	"Dynamic Recrystallization" Recristallisation dynamique
DSA	"Dynamic Strain Aging" Vieillissement dynamique sous contrainte
EBSD	"Electron BackScatter Diffraction" Diffraction d'électrons rétrodiffusés
ECAP	"Equal Channel Angular Pressing" Extrusion en canal coudé
FEF	Énergie de Faute d'empilement ("Stacking Fault Energy")
ETS	École de Technologie Supérieure
FWHM	"Full Width at Half Maximum" Largeur de pic à mi-hauteur
HC	Maille hexagonale compacte
HPT	"High Pressure Torsion" Torsion sous haute pression
LEM3	Laboratoire d'Étude des Microstructures et de Mécanique des Matériaux
LOPFA	Laboratoire d'Optimisation des Procédés de Fabrication Avancés
LMOPS	Laboratoire Matériaux, Optique, Photonique et Systèmes
LSP	"Laser Shock Peening" Martelage laser
M_d	Température de fin de transformation martensitique induite par déformation [°C]
M_{d30}	Température pour 50% de martensite avec 30% de déformation vraie [°C]
MEB	Microscope électronique à balayage

M _s	Température de début de transformation martensitique spontanée [°C]
OPS	"Oxide Polishing Solution" Suspensions de polissage aux oxydes
OR	"Orientation Relationship" Relation d'orientation
PDL	"Plastically Deformed Layer" Zone déformée plastiquement
SAM	"Stress Assisted Martensite" Martensite assistée par la contrainte
SBF	"Simily Body Fluid" Simulant le milieu du corps humain
SIM	"Strain Induced Martensite" Martensite induite par la déformation
SMAT	"Surface Mechanical Attrition Treatment" Traitement mécanique d'attrition de surface aussi appelé grenaillage ultrasonique
SPD	"Severe Plastic Deformation" Déformation plastique sévère
SSPD	"Surface Severe Plastic Deformation" Déformation plastique sévère de surface
TKD	"Transmission Kikuchi Diffraction" Diffraction de Kikuchi par transmission
TL	"Transition Layer" Zone de transition
TRIP	"TRansformation Induced Plasticity" Plasticité induite par la transformation
TWIP	"TWinning Induced Plasticity" Plasticité induite par le maclage
UFG	"Ultra Fine Grains" grain ultrafins
UL	Université de Lorraine
USP	"Ultrasonic Shot Peening" Grenaillage ultrasonique

LISTE DES SYMBOLES ET UNITÉS DE MESURE

A	Ampère
E	Potentiel
E_{corr}	Potentiel de corrosion
GPa	Contrainte en gigaPascal
Hz	Fréquence en Hertz
i	Intensité du courant en Ampère
i_{corr}	Intensité du courant de corrosion
j	Densité de courant en A/cm ²
K	Degré Kelvin
mA	MiliAmpère
mV	MiliVolt
MPa	Contrainte en megaPascal
min	Temps en minute
rpm	Rotation par minute
s	Temps en seconde
V	tension en volt
°C	Degré Celsius
kHz	Fréquence en kiloHertz
α'	Phase martensitique α'
ε	Phase martensitique ε
γ	Phase austénitique γ

INTRODUCTION

Les procédés de déformation plastique sévère (SPD) sont utilisés au moins depuis l'âge de fer, notamment le martelage répété était utilisé pour la fabrication d'outils et d'armes. Les procédés de SPD ont vu leur essor avec le développement de l'industrie et l'amélioration des connaissances en métallurgie. De nos jours, deux grandes catégories de procédés de déformation plastique sévère existent : les procédés massifs et les procédés de surface. Les procédés massifs tels que l'"High Pressure torsion" (HPT) ou l'"Equal Channel Angular Pressing" (ECAP) permettent d'écrouir la microstructure d'un matériau massif et de former une nanostructure dans son ensemble. Néanmoins, ces procédés sont difficilement industrialisables et permettent seulement de produire des pièces de géométrie simple (barres, pastilles...) et de faibles dimensions.

Les procédés de surface, quant à eux, permettent d'écrouir la microstructure en surface du matériau et sur une profondeur plus ou moins importante en fonction du procédé. L'intérêt de cette technique est d'améliorer les propriétés mécaniques en surface de la pièce, zone généralement la plus sollicitée dans une pièce mécanique. Ces procédés sont plus adaptés à l'industrie, car ils permettent de traiter des géométries plus complexes. C'est ainsi que le procédé de grenaillage a vu le jour suivi de son dérivé, le grenaillage ultrasonique ("ultrasonic shot peening" USP en anglais). Ces derniers permettent de réaliser un affinement microstructural qui est accompagné de l'introduction d'un gradient de dureté et de contraintes résiduelles de compression connus pour améliorer les propriétés en fatigue.

Cependant, dans un contexte d'allègement des structures, et avec le besoin croissant de meilleures propriétés mécaniques, les bénéfices des traitements de grenaillage peuvent être limités, notamment pour des matériaux particulièrement durs. Ainsi, contrôler la température peut permettre d'augmenter les déformations introduites dans la pièce. De plus, la température affecte les mécanismes accommodant la déformation, ainsi, l'utilisation de la température comme variable de traitement peut permettre de former des microstructures qui diffèrent des

microstructures qu'il est possible de former à température ambiante et potentiellement conduire à une amélioration des propriétés mécaniques.

L'objectif principal de cette thèse est de comprendre l'effet d'un traitement de grenaillage ultrasonique réalisé à différentes températures sur les propriétés mécaniques et physico-chimiques d'un acier inoxydable austénitique 316L. Pour cela, plusieurs axes seront explorés. Dans un premier temps, l'influence de la température sur les mécanismes de déformation activés lors du traitement ainsi que sur les microstructures induites sera étudiée. Dans un second temps, l'impact de ces microstructures et des gradients générés sur les propriétés en fatigue sera analysé. Une attention particulière sera ensuite portée à la contamination des surfaces pouvant survenir lors du traitement en température. Enfin, l'effet du traitement sur les propriétés en corrosion sera évalué. L'acier inoxydable 316L a été choisi en raison de la richesse de ses mécanismes de déformation, fortement dépendants de la température.

Une revue de la littérature est proposée dans le Chapitre 1, présentant les aciers inoxydables austénitiques et leurs mécanismes de déformation. Par la suite, l'intérêt des procédés de déformation plastique sévère de surface, dont le grenaillage ultrasonique, pour améliorer les propriétés de surface est abordé. Enfin, l'intérêt d'introduire la température comme variable de traitement est discuté, ainsi que ses effets sur les gradients et les propriétés mécano-chimiques, y compris les propriétés en fatigue.

Le Chapitre 2 décrit le banc de grenaillage ultrasonique utilisé pour effectuer les traitements, ainsi que le four de traitement développé permettant de réaliser des traitements en température. Ce chapitre présente également l'articulation des différentes études et leurs intérêts.

Le Chapitre 3, quant à lui, présente le premier article portant sur l'effet de la température de grenaillage sur les gradients (microstructure, dureté et contraintes résiduelles) introduits dans le

matériau, accompagné d'une analyse fine des mécanismes responsables de l'accommodation de la déformation.

Le Chapitre 4 s'intéresse à l'effet de la température de grenaillage sur la tenue en fatigue lors des essais en flexion rotative.

Le Chapitre 5 décrit la contamination de surface formée sur les échantillons, phénomène exacerbé par l'augmentation de la température de traitement. Dans le Chapitre 6, l'effet de la contamination des surfaces grenaillées sur les propriétés en corrosion sera discuté.

Finalement, une conclusion générale sera réalisée, retraçant les résultats de cette étude et proposant des recommandations susceptibles de conduire à des études futures.

CHAPITRE 1

ÉTAT DE L'ART

Les travaux de recherche présentés dans ce manuscrit s'appuient sur des travaux antérieurs qui ont mis en évidence l'intérêt des traitements de grenaillage ultrasonique à température ambiante et à température cryogénique pour des aciers, des alliages d'aluminium et de titane, comme Novelli (2017) et Maurel (2020) ont pu le montrer. L'objectif principal de cette thèse est d'étudier les impacts de l'augmentation de la température de traitement sur les gradients et les mécanismes de déformation déclenchés lors du procédé de grenaillage ultrasonique, ainsi que son influence sur les propriétés physico-mécaniques, comme la résistance à la fatigue et la tenue en corrosion.

Dans ce chapitre, nous commencerons par présenter le matériau d'étude : l'acier 316L, ainsi que les mécanismes d'accommodation de la déformation impliqués en fonction de la température. Dans un second temps, les procédés de déformation plastique sévère de surface seront introduits, suivis d'une analyse détaillée du procédé de grenaillage ultrasonique. Ensuite, l'intérêt des déformations plastiques sévères de surface en température sera abordé avec l'effet de la température sur la modification des gradients introduits. L'impact de l'augmentation de la température de déformation sur les propriétés en fatigue sera discuté.

1.1 Les aciers inoxydables austénitiques

L'acier, matériau largement utilisé dans l'industrie, est un alliage composé principalement de fer et de carbone. Sa composition peut être ajustée pour modifier ses propriétés mécanochimiques en vue de répondre à diverses applications. Un exemple notable est celui des aciers inoxydables, qui ont été développés pour leur conférer une résistance accrue à la corrosion. Les aciers inoxydables se distinguent des autres nuances d'acier par l'ajout d'au moins 10,5% massique de chrome. Au-delà de ce pourcentage, la présence de chrome favorise la formation d'un film passif de type Cr_2O_3 à la surface de l'acier, lui conférant ainsi ses propriétés anticorrosives. Selon la composition chimique et les traitements métallurgiques appliqués, différentes classes d'aciers inoxydables existent. Ce document se concentre exclusivement sur les aciers inoxydables

austénitiques, en particulier sur l'acier inoxydable 316L. Ce dernier présente une composition comprenant environ 17% de chrome, 12% de nickel, 2% de molybdène et une quantité inférieure à 0.03% de carbone. La présence de chrome, élément alphagène, rend la phase austénitique instable. L'ajout de nickel, élément gamagène, sert à stabiliser la phase austénitique. L'ajout de molybdène quant à lui améliore la résistance à la corrosion [Clayton & Lu (1986)], en particulier en limitant la corrosion par piqûres. La faible quantité de carbone (inférieure à 0.03%) limite la précipitation de carbures de chrome, prévenant ainsi la corrosion intergranulaire.

Pryce et Andrews ont élaboré des formules empiriques d'équivalence en nickel et en chrome pour prendre en compte l'effet gamagène et alphagène des principaux éléments d'addition. Les équations 1.1 et 1.2 permettent de calculer les valeurs équivalentes de chrome et de nickel pour l'acier 316L utilisé [Pryce (1960)].

$$[cr]_{eq}(\text{wt}\%) = \%Cr + 3\%Si + \%Mo \quad (1.1)$$

$$[Ni]_{eq}(\text{wt}\%) = \%Ni + 0.5\%Mn + 21\%C + 11.5\%N \quad (1.2)$$

La Figure 1.1 présente le diagramme de Pryce et Andrews avec le positionnement du 316L sur ce dernier. D'après ce diagramme, à température ambiante l'acier 316L est 100% austénitique. Les aciers inoxydables austénitiques sont généralement obtenus par traitement d'hypertrempe : l'acier est chauffé dans le domaine austénitique (entre 1000 et 1150°C) avant de le tremper pour conserver cette structure à température ambiante. Cette austénite est dite métastable car elle peut être transformée en martensite par refroidissement ou par déformation. Bien que les aciers austénitiques inoxydables présentent une excellente tenue à la corrosion, leurs propriétés mécaniques sont généralement limitées. Pour améliorer ces dernières, ces nuances peuvent subir un écrouissage afin de les durcir.

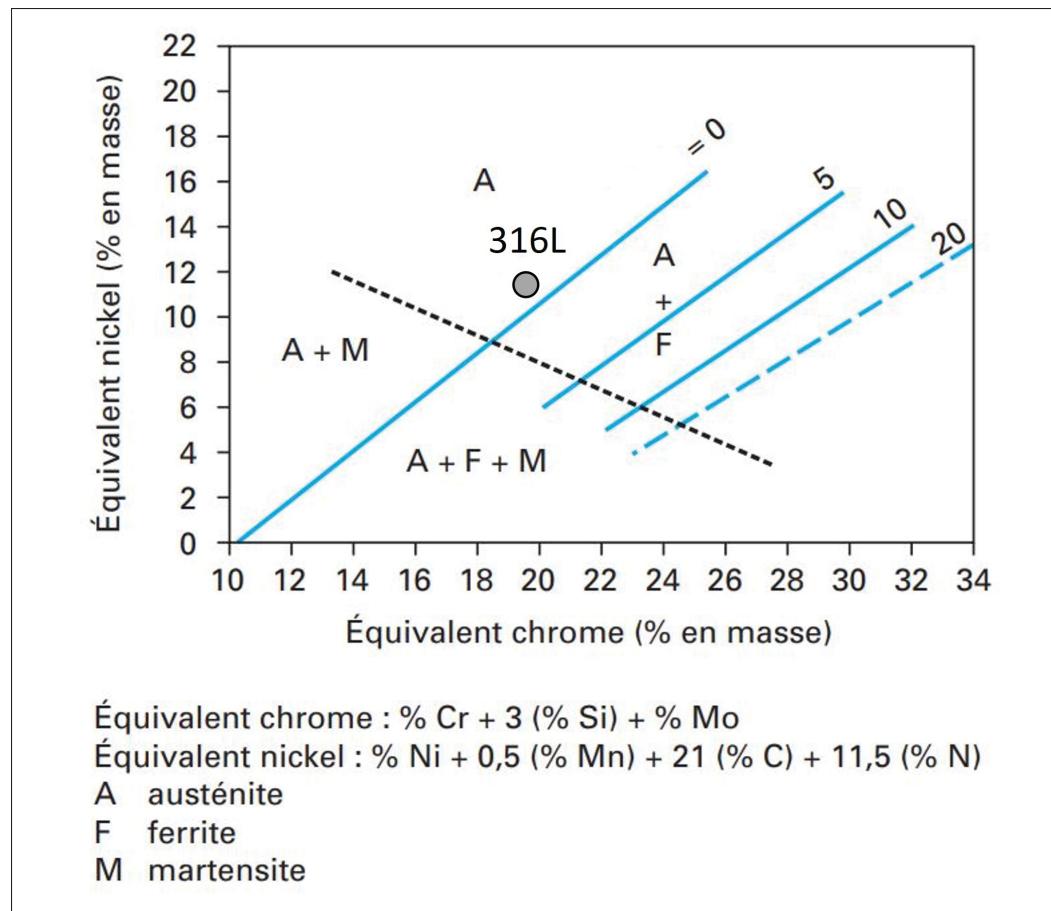


Figure 1.1 Diagramme de Pryce et Andrews donnant la structure des aciers inoxydables avec le positionnement de l'acier 316L
Adapté de Cunat (2025)

1.2 Les mécanismes de déformation des aciers inoxydables austénitiques

L'austénite γ a une structure cristalline cubique à faces centrées (CFC) avec un paramètre de maille $a_{\gamma} \approx 3.58 \text{ \AA}$. L'empilement compact CFC est une série d'empilement de plans atomiques de type ABCABCABC comme illustré en Figure 1.2. Cette structure cristallographique conditionne les mécanismes de déformation lors de l'écrouissage du matériau.

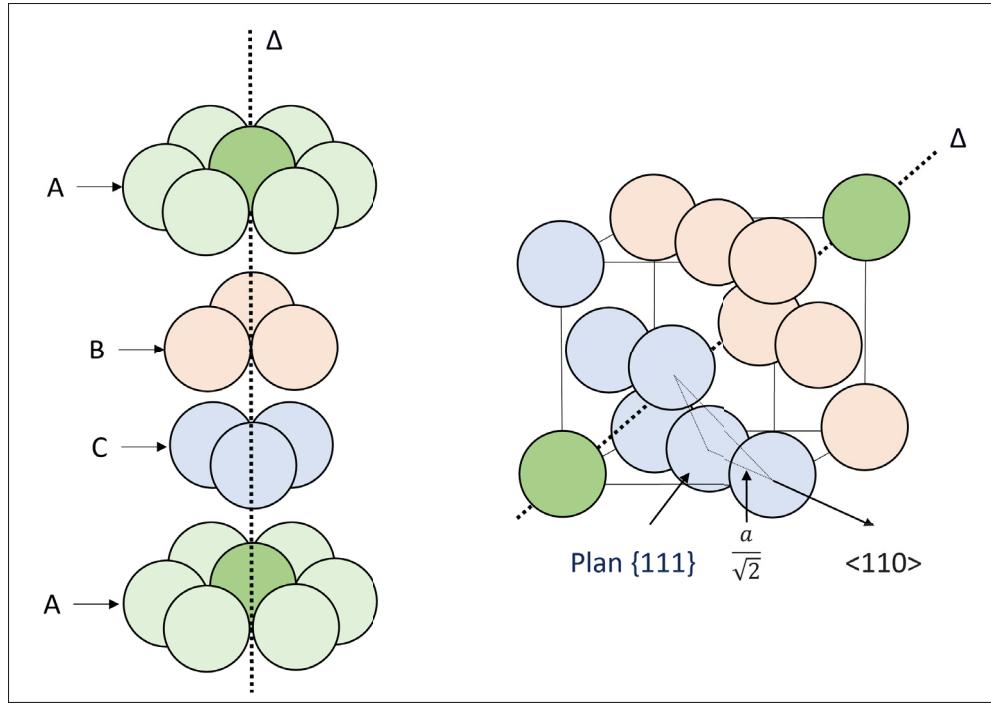


Figure 1.2 Empilement compact de type (ABC) et maille cristalline CFC
Adapté de Castañeda *et al.* (2021)

1.2.1 Énergie de faute d'empilement

Dans les matériaux métalliques, les dislocations présentes leur confèrent leurs propriétés mécaniques, notamment leur ductilité. Les mécanismes de déformation dans les structures CFC sont gouvernés par le mouvement des dislocations et par la capacité des dislocations parfaites à se dissocier. En effet, dans les structures CFC, les dislocations parfaites peuvent se dissocier pour conduire à la formation de deux dislocations partielles ayant un niveau d'énergie plus faible. La dissociation des dislocations parfaites est contrôlée par l'énergie que coûte cette dissociation appelée Énergie de Faute d'Empilement (EFE) ou "Stacking Fault Energy" (SFE) en anglais. Une dislocation parfaite $\frac{a}{2}[110]$ peut donc se dissocier en deux dislocations partielles $\frac{a}{6}[211] + \frac{a}{6}[\bar{1}\bar{2}\bar{1}]$ étant moins énergétiques.

La dissociation des dislocations parfaites conduit à la formation d'une bande de défauts nommée faute d'empilement comme illustré dans la Figure 1.3. La formation de ce défaut est énergiquement défavorable, le coût énergétique de la formation de ce défaut est noté Γ ou EFE (pour Énergie de Faute d'Empilement) représentant l'équilibre entre les forces de répulsion élastiques engendrées par les deux dislocations partielles et la force de rappel due à l'énergie du défaut. Dans le cas de la Figure 1.3, un empilement compact de type ABAB est formé suite à la dissociation de la dislocation parfaite, cet empilement correspond à une structure hexagonale compacte (appelée martensite ε) et sera abordé plus en détail dans la section traitant de la transformation martensitique par déformation. Ainsi la dissociation des dislocations parfaites dans les structures CFC conduit à l'apparition de mécanismes de déformations supplémentaires comme le maclage ou la transformation martensitique.

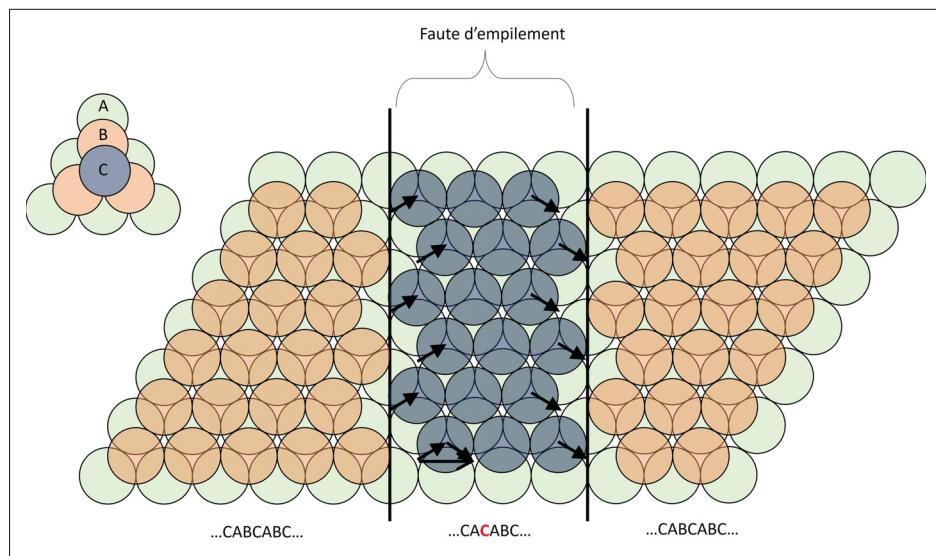


Figure 1.3 Faute d'empilement dans une structure CFC
Adapté de Zeng *et al.* (2019)

La dissociation des dislocations parfaites dans les structures CFC dépend de l'EFE du matériau. Plus l'EFE est faible, plus la dissociation des dislocations est favorable énergiquement. L'EFE est influencée par la composition chimique de l'acier et notamment par la présence d'atomes en solution solide [Thomas & Schmitt (2002)]. Différentes formules empiriques existent pour

estimer la valeur de l'EFE d'un acier en fonction de sa composition chimique. La formule 1.3 proposée par Meric de Bellefon *et al.* (2017) basée sur une méthode par régression linéaire avec des interceptes aléatoires estime la valeur de l'EFE des aciers 316L entre 20 et 35 mJ.m⁻² en fonction des variations de composition chimique.

$$\begin{aligned} EFE(mJ.m^{-2}) = & 2.2 + 1.9(\%Ni) - 2.9(\%Si) + 0.77(\%Mo) + 0.5(\%Mn) \\ & + 40(\%C) - 0.016(\%Cr) - 3.6(\%N) \end{aligned} \quad (1.3)$$

La valeur d'EFE est généralement utilisée pour prédire les mécanismes de déformation présents dans les structures CFC. Le Tableau 1.1 regroupe les mécanismes de déformation observés en fonction de la valeur de l'EFE. L'évolution des mécanismes de déformation avec l'EFE peut être résumée de la manière suivante : un acier à faible EFE < 18 mJ.m⁻² accomoderera la déformation principalement par transformation martensitique. Lorsque l'EFE est compris entre 18 et 50 mJ.m⁻², le maclage mécanique est rapporté comme le mécanisme de déformation principal. Pour finir lorsque l'EFE est supérieure à 50 mJ.m⁻², la dissociation des dislocations parfaites est empêchée et le glissement de ces dernières devient le mécanisme de déformation principal [Allain (2004)].

Tableau 1.1 Valeurs d'énergie de faute d'empilement et mécanismes de déformation associés

Référence	EFE (mJ.m ⁻²)		
	Faible	Modérée	Élevée
Allain (2004)	EFE < 18	18 < EFE < 50	EFE > 50
Mosecker <i>et al.</i> (2015)	EFE < 18	18 < EFE < 45	EFE > 45
Sun <i>et al.</i> (2022)	EFE = 19	EFE = 28, 38	EFE = 48
Mécanisme de déformation	Transformation martensitique	Maclage mécanique	Glissement des dislocations

1.2.2 Déformation par mouvement des dislocations

Dans les structures CFC, le glissement des dislocations se fait principalement dans les plans denses de la famille {111} et selon les directions denses <110>. Ainsi, les dislocations parfaites possèdent un vecteur de Burgers du type $\frac{a}{2} <110>$ avec a le paramètre de maille. Le glissement des dislocations se fait donc préférentiellement dans ces plans car il s'agit de la distance de déplacement la plus courte, soit le glissement le moins énergétique. Les structures CFC possèdent quatre plans denses avec trois directions de glissement associées pour chaque plan, soit un total de douze systèmes de glissement potentiels.

Un autre mécanisme de glissement de dislocation possible est le glissement dévié. Ce processus concerne uniquement les dislocations vis qui ont la capacité de changer de plan de glissement pour éviter des obstacles. Ainsi, une dislocation de type vis peut se déplacer d'un plan de glissement {111} à un autre si elle contient le vecteur de Burgers de la dislocation. Cependant, le glissement dévié est empêché par la dissociation des dislocations parfaites en dislocations partielles. En effet, une dislocation partielle ne peut pas effectuer de glissement dévié car son vecteur de Burgers $\frac{1}{6}\langle112\rangle$ n'est contenu que dans un seul plan de glissement {111}. Le mécanisme de glissement dévié est donc dépendant de l'EFE du matériau [Thornton *et al.* (1962)].

Un mécanisme possible de glissement dévié est illustré dans la Figure 1.4. Une dislocation avec un vecteur de Burgers $\frac{1}{2}[1\bar{1}0]$ sur un plan (111) forme une constriction (Figure 1.4b). Une fois la constriction formée, la dislocation peut effectuer un glissement dévié vers un plan (11\bar{1}) (Figure 1.4c), puis la dislocation se transfère sur ce nouveau plan de glissement (Figure 1.4d). Étant donné que la formation d'une constriction demande de l'énergie, l'occurrence du glissement dévié est favorisée par la contrainte et la température [Oren *et al.* (2017); Li *et al.* (2020)].

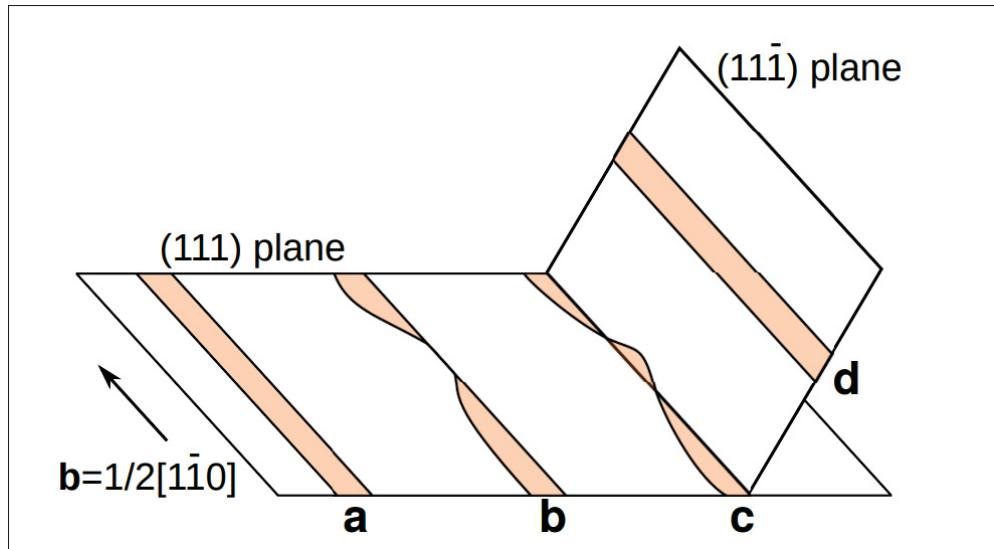


Figure 1.4 Schéma du glissement dévié
Tirée de Xie (2020)

1.2.3 Le maclage

Le maclage est un autre mécanisme de déformation présent dans les structures CFC. Une macle est caractérisée par le déplacement d'une partie du réseau cristallin par rapport à la matrice, formant une symétrie "miroir" selon un plan de macle. Dans le cas des structures CFC, les macles se forment dans les plans {111} avec une rotation de 60° par rapport à la matrice. La Figure 1.5 représente schématiquement la formation d'une macle après déformation.

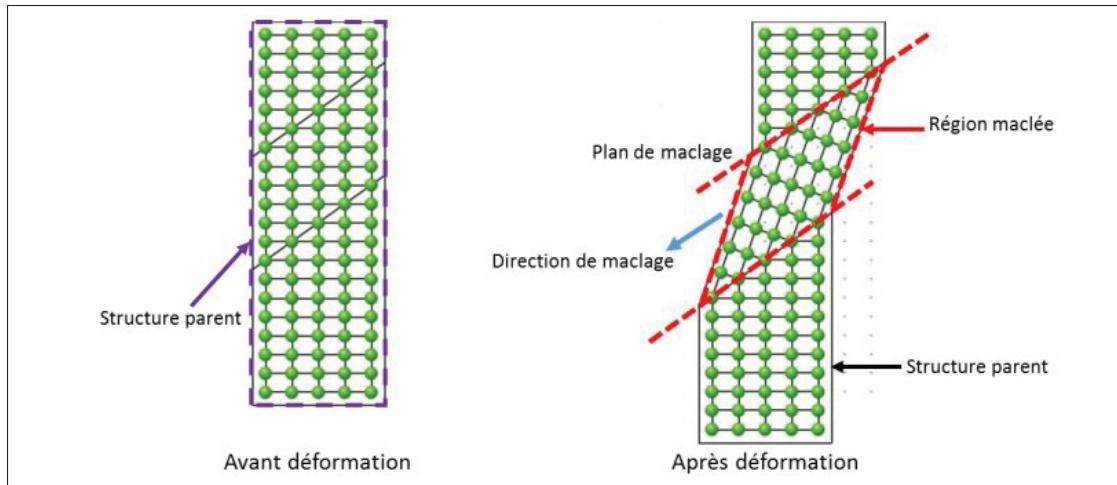


Figure 1.5 Schéma du mécanisme de maclage
Adapté de <https://www.doitpoms.ac.uk>

La formation d'une macle nécessite le glissement de trois dislocations partielles de Shockley successivement dans le plan {111}. L'introduction des dislocations partielles crée la succession de fautes d'empilement essentielle à la formation d'une macle. La Figure 1.6 illustre une structure CFC de type ABCABCABC sans défaut, après le déplacement de dislocations partielles de vecteur de Burgers B_p formant un défaut intrinsèque. Il faut 3 déplacements B_p pour conduire à la formation d'une macle, avec l'empilement qui devient du type ACBABACBCABC. Le passage de dislocations partielles supplémentaires dans le plan {111} fait croître la macle formée.

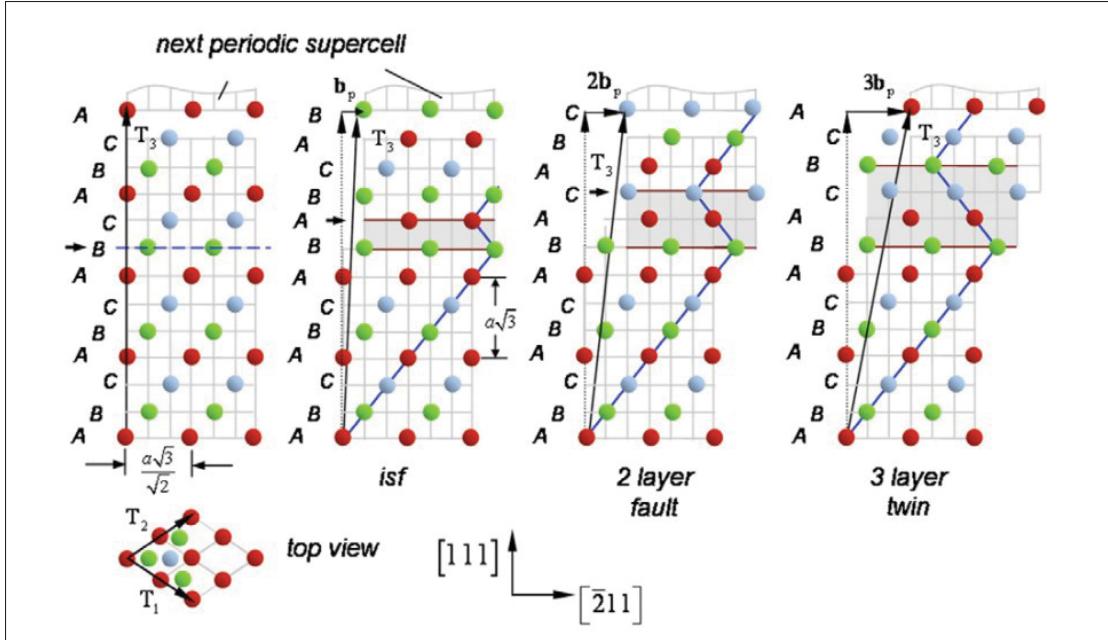


Figure 1.6 Formation d'une macle mécanique par glissement successif de dislocations partielles

Tirée de Kibey *et al.* (2007)

Dans les aciers inoxydables austénitiques (CFC), l'occurrence du maclage est directement associée à la valeur de l'EFE. Le maclage mécanique est observé pour des valeurs d'EFE modérées (Tableau 1.1). Cependant la valeur de l'EFE est un paramètre nécessaire mais non suffisant pour conduire au maclage mécanique [Allain (2004)]. Une contrainte critique de maclage doit être dépassée pour que le maclage soit activé. Cette contrainte dépend de l'état métallurgique (état de déformation, taille de grain), de la vitesse de déformation, de la température et du chargement appliqué [Christian & Mahajan (1995)]. La formule 1.4 exprime la cission critique intrinsèque de maclage en fonction de l'EFE du matériau [Venables (1964)]. Cette cission critique correspond à la contrainte nécessaire au développement d'une boucle de dislocation de Shockley traînant un défaut d'empilement avec R_c le rayon critique d'émission de la boucle. Ainsi plus l'EFE du matériau est faible, plus la cission critique de maclage est faible.

$$\tau^{c-int} = \frac{\Gamma}{b_{112}} + \frac{\mu b_{112}}{R_c} \quad (1.4)$$

Byun et *al.* ont montré que la contrainte macroscopique contrôle l'occurrence du maclage mécanique dans un acier 316. Lorsque la contrainte est faible (<400 MPa), le maclage n'est pas activé, et uniquement du glissement de dislocations parfaites est observé. Entre 400 et 600 MPa, des défauts d'empilement apparaissent de manière isolée, le glissement des dislocations reste le mécanisme de déformation principal. Au-dessus de 600 MPa, considérée comme la contrainte critique, le maclage mécanique devient le mécanisme de déformation prédominant [Byun *et al.* (2003)]. Chen et *al.* ont calculé la contrainte critique de maclage dans un acier 304 à 584 MPa à l'aide d'un modèle analytique. Les auteurs mentionnent que cette contrainte critique correspond à une vitesse de déformation de 10^4 s^{-1} . Pour des vitesses de déformation intermédiaires de l'ordre de $10^2 - 10^3 \text{ s}^{-1}$ (correspondant à des contraintes de 400-500 MPa), le maclage n'est plus observé mais la transformation martensitique a lieu. Pour des vitesses de déformation plus faibles, seulement l'activité des dislocations est observée [Chen *et al.* (2011)].

1.2.4 La transformation de phase martensitique

La transformation de phase martensitique est une transformation displacive qui intervient dans les aciers austénitiques inoxydables, soit lors du refroidissement, soit lors d'une déformation. Cette transformation peut être exprimée d'un point de vue énergétique par l'équation 1.5 donnant la différence d'enthalpie libre entre l'austénite G^a et la martensite G^m en fonction de la température. Un terme U est également ajouté correspondant à une énergie mécanique externe. Les enthalpies de la phase austénitique et martensitique sont représentées en Figure 1.7. Lorsque la variation d'enthalpie est négative, la phase martensitique est stable. À l'inverse, quand $\Delta G(T)$ est positif, la phase austénitique est stable. À la température T_0 , les deux phases austénitique et martensitique sont en équilibre thermodynamique. La température à laquelle la martensite commence à se former lors d'un refroidissement sans contrainte est appelée M_s (pour Martensite Start) et est inférieure à la température T_0 car la création d'interfaces entre l'austénite et la martensite requiert une énergie supplémentaire. À une température supérieure à M_s , l'apport d'une énergie mécanique externe (U) peut permettre d'avoir l'énergie nécessaire pour former la phase martensitique (Figure 1.7).

$$\Delta G(T) = G^\gamma(T) - G^{\alpha'}(T) + U \quad (1.5)$$

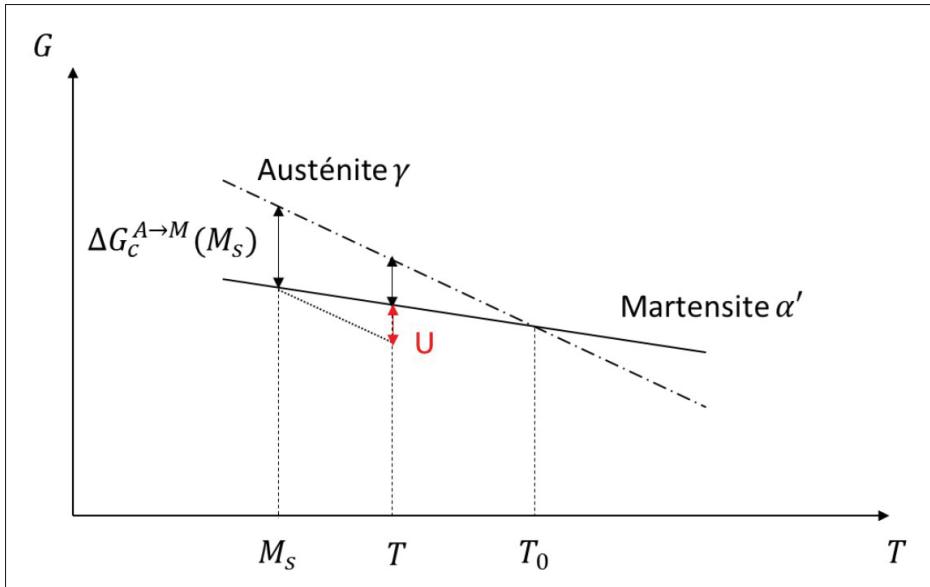


Figure 1.7 Évolution de l'énergie libre chimique des phases austénitique et martensitique en fonction de la température et de l'application d'une force mécanique U

Tirée de Guiheux (2016)

La Figure 1.8 présente l'évolution de la contrainte critique nécessaire pour activer la transformation martensitique en fonction de la température. Cette figure décrit différents domaines :

- En dessous de la température M_s la transformation de phase martensitique $\gamma \rightarrow \alpha'$ peut avoir lieu sans contrainte externe.
- Entre M_s et M_s^σ la contrainte nécessaire pour former de la martensite varie linéairement avec la température. Cette contrainte se situe en dessous de la limite élastique de l'austénite, donc une déformation élastique est suffisante pour déclencher la transformation de phase. La transformation est alors dite assistée par la contrainte (cette martensite est notée SAM pour "Stress Assisted Martensite").

- Entre M_s et M_s^σ la contrainte est supérieure à la limite élastique de la phase austénitique. La déformation plastique de cette dernière apporte l'énergie nécessaire pour initier la transformation martensitique. La transformation martensitique est induite par la déformation, on l'appelle donc SIM pour "Strain induced Martensite".
- Au-dessus de la température M_d il n'est plus possible d'initier la transformation martensitique quelle que soit la contrainte appliquée. En pratique, la température M_{d30} est utilisée, température à laquelle 50% de martensite est formée sous une déformation de 30%.

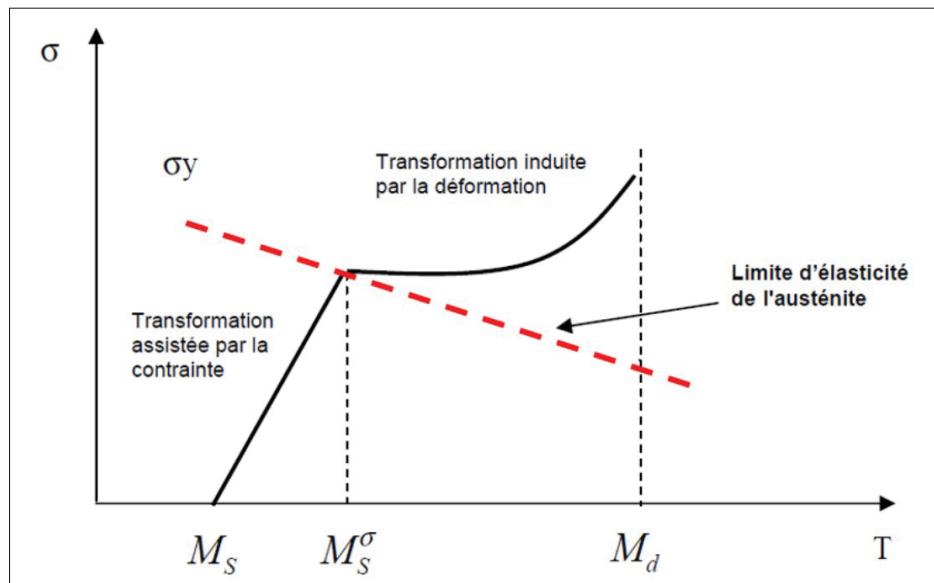


Figure 1.8 Contrainte seuil de transformation martensitique en fonction de la température de déformation
Tirée de Guiheux (2016)

De nombreux paramètres influencent les températures de début et de fin de transformation martensitique comme l'état de déformation, la composition chimique ou la taille de grain. Des formules empiriques existent pour estimer cette température en fonction des éléments d'alliage. Par exemple, la formule de Pickering (1978), donnée ci-dessous en équation 1.6.

$$M_s(^{\circ}C) = 502 - 810\%c - 1230\%N - 13\%Mn - 30\%Ni - 12\%Cr - 54\%Cu - 46\%Mo \quad (1.6)$$

La température Md_{30} peut être évaluée grâce à la formule d'Angel (1954) présentée dans l'équation 1.7.

$$Md_{30}(\text{°C}) = 413 - 462(\%C + \%N) - 9.2\%Si - 8.1\%Mn - 13.7\%Cr - 9.5\%Ni - 18.5\%Mo \quad (1.7)$$

1.2.5 Cristallographie et relations d'orientation des phases martensitiques

En fonction de la composition chimique et notamment de la teneur en carbone, la structure de la martensite formée diffère. Une saturation en carbone entraîne une distorsion de la structure martensitique, lui conférant une structure quadratique centrée. Lorsque le taux de carbone est faible, comme dans le cas de l'acier 316L, la structure cristalline de la martensite est alors du type cubique centrée (CC). Une phase intermédiaire nommée martensite ε peut également être formée lors de la déformation. Cette phase possède une structure hexagonale compacte (HC). La Figure 1.9 résume les différentes structures cristallographiques potentiellement présentes dans l'acier 316L ainsi que les paramètres de maille associés à chaque phase.

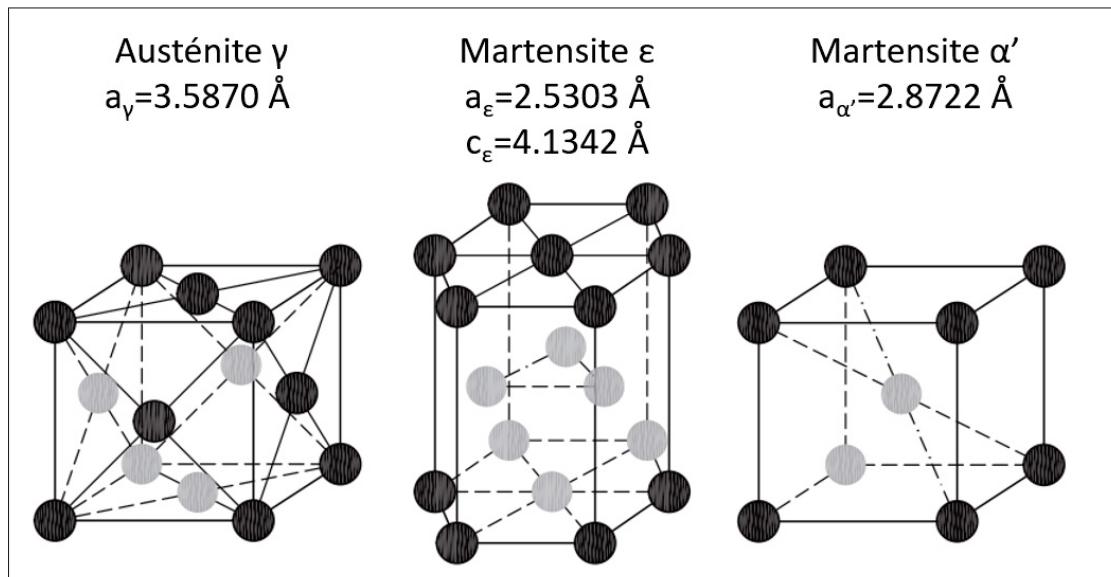


Figure 1.9 Maille cristallographique des différentes phases présentes dans l'acier austénitique inoxydable 316L
Tirée de Cladera *et al.* (2014)

La transformation martensitique se caractérise par le fait qu'elle est une transformation displacive, c'est-à-dire qu'elle se produit sans diffusion. En raison de cette nature displacive, la phase résultante est reliée à la phase initiale par un plan invariant appelé plan d'habitat avec l'existence de relations d'orientations entre la martensite formée et la phase austénitique dont elle est issue. Ces relations d'orientations dépendent de la composition chimique des aciers. Les relations présentées ci-dessous sont celles observées dans des aciers inoxydables austénitiques du type 316L. La transformation martensitique $\gamma \rightarrow \alpha'$ peut se produire comme décrit par Olson & Cohen (1972) par transformation directe de l'austénite en martensite α' . Cette transformation suit les relations d'orientation de Kurdjumow & Sachs (1930) décrites dans l'équation 1.8.

$$\{111\}_\gamma // \{110\}_{\alpha'} \text{ et } <110>_\gamma // <111>_{\alpha'} \quad (1.8)$$

La transformation martensitique peut également passer par la formation d'une phase ε intermédiaire en suivant la double transformation $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$. La transformation globale respecte la relation d'orientation de Kelly (1965) décrite en équation 1.9.

$$\{111\}_\gamma // \{0001\}_\varepsilon // \{110\}_{\alpha'} \text{ et } <110>_\gamma // <1210>_\varepsilon // <111>_{\alpha'} \quad (1.9)$$

1.2.6 Effet de la température sur les mécanismes de déformation

Une modification des mécanismes de déformation est observée en fonction de la température. Par exemple, Scheriau et al. observent un changement de mécanisme de déformation lors de déformation plastique sévère d'un acier 316L modifié dans la gamme -196 à +700°C : entre -196°C et la température ambiante (20°C) la transformation martensitique est prédominante. Entre 20°C et 450°C le maclage mécanique accommode la déformation et au-dessus de 450°C le glissement des dislocations est responsable de la déformation [Scheriau et al. (2011)]. Des observations similaires ont été faites par Sun et al dans un acier 304 laminé en température [Sun et al. (2022)].

Cette évolution des mécanismes de déformation avec la température peut être expliquée par l'évolution de l'EFE du matériau engendrée par la variation de température. En effet, il a été montré précédemment que les mécanismes de déformation sont contrôlés par L'EFE du matériau. Or l'EFE augmente de manière linéaire avec l'augmentation de la température de l'ordre de $0.1 \text{ mJm}^{-2}\text{K}^{-1}$ [Rémy *et al.* (1978)]. Ainsi l'augmentation de la température entraîne une augmentation de l'EFE, causant une évolution des mécanismes impliqués dans l'accommodation de la déformation.

L'évolution des mécanismes de déformation en fonction de la température est schématisée en Figure 1.10. Bien que l'évolution des mécanismes dépende de la contrainte appliquée, la synthèse suivante peut être faite :

- À très basse température i.e quand l'EFE est faible ($\text{EFE} < 20 \text{ mJm}^{-2}$) : la transformation martensitique est favorisée.
- Au voisinage de la température M_d (EFE environ égal 20 mJm^{-2}), le maclage est le mécanisme de déformation principal. En fonction de l'EFE, la transformation martensitique peut encore être présente.
- Au dessus de la température M_d ($\text{EFE} > 20 \text{ mJm}^{-2}$), le glissement des dislocations non dissociées conduit à la formation de bandes de glissement. Le mouvement des dislocations aboutit à la formation de sous structures de cellule de dislocations.
- Pour des températures proches de $T_f/2$, les phénomènes liés à la diffusion prennent de l'importance. Les dislocations peuvent désormais s'annihiler par montée et glissement. Des mécanismes activés thermiquement comme la restauration dynamique, la recristallisation dynamique ou la précipitation peuvent alors intervenir lors de la déformation.

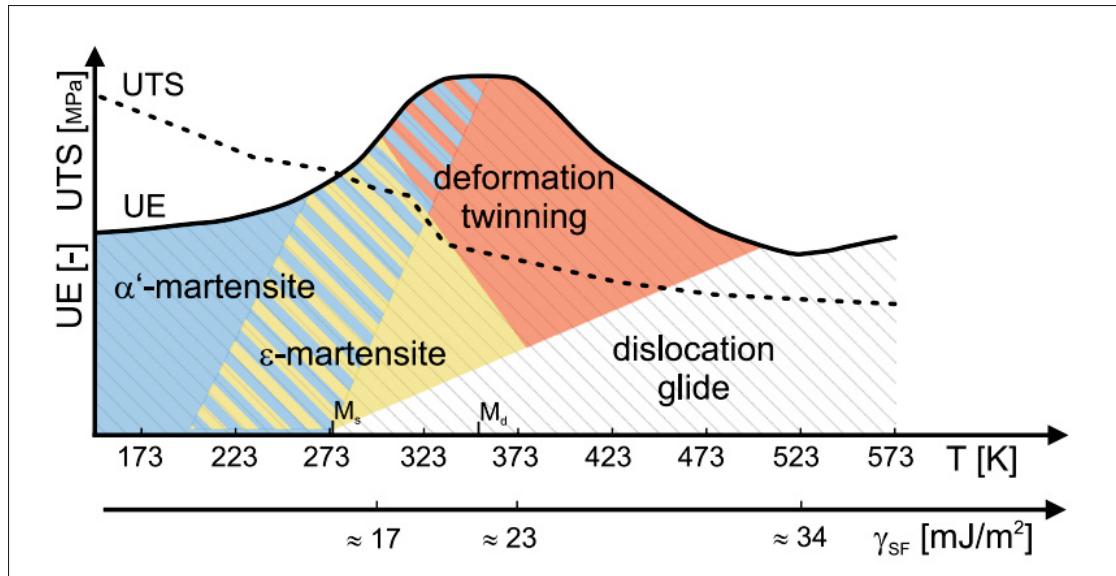


Figure 1.10 Mécanismes de déformation activés en fonction de la température d'essai en corrélation avec l'EFE et les propriétés mécaniques d'un acier TRIP/TWIP CrMnNi
Tirée de Martin *et al.* (2016)

1.3 Mécanismes activés thermiquement : restauration, recristallisation dynamique, précipitation dynamique

Nous avons vu que la température affecte les mécanismes de déformation activés dans les aciers austénitiques inoxydables en modifiant leur EFE. Outre la modification des mécanismes décrits précédemment, des mécanismes additionnels thermiquement activés peuvent intervenir lors des déformations à chaud. L'augmentation de la température, couplée avec l'énergie apportée par le traitement mécanique peut déclencher des mécanismes additionnels susceptibles de conduire à des processus de restauration et de recristallisation dynamique, de précipitation dynamique (noté DP) ou de vieillissement sous contrainte (DSA).

Comme mentionné précédemment, le glissement dévié (changement de plan des dislocations vis) est activé thermiquement. Ce mécanisme favorise l'annihilation des dislocations tout comme la montée des dislocations par diffusion des lacunes. La Figure 1.11 illustre l'annihilation de dislocations coins de vecteurs de Burgers opposés par glissement de l'une vers l'autre.

Les dislocations C et D sur la Figure 1.11 quant à elles, peuvent s'éliminer en combinant un mécanisme de montée et de glissement. Ces mécanismes sont responsables du réarrangement des dislocations en nouvelles structures via des processus de restauration dynamique et/ou de recristallisation dynamique.

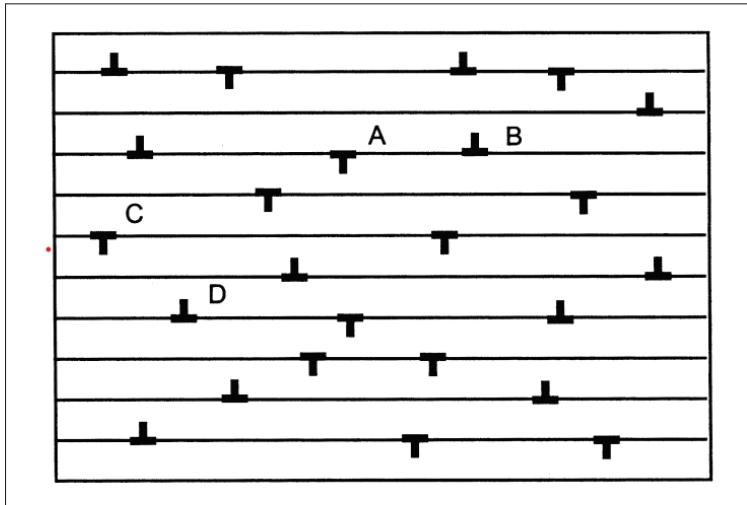


Figure 1.11 Représentation schématique du processus de glissement et de montée des dislocations
Tirée de Humphreys & Hatherly (1995)

1.3.1 La restauration dynamique

La restauration dynamique (parfois notée DRV pour "Dynamic Recovery") est un réarrangement de la structure des dislocations dans les grains déformés conduisant à une diminution de la densité de dislocation. La Figure 1.12 schématise le processus de restauration dynamique. Lors de la déformation à chaud, le matériau subit dans un premier temps un écrouissage (Figure 1.12I) avec l'introduction de dislocations dans le matériau (Figure 1.12IIa). Au cours de la déformation en température, ces dislocations vont se réorganiser conduisant à la formation de cellules de dislocations (Figure 1.12IIb). Compte tenu de la mobilité des dislocations, les dislocations introduites dans les sous-structures, peuvent s'annihiler soit par glissement dévié, soit par montée et recombinaison des dislocations (Figure 1.12IIc). Enfin les cellules de dislocations formées vont se réarranger pour former des sous-structures de faible désorientation autrement dit des

sous-joints de grains (Figure 1.12IIId) Montheillet (2009); Humphreys & Hatherly (1995)]. Sur un diagramme contrainte déformation (Figure 1.12I) cela se traduit par un état transitoire où la densité de dislocation augmente, causant une augmentation de la contrainte, puis un état stationnaire est atteint avec un équilibre entre dislocations introduites et restauration des dislocations se traduisant par une stabilisation de la contrainte (formation d'un plateau) avec l'augmentation de la déformation.

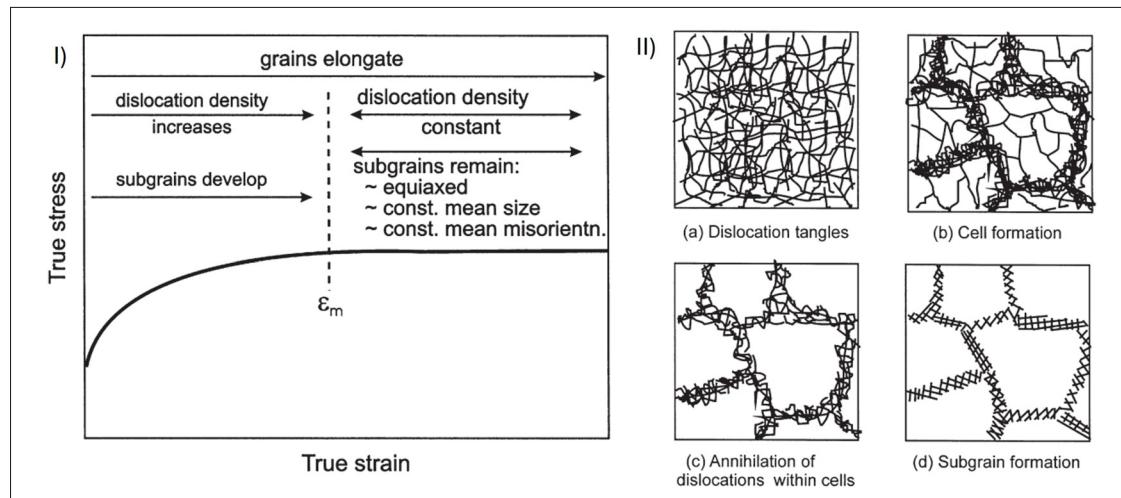


Figure 1.12 Représentation schématique du processus de restauration (I) sous la forme d'un courbe contrainte déformation (II) Schémas de l'évolution microstructurale au cours de la restauration
Tirée de Humphreys & Hatherly (1995)

1.3.2 La recristallisation dynamique

La recristallisation dynamique (DRX) est un mécanisme de réorganisation des dislocations qui a lieu lors de déformation à chaud conduisant à la formation de nouveaux grains de forte désorientation ($> 15^\circ$). Plusieurs types de recristallisation peuvent être distingués : La recristallisation dynamique continue, (notée cDRX), la recristallisation dynamique discontinue (dDRX) et la recristallisation dynamique géométrique (gDRX) [Huang & Logé (2016)]. La Figure 1.13I présente la courbe contrainte-déformation d'un matériau, avec en orange (WH) la courbe d'écrouissage pur. La courbe en bleu rappelle la courbe typiquement observée pour

de la restauration dynamique. La courbe en rouge présente le comportement typique de la recristallisation dynamique. Lors de la déformation à chaud, des dislocations sont introduites par écrouissage, ces dislocations vont par la suite se réarranger pour conduire à la formation de nouveaux grains de forte désorientation $>15^\circ$ conduisant à une diminution de la densité de dislocation et par conséquent de la contrainte avant d'atteindre un état stationnaire, où un équilibre entre écrouissage et adoucissement dynamique (restauration + DRX) est atteint. La Figure 1.13II illustre les différents mécanismes d'adoucissement dynamique avec la Figure 1.13IIa qui rappelle le processus de restauration dynamique, la Figure 1.13IIb la dDRX, la Figure 1.13IIc la cDRX et la Figure 1.13IId la gDRX.

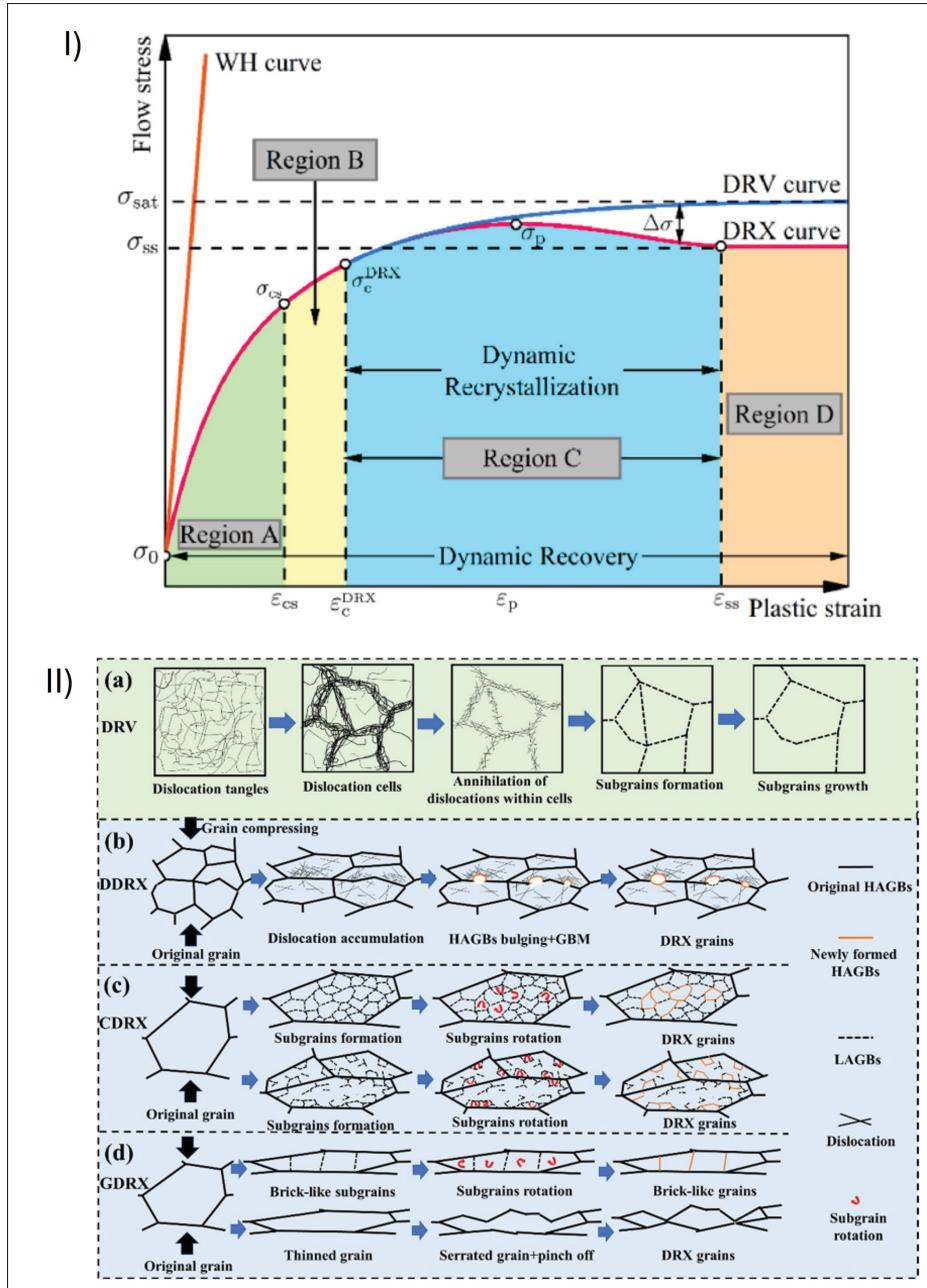


Figure 1.13 I) Représentation de la recristallisation dynamique sur une courbe de contrainte déformation II) schéma des mécanismes de DRV, dDRX, cDRX et gDRX Tirées respectivement de Liu *et al.* (2022); Fu *et al.* (2023)

La dDRX illustrée en Figure 1.13IIb correspond à la germination de nouveaux grains dépourvus de défaut dans certaines zones privilégiées (joints de grain, précipité...) et au grossissement de

ces cristallites pour former de nouveaux grains de forte désorientation. La recristallisation se fait de manière hétérogène avec des grains qui croissent au détriment de certains autres grains [Huang & Logé (2016); Humphreys & Hatherly (1995)].

La cDRX, est définie comme la formation de nouveaux grains de forte désorientation ($>15^\circ$) se faisant par la formation de sous structures de faible désorientation dont la désorientation augmente de manière homogène au cours de la déformation pour former des structures de forte désorientation [Huang & Logé (2016)]. La cDRX peut être vue comme l'étape ultime de la restauration dynamique où les sous-joints de grains formés finissent par devenir des grains de forte désorientation au cours de la déformation. Le mécanisme de cDRX est schématisé en Figure 1.13IIc

La gDRX schématisée en Figure 1.13IID intervient lorsque les grains initiaux s'allongent fortement dans une direction sous la déformation. Lorsque la dimension des grains devient petite dans une direction, un pincement local des joints de grains peut avoir lieu conduisant à la fragmentation des grains. Ce type de restauration est généralement observé pour des taux de déformation élevés à haute température, notamment dans des alliages d'aluminium [Huang & Logé (2016)].

L'occurrence des mécanismes d'adoucissement (restauration et DRX) dépend de la vitesse de déformation et de la température. Pour décrire ces mécanismes le paramètre de Zener-Hollomon (équation 1.10) liant la vitesse de déformation avec la température est généralement introduit, avec $\dot{\varepsilon}$ la vitesse de déformation, Q l'énergie d'activation, R la constante des gaz parfaits et T la température.

$$Z = \dot{\varepsilon} \exp(Q/RT) \quad (1.10)$$

La Figure 1.14 I présente la microstructure formée suite à un processus de dDRX dans du cuivre pur [Sakai & Jonas (2001)] avec des zones sujettes à la dDRX et avec la présence de grains non recristallisés. La Figure 1.14 II illustre quant à elle le processus de cDRX avec la formation de

sous-joints de grains conduisant à la formation de grain de forte désorientation dans un alliage d'aluminium [Musin *et al.* (2010)].

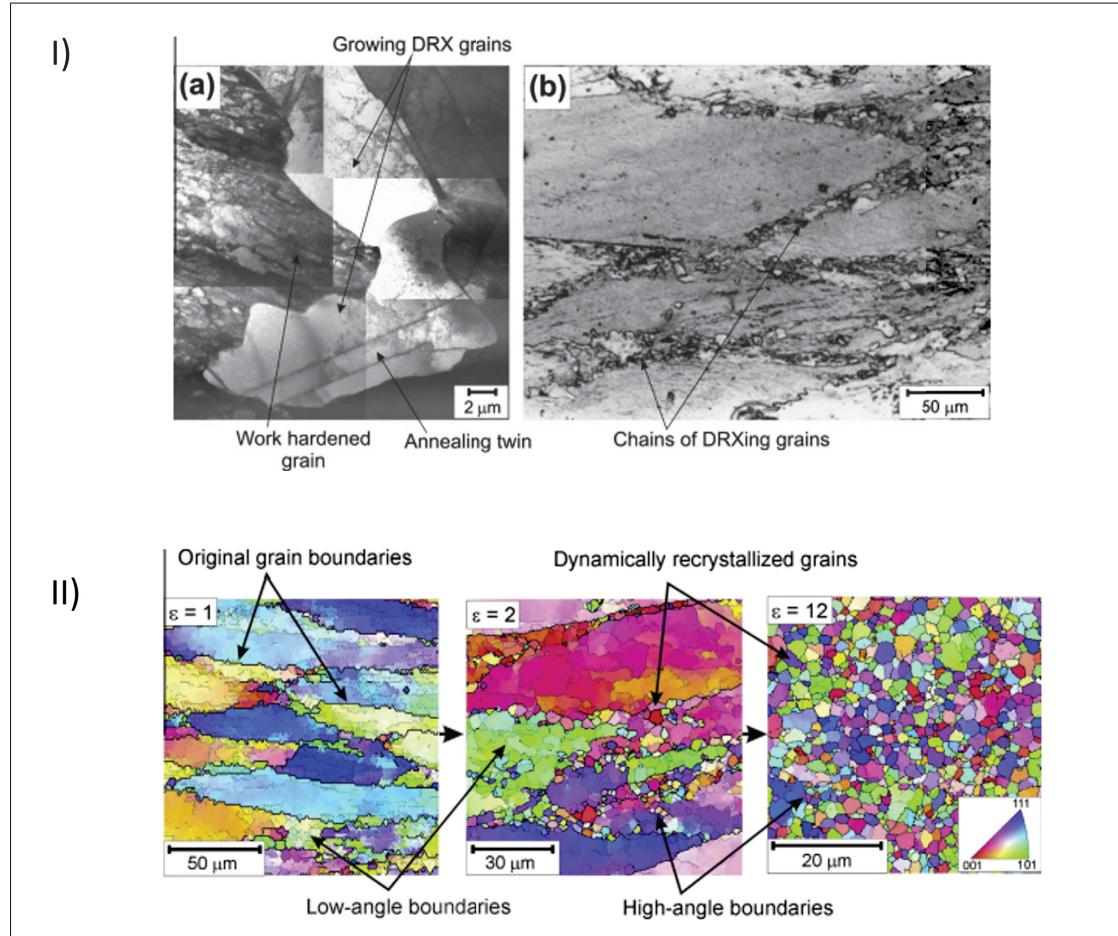


Figure 1.14 Microstructures typiques obtenues par dDRX et cDRX
Tirée de Sakai *et al.* (2014)

1.3.3 La précipitation et le vieillissement dynamique

Dans certains aciers austénitiques, des phénomènes de précipitation peuvent intervenir lors de la déformation à chaud, notamment avec la précipitation de carbures de chrome de type $M_{23}C_6$. Dans le cas d'un acier 316, la précipitation de carbure est observée après des vieillissements effectués au-dessus de 557°C [Lai (1983)]. Nikitin quant à lui, a observé un durcissement d'un acier 304 par galetage "deep rolling" à 550°C causé par la précipitation de carbures fins [Nikitin

et al. (2005); Nikitin & Scholtes (2012)]. Cependant, dans le cas du 316L étudié, ce dernier contient une faible quantité de carbone limitant la précipitation de carbure.

Bien que la précipitation soit limitée dans les aciers bas carbone, le phénomène de DSA peut être observé. Ce dernier provient de l’interaction entre les dislocations en mouvement et les atomes interstitiels tels que le carbone, le bore ou l’azote. Lors d’une déformation à chaud, ces atomes interstitiels peuvent diffuser dans le noyau de la dislocation, formant une atmosphère de Cottrell et entravant le mouvement des dislocations [Altenberger *et al.* (2005)]. Selon la température, le mécanisme du DSA est modifié : à basse température (250-350°C), il repose principalement sur la diffusion des atomes interstitiels (carbone et azote), tandis qu’à des températures plus élevées (400-700°C), la diffusion des atomes substitutionnels (chrome) est responsable du mécanisme du DSA [Samuel *et al.* (1988)]. Comme les quantités de carbone et d’azote sont faibles dans le 316L, le DSA est plus prédominant à des températures plus élevées en raison de la diffusion du chrome [Hong *et al.* (2005); Samuel *et al.* (1988)].

1.3.4 Paramètres influençant les mécanismes thermiquement activés

L’activation des mécanismes précédemment décrits dépend principalement de la température de déformation, du taux de déformation et de l’EFE du matériau. Une faible EFE, limite le glissement dévié et la montée des dislocations due à la dissociation des dislocations parfaites en dislocations partielles. Dans les matériaux à faible EFE, la restauration est donc limitée et la recristallisation de ces derniers se fait principalement par dDRX. Pour les matériaux à forte EFE, le glissement dévié et la montée des dislocations sont activés favorisant les processus de restauration et la cDRX [Huang & Logé (2016)].

Cependant, dans les matériaux à faible EFE et à une température de déformation peu élevée (0.3-0.5 T_f) et à fort taux de déformation (généralement atteint par des procédés de SPD) de la cDRX peut être observée [Sakai *et al.* (2014)]. La température de déformation n’étant pas suffisante pour permettre la migration des joints de grains responsable de la dDRX.

Pour résumer, Sakai et Jonas ont proposé le tableau présent en Figure 1.15 synthétisant les mécanismes activés en fonction de la température (relative par rapport à la température de fusion T_m du matériau) et de l'EFE du matériau [Sakai & Jonas (2001)]. Les domaines présentés dans ce tableau sont indicatifs car ils dépendent du taux de déformation.

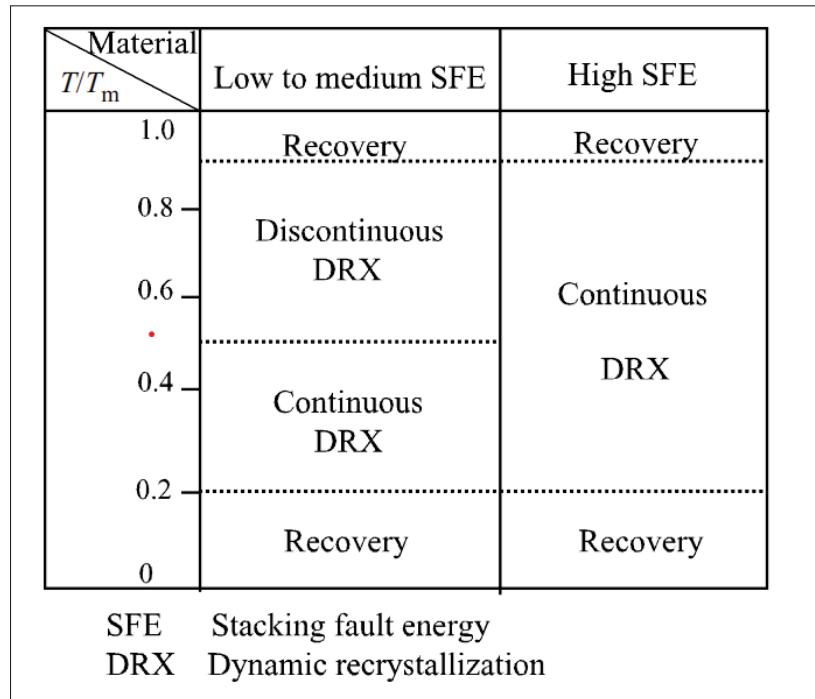


Figure 1.15 Comparaison des mécanismes thermiquement activés en fonction de la température relative (T/T_m) et de l'EFE du matériau
Tirée de Sakai & Jonas (2001)

1.4 La déformation plastique sévère de surface

Les procédés de SPD rassemblent les techniques permettant d'affiner la microstructure d'un matériau par écrouissage intensif. Des procédés de déformation plastique sévère massifs tels que l'ECAP ou l'HPT, sont utilisés pour former des matériaux massifs avec une microstructure ultrafine, voir nanostructurée [Edalati *et al.* (2022)]. Les procédés massifs permettent d'obtenir des propriétés mécaniques exceptionnelles, tel qu'une augmentation de la résistance maximale a

la rupture ou une meilleure résistance à la fatigue. Ces améliorations sont généralement faites au détriment de la ductilité. De plus ces procédés massifs sont difficilement industrialisables car ils ne permettent pas de traiter des géométries complexes.

Comme la surface des pièces mécaniques joue un rôle majeur durant leurs cycles de vie, que ce soit mécaniquement, notamment lors de sollicitations en fatigue (la surface étant un concentrateur de contrainte), ou à cause de son contact avec l'environnement extérieur (pouvant apporter des problématiques de corrosion). Des procédés dits de déformation plastique sévère de surface ont vu le jour ("Surface Severe Plastic Deformation : SSPD" en anglais). Ces procédés permettent de déformer mécaniquement la surface introduisant des gradients de propriétés (microstructure, dureté, contraintes résiduelles) tout en gardant la ductilité du matériau à cœur.

1.4.1 Les différents procédés de SSPD

De nombreux procédés ont été développés pour affiner la microstructure en surface et introduire des gradients de propriétés (contraintes résiduelles de compression, dureté...). Le concept de "mechanical design" décrit par Soyama dans la Figure 1.16 [Soyama (2015)] illustre les différents moyens et les effets d'une déformation plastique de surface sur les propriétés comme la fatigue ou la corrosion. L'introduction de déformation plastique sévère en surface d'un matériau se fait généralement soit par l'introduction de déformation par collision, soit par le contact d'un outil, soit par onde de choc.

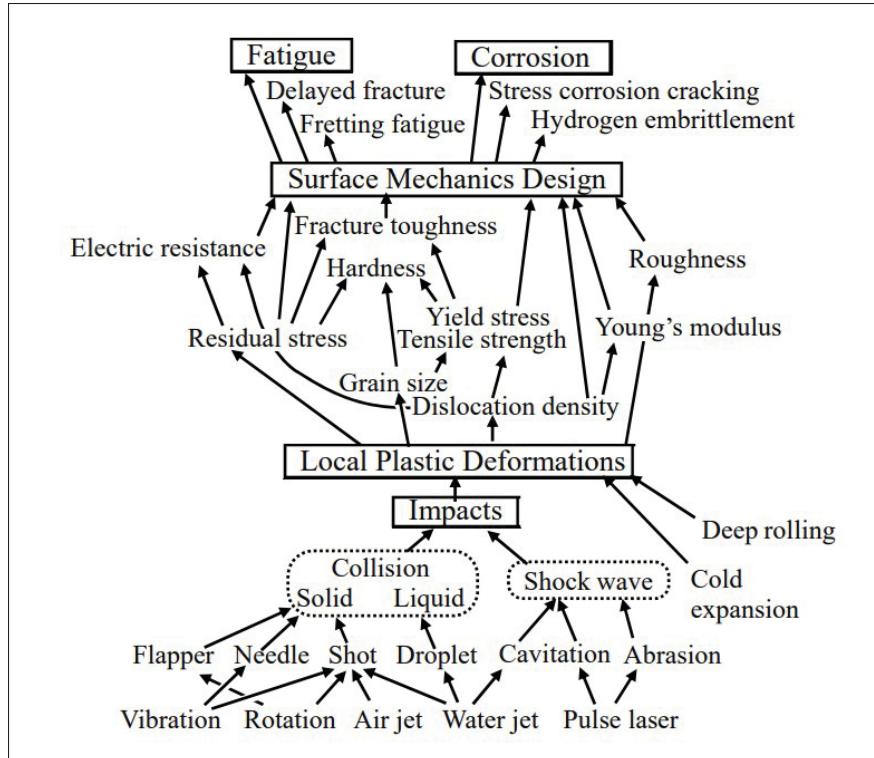


Figure 1.16 Concept de "mechanical design" de surface. La déformation plastique induite par écrouissage intensif permet de contrôler les propriétés mécaniques du composant mécanique comme la tenue en fatigue
Tirée de Soyama (2015)

La Figure 1.17 schématise les procédés de grenaiillage ("Shot Peening" en anglais) de galetage ("deep rolling") et de martelage laser ("laser shock peening" noté LSP). Le grenaiillage présenté en Figure 1.17a consiste à projeter des billes de façon unidirectionnelle à la surface du matériau cible. Le galetage ("deep rolling") dont le principe est illustré en Figure 1.17b, quant à lui, consiste à déformer la surface à l'aide d'un galet (ou bille) qui se déplace à la surface de la pièce avec une force appliquée. Le martelage laser présenté en Figure 1.17c consiste à affiner la microstructure grâce à une onde de choc. Cette onde de choc est produite par des impulsions laser effectuées à la surface d'une couche sacrificielle (généralement de la peinture ou une feuille métallique). Ces impulsions créent un plasma dont l'expansion induit une onde de choc dans le

matériau cible. Cette onde de choc apporte l'énergie nécessaire pour déformer plastiquement la surface du matériau [Birnbaum *et al.* (2010)].

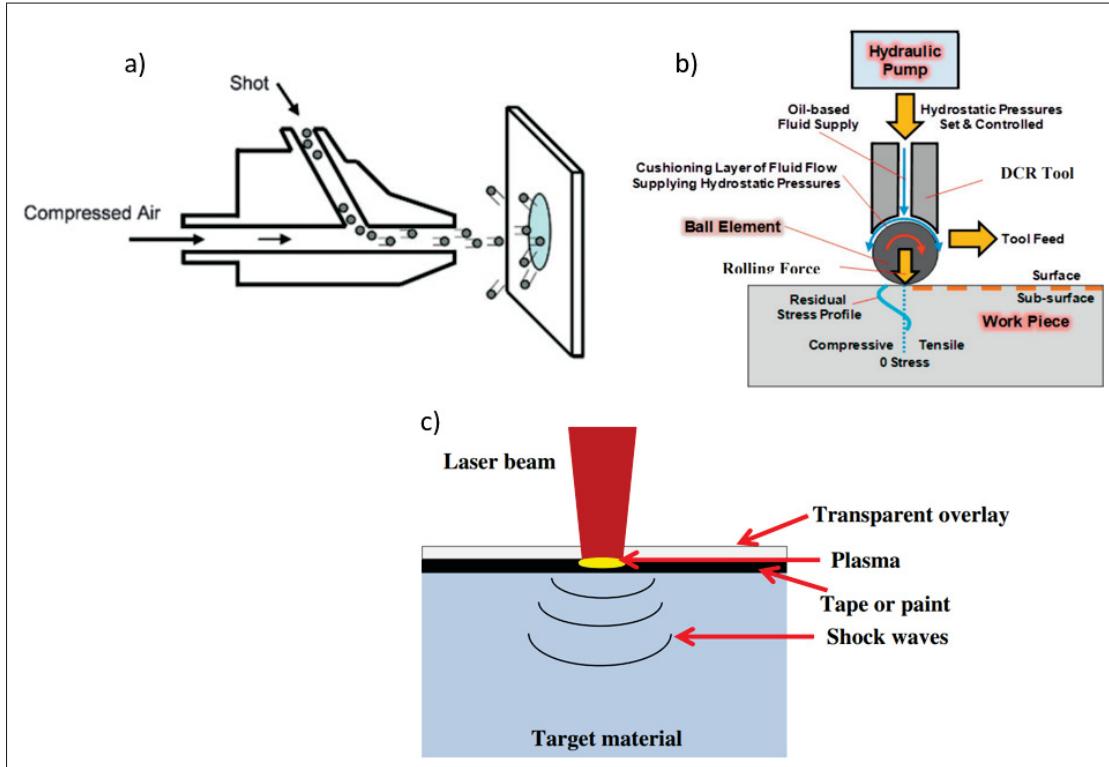


Figure 1.17 Schéma des principaux procédés de SSPD : (a) grenaillage, (b) "deep rolling" [Wong *et al.* (2014)], (c) "laser shock peening"
Tirées respectivement de Bagheri & Guagliano (2009); Wong *et al.* (2014);
Bhamare *et al.* (2013)

Bien que ces procédés ont pour objectif d'introduire des gradients de dureté et de contraintes résiduelles à la surface du matériau traité, des différences existent entre ces derniers. La Figure 1.18 illustre les gradients de dureté (Figure 1.18a) et de contraintes résiduelles (Figure 1.18b) obtenus après grenaillage, martelage laser et galetage pour des aciers inoxydables austénitiques 316/316L. Après traitement, la dureté et les contraintes résiduelles de compression sont maximales à la surface des pièces traitées. Les gradients introduits dépendent du traitement employé. En effet, un traitement de martelage laser permet d'introduire des contraintes résiduelles sur des profondeurs importantes (de l'ordre du millimètre), avec une amplitude de contrainte

introduite modérée. Un traitement de grenaillage permet de durcir et d'introduire davantage de contraintes résiduelles de compression en surface de la pièce mais sur une profondeur limitée ($\approx 400 \mu\text{m}$).

Ainsi chaque traitement présente des avantages et des inconvénients, les conditions d'utilisation de la pièce et sa géométrie conditionnent donc le type de traitement sélectionné. Par exemple, pour une application où le fini de surface est important, un traitement de galetage sera favorisé par rapport à un traitement de grenaillage qui généralement conduit à une augmentation de la rugosité de surface. À l'inverse des pièces à géométries complexes (engrenage...) peuvent être traitées par grenaillage en introduisant des contraintes résiduelles de compression en surface.

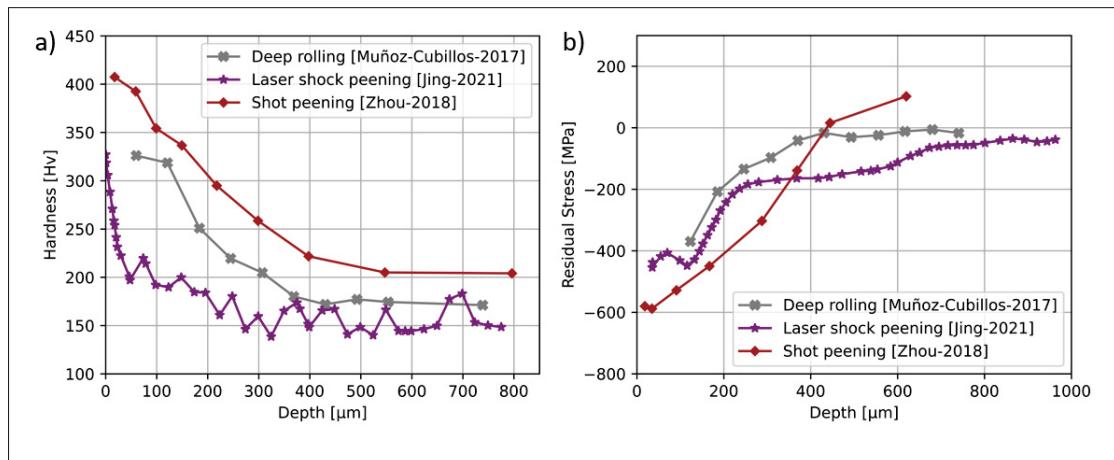


Figure 1.18 Comparaison des gradients de dureté et de contraintes résiduelles après galetage, martelage laser et grenaillage

Adapté de Muñoz-Cubillo *et al.* (2017); Jing *et al.* (2021); Zhou *et al.* (2018a)

Diverses variantes de ces procédés ont été conçues afin d'augmenter l'intensité et la sévérité des traitements dans le but de créer un affinement microstructural intensif en surface pouvant conduire à la formation d'une nanostructure de surface. Zhang & Wu (2023) ont réalisé une revue de la littérature regroupant les différents procédés de SSPD existant. Parmi ces procédés, nous pouvons retrouver le grenaillage sévère ("SSP : Severe Shot Peening"), le martelage ultrasonique (UNSM :"ultrasonic nanocrystal surface modification"), ou bien le grenaillage ultrasonique

permettant de produire des affinements plus prononcés que les procédés conventionnels décrits précédemment [Bagherifard *et al.* (2016); Kishore *et al.* (2022)].

1.4.2 Le grenaillage ultrasonique (SMAT)

Le grenaillage ultrasonique, également appelé SMAT pour "Surface Mechanical Attrition Treatment" ou parfois nommé SMAT-High dans la littérature, est un procédé dérivé du grenaillage conventionnel présenté en Figure 1.17a. L'intérêt de ce procédé est d'une part d'introduire des contraintes résiduelles de compression et d'autre part d'affiner la microstructure à la surface de la pièce traitée. Ce procédé consiste à mettre en mouvement une quantité de billes placées dans une enceinte fermée, comme illustré sur la Figure 1.19. Les billes (généralement de diamètre <3mm) sont mises en mouvement par les vibrations d'une pièce appelée sonotrode, qui vibre à une fréquence ultrasonique (environ 20 kHz). La mise en mouvement de cette sonotrode se fait par un signal émis par un générateur ultrasonique, qui est converti et amplifié via une colonne acoustique (convertisseur et amplificateur). La sonotrode vibre avec une amplitude généralement comprise entre 30 et 80 μm .

Un autre type de traitements de SMAT existe pour lequel les billes de grenaillage sont mises en mouvement par la rotation d'un excentrique qui déplace un plateau mobile. Dans ce cas, la fréquence de rotation est faible généralement d'environ 50 Hz et les billes utilisées généralement plus grosses (>3 mm). Ce traitement de SMAT est parfois référencé comme SMAT-Low dans la littérature.

La principale différence entre les deux traitements est la vitesse d'impact des billes à la surface avec une vitesse d'impact de l'ordre de $\sim 10 \text{ m.s}^{-1}$ pour le SMAT-high et de 0.5 m.s^{-1} pour le SMAT-low [Chen *et al.* (2011)]. Seul le SMAT high permet d'obtenir des vitesses de déformation élevées ($\approx 10^4 \text{ s}^{-1}$), et ainsi de pouvoir potentiellement, conduire à la formation d'une nanostructure de surface. La suite du document va principalement se focaliser sur la variante ultrasonique du SMAT.

La principale différence entre le SMAT et le grenaillage est la trajectoire des billes, qui dans le cas du SMAT suivent des trajectoires "aléatoires", impactant à la fois les parois de l'enceinte, la sonotrode, et la pièce placée dans la partie supérieure de la chambre de traitement (Figure 1.19). La particularité de ce traitement est que les impacts avec des angles d'incidence variés à la surface de la pièce permettent de mieux affiner la microstructure comparé à un traitement avec des impacts unidirectionnels produits par grenaillage conventionnel [Azadmanjiri *et al.* (2015)].

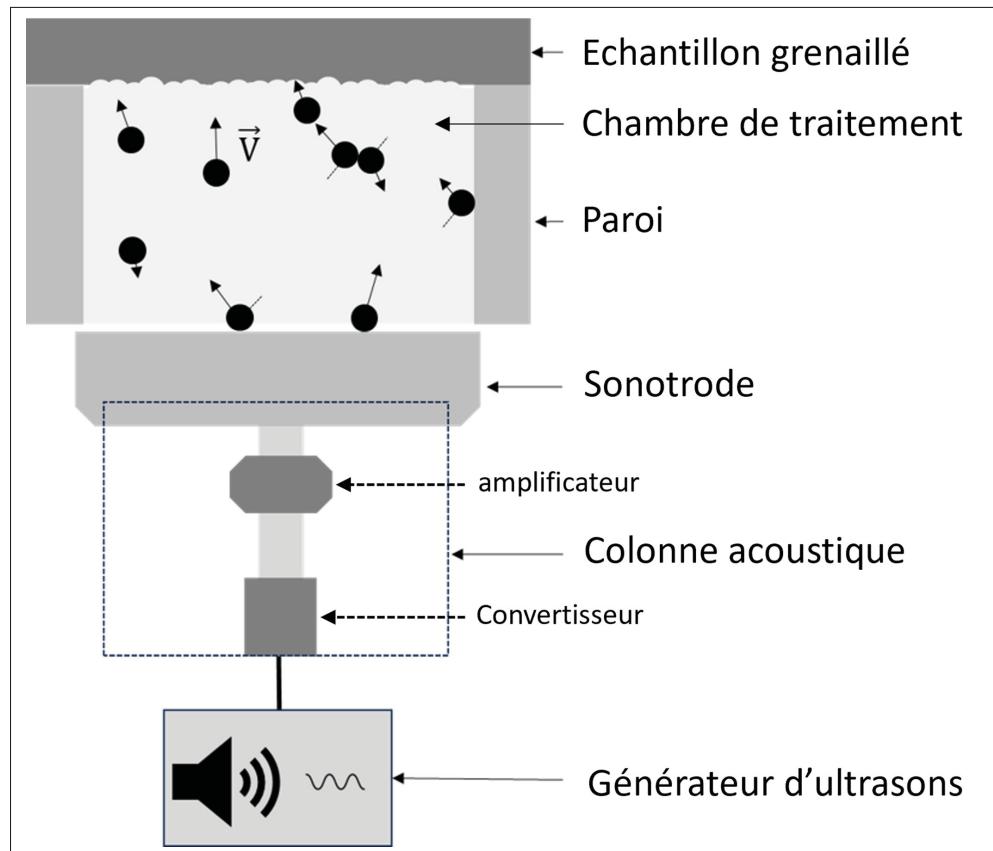


Figure 1.19 Schéma du principe de fonctionnement du traitement de SMAT

Avant d'aborder les différents paramètres influençant les gradients introduits par grenaillage ultrasonique, la partie suivante va détailler les modifications microstructurales apportées par un traitement de SMAT, en détaillant les mécanismes d'affinement microstructuraux.

1.4.3 Description des gradients générés par SMAT

Le traitement de SMAT est un traitement de SSPD permettant d'affiner la microstructure en surface du matériau traité. Il permet également d'introduire un gradient de dureté et de contraintes résiduelles de compression de la surface vers le cœur du matériau.

La Figure 1.20a illustre le gradient typique de microstructure introduit dans une pièce après SMAT. Ce gradient peut être décrit en différentes couches comme proposé par Samih *et al.* (2013). Afin de faciliter la description du gradient de microstructure formé, la description est faite en partant du cœur du matériau non déformé, jusqu'à la surface hyperdéformée.

Au cœur du matériau, la microstructure n'est pas affectée par le traitement, le matériau présente de gros grains avec peu de dislocations.

En se rapprochant de la surface, les grains initiaux commencent à être déformés plastiquement, correspondant à une couche appelée PDL pour "Plastically Deformed Layer". Dans cette couche, les grains ne sont pas affinés mais des marqueurs de déformation plastique sont observés (activités de dislocation...).

Plus proche de la surface, le taux de déformation est plus important (Figure 1.20b), les grains initiaux sont affinés/subdivisés, correspondant à une couche appelée zone de transition notée TL.

A la surface, dans la zone où le taux de déformation et la déformation sont maximaux, une couche avec des grains ultra-fins (taille de grain $<1 \mu\text{m}$) est formée notée (UFG pour "Ultra Fine Grain"). Cette zone peut être subdivisée en deux pour différencier à l'extrême surface la formation d'une nanostructure avec une taille de grain nanométrique ($<200 \text{ nm}$).

Les épaisseurs des différentes zones peuvent être estimées par analyses issue de cartes obtenues par diffraction d'électrons rétrodiffusés ("Electron BackScatter Diffraction" noté EBSD) comme illustré en Figure 1.20c) notamment via une approche basée sur le calcul des dislocations géométriquement nécessaires (GND) utilisé pour déterminer la fin de la zone plastiquement déformée [Samih *et al.* (2013)].

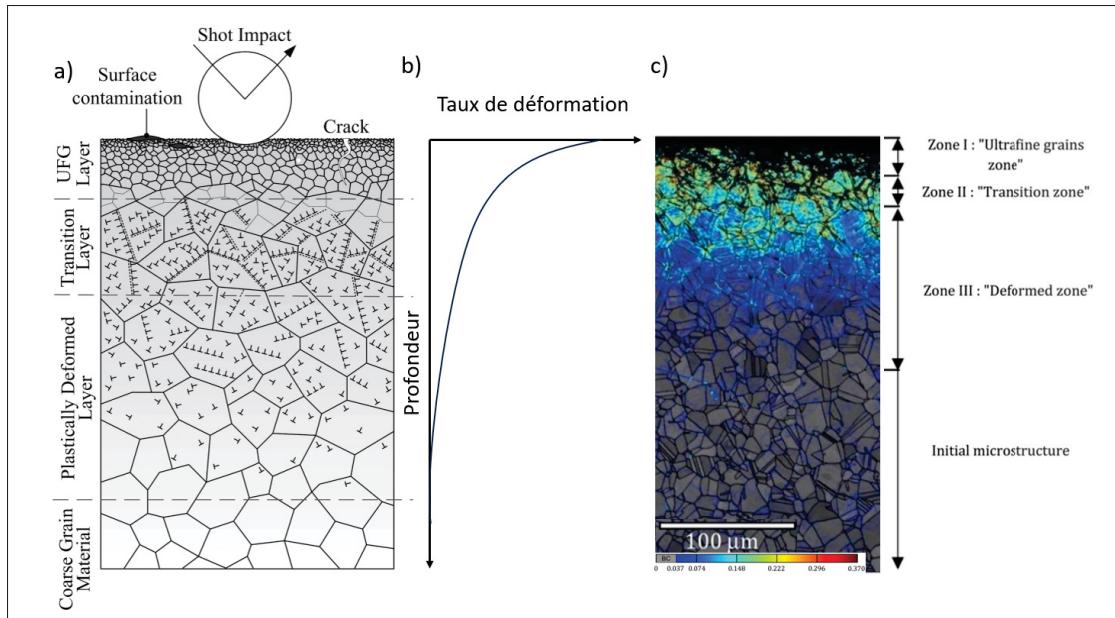


Figure 1.20 (a) Schéma du gradient de microstructure formé après traitement de SMAT, (b) taux de déformation en fonction de la profondeur, (c) carte EBSD représentant la densité de dislocations géométriquement nécessaires (GND), avec les différentes zones caractéristiques
Tirées de Grosdidier *et al.* (2023); Samih *et al.* (2013)

Ce gradient de microstructure est accompagné d'un gradient de dureté et de contraintes résiduelles comme illustré en Figure 1.21. Le SMAT conduit à une augmentation de la dureté en surface dans la région où la microstructure est affinée (loi de Hall Petch), avant de retrouver la dureté initiale au cœur du matériau (Figure 1.21a). Le SMAT met également la surface du matériau en compression avec un maximum de contraintes résiduelles de compression atteint en sous-surface ($\sim 50\text{-}100 \mu\text{m}$) avant de retrouver un domaine de traction au cœur du matériau (Figure 1.21b). Le maximum de contraintes résiduelles de compression atteint en sous-surface correspond à la zone où les contraintes de cisaillement sont maximales d'après la théorie de Hertz pour le contact d'un bille avec un plan [Novelli (2017)].

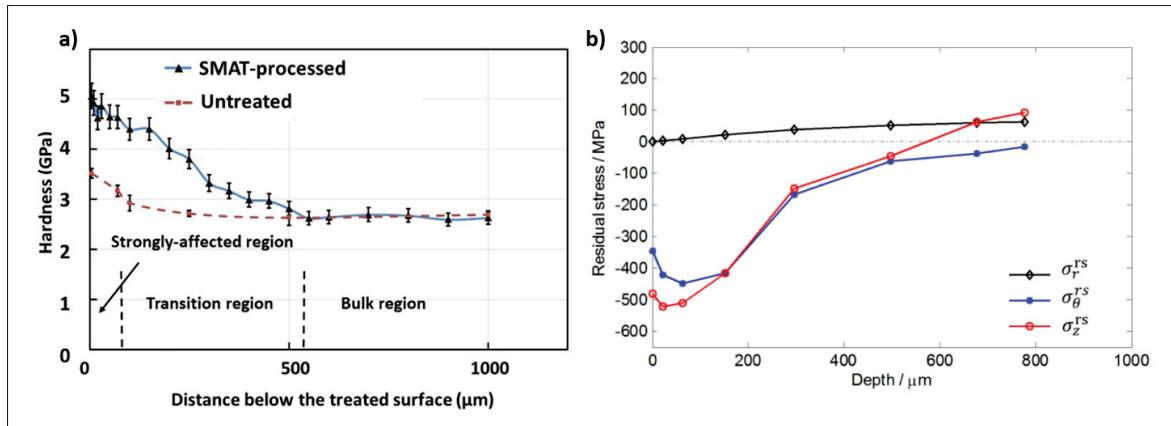


Figure 1.21 Gradient (a) de dureté et (b) de contraintes résiduelles introduits lors du SMAT à RT

Tirées de Wu *et al.* (2019); Zhou *et al.* (2018b)

1.4.4 Mécanismes d'affinement microstructuraux lors de SSPD

Les mécanismes de déformation impliqués dans l'affinement microstructural lors du SMAT dépendent du matériau et de leur EFE comme expliqué dans la Section 1.2.1.

Pour les matériaux présentant une EFE faible à modérée, la déformation est principalement accommodée par le maclage Tao & Lu (2009). Les mécanismes d'affinement microstructural sont illustrés à la Figure 1.22. Lors de la déformation, des macles mécaniques se forment et sont fragmentées par la suite. Cette fragmentation peut se produire par accumulation de dislocations dans les régions maclées (Figure 1.22I) ou par l'activation d'un second système de maclage lorsque les grains sont favorablement orientés (Figure 1.22II). Dans les deux cas, il en résulte une nanostructure caractérisée par des grains fortement désorientés. Lorsque la force motrice du maclage est suffisamment élevée pour traverser les interfaces créées par les premières macles, un affinement par intersection de macles se produit (Figure 1.22III). Ce mécanisme est à l'origine de la nanostructure observée par Zhang *et al.* dans un acier 304 soumis à un traitement de SMAT [Zhang *et al.* (2003)].

Le dernier mécanisme proposé et l'affinement par bande de cisaillement (Figure 1.22IV.). Dans les zones maclées où l'écrouissage devient difficile, une déformation localisée se produit sous la forme de bande de cisaillement. Bahl *et al.* ont détaillé ce mécanisme observé dans un acier 316L grenaillé par SMAT à température ambiante. Des bandes de cisaillement se forment sous la vitesse de déformation élevée. Une augmentation locale de la température a lieu au sein de ces bandes conduisant à un processus de recristallisation dynamique aboutissant à l'affinement de la microstructure par formation de nouveaux grains de forte désorientation suite à l'accumulation et à la réorganisation des dislocations [Bahl *et al.* (2017)].

Lorsque l'EFE est faible, l'affinement microstructural peut également être assisté par la transformation de phase martensitique. La germination de grains de martensite, couplée à l'introduction de dislocation dans la zone où la déformation et le taux de déformation sont élevés (surface) permettent de produire un affinement microstructural intensif, aboutissant à la formation d'une nanostructure [Chen *et al.* (2011)]. Dans cette étude portant sur un acier 304, l'occurrence de la transformation martensitique est rapportée comme étant plus efficace pour conduire à la formation d'une nanostructure par rapport à l'activité des dislocations.

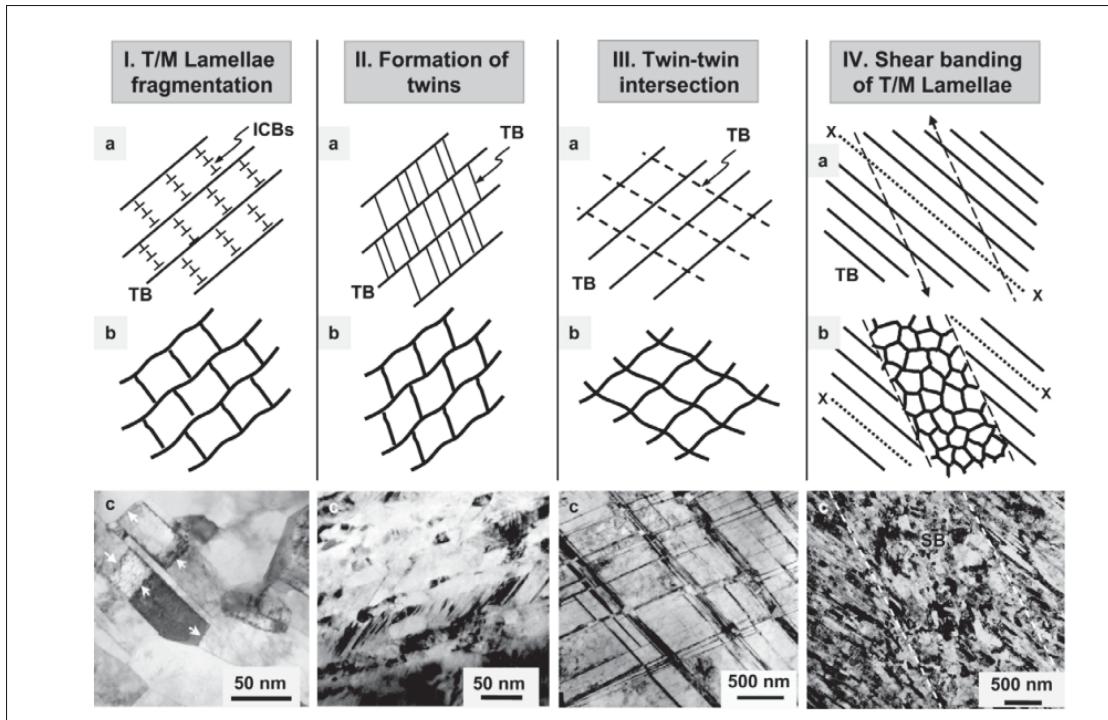


Figure 1.22 Mécanismes d'affinement microstructural dans les matériaux à faible EFE par I : fragmentation des régions macles/matrice II : par l'activation du système de maclage secondaire III : par l'intersection de macles IV : par formation de bande de cisaillement
Tirée de Tao & Lu (2009)

Pour les matériaux à forte EFE, un mécanisme d'affinement a été proposé par Tao *et al.* (2002) schématisé en Figure 1.23. Les dislocations introduites lors de la déformation plastique sévère se réorganisent soit en murs denses de dislocations (DDW) dans les plans de forte densité (110 pour le fer pur), soit en cellules de dislocations (DT) formant des sous-joints de grains de faible désorientation ($<5^\circ$). L'accumulation des dislocations conduit ainsi à l'affinement de la microstructure suite à leur réorganisation qui augmente la désorientation des sous-joints de grains qui se transforment progressivement en grains de forte désorientation ($>15^\circ$) au cours de la déformation. Ainsi la nanostructure formée représente l'ultime étape de ce processus et se caractérise par des nanograins de forme équiaxe de forte désorientation [Chen *et al.* (2011)].

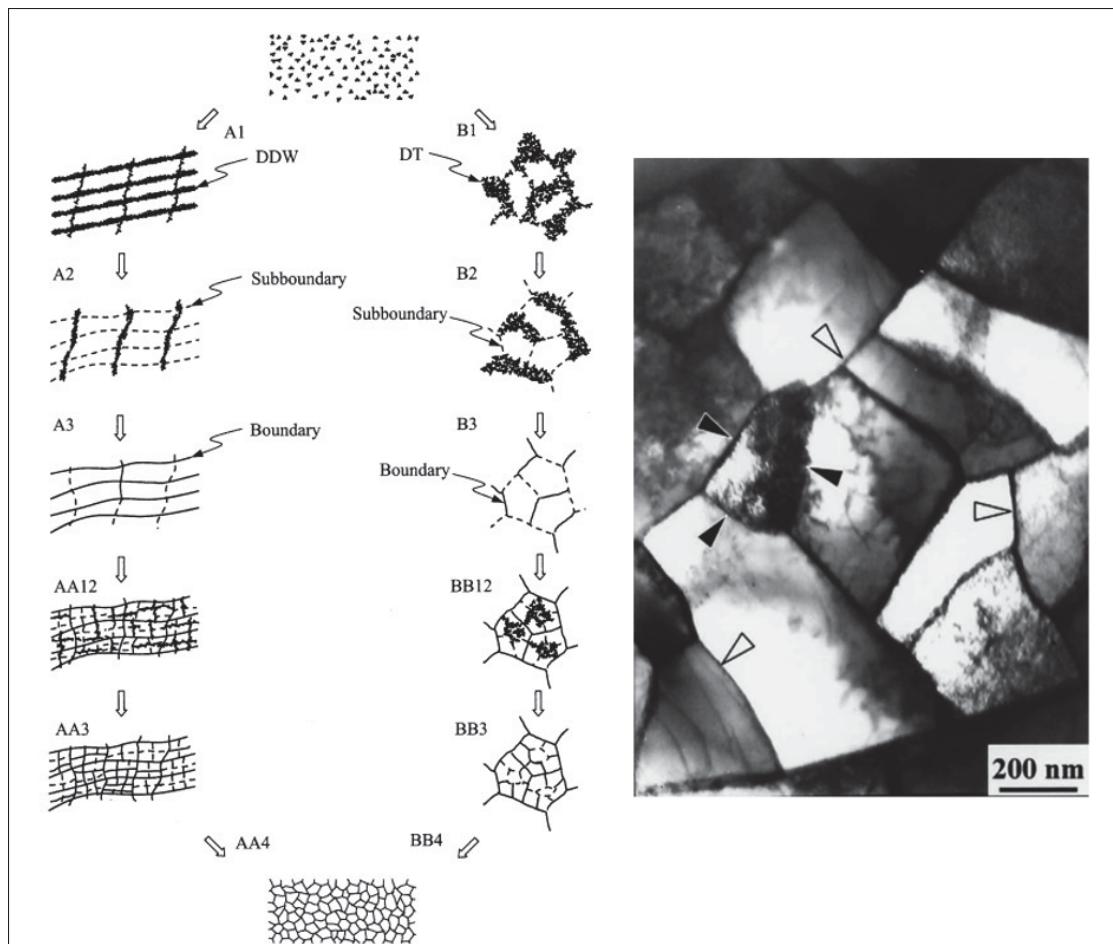


Figure 1.23 Mécanismes d'affinement microstructural dans les matériaux à EFE élevée par formation de murs denses de dislocations (DDW) et par formation de cellules de dislocations (DT)
Tirée de Tao *et al.* (2002)

Bien que la formation d'une nanostructure soit possible, la formation de cette dernière est fortement liée aux paramètres de traitement utilisés lors du grenaillage ultrasonique.

1.4.5 Les paramètres de traitement SMAT

Le procédé de SMAT est un procédé multiparamétrique, la Figure 1.24 illustre les paramètres principaux qui peuvent être contrôlés et qui affectent la dureté de surface et les gradients introduits dans le matériau.

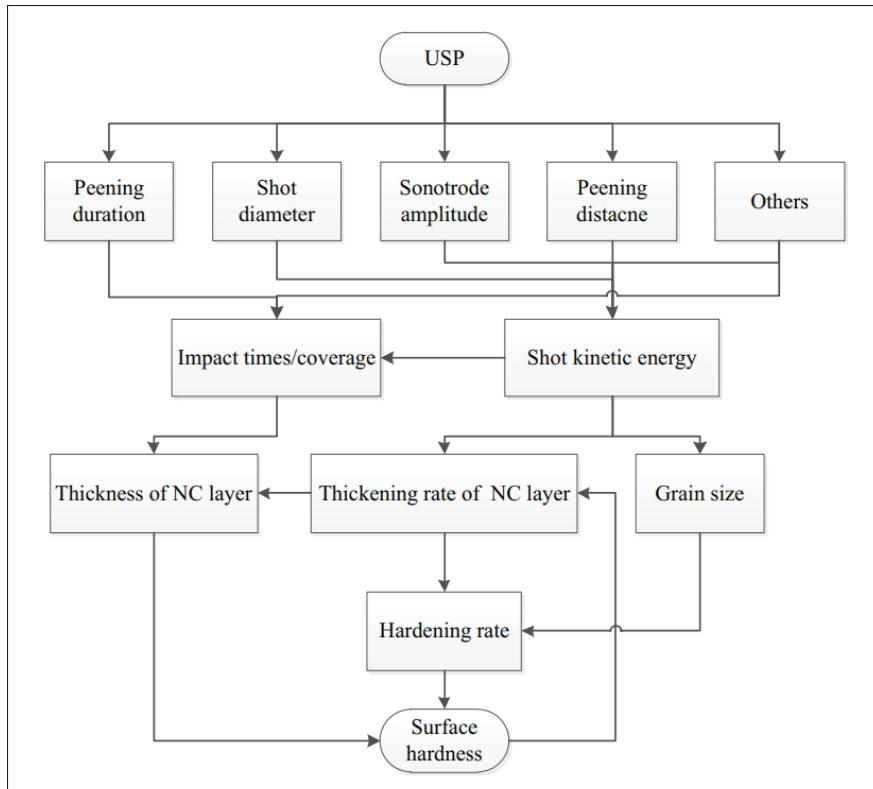


Figure 1.24 Paramètres SMAT influençant la dureté de surface d'une pièce traitée
Tirée de Zhu *et al.* (2017)

L'influence des principaux paramètres de traitement, tels que l'amplitude de la sonotrode, la durée du traitement, la nature et la taille des billes, ainsi que la température, sera détaillée dans les sections suivantes. La modification de ces paramètres dans le cadre du traitement SMAT affecte l'aspect de surface et l'affinement microstructural du matériau, ce qui se reflète dans le gradient de dureté introduit.

1.4.5.1 Influence de l'amplitude de la sonotrode et du temps de traitement

La Figure 1.25 montre le gradient de dureté introduit dans un acier 304L après des traitements de grenaillage ultrasonique de 3 et 20 minutes pour une amplitude de 40 et 60 μm . L'amplitude de la sonotrode et le temps de traitement affectent l'énergie transmise à la surface du matériau.

En effet, augmenter l'amplitude de la sonotrode permet d'augmenter l'énergie cinétique des billes comme montré par simulation numérique par Badreddine *et al.* (2014b). Ainsi, l'énergie transmise lors des impacts augmente, se traduisant par une augmentation de la dureté dans le matériau sur une profondeur plus importante comme illustré en Figure 1.25. L'étude de Roland *et al.* (2007) quant à elle montre que l'augmentation de l'amplitude de la sonotrode de 25 μm à 50 μm accroît principalement la profondeur affectée par le traitement, sans modifier la dureté de 450 HV atteinte en surface. Le fait que la dureté de surface ne soit pas affectée par l'augmentation de l'amplitude de la sonotrode est probablement due à une saturation de la taille de grain atteinte en surface, similaire pour les deux conditions de traitement.

Bien que l'augmentation de l'amplitude de la sonotrode permet d'augmenter le gradient de dureté produit ; l'augmentation de l'énergie d'impact conduit à des impacts plus profonds à la surface de la pièce causant une augmentation de la rugosité de surface [Chemkhi *et al.* (2011); Marteau *et al.* (2015)]. De plus, l'augmentation de l'amplitude de la sonotrode peut conduire à la formation de microfissures dans le cas d'un procédé trop intense, affectant les propriétés en fatigue à grand nombre de cycles [Gao *et al.* (2020)].

Comme pour l'augmentation de l'amplitude de la sonotrode, l'augmentation du temps de traitement permet d'augmenter le nombre d'impacts à la surface du matériau soit l'énergie transmise et par conséquent le gradient de dureté introduit (Figure 1.25) [Arifvianto *et al.* (2011); Sun (2013); Novelli (2017); Samih *et al.* (2013)]. Il est intéressant de noter qu'un traitement de 3 minutes avec une amplitude de 60 μm permet d'introduire un gradient de dureté similaire à un traitement de 20 minutes avec une amplitude de 40 μm (Figure 1.25).

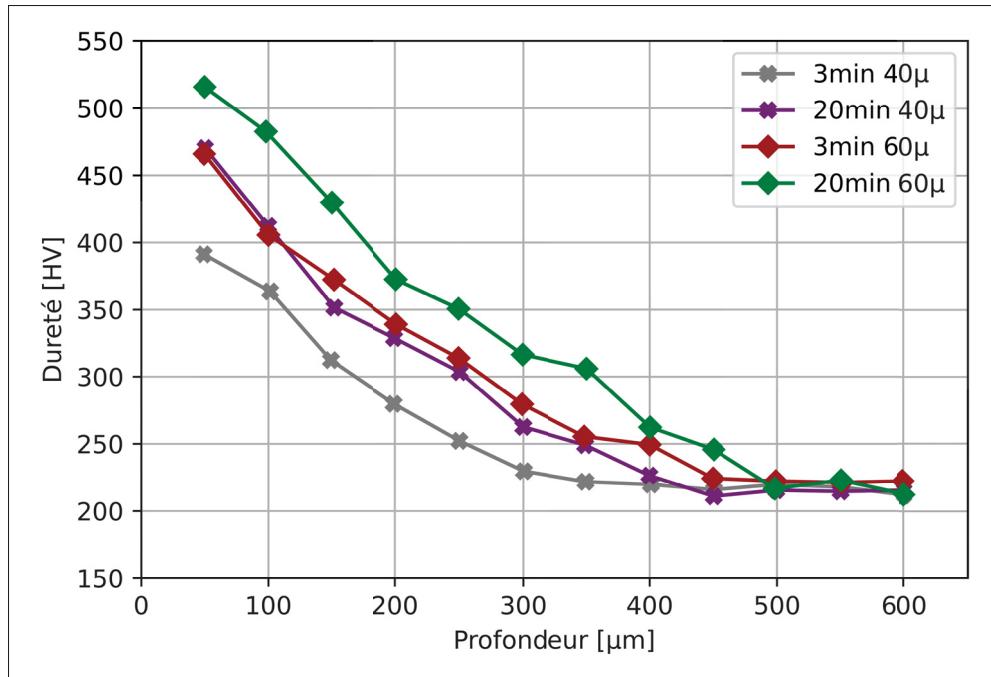


Figure 1.25 Effet du temps et de l'amplitude de la sonotrode sur le gradient de dureté
Adapté des travaux de Novelli (2017)

La figure 1.26a, issue des travaux de Arifvianto *et al.* (2011) représente le gradient de dureté introduit dans un acier 316L après différentes durées de SMAT. Après dix minutes de traitement, le gradient de dureté introduit par SMAT n'évolue plus. Cette saturation de dureté de surface est similaire à la saturation de dureté observée lors de l'augmentation de l'amplitude de la sonotrode. À partir d'une certaine durée (ici 10 minutes), l'énergie apportée ne permet pas d'affiner davantage la microstructure déjà écrouie.

Le temps de traitement affecte également l'état de surface du matériau et notamment la rugosité de surface comme présenté en Figure 1.26b. Au début des traitements de SMAT, un état transitoire est noté avec une évolution de la rugosité (augmentation ou diminution en fonction de la rugosité initiale de la pièce traitée). Cet état transitoire peut être interprété comme le temps nécessaire au recouvrement complet de la pièce par les impacts de billes. Une fois le recouvrement de la pièce par les impacts de billes atteint, les impacts subséquents tendent

à diminuer légèrement la hauteur des pics formés, conduisant à une légère diminution de la rugosité avec l'augmentation du temps de traitement [Arifvianto *et al.* (2011)].

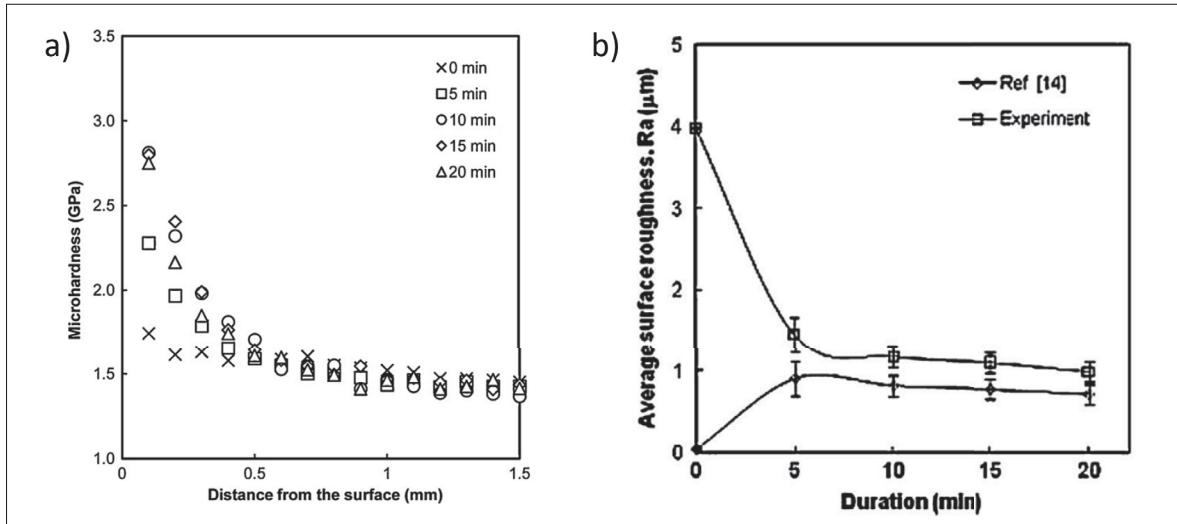


Figure 1.26 Effet de la durée de SMAT sur a) le gradient de dureté, b) la rugosité de surface d'un acier 316L
Tirée de Arifvianto *et al.* (2011)

1.4.5.2 Influence de la nature, de la taille et du nombre de billes

Un autre moyen permettant d'ajuster l'intensité du traitement de SMAT et de faire varier la taille, la nature ou le nombre de billes afin de modifier leur masse et ainsi l'énergie cinétique transmise au matériau. Ainsi, augmenter le diamètre des billes de greaillage permet d'augmenter l'énergie transmise au matériau. Cela se traduit par une augmentation de la dureté en surface et de la profondeur affectée par le traitement [Arifvianto *et al.* (2011)].

Cependant l'augmentation de la taille des billes augmente les interactions et les impacts entre les billes au sein de la chambre, diminuant le nombre d'impacts se produisant à la surface de l'échantillon [Badreddine *et al.* (2014b)]. Pour une taille de billes donnée, le nombre de billes utilisées affecte les interactions entre les billes : augmenter le nombre de billes augmente les impacts entre les billes diminuant le pourcentage d'impacts à la surface du matériau greaillé [Badreddine *et al.* (2014b)]. Chan *et al.* (2010) ont réalisé des traitements de SMAT avec 50,

100, 200 et 400 billes. Les meilleures propriétés mécaniques (en traction) sont atteintes pour un traitement réalisé avec 100 billes. L'augmentation de la taille des billes augmente également la rugosité de surface produite après le traitement [Arifvianto *et al.* (2011); Marteau *et al.* (2015)].

Les billes utilisées pour les traitements de SMAT sont généralement en acier dur du type 100C6. La dureté des billes peut affecter l'efficacité du traitement, les billes doivent être dures afin que le traitement de SMAT se produise sur la pièce à déformer et non sur les billes de grenaillage. Marteau *et al.* (2015) ont réalisé du grenaillage avec des billes en 304 et en 100C6 sur un acier 304. La rugosité de ce dernier est affectée par la nature des billes de traitement utilisées. Moins de pics se forment lors du grenaillage avec les billes en 304 qu'avec les billes en 100C6. Cette différence de rugosité est expliquée par la déformation des billes de 304 lors des impacts limitant la déformation induite dans l'échantillon résultant en une rugosité plus faible.

Ainsi, pour déformer des matériaux particulièrement durs, des billes en zircone ou en carbure de tungstène peuvent être utilisées, afin de prévenir la déformation des billes [Liu *et al.* (2017b)]. La nature des billes de traitement peut également affecter la contamination produite lors du traitement SMAT avec la présence de contamination provenant des billes à la surface des pièces grenaillées [Wen *et al.* (2015, 2011)].

1.4.5.3 Autres paramètres

D'autres paramètres influencent la nature des gradients introduits et la rugosité de surface des pièces grenaillées. La nature des éléments constituant la chambre affecte la distribution des impacts (vitesse, nombre et angle d'incidence) due à la variation de coefficient de restitution [Nouguier-Lehon *et al.* (2013)]. La géométrie de la pièce affecte la trajectoire des billes et la distribution des impacts. Badreddine a proposé un modèle numérique pour simuler la dynamique des billes (trajectoire et impact) pour l'application à des pièces industrielles avec des géométries complexes (comme des engrenages) [Badreddine *et al.* (2014a)].

1.5 Température comme variable lors des procédés de déformation plastique de surface

Un paramètre qui est rarement utilisé et contrôlé lors du SMAT est la température. L'effet du SMAT à température élevée est rapporté à ce jour seulement dans l'étude de Wei *et al.* (2022) dans un alliage NiTi précontraint. Dans cette étude, le SMAT à chaud permet d'affiner la microstructure en inhibant la formation de martensite induite par déformation en se plaçant au-dessus du Md_{30} tout en diminuant la limite élastique du matériau, favorisant sa déformation plastique. L'étude révèle que les contraintes résiduelles de compression introduites couplées à l'affinement microstructural produit par le SMAT améliorent la tenue en fatigue (flexion) bien que l'étude ne compare pas le traitement effectué à chaud avec un traitement réalisé à température ambiante.

Bien qu'à ce jour peu de travaux rapportent l'effet de l'augmentation de la température de SMAT sur les propriétés mécaniques, certains procédés de déformation plastique (sévère ou non) ont été étudiés en température. La section suivante va s'intéresser aux modifications de surface et des gradients introduits par des traitements de déformation plastique à chaud. Dans un second temps, l'effet de la modification des gradients sur les propriétés mécaniques (notamment en fatigue) et de corrosion sera abordé.

La température est un paramètre affectant la limite d'écoulement du matériau. Dans le cas des matériaux particulièrement difficiles à déformer plastiquement à température ambiante, augmenter la température de traitement permet de diminuer la limite d'écoulement du matériau, et ainsi introduire davantage de déformation [Molnár *et al.* (2019); Kashyap *et al.* (1988)].

1.5.1 Modifications de surface apportées par les traitements de déformation plastique en température

La diminution de la température de traitement entraîne une réduction de la rugosité de surface, comme observé par Novelli (2017) dans des aciers inoxydables austénitiques soumis au SMAT à température cryogénique. Maurel (2020) a également constaté une diminution de la rugosité

de surface dans un alliage de titane déformé à température cryogénique. Cette diminution de rugosité de surface avec la baisse de la température est attribuée à l'augmentation de la limite d'écoulement du matériau. Les billes déforment plus difficilement le matériau pour une même énergie d'impact, ce qui explique la rugosité plus faible mesurée en surface des échantillons.

À l'inverse, une augmentation de température de traitement cause une augmentation de la rugosité des pièces traitées [Harada *et al.* (2007); Tange & Ando (2002)]. Cette augmentation de rugosité s'explique par la diminution de la limite d'écoulement du matériau lors du grenaillage en température qui conduit à l'augmentation de la profondeur d'impact des billes de grenaillage à la surface du matériau [Tange & Ando (2002)]. La température de grenaillage affecte également l'intégrité de surface du matériau. Lors de grenaillage en température des oxydes se forment à la surface de la pièce, de la contamination peut également se produire en surface. Peu d'études s'intéressent à la nature des oxydes formés et cette couche d'oxyde est généralement retirée pour étudier l'effet des traitements thermomécaniques sur le matériau [Lim *et al.* (2021); Liu *et al.* (2018)].

1.5.2 Modification des gradients

1.5.2.1 Effet de la température de traitement thermomécanique sur le gradient de dureté

Dans le cas des aciers austénitiques inoxydables, diminuer la température de SMAT favorise la transformation martensitique. Cela est dû d'une part à la diminution de l'EFE (voir section 1.2.1), et à l'augmentation de la force motrice nécessaire à la transformation martensitique d'autre part (voir section 1.2.4). Cette transformation de phase permet de produire un meilleur affinement microstructural se traduisant par l'augmentation de la dureté de surface produite par SMAT à température cryogénique en comparaison avec un traitement effectué à l'ambiente [Novelli (2017)]. La transformation martensitique est également nécessaire pour conduire la formation d'une nanostructure de surface dans un acier 304, tandis que l'activité de dislocation permet uniquement d'obtenir des grains ultrafins [Chen *et al.* (2011)].

Les études portant sur le grenaillage à chaud montrent que la diminution de la limite d'écoulement causée par l'augmentation de la température de traitement permet d'introduire davantage de déformation dans le matériau notamment en sous-couche. Cela se traduit par une augmentation de la dureté et par la formation d'un gradient de dureté sur des profondeurs plus importantes [Tange *et al.* (1999); Tange & Ando (2002); Harada & Mori (2005); Liu *et al.* (2021a)]. C'est l'observation faite par Harada & Mori (2005) sur la Figure 1.27. Cette figure représente les gradients de dureté d'un acier SUP9 après grenaillage en température dans la gamme 20-500°C. Une augmentation de la dureté en surface et en sous-couche est observée lors du grenaillage (avec un optimum à 200°C). L'augmentation de la température de grenaillage permet également d'augmenter la profondeur affectée par le traitement (50 µm affectés à température ambiante contre 250 µm affectés à 400°C).

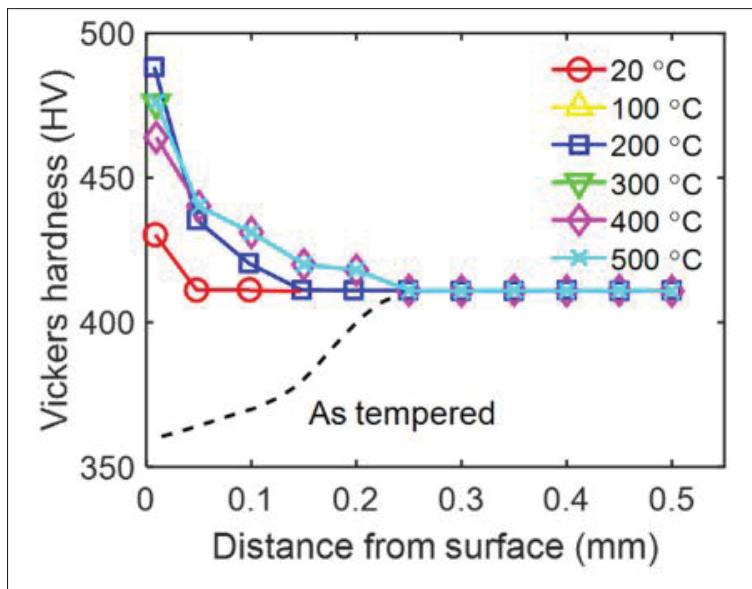


Figure 1.27 Gradient de dureté après grenaillage effectué à différentes températures d'un acier SUP9
Tirée de Liu *et al.* (2021b) adapté des travaux de Harada & Mori (2005)

L'effet de la température de déformation sur la dureté de surface est discuté, avec des comportements différents selon les matériaux étudiés. En effet, Hu *et al.* (2018) notent une augmentation

de la dureté en surface lors de traitement en température comparé aux traitements à température ambiante, alors que Li *et al.* (2017) mentionnent une diminution de la dureté à l'extrême surface après traitement en température. Harada & Mori (2005), quant à eux, notent une augmentation de la dureté avec l'augmentation de la température dans un premier temps (jusqu'à 200°C, Figure 1.27) avant d'observer une diminution de la dureté à des températures de traitement plus importantes. Les différentes variations de dureté de surface observées en température sont liées à la variété des mécanismes mis en jeux lors des traitements en température dans les différents matériaux tels que des mécanismes d'adoucissement (restauration et recristallisation dynamiques) [Peral *et al.* (2020); Harada & Mori (2005)] et/ou des mécanismes de durcissement (précipitation, DSA) [Nikitin *et al.* (2005); Tange *et al.* (1999)] qui selon les matériaux sont présents ou non pour un couple déformation/température donné.

1.5.2.2 Effet de la température de traitement de déformation sur le gradient de contraintes résiduelles

L'introduction de la température dans les procédés de déformation plastique (sévère) affecte les contraintes résiduelles introduites dans le matériau. Dans le cas des traitements à température cryogénique, la transformation de phase martensitique se produisant dans les aciers austénitiques inoxydables conduit à l'augmentation des contraintes résiduelles de compression introduites lors du SMAT à température cryogénique [Novelli (2017)].

Pour les traitements effectués à chaud, l'évolution des gradients de contraintes résiduelles suit généralement les gradients de dureté avec une augmentation des contraintes introduites en surface et en sous-couche lors de traitements de grenaillage en température [Menig *et al.* (2002, 2006)]. Par exemple, la Figure 1.28 représente le gradient de contraintes résiduelles introduit après grenaillage à diverses températures dans un acier à ressort SUP9. L'augmentation de la température de traitement semble dans un premier temps augmenter les contraintes résiduelles de surface jusqu'à 200°C. Dans un second temps (après 200°C), une diminution des contraintes résiduelles en surface est observée comparé à un traitement ambiant. Cependant les traitements en température permettent d'introduire davantage de contraintes de compression en sous-couche du

matériau affectant une profondeur plus importante. Dans cette étude, un optimum de contraintes résiduelles est mesuré pour un traitement à 300°C. Tange *et al.* (1999) quant à eux, notent une augmentation des contraintes à la fois en surface et en sous-couche lors du grenaillage en température d'un acier à ressort (SUP7). Ces différences entre les deux études peuvent être dues d'une part à la différence de composition chimique du matériau d'étude influençant les mécanismes de déformation mis en jeu. D'autre part, aucune de ces études ne mentionne la variabilité de mesure pour les différents points. Cette dernière pourrait également en partie expliquer la différence de comportement observé entre les deux études.

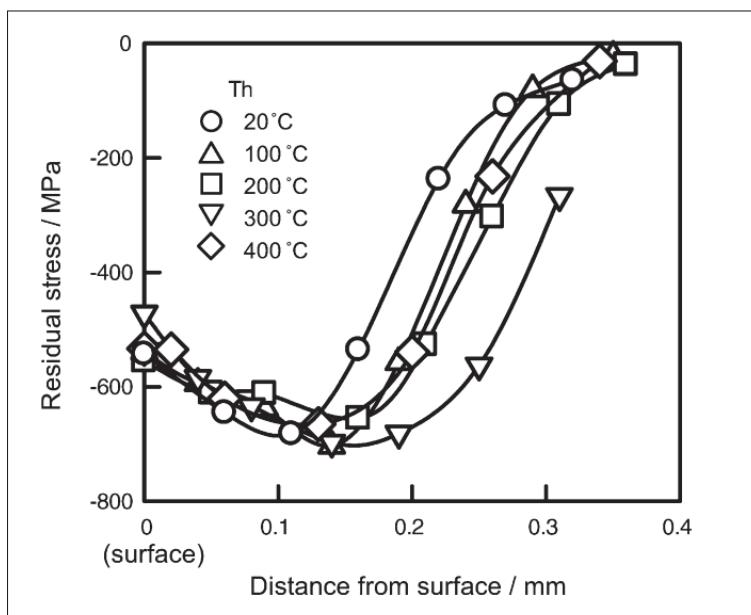


Figure 1.28 Gradient de contraintes résiduelles après grenaillage effectué à différentes températures d'un acier SUP9
Tirée de Harada & Mori (2005)

La modification des microstructures et des gradients avec la température de traitement conduit à une modification du comportement mécano-physique qui est détaillé dans la section suivante.

1.5.3 Effet de la température de traitement sur les propriétés mécaniques et de corrosion

1.5.3.1 Effet du SMAT à température ambiante sur les propriétés en fatigue

Les traitements de SMAT sont principalement utilisés pour affiner la microstructure d'une pièce en surface et pour introduire des contraintes résiduelles de compression, propriétés recherchées pour augmenter la résistance à la fatigue des pièces mécaniques. De nombreuses études mentionnent l'effet des procédés de déformation plastique sévère de surface comme étant bénéfique pour la tenue en fatigue des composants [Carneiro *et al.* (2020); Dai & Shaw (2008)]. L'amélioration des propriétés en fatigue étant attribuée à l'affinement des grains en surface et à l'introduction de contraintes résiduelles de compression limitant l'amorçage et la propagation de fissure [Roland *et al.* (2006)]. Plus particulièrement, le SMAT permet d'améliorer les propriétés en fatigue que ce soit celles des aciers austénitiques [Roland *et al.* (2006); Dureau *et al.* (2020, 2022); Sun *et al.* (2017b); Zhou *et al.* (2017)]; des alliages de titanes [Kumar *et al.* (2014); Maurel *et al.* (2021); Yan *et al.* (2019)]; ou d'autres alliages [Gao *et al.* (2020); Anand Kumar *et al.* (2012)].

Le grenaillage peut néanmoins s'avérer néfaste pour la tenue en fatigue si les paramètres procédé causent un « over peening » formant des microfissures susceptibles de se propager lors de sollicitations en fatigue [Nam *et al.* (2015); Gao *et al.* (2020)]. Ce phénomène est généralement observé d'une part dans des matériaux durs et fragiles [Unal & Varol (2014); Feng *et al.* (2016)]. Il est également observé dans les matériaux sensibles à l'effet d'entaille où l'effet de la rugosité de surface introduite par le SMAT n'est pas compensé par les contraintes résiduelles de compression introduites. Ainsi les traitements de SMAT réduisent la durée de vie en fatigue de ces alliages [Liu *et al.* (2007); Gao *et al.* (2020); Maurel *et al.* (2020)].

1.5.3.2 Effet de la température de déformation plastique de surface sur les propriétés en fatigue

Bien que des traitements de SMAT à température cryogénique diminuent la rugosité de surface et permettent d'introduire davantage de déformation dans un acier 304L, par effet TRIP, avec la formation de martensite. L'activation de la transformation martensitique cause un meilleur affinement microstructural se traduisant par une augmentation de la dureté de surface produite. Cependant, le comportement en fatigue est sensiblement comparable à celui d'un acier déformé par SMAT à température ambiante [Dureau *et al.* (2020)].

À l'inverse, le grenaillage à chaud d'un acier 4140 cause une augmentation de la rugosité, toutefois une amélioration de la tenue en fatigue est notée comparée à des traitements réalisés à l'ambiente [Wick *et al.* (2000)].

L'étude des effets des procédés de déformation en température sur les propriétés en fatigue est principalement limitée aux aciers à haute résistance mécanique utilisés dans l'automobile [Menig *et al.* (2002); Wick *et al.* (2000); Ye *et al.* (2011); Tange & Ando (2002)] et dans les alliages de titane [Zhou *et al.* (2015); Lim *et al.* (2021); Meng *et al.* (2017)]. Par exemple, Menig *et al.* (2002) ont montré qu'un traitement de grenaillage à 330°C permet d'augmenter de 530 à 704 MPa la résistance à la fatigue comparée à un grenaillage à température ambiante (voir Figure 1.29) soit une augmentation d'environ 34%.

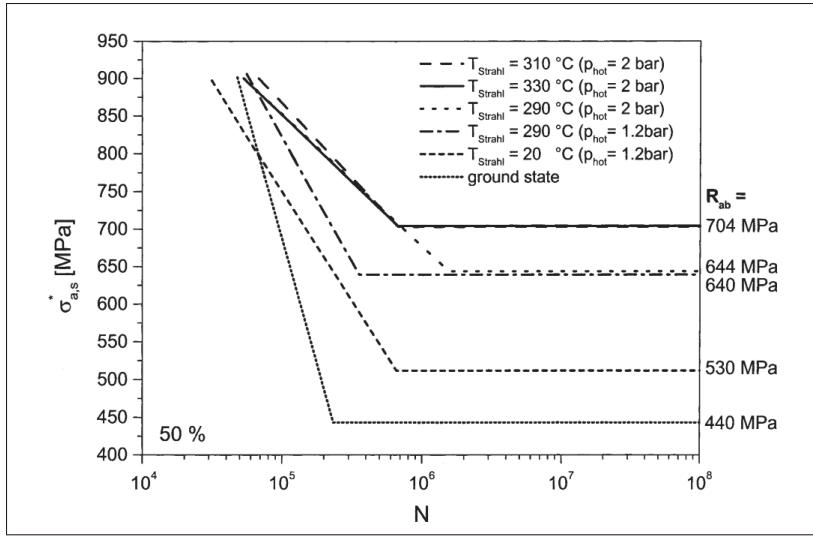


Figure 1.29 Courbe SN d'un acier 4140 ayant subi du grenaillage à chaud
Tirée de Menig *et al.* (2002)

Il est aussi intéressant de noter que les procédés de déformation à chaud peuvent permettre de repousser les sites d'amorçage des fissures en sous-couche [Angkurarach & Juiererm (2020); Tange & Ando (2002)] comme illustré en Figure 1.30 ce qui est généralement lié à une augmentation de la durée de vie en fatigue [Masaki *et al.* (2004); Torres (2002)].

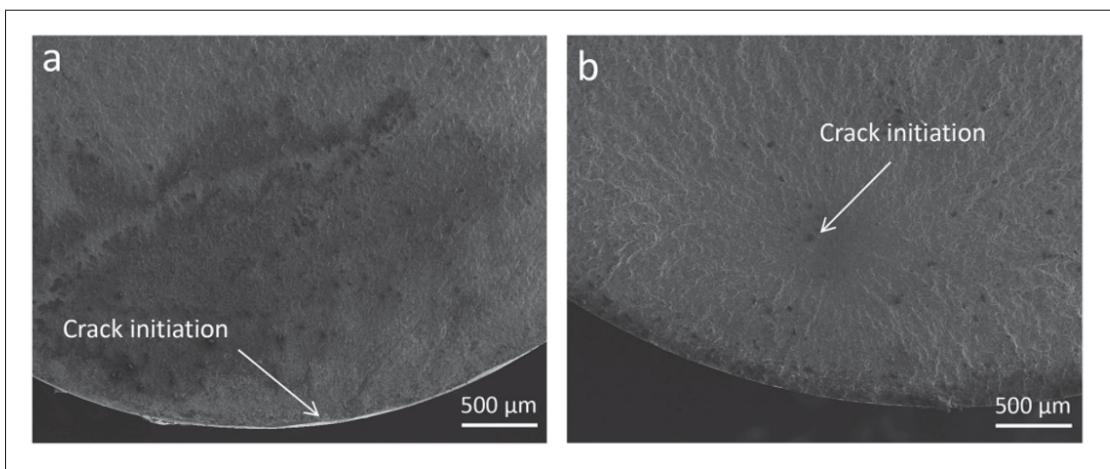


Figure 1.30 Faciès de rupture d'un acier martensitique non traité et galeté à 200°C
Tirée de Angkurarach & Juijerm (2020)

L'augmentation de la durée de vie en fatigue est attribuée d'une part à l'affinement microstructural produit lors des déformations à chaud, et d'autre part aux contraintes résiduelles introduites. En effet, au-delà de la modification des profils de contraintes résiduelles introduite par les traitements de déformation plastique en température, leur stabilité affecte la tenue en fatigue. Angkurarach & Jujiern (2020) se sont intéressés à la stabilité des contraintes résiduelles lors du chargement cyclique après des traitements de "deep rolling" à température ambiante et à 200°C. La Figure 1.31 montre les contraintes résiduelles mesurées après différents cycles de flexion rotative à 517 MPa (fatigue à RT) pour un échantillon déformé à température ambiante et un autre déformé à 200°C. Le traitement en température permet de stabiliser les contraintes résiduelles qui relaxent moins vite que les contraintes introduites par le traitement de deep rolling à température ambiante. La différence de relaxation des contraintes est d'autant plus importante à de faibles contraintes. Ce phénomène est attribué à la stabilité de la microstructure qui sous l'effet d'une forte charge ne permet pas d'inhiber les effets de la relaxation.

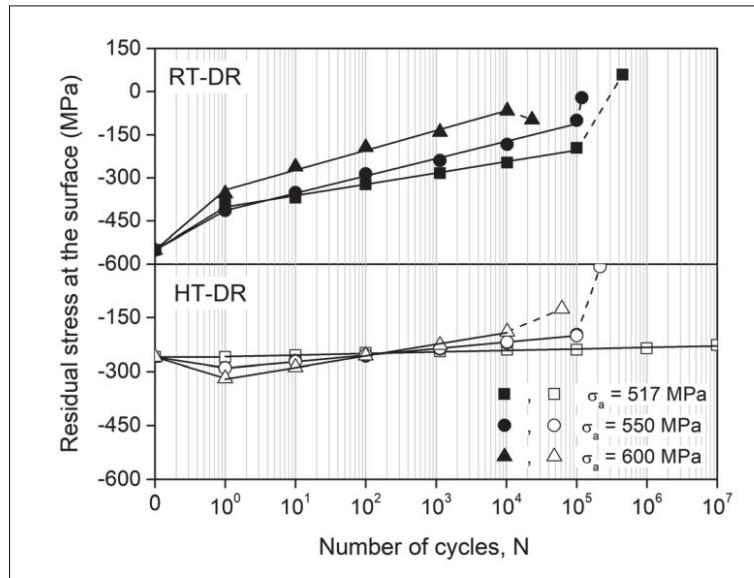


Figure 1.31 Évolution des contraintes résiduelles de surface au cours d'un essai de flexion rotative pour des échantillons "deep rolled" à RT et 200°C
Tirée de Angkurarach & Jujiern (2020)

Zhou *et al.* (2015) ont noté un comportement similaire pour un alliage de titane. En balayant la plage de température, de l'ambiante à 500°C, les auteurs ont noté une température optimale de 300°C où les contraintes résiduelles bien que plus faibles que celles introduites dans un échantillon martelé à l'ambiante sont plus stables lors de la sollicitation en fatigue.

De manière similaire, le grenaillage à chaud d'un acier 4140 conduit à une plus faible relaxation des contraintes résiduelles lors de la sollicitation en fatigue [Menig *et al.* (2002, 2006)]. Cette meilleure stabilité des contraintes est attribuée à une plus faible mobilité des dislocations lors du processus de fatigue causée par le blocage des dislocations suite à un mécanisme de DSA intervenant lors du grenaillage à chaud. Nikitin *et al.* quant à eux, attribuent la meilleure stabilité des contraintes résiduelles introduite par Deep Rolling à chaud dans un acier 304 à la précipitation de carbures fins, limitant la mobilité des dislocations lors de la sollicitation mécanique [Nikitin & Scholtes (2012); Nikitin *et al.* (2005)].

Il est intéressant de noter que la température idéale de traitement pour obtenir les meilleures propriétés en fatigue ne correspond pas nécessairement à celle où un maximum de contraintes résiduelles de compression est introduit en surface [Nikitin *et al.* (2005)] mais plutôt à la température à laquelle des mécanismes additionnels sont activés permettant la stabilisation de la structure de dislocations lors de la sollicitation mécanique.

1.5.3.3 Effet de la température de SMAT sur les propriétés en corrosion

Au-delà de la tenue mécanique de la pièce, la tenue dans le temps de la pièce dans son environnement peut également être critique. L'acier inoxydable étant utilisé pour ses bonnes propriétés et sa tenue à la corrosion, il est important d'étudier comment des traitements en température affectent ses propriétés.

La Figure 1.32 montre les courbes de polarisation pour un acier 304 grenaillé avec des billes de différents diamètres à température ambiante. Il est rapporté que des traitements de grenaillage à température ambiante altèrent les propriétés en corrosion diminuant la valeur du potentiel de corrosion (barrière énergétique à franchir pour démarrer le processus de corrosion) et conduisant

à une augmentation du courant de corrosion (représentatif de la vitesse de la réaction) par rapport à un matériau non grenaillé [Balusamy *et al.* (2013)]. Le SMAT conduit aussi à la diminution du domaine de passivation, due à l'augmentation des défauts (joints de grains...) qui sont des sites privilégiés pour la germination de piqûre de corrosion [Balusamy *et al.* (2013)]. Dans le cas des aciers inoxydables, la transformation martensitique produite lors de la déformation s'avère néfaste pour les propriétés en corrosion. En effet, un couple galvanique se crée entre la martensite et l'austénite augmentant le courant de corrosion [Lee *et al.* (2009)].

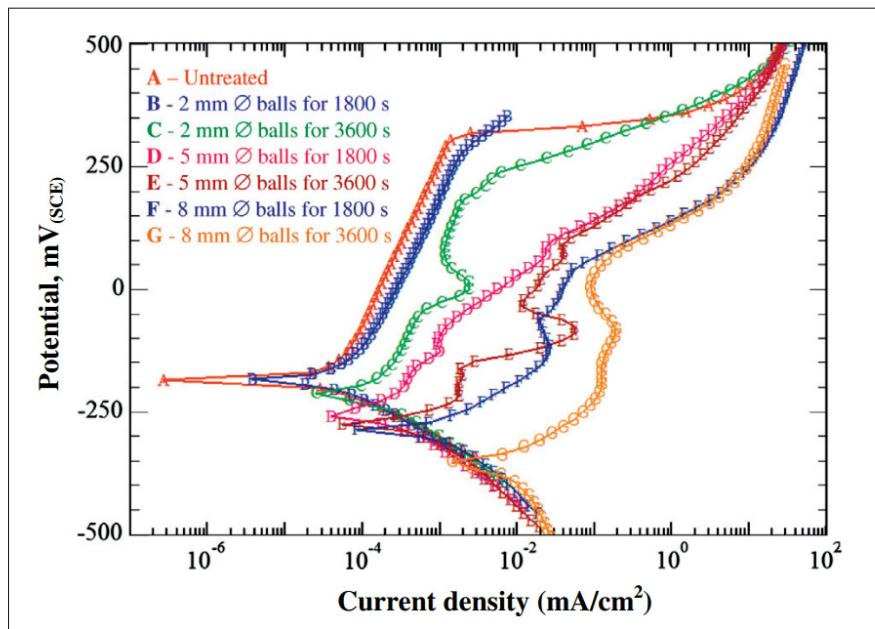


Figure 1.32 Courbes de polarisation pour des échantillons d'acier austénitique 304 grenaillés (par SMAT-low) avec différentes tailles de billes
Tirées de Balusamy *et al.* (2013)

La contamination produite par les impacts de billes lors du SMAT peut également altérer la tenue en corrosion : Wen *et al.* ont rapporté une augmentation de la corrosion d'un alliage d'aluminium causé par le grenaillage avec des billes en acier [Wen *et al.* (2011)], tandis que la résistance à la corrosion est améliorée lorsque le grenaillage est effectué avec des billes en Zircone [Wen *et al.* (2015)]. Cette différence s'explique par la nature de la contamination formée

à la surface des échantillons, avec dans le cas du grenaillage en 100C6, la formation d'une couche d'acier, moins résistante à la corrosion, formée à la surface de l'alliage d'aluminium.

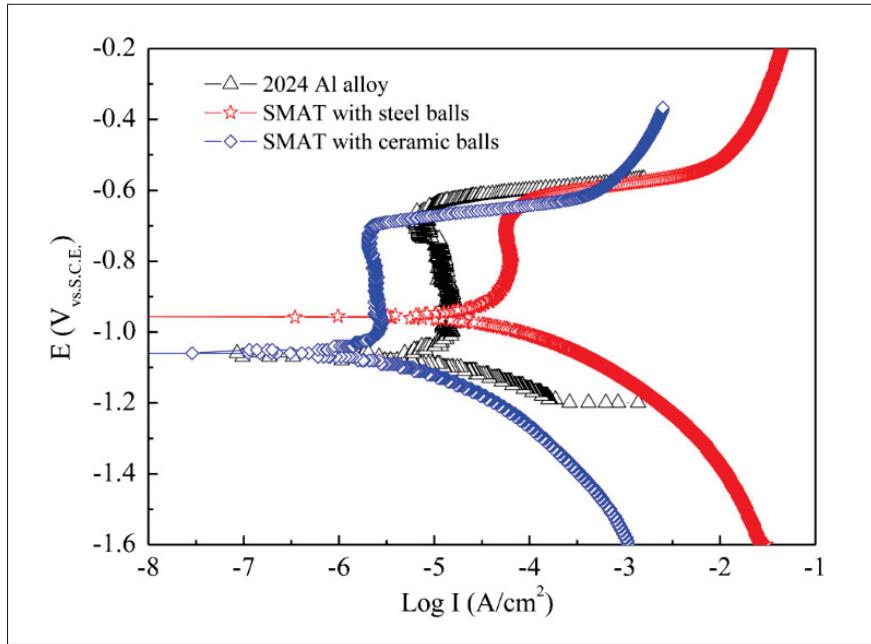


Figure 1.33 Courbes de polarisation d'un alliage d'aluminium non grenaillé et grenaillé ultrasoniquement avec des billes en acier et en zircone tirées de Wen *et al.* (2015)

L'effet du grenaillage en température sur les propriétés en corrosion n'est que très peu documenté, seule l'étude de Peral *et al.* (2020) s'intéresse à la corrosion d'un alliage de magnésium dans une solution de Ringer. Les traitements de grenaillage en température sont rapportés comme néfastes, causant une augmentation du courant de corrosion, expliquée d'une part par l'augmentation de la rugosité avec la température. D'autre part, dans cet alliage, un processus de recristallisation dynamique a lieu conduisant à une forte augmentation de la taille de grain, affectant la tenue en corrosion. De manière générale, les modifications microstructurales, l'oxydation et la contamination de surface peuvent affecter la tenue en corrosion.

1.6 Bilan partiel

Les déformations plastiques sévères de surface en température montrent un intérêt particulier pour introduire davantage de déformation en surface et en sous-couche du matériau traité. Les procédés de déformation en température précédemment décrits se cantonnent principalement aux aciers durs (acier à ressort...), où le grenaillage à chaud permet d'introduire davantage de déformation et d'introduire des contraintes résiduelles plus stables dues à des mécanismes de précipitation dynamique et de DSA empêchant le mouvement des dislocations lors des sollicitations mécaniques.

Bien que les effets du grenaillage à chaud soient rapportés, peu d'études rapportent l'effet des déformations plastiques sévères de surface et notamment du SMAT en température, qui étant plus sévère, peut générer des microstructures de surface différentes. Les aciers inoxydables austénitiques, principalement durcissables par écrouissage, présentent un large éventail de mécanismes de déformation en température. Ainsi, ce sont des candidats propices à l'étude de l'effet de la température de SMAT sur les microstructures formées et les propriétés mécaniques qu'ils en découlent.

Cette revue de la littérature a montré que les traitements de SMAT peuvent s'avérer néfastes pour la tenue en corrosion due à l'augmentation de la rugosité et/ou à la contamination des surfaces produites lors des traitements. Étant donné que l'acier 316L est principalement choisi pour sa résistance à la corrosion, l'évolution de cette propriété en fonction de la température de SMAT sera abordée au cours de ces travaux.

CHAPITRE 2

DISPOSITIF DE GRENAILLAGE ET MÉTHODE EXPÉRIMENTALE

Ce chapitre présente les méthodologies expérimentales mises en œuvre pour étudier l'influence des traitements de grenaillage ultrasonique réalisés à différentes températures sur les propriétés mécano-chimiques de l'acier inoxydable 316L. Dans un premier temps, la géométrie des éprouvettes ainsi que leurs conditions métallurgiques initiales sont détaillées. La seconde partie est consacrée à la description du dispositif de grenaillage, en insistant sur les adaptations spécifiques permettant la réalisation de traitements à température contrôlée. Enfin, les objectifs expérimentaux ainsi que les paramètres de traitement retenus dans le cadre des différentes études menées sont exposés.

2.1 Matériaux et éprouvettes

Comme montré dans le chapitre 1, les aciers austénitique inoxydables présentent un grand intérêt pour leurs propriétés anticorrosion, bien que leurs propriétés mécaniques soient généralement limitées. Un moyen d'améliorer ces dernières est de les écrouir par déformation, par exemple via un traitement de SMAT. De plus, les aciers inoxydables austénitiques possèdent une large gamme de mécanismes de déformation en fonction de la température, pouvant affecter les microstructures formées et les propriétés qui en découlent. Ainsi, l'acier inoxydable 316L, couramment utilisé dans l'industrie, a été retenu pour l'étude.

Deux lots d'acier 316L distincts ont été choisis pour l'étude : un acier 316L ayant subi un traitement thermique de recristallisation (Figure 2.1a) et un acier 316L brut de tréfilage présentant des marqueurs d'écrouissage (Figure 2.1b). L'acier 316L recristallisé, présentant des grains équiaxes de 20 à 60 μm de diamètre, est utilisé pour caractériser les gradients introduits lors du SMAT en température, permettant de caractériser finement les différents mécanismes de déformation mis en jeux. Une fois les mécanismes de déformation identifiés, et afin de se placer dans une approche industrielle, l'étude en fatigue est conduite sur l'acier 316L écroui, brut de tréfilage et d'usinage. Ces deux états initiaux se différencient par leur dureté : 170 HV pour

l'acier recristallisé, tandis que la dureté de l'acier brut de tréfilage se situe aux alentours de 320 HV. L'acier écroui, plus dur et plus difficile à déformer à froid, est particulièrement adapté pour l'étude en température. Bien que les mécanismes de déformation soient similaires dans les deux cas, nous verrons qu'effectuer des traitements SMAT en température sur des échantillons déjà écrouis conduit à certaines différences dans les gradients introduits.

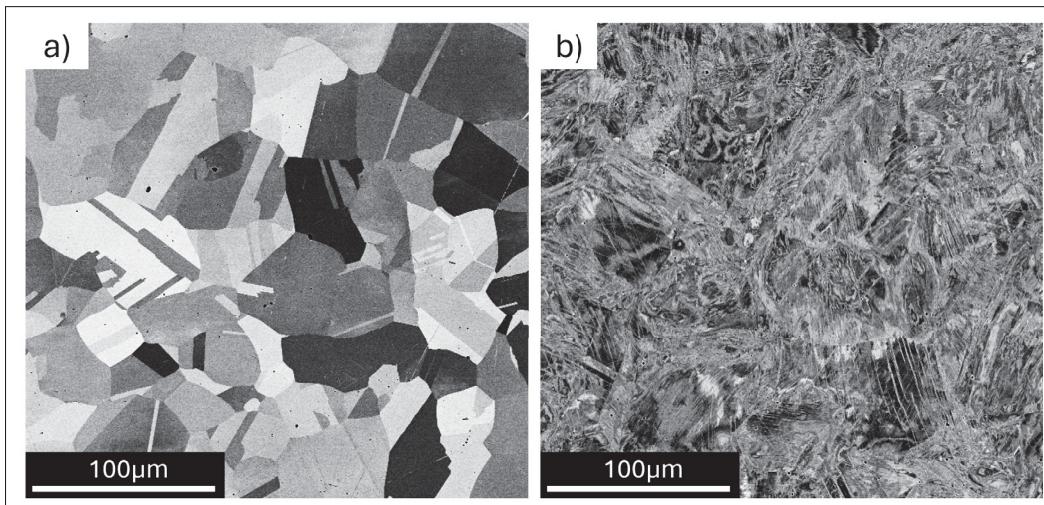


Figure 2.1 Microstructure de l'acier 316L a) recristallisé et b) écroui

L'objectif des traitements SMAT étant d'améliorer les propriétés en fatigue, des éprouvettes de fatigue cylindriques de type R.R Moore présentées en Figure 2.2 seront grenaillées à différentes températures et utilisées pour réaliser des essais de flexion rotative quatre points à température ambiante.

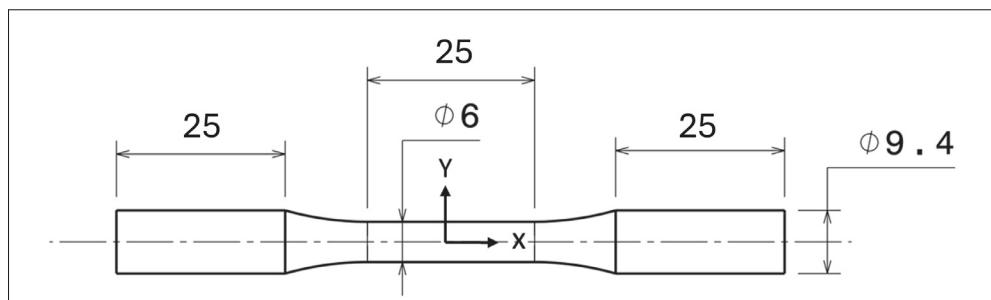


Figure 2.2 Schéma de la géométrie des éprouvettes de fatigue
(longueur en mm)

2.2 Dispositifs de SMAT en température

Cette section à pour but de présenter les dispositifs de SMAT utilisés en température et plus particulièrement le four de traitement conçu pour effectuer des traitements de SMAT à chaud. Dans un premier temps une présentation du banc de SMAT existant est effectuée avant de détailler les dispositifs utilisés pour effectuer des traitements en température.

2.2.1 Banc de SMAT

Le banc existant présent au LEM3 est présenté en Figure 2.3. Ce banc permet de réaliser des traitements de SMAT sur des échantillons plats et cylindriques à température ambiante ou cryogénique grâce à des chambres de traitement conçues sur mesure. Ce banc de SMAT est constitué d'un générateur à ultrason, permettant de mettre en mouvement une sonotrode en alliage de titane ($TiAl_6V_4$) via une colonne acoustique composée d'un convertisseur et d'un amplificateur de signal. C'est à la surface de la sonotrode, dans une chambre de traitement en polymère de type POM (polyoxyméthylène), que les billes de grenaillage sont disposées pour effectuer des traitements de SMAT à température ambiante. Cette chambre de traitement est constituée d'une base inférieure fixée sur la table de SMAT et d'une base supérieure modifiable en fonction du type d'échantillon à traiter (plat ou cylindrique). Afin de pouvoir effectuer des traitements de SMAT en température, une nouvelle chambre de traitement doit être conçue incluant une solution permettant de chauffer les échantillons pendant les traitements de grenaillage.

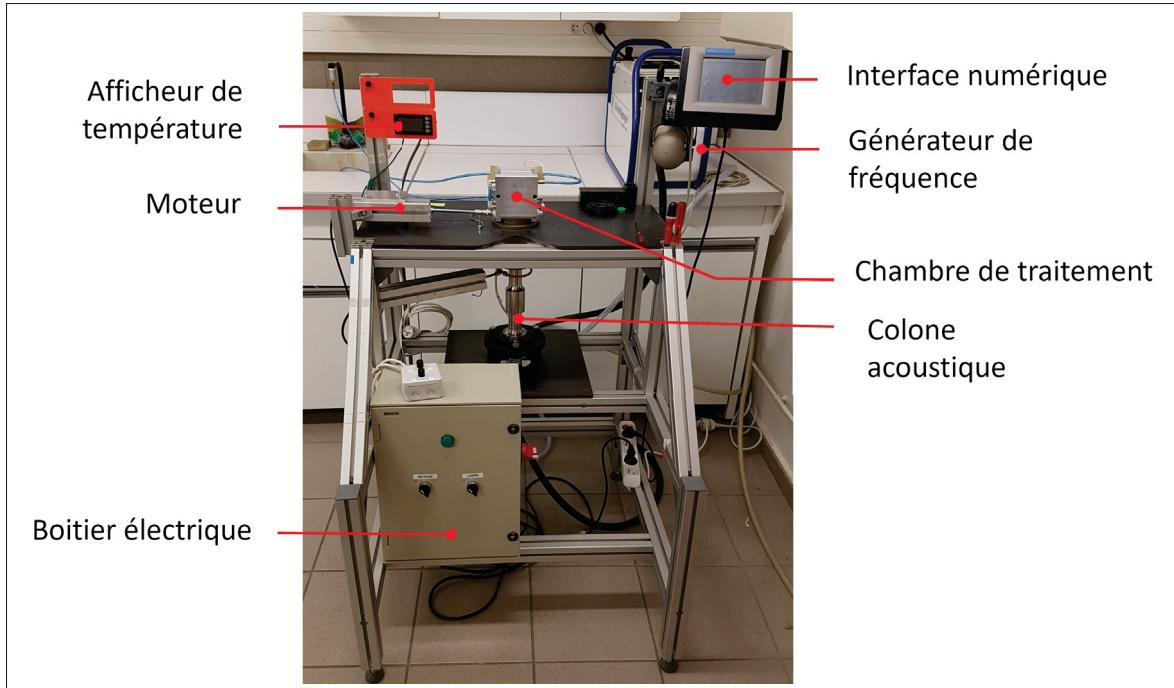


Figure 2.3 Banc de SMAT

2.2.2 Banc de traitement de SMAT pour réaliser des traitements en température

2.2.2.1 Conception du four de traitement SMAT à chaud

Afin de réaliser des traitements de SMAT en température dans la gamme RT–500°C, un four spécifique a été conçu pour s’adapter au banc de SMAT existant. Plusieurs options de chauffage ont ainsi été envisagées, en tenant compte de la géométrie des éprouvettes de fatigue cylindriques présentée en Figure 2.2 : un préchauffage dans un four [Tange *et al.* (1999)], un chauffage en continu par plaque chauffante [Zhou *et al.* (2015)] ou encore un chauffage par effet Joule [Zhang *et al.* (2018)].

Afin d’exposer l’ensemble de la surface utile des éprouvettes cylindriques au traitement de SMAT, celles-ci doivent être mises en rotation durant le procédé. Le maintien de cette rotation reste indispensable, y compris pour les traitements réalisés en température. Par ailleurs, la

sonotrode ne doit pas être soumise à un échauffement, car une variation de température de cette dernière cause une variation de la fréquence de vibration qui, lorsqu'elle est trop élevée, met le générateur à ultrason en défaut.

Ces contraintes ont conduit au choix d'une solution de chauffage sans contact, basée sur le rayonnement, permettant de chauffer l'éprouvette tout en conservant sa rotation et en limitant le chauffage à l'échantillon afin de diminuer les potentiels perturbations induites à la sonotrode. Le four de traitement conçu est présenté schématiquement en Figure 2.4. Cette solution consiste à chauffer par rayonnement la partie supérieure de l'éprouvette dans un four à image alors que la partie inférieure de cette éprouvette subit le traitement de grenaiillage. Ainsi, la rotation de l'éprouvette permet de chauffer et grenaiiller l'ensemble de l'échantillon successivement.

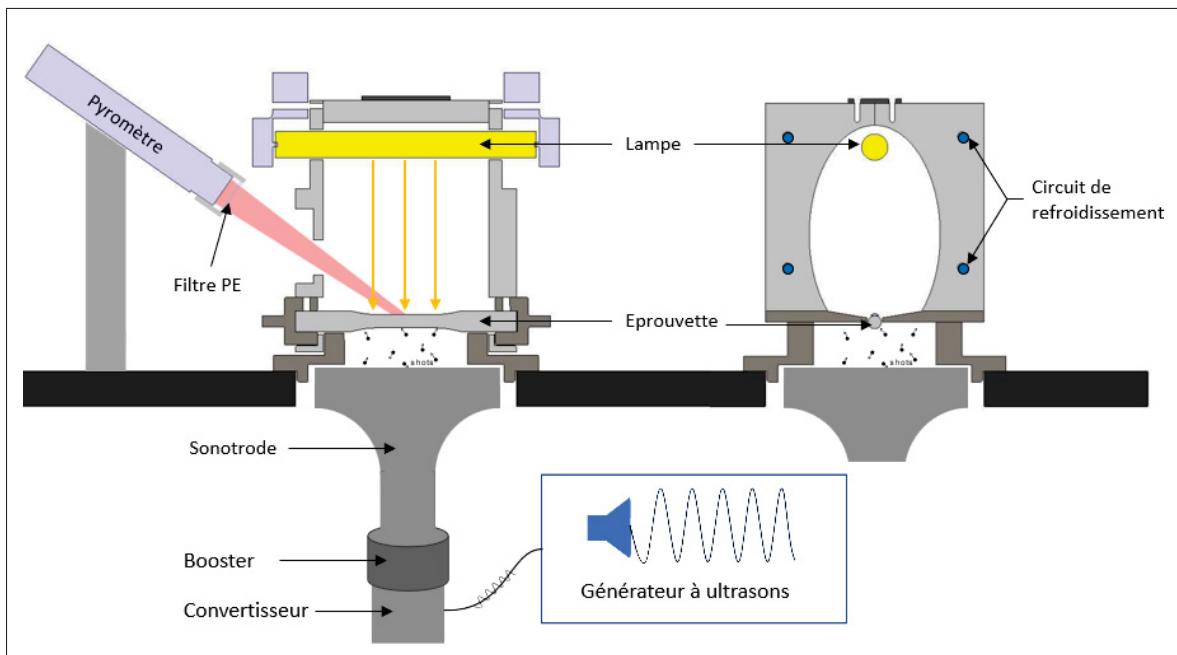


Figure 2.4 Schéma du four de traitement permettant de grenaiiller des éprouvettes en température

Le four conçu possède une forme elliptique avec la source lumineuse placée dans un foyer afin de réfléchir et concentrer l'énergie des rayons IR émis à la surface de l'éprouvette placée à l'autre foyer. De plus, les parois du four sont usinées dans un alliage d'aluminium puis

polies. L'aluminium poli a une faible émissivité dans l'infrarouge, il permet donc de réfléchir le rayonnement responsable du chauffage à la surface de l'éprouvette. Afin d'éviter l'échauffement du four en aluminium, un système de refroidissement à eau est ajouté : l'eau circule dans des trous effectués dans les parois du four (Figure 2.4). Deux plaques en acier inoxydable AISI 420 sont utilisées afin de délimiter la partie four/enceinte de grenaillage. Ces dernières empêchent le passage des billes de grenaillage dans l'enceinte du four.

Une vue du four de traitement ouvert est présentée en Figure 2.5 montrant la lampe halogène, l'éprouvette, la plaque en acier, et en dessous les billes de grenaillage disposées sur la sonotrode. La chambre de traitement en polymère a été remplacée par de l'acier pour pouvoir supporter les traitements en température.

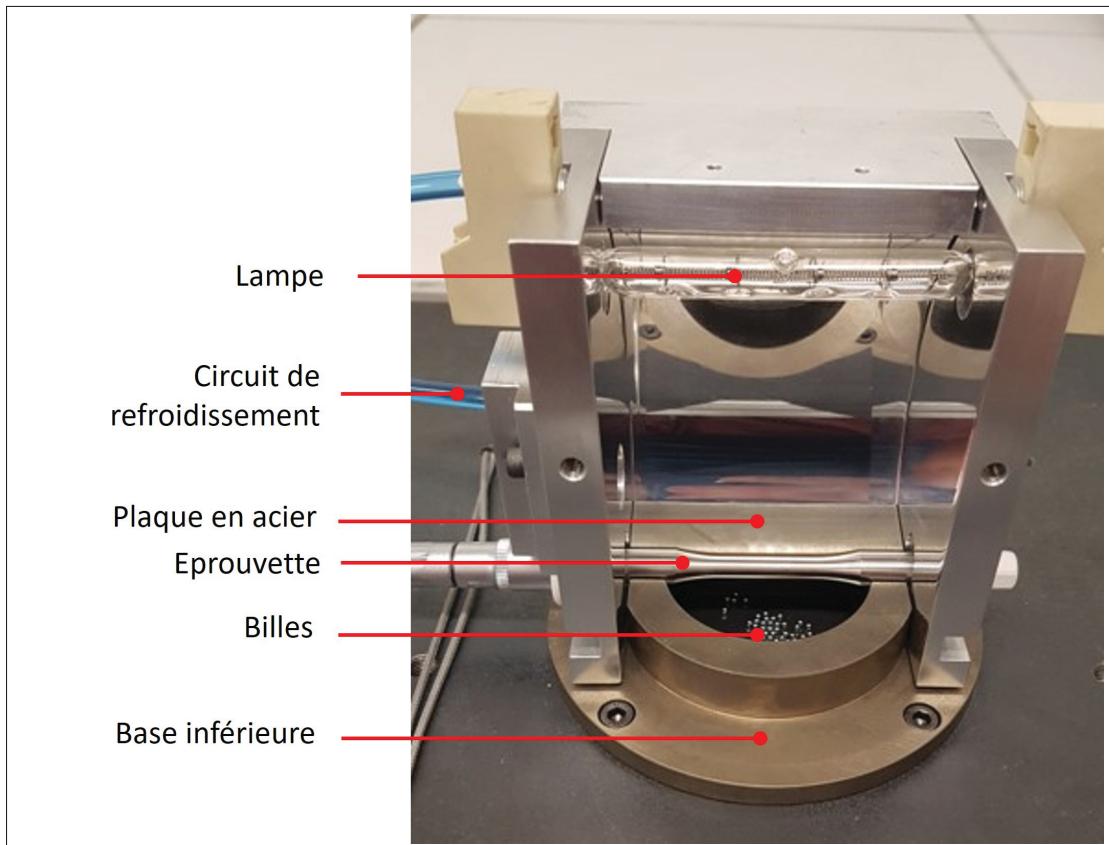


Figure 2.5 Four de traitement permettant de grenailler des éprouvettes en température

2.2.3 Mesure de la température

Pour contrôler la température pendant le SMAT à chaud, un pyromètre Calex PC-CT-4 est utilisé. Ce pyromètre, avec une taille de faisceau de 5 mm à une distance focale de 100 mm, permet de mesurer la température tout au long du traitement. Cependant, la mesure par pyrométrie dépend de l'émissivité du matériau, qui varie en fonction de son état de surface et de son état d'oxydation. De plus, en raison de la configuration du four de traitement, le faisceau du pyromètre passe à travers le four de traitement (voir Schéma 2.4). Cela signifie que la mesure indiquée par le pyromètre est influencée par le rayonnement de la lampe infrarouge, ce qui peut entraîner sa saturation. Pour atténuer ce phénomène, un filtre en polyéthylène (PE) est placé entre la lentille du pyromètre et l'entrée du four (voir Schéma 2.4). Une étape de calibration du pyromètre est nécessaire pour corriger la température indiquée par celui-ci afin qu'elle soit représentative de la température de l'échantillon. Pour réaliser cette calibration, une éprouvette de fatigue est percée axialement afin d'y placer un thermocouple de type K. Étant donné que l'éprouvette est en rotation pendant les traitements, le contact entre l'éprouvette et le matériau n'est pas idéal. Afin de vérifier que la température de la surface soit semblable à celle indiquée par les thermocouples, un essai avec un fil de soudure à l'étain ($T_f = 217^\circ\text{C}$) disposé à la surface de l'éprouvette a également été réalisé.

Plus de détails sur la démarche de correction de la mesure de température sont disponibles en Annexe I. Une fois la calibration effectuée, la mesure de température est uniquement effectuée par pyrométrie, étant donné que les éprouvettes de fatigue ne peuvent pas être instrumentées. La mesure de température est effectuée en continu pendant les traitements à chaud, avec un enregistrement des données via une carte d'acquisition.

2.2.4 Banc de SMAT à température cryogénique

Pour effectuer des traitements de SMAT à température cryogénique et afin de comparer ces traitements à des traitements à chaud, le montage utilisé par Novelli (2017) a été adapté à la chambre en acier conçue pour les traitements à chaud afin d'avoir le même environnement de

traitement. Ce montage consiste à immerger les têtes des éprouvettes de fatigue dans de l'azote liquide via des chapeaux afin de refroidir cette dernière. La température de traitement n'a pas été enregistrée lors de ces travaux mais Novelli (2017) a mesuré l'évolution de la température lors de traitement cryogénique : la température de l'éprouvette atteint environ -180°C avant d'augmenter et de se stabiliser aux alentours de -130°C dû à l'échauffement produit par le traitement de SMAT.

2.2.5 Protocole de traitement de SMAT en température

Pour réaliser des traitements de grenaillage en température, l'échantillon est dans un premier temps chauffé à la température cible avant de démarrer le traitement de grenaillage dans un second temps. Cependant, la mise en route du traitement de SMAT conduit à une diminution drastique de la température de l'échantillon, causée par les mouvements convectifs d'air dans la chambre de traitement (voir Figure I-4 en Annexe I). Afin de pallier cette diminution de température, la puissance de la lampe est augmentée au moment de démarrer le traitement de SMAT afin de garder la température de l'éprouvette à la température cible de traitement. Le traitement de grenaillage est conduit pendant 10 minutes, à l'issue du traitement la lampe est coupée et l'éprouvette refroidit dans le four de traitement jusqu'à atteindre la température ambiante. Un exemple de cycle thermique est donné en Figure 2.6 avec la première phase de mise en température de l'éprouvette, puis la phase de grenaillage en température et enfin le refroidissement à l'air de l'éprouvette.

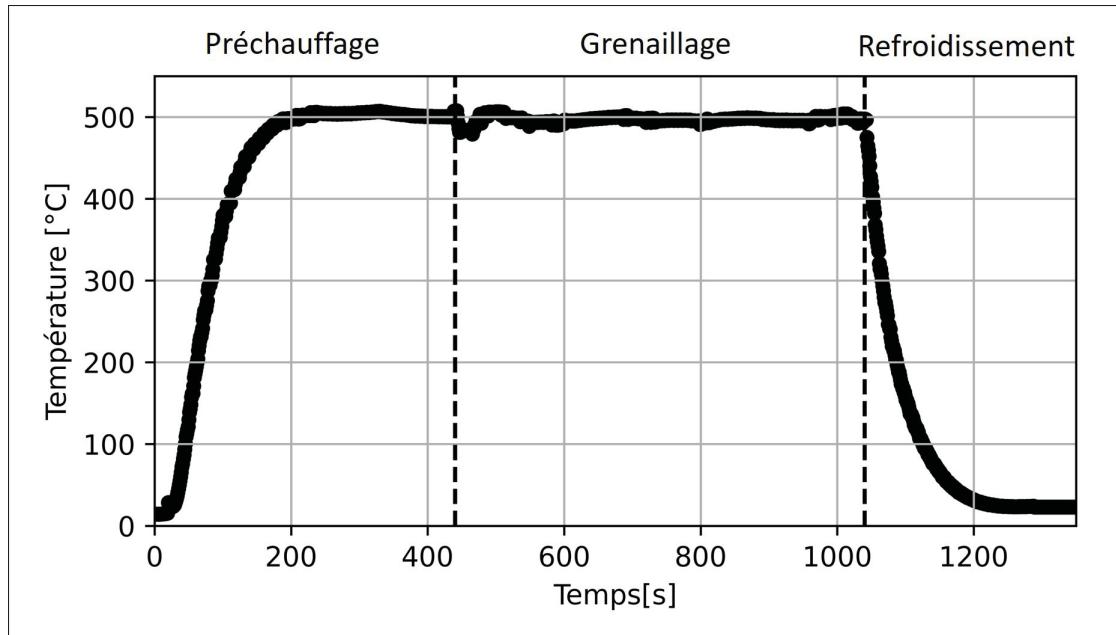


Figure 2.6 Exemple du cycle thermique acquis sur une éprouvette grenaillée à 500°C

2.3 Matériaux et paramètres de traitement SMAT

Comme la température peut affecter l'intégrité des billes de grenaillage utilisées et la contamination produite à la surface des échantillons grenaillés, il a été choisi d'effectuer des traitements de grenaillage avec deux natures de billes à disposition : des billes en acier 100C6 et des billes en zircone 3mol%Y – ZrO₂ (stabilisée avec 3% d'Yttrium). Les billes en zircone utilisées ont un diamètre de 2.4 mm tandis que les billes en acier font 2 mm de diamètre. Entre les divers traitements, le taux de recouvrement a été fixé comme préconisé par le fabricant (Sonats) à 15% de la surface de la sonotrode. Pour réaliser le traitement, la masse de billes à introduire peut être calculée avec la formule suivante :

$$m_b = \rho_b * V_b * N_b \quad (2.1)$$

avec m_b la masse de billes, ρ_b la densité des billes, V_b le volume d'une bille et N_b le nombre de billes qui peut être exprimé en fonction du taux de recouvrement de la sonotrode $\%_r$ et de la surface de la sonotrode S_s :

$$N_b = \frac{\%_r * S_s * 1.1}{\pi * R_b^2} \quad (2.2)$$

Ainsi la masse de billes utilisée par traitement est la suivante :

$$m_b = \frac{22}{15} * \rho_b * R_b * S_s * \%_r \quad (2.3)$$

Le nombre de billes insérées diffère donc selon la taille des billes avec environ 130 billes d'acier introduites contre 80 billes de zircone introduites. Le Tableau 2.1 récapitule le type de billes utilisé ainsi que leur masse et le nombre correspondant pour les différentes études.

Tableau 2.1 Nature des billes et état métallurgique des éprouvettes utilisées pour les différentes études

Étude	État métallurgique des échantillons	Nature des billes	Densité des billes (g.cm ⁻³)	Diamètre des billes (mm)	Masse des billes (g)	Nombre de billes
Étude microstructurale	Recristallisé	100C6	7.81	2	4.23	≈130
Étude de la contamination	Recristallisé	100C6 ZrO ₂	7.81 6.05	2 2.4	4.23 3.85	≈130 ≈80
Étude du comportement en corrosion	Recristallisé	100C6 ZrO ₂	7.81 6.05	2 2.4	4.23 3.85	≈130 ≈80
Étude du comportement en fatigue	Brut de tréfilage	100C6	7.81	2	4.23	≈130

Le Tableau 2.2 résume les paramètres du procédé SMAT utilisés pour conduire les études en température. Tous les paramètres du procédé SMAT ont été maintenus constants, à l'exception de la température. Comme indiqué dans le chapitre 1, la distance entre la sonotrode et l'échantillon est fixée à 20 mm afin de maximiser la vitesse et le nombre d'impacts à la surface des échantillons.

Le temps de traitement a été fixé à 10 minutes car il a été montré dans le chapitre 1 que cette

durée est suffisante pour introduire un gradient de propriété et une nanostructure de surface dans l'acier 316L. Cependant, comme les éprouvettes sont en rotation, le temps effectif de SMAT est inférieur à 10 min, car l'éprouvette passe une partie du temps exposée aux rayonnements du four. Afin de compenser cela, il a été choisi de fixer l'amplitude de la sonotrode à 60 µm, soit l'amplitude maximale possible sur ce banc de SMAT. Des traitements de SMAT sont réalisés à température ambiante (traitement de référence), 250°C et 500°C. La plage RT-500°C a été choisie suite à la revue de littérature où il est rapporté dans les aciers grenaillés, une amélioration des propriétés en fatigue, avec un optimum autour de 300 °C. Pour l'étude portant sur les mécanismes d'accommodation de la déformation en température, afin de comparer et compléter l'étude de Novelli (2017), un traitement à température cryogénique a été réalisé avec la même chambre et paramètres de SMAT que ceux utilisés à chaud.

Tableau 2.2 Paramètres de traitement SMAT utilisés

Distance entre la sonotrode et l'échantillon (mm)	Fréquence (kHz)	Amplitude de la sonotrode (µm)	Taux de recouvrement de la sonotrode (%)	Durée de traitement (min)	Vitesse de rotation de l'échantillon (RPM)	Température de grenaillage (°C)
20	20	60	15	10	10	CT ≈ -130°C RT≈25°C 250°C 500°C

Une étude préliminaire a permis de montrer que les gradients de dureté introduits en température suivent les mêmes évolutions pour les deux natures de billes utilisées comme illustré en Figure 2.7. Bien que le grenaillage avec les billes de zircons affecte une profondeur plus importante ($\approx 200 \mu\text{m}$) que le grenaillage avec les billes en acier. Cette différence peut s'expliquer par la plus grande énergie transmise par les billes en zircon que par les billes en acier (voir le calcul d'énergie transférée en Section 6.2). Cette étude préliminaire a également mis en évidence la fragmentation des billes en zircon principalement à 500°C tandis que les billes en acier restent sphériques après traitement. (Ce point sera détaillé dans le chapitre 5). Ainsi, pour l'étude des mécanismes de déformation et pour l'étude en fatigue, des traitements avec des billes en

acier ont été privilégiés. En revanche, pour étudier la contamination produite en surface et le comportement en corrosion, les traitements avec les deux natures de billes sont comparés.

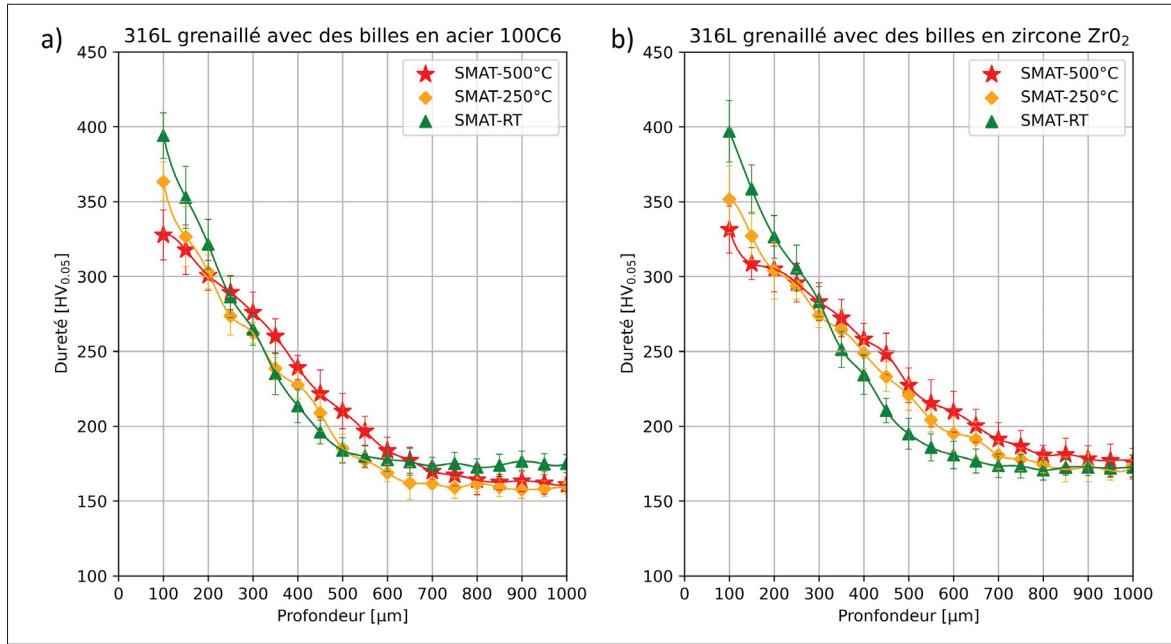


Figure 2.7 Gradient de dureté introduit dans l'acier 316L après grenaillage à RT, 250°C et 500°C avec des billes en acier et des billes en zircone

2.4 Objectifs de l'étude

Afin d'étudier l'effet de la température de grenaillage sur les microstructures formées et les gradients introduits, un acier 316L dans un état recristallisé a été étudié afin de mettre en évidence les mécanismes mis en jeu lors des déformations en température. Pour cela, l'acier 316L a été grenaillé pendant 10 minutes avec des billes en 100C6 à CT ($\approx -130^\circ\text{C}$), RT ($\approx 25^\circ\text{C}$), 250°C et 500°C. Les résultats de cette étude correspondent à l'article 1 présenté dans le Chapitre 3.

Un second chapitre porte sur l'effet des traitements à chaud sur les propriétés en fatigue. Pour cela, un acier brut d'usinage, déjà écroui par tréfilage, est grenaillé avec des billes en acier à température ambiante, 250°C et 500°C avant d'être sollicité en flexion rotative 4 points.

Le troisième chapitre porte sur l'effet des billes et la température de grenaillage sur la contamination de surface. Pour cela des traitements de grenaillage ont été effectués aux mêmes températures (RT, 250°C et 500°C) avec deux natures de billes différentes : des billes en acier 100C6 et des billes en zircone. L'oxydation et la contamination de surface ont été caractérisées respectivement par spectroscopie Raman et analyses EDX.

Pour finir, le dernier chapitre porte sur l'effet de la contamination de surface produite lors des traitements en température sur les propriétés en corrosion. Pour cela le comportement en corrosion des surfaces grenaillées a été étudié en réalisant des essais de polarisation cyclique.

CHAPITRE 3

EFFET DE LA TEMPÉRATURE DE GRENAILLAGE SUR LES MICROSTRUCTURES INDUITES PAR DÉFORMATION PLASTIQUE SÉVÈRE DE SURFACE SUR UN ACIER INOXYDABLE AUSTÉNITIQUE

Yann Austernaud^{1,2,3}, Marc Novelli^{1,2}, Philippe Bocher³, Thierry Grosdidier^{1,2}

¹ Laboratoire d'Étude des Microstructures et de Mécanique des Matériaux (LEM3), UMR CNRS 7239, 7 rue Félix Savart, BP 15082, Metz F-57073, France,

² LABoratoire d'Excellence Design des Alliages Métalliques pour Allègement des Structures (DAMAS), Université de Lorraine, 7 rue Félix Savart, BP 15082, Metz F-57073, France

³ Département de Génie Mécanique, École de Technologie Supérieure, 1100 Notre-Dame Ouest, Montréal, Québec, Canada H3C 1K3

Article publié dans la revue « Journal of Materials Processing Technology », mars 2025

Résumé

Les mécanismes de modification microstructurale ont été étudiés pour un acier inoxydable austénitique 316L soumis à un traitement de déformation plastique sévère de surface par greaillage ultrasonique (SMAT) sur une large plage de températures (de -130°C à 500°C), et leurs effets sur l'évolution de la dureté et des contraintes résiduelles ont été déterminés. Cette recherche met en évidence comment la température module les mécanismes de déformation, avec une transition des mécanismes TRIP et TWIP à basse température vers le glissement des dislocations et la recristallisation dynamique aux températures élevées. Ces transitions conduisent à un compromis marqué : tandis que le SMAT cryogénique améliore la dureté de surface et les contraintes résiduelles de compression, le SMAT réalisé à chaud, notamment à 500°C, favorise la formation d'une couche plus épaisse de grains ultrafins en surface en raison de l'activation d'un mécanisme de recristallisation dynamique. Cela se traduit par une augmentation de la profondeur affectée par le procédé (gradient de microstructure et de dureté) et du gradient de contraintes résiduelles.

3.1 Introduction

L'industrie exige des matériaux à haute résistance capables de répondre à des spécifications complexes. Une façon d'améliorer les propriétés mécaniques des matériaux est de réduire la taille des grains par affinement microstructural, ce qui peut être obtenu par Déformation Plastique Sévère (SPD). Appliqués à des pièces massives, les procédés de SPD comme le l'ECAP ou l'HPT, permettent d'affiner significativement la microstructure globale d'un matériau, mais leur transposition à l'échelle industrielle reste difficile en raison des fortes charges nécessaires et de la complexité géométrique des pièces industrielles [Edalati *et al.* (2022)]. En comparaison, puisque l'état de surface joue un rôle clé dans le processus d'endommagement d'une pièce mécanique, l'optimisation de la surface par SPD est souvent suffisante pour améliorer le comportement global et la durabilité d'un composant mécanique via la formation d'une microstructure à gradient [Grosdidier & Novelli (2019)].

Différents procédés de SSPD ont été développés pour modifier la surface des matériaux. Ils génèrent des contraintes résiduelles de compression et des gradients de microstructure, avec un affinement des grains en surface [Bagheri & Guagliano (2009)]. La déformation plastique peut être induite à la surface par des faisceaux énergétiques, tels que des faisceaux laser [Zhang *et al.* (2021)] ou des faisceaux d'électrons pulsés [Grosdidier *et al.* (2010)], ou encore par des impacts mécaniques [Kishore *et al.* (2022)]. Parmi les procédés SSPD par impact mécanique, le SMAT – parfois appelé grenaillage ultrasonique - utilise des billes mises en mouvement dans une chambre fermée, qui impactent la surface de l'échantillon avec une large variété d'angles d'incidence. Cela permet d'affiner la microstructure plus efficacement que d'autres procédés mécaniques directement dérivés du grenaillage classique, où les angles d'impact sont fixes [Chakravarthy *et al.* (2024); Azadmanjiri *et al.* (2015)]. Le SMAT induit une déformation intense et de fortes vitesses de déformation à la surface de l'échantillon, qui diminuent ensuite avec la profondeur. La forte déformation et la vitesse de déformation atteintes en surface peuvent conduire à la formation d'une couche nanostructurée [Azadmanjiri *et al.* (2015); Lu & Lu (2004)]. L'efficacité de ces traitements dépend directement des paramètres de procédé qui contrôlent l'énergie mécanique transférée au matériau via les impacts des billes. Un paramètre additionnel est la température

à laquelle le grenaillage est effectué, car la température influence la réponse du matériau en modifiant sa limite d'écoulement et, potentiellement, les mécanismes de déformation actifs [Liu *et al.* (2021a)]. Comme la résistance des matériaux industriels est généralement élevée, (avec un compromis résistance/masse), il devient plus difficile de transmettre l'énergie d'impact des billes à ces matériaux déjà durs, une partie importante de la déformation générée lors de l'impact étant alors absorbée par les billes elles-mêmes. Dans certains matériaux, comme les superalliages ou les aciers martensitiques, la couche hautement écrouie formée à la surface peut inhiber la déformation de la sous-surface, limitant ainsi la profondeur affectée par le procédé [Liu *et al.* (2021a)]. Augmenter l'énergie d'impact (c'est-à-dire la vitesse ou la taille des billes) pour mieux déformer ces matériaux durs peut introduire des fissures en surface, affectant ainsi l'intégrité de la surface [Maleki *et al.* (2022); Unal & Varol (2014)]. Une solution pour contourner ces limites consiste à augmenter la température de traitement [Liu *et al.* (2021a); Harada & Mori (2005)]. Chauffer la pièce diminue la contrainte d'écoulement du matériau et permet alors de transférer plus d'énergie mécanique au matériau.

Le grenaillage à chaud a été introduit par Tange *et al.* pour affiner la microstructure d'un acier à ressort (SUP7) et améliorer les propriétés des ressorts pour des applications automobiles [Tange *et al.* (1999)]. Le grenaillage à chaud a été principalement appliqué à des aciers coulés durs [Tange & Ando (2002); Wick *et al.* (2000)], des aciers inoxydables martensitiques [Angkura-rach & Jujierm (2020)] ou des alliages de titane [Amanov *et al.* (2017); Thomas & Jackson (2012)] pour améliorer le transfert d'énergie et déformer efficacement la microstructure sous la surface. Différentes méthodes peuvent être utilisées pour ajuster la température des procédés SSPD. Le grenaillage peut être réalisé directement dans un four [Tange *et al.* (1999); Zhou *et al.* (2015)], en chauffant les échantillons via une plaque chauffante [Ye *et al.* (2011); Lim *et al.* (2021)], par effet Joule [Liu *et al.* (2018)], ou par radiation [Liu *et al.* (2019); Amanov & Pyun (2017)]. De nouvelles microstructures peuvent être créées suite aux processus de restauration intervenant durant les procédés de grenaillage à chaud. Par exemple, Tange *et al.* ont expliqué l'augmentation de la dureté d'un acier SUP7 grenaillé à chaud par le vieillissement dynamique et l'effet Cottrell [Tange *et al.* (1999)], tandis que Ye *et al.* ont documenté la précipitation dyna-

mique sous SSPD à chaud dans des alliages d'aluminium [Ye *et al.* (2010)]. La recristallisation dynamique peut également se produire lors de la déformation plastique sévère à chaud dans les alliages de titane ou de type Fe-Cr [Pan *et al.* (2021); Kikuchi *et al.* (2018)]. Ces mécanismes doivent être bien documentés et leurs interactions prises en compte afin d'optimiser le procédé de déformation plastique sévère.

L'accommodation de la déformation, l'évolution de la densité de dislocations et les microstructures associées dans les aciers inoxydables austénitiques dépendent de l'EFE. Cette dernière reflète la facilité avec laquelle une dislocation parfaite peut se dissocier en dislocations partielles de Shockley. Pour une valeur de EFE élevée ($> 50 \text{ mJ.m}^{-2}$), dans un acier 316L, la dissociation des dislocations parfaites est énergétiquement défavorable et la déformation plastique est principalement accommodée par glissement des dislocations. Si l'EFE diminue dans la gamme $15\text{-}50 \text{ mJ.m}^{-2}$ la dissociation des dislocations est favorisée, conduisant à la germination et à la croissance des macles mécaniques par insertion successive de dislocations partielles sur chaque plan dense du volume maclé. Cependant lorsque l'EFE est plus faible qu'une valeur critique ($< 15 \text{ mJ.m}^{-2}$), la probabilité qu'une des dislocations partielles ne soit pas émise sur un plan donné dans le volume maclé augmente. Cela favorise la formation de la martensite ε , par insertion de dislocations partielles tous les deux plans denses [Lu *et al.* (2016)].

Les aciers inoxydables austénitiques présentent une large gamme de valeurs d'EFE, qui dépendent de leur composition et de la température [Sun *et al.* (2022); Mosecker *et al.* (2015)]. Ainsi, la température à laquelle la déformation est appliquée joue un rôle crucial dans la détermination des mécanismes d'accommodation de la déformation et des propriétés mécaniques associées.

Les aciers inoxydables austénitiques sont des matériaux relativement ductiles et le recours au grenaillage à chaud ne se justifie pas par la difficulté à déformer le matériau initial, mais ils constituent de bons candidats pour un écrouissage par SSPD. Le SMAT à température ambiante (RT) [Novelli *et al.* (2016); Arifvianto *et al.* (2011)] a amélioré la durée de vie en fatigue de divers aciers inoxydables [Roland *et al.* (2006); Dureau *et al.* (2020)]. L'effet du grenaillage à température cryogénique a été limité dans un acier inoxydable stable tel que le 310L (EFE

élevée). En comparaison, pour l'acier inoxydable métastable 304L (EFE faible), la température cryogénique favorise la formation de martensite. La formation de martensite induite par la déformation (SIM) en surface et de martensite assistée par contrainte (SAM) en sous-surface a conduit à un durcissement en profondeur plus efficace qu'à température ambiante, où la quantité de martensite formée était plus faible [Novelli *et al.* (2018)]. Un alliage à EFE intermédiaire, tel que le 316L, couvre une large gamme de mécanismes de déformation en fonction de la température de traitement, et a donc été choisi pour la présente étude afin d'explorer la possibilité de générer différents types de gradients de microstructure sous SSPD.

Malgré des avancées significatives dans la modélisation du procédé SMAT [Bisen *et al.* (2023)] ou dans l'utilisation du grenaillage pour optimiser la microstructure obtenue par fabrication additive [Pradeep Kumar *et al.* (2024)], le rôle de la température de grenaillage dans le contrôle des mécanismes de déformation et des gradients microstructuraux lors du SSPD sur des aciers inoxydables austénitiques métastables reste mal compris. Les études existantes se concentrent principalement sur des températures ambiantes ou cryogéniques, avec une exploration limitée des températures élevées. Cette étude comble ces lacunes en investiguant systématiquement l'effet de la température de SMAT, de la condition cryogénique à 500°C. Les différents mécanismes d'accommodation de la déformation aux différentes températures de SMAT sont documentés par imagerie et diffraction électronique le long du gradient affecté, puis utilisés pour expliquer les gradients de dureté et de contraintes résiduelles observés.

3.2 Matériaux et méthodologie

3.2.1 Matériaux et paramètres de traitement de surface

Un acier inoxydable austénitique 316L, dont la composition chimique est donnée dans le Tableau 3.1, a été utilisé dans cette étude. Ses températures de début de formation de martensite Ms et Md₃₀ sont respectivement estimées à -185 et 5°C, calculées en utilisant les formules 3.1 et 3.2 tirées des travaux de Pickering (1978) et Angel (1954) (quantité d'éléments en % massique), respectivement.

Tableau 3.1 Composition chimique de l'acier 316L étudié
(valeurs en pourcentage massique)

Élément	C	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	N	P	Fe
Composition [%m]	0.02	16.6	10.0	2.1	1.3	0.4	0.05	0.03	bal.

$$Ms(^{\circ}C) = 505 - 810\%C - 1230\%N - 13\%Mn - 30\%Ni - 12\%Cr - 54\%Cu - 46\%Mo \quad (3.1)$$

$$Md_{30}(^{\circ}C) = 413 - 462(\%C + \%N) - 9.2\%Si - 8.1\%Mn - 13.7\%Cr - 9.5\%Ni - 18.5\%Mo \quad (3.2)$$

Des échantillons cylindriques ayant un diamètre de section utile de 6 mm ont été soumis au traitement SMAT en utilisant un appareil Stressonic© [SONATS (2024)] associé à des dispositifs développés en interne permettant de chauffer ou de refroidir les échantillons. La Figure 3.1a représente les cycles thermomécaniques utilisés pendant le SMAT et les Figures 3.1b et 3.1c sont des représentations schématiques des montages SMAT à température cryogénique et à chaud, respectivement. Pour refroidir l'échantillon à température cryogénique (Figure 3.1c), des chapeaux en cuivre sont attachés aux têtes des éprouvettes et partiellement immergés dans de l'azote liquide. Le dispositif de chauffage (Figure 3.1b) consiste en un four à image focalisant les rayonnements d'une lampe halogène sur la surface de l'échantillon. Les échantillons ont été préchauffés/préréfrigérés aux températures souhaitées et maintenus à température pendant 7 minutes avant de commencer le SMAT pendant 10 minutes. Enfin, l'alimentation a été coupée ou l'azote liquide évacué pour laisser l'échantillon atteindre la température ambiante (en moins de 5 minutes). Le SMAT a été réalisé en utilisant une sonotrode vibrant à une fréquence de 20 kHz et une amplitude de 60 μm . Une masse de 4,2 g (\approx 130 billes) de billes 100C6 ayant un diamètre de 2 mm a été insérée dans la chambre et l'échantillon mis en rotation à 10 tr/min avant de commencer le traitement de surface.

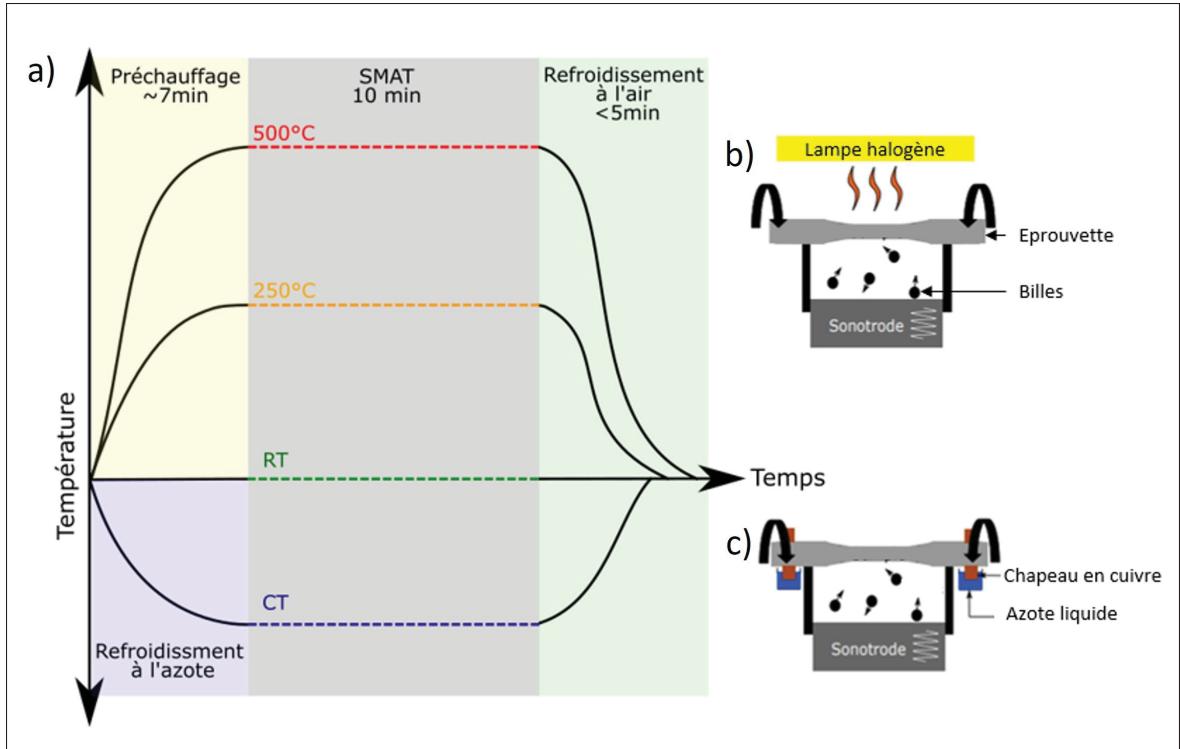


Figure 3.1 (a) Cycles thermomécaniques utilisés pendant le SMAT en température et représentations schématiques des chambres de SMAT à (b) chaud et (c) température cryogénique

Seule la température a été utilisée comme variable de traitement. Les échantillons ont été traités par SMAT sous quatre conditions de température différentes : température cryogénique ($\approx -130^{\circ}\text{C}$) notée CT, température ambiante (20°C) notée RT, 250°C , et 500°C . À ces températures, les EFE sont estimées à 6, 23, 44 et 69 mJ.m^{-2} , respectivement ; selon la formule proposée par Meric de Bellefon *et al.* (2017) (équation 3.3) pour la valeur à température ambiante et en considérant une dépendance linéaire avec la température de $0.1 \text{ mJ.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ [Rémy *et al.* (1978)].

$$\text{EFE (mJ.m}^{-2}\text{)} = 2.2 + 1.9\text{Ni} - 2.9\text{Si} + 0.77\text{Mo} + 0.5\text{Mn} + 40\text{C} - 0.016\text{Cr} - 3.6 \quad (3.3)$$

3.2.2 Analyses de surface et des sous-surfaces

Des observations de la surface des échantillons ont été réalisées à l'aide d'un Microscope Electronique à balayage (MEB) SUPRA 40. La rugosité a été mesurée à l'aide d'un profilomètre Mitutoyo SJ-400 avec un cut-off λ_c de 2,5 mm et une longueur d'évaluation de 12,5 mm, conformément à la norme ISO 4287. Les valeurs et les erreurs associées correspondent respectivement aux moyennes et aux écarts-types calculés sur 10 mesures.

Pour les observations microstructurales en coupe transverse, les échantillons ont été nickelés pendant 2 heures dans un bain de Watts pour éviter les effets de bord pendant le polissage. Les échantillons ont ensuite été polis miroir à partir de papier SiC 320 jusqu'à une suspension de polissage aux oxydes (OPS) avant imagerie électronique. Les microstructures ont été étudiées par imagerie MEB sous contraste d'électrons rétrodiffusés (BSE) ainsi que par EBSD et diffraction de Kikuchi en transmission (TKD) à l'aide d'un MEB Zeiss SUPRA 40 et d'un MEB Jeol F100. Les cartes EBSD et TKD ont été acquises avec des pas respectifs de 50 nm et 10 nm, puis post-traitées avec le logiciel ATEX [Beausir & Fundenberger (2017)]. Les cartes EBSD ont été nettoyées en supprimant les pixels isolés et les clusters inférieurs ou égal à 3 pixels. Pour documenter l'hétérogénéité de la déformation dans la microstructure, des cartes supplémentaires montrant la densité des dislocations géométriquement nécessaires (GND) ont été générées. La courbure du réseau a été calculée de pixel en pixel pour déduire le tenseur de densité de dislocation de Nye [Toth *et al.* (2016)]. La norme du tenseur Nye divisée par la longueur du vecteur de Burgers est alors utilisée comme estimation de la densité de GND [Toth *et al.* (2016)].

Les gradients de dureté Vickers ont été mesurés en coupe transverse à l'aide d'un microduromètre CLEMEX avec un pas de 50 μm , une charge de 50 gf et un temps de maintien de 10 s. La dureté de surface a été mesurée directement sur les surfaces traitées en utilisant les mêmes paramètres d'essai de dureté (50 gf). Bien que la géométrie des échantillons soit cylindrique, les empreintes laissées par les impacts de billes ($\approx 200 \mu\text{m}$, voir Fig. 2) sont largement plus grandes que la taille des empreintes de dureté (inférieure à 20 μm), ce qui permet de réaliser les mesures de dureté de surface au fond des vallées formées par les impacts. Un bref électropolissage pour enlever la

couche d'oxyde formée après les traitements à chaud a été réalisé avant de mesurer la dureté de surface. Selon la norme ISO 6507-1, il convient de prendre en compte que la mesure de dureté sur des surfaces non planes peut entraîner des erreurs de mesure. En prenant la diagonale de l'indentation la plus grande d égale à 16 µm, deux cas peuvent être considérés ici : i) la section de mesure ayant une surface cylindrique convexe avec un rayon de courbure D de 3 mm, ce qui conduit à une erreur de dureté inférieure à 1% ou 5 HV ($d/D = 0.005$) et ii) un cratère de bille ayant une surface sphérique concave avec un rayon de courbure de 1 mm, ce qui conduit à une erreur de dureté de -2% ou -10 HV ($d/D = 0.016$). Les valeurs et les barres d'erreur associées données dans l'article sont les valeurs moyennes et les écarts types calculés sur 10 mesures.

Les gradients de contraintes résiduelles ont été mesurés en utilisant la méthode du $\cos(\alpha)$ [Delbergue *et al.* (2016)] sur un instrument de diffraction des rayons X Pulstec µ360 avec une source de chrome, une tension de 30 kV et un courant de 1,5 mA. Les calculs ont été effectués sur les pics de l'austénite $\{311\}_\gamma$ ($\text{Cr} - K_\beta = 2,085 \text{ \AA}$) et de la martensite $\{211\}_{\alpha'}$ ($\text{Cr} - K_\alpha = 2,291 \text{ \AA}$), et les acquisitions ont été réalisées à différentes profondeurs sous la surface traitée dans la direction axiale de l'échantillon. Les gradients ont été acquis par enlèvement successif de matière par électropolissage en utilisant une solution A3 (5% d'acide perchlorique, 60% de méthanol et 35% de butoxyéthanol), puis la profondeur enlevée a été mesurée à l'aide d'un profilomètre à contact. Une correction des valeurs a été appliquée pour tenir compte de la relaxation des contraintes induite par les enlèvements de matière en utilisant la méthode proposée par Moore & Evans (1958) pour les barres cylindriques. Pour chaque profil de diffraction, la largeur à mi-hauteur (FWHM) a également été extraite car elle représente les variations des densités de dislocations et des tailles de domaines diffractant cohérents. Les valeurs et les barres d'erreur associées présentées dans l'article sont les valeurs moyennes et les écarts types calculés sur 5 mesures effectuées à différents points de la circonférence de l'échantillon.

3.3 Résultats

3.3.1 Observation des surfaces

Les échantillons soumis au SMAT présentent un aspect de surface caractéristique constitué d'impacts résultant du grenailage. Sous conditions CT et RT, les surfaces présentent une apparence brillante (Figure 3.2a,b). En revanche, à 250°C et 500°C, les échantillons montrent des teintes brunes et bleutées (Figure 3.2c,d), attribuées à l'oxydation survenue lors du traitement thermomécanique réalisé à température sous air (voir Figure 5.2 dans le Chapitre 5). Au-delà de cette modification de l'aspect de surface, l'augmentation de la température de traitement entraîne la formation de cratères plus profonds liés aux impacts des billes (Figure 3.2e-h), ce qui conduit à une augmentation de la rugosité de surface, passant de 3,1 µm à CT à 6,1 µm à 500°C.

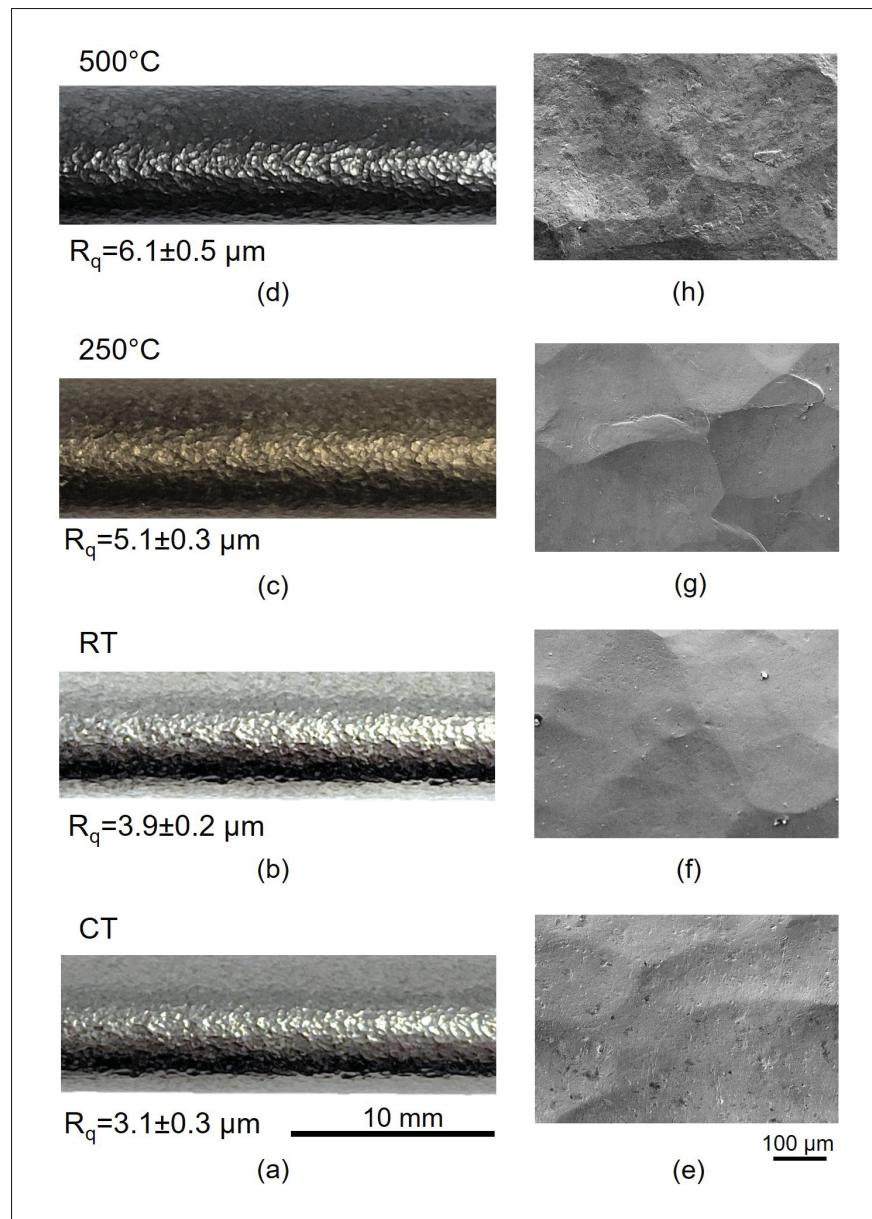


Figure 3.2 (a-d) Observations optiques des surfaces des échantillons après SMAT à (a) CT, (b) RT, (c) 250°C et (d) 500°C. (e-h) Vues MEB des surfaces des échantillons après SMAT à (e) CT, (f) RT, (g) 250°C et (h) 500°C. Le critère de rugosité R_q correspondant est donné pour chaque condition. L'erreur représente ± 1 écart-type par rapport à la valeur moyenne ($n=10$). La Fig. 2 (a-d) partage la même échelle que (a) et la Fig. 2 (e-h) celle de (e)

3.3.2 Observation des microstructures

Les microstructures formées par SMAT sont généralement décrites comme une succession de trois couches différentes : une couche de grains UFG proche de la surface, contenant des grains de taille sub-micrométrique. Plus profondément dans le gradient, la couche de transition (TL) contient des grains ayant subi le processus d'affinement. Enfin, la couche déformée plastiquement (PDL) est la zone de transition vers une microstructure non affectée : les grains sont comparables en taille à ceux du cœur non déformé et la présence de déformation plastique est documentée par la présence de désorientation intragranulaire ou de macles [Samih *et al.* (2013)].

Les images présentées en Figure 3.3 sont des images MEB à faible grossissement des sections transverses des échantillons traités par SMAT à différentes températures. Tous les échantillons affichent des gradients d'intensité et de contraste de la surface déformée au cœur du matériau, correspondant à une variation de densité de défauts de déformation. Les grains initiaux, recristallisés, peuvent être discernés dans le cœur du matériau tandis que ces derniers sont fortement déformés en surface apparaissant avec un contraste gris clair. Cela correspond à des changements structurels : près de la surface, les grains initiaux ont subi des « fragmentations » importantes, et cette fragmentation devient moins intense en profondeur. La faible résolution de la Figure 3.3 n'est pas suffisante pour observer la couche UFG, mais les profondeurs de transition (UFG+TL) peuvent être estimées (flèches noires en pointillé dans la Figure 3.3) à 180, 200, 220 et 250 μm après SMAT à CT, RT, 250°C, et 500°C, respectivement. En dessous de cette profondeur, les grains initiaux présentent un contraste de couleur témoignant de la présence de désorientations intragranulaires. En se basant sur la présence de désorientations intragranulaires, les épaisseurs des PDL sont estimées (flèches noires) à 210, 290, 380 et 450 μm après SMAT à CT, RT, 250°C et 500°C, respectivement. Ainsi, l'augmentation de la température du traitement SSPD entraîne une augmentation de la profondeur affectée en augmentant à la fois les épaisseurs de l'UFG+TL et des PDL.

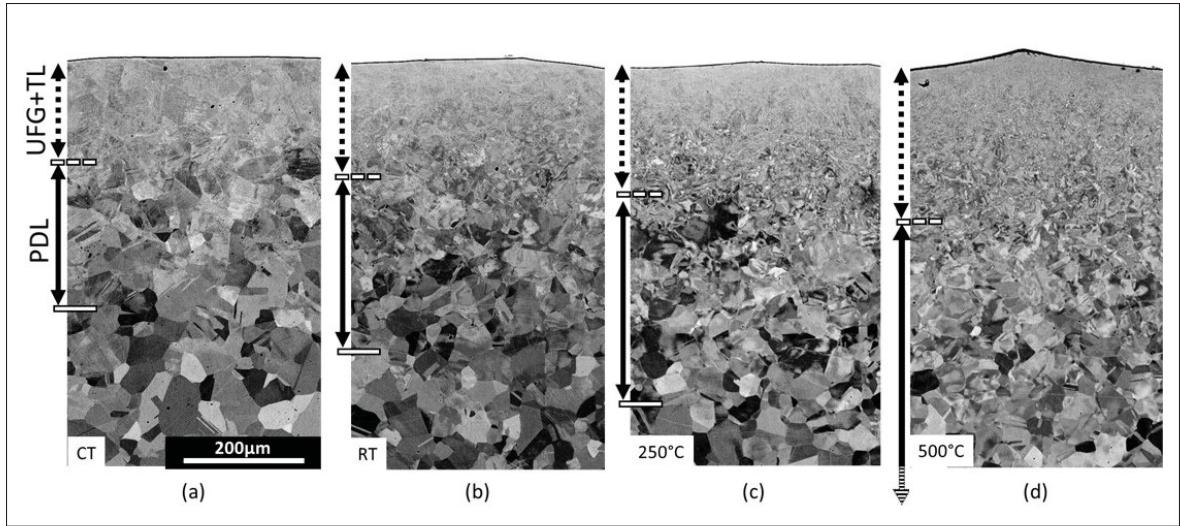


Figure 3.3 Images MEB par électrons rétro diffusés des sections transverses des échantillons après SMAT à (a) CT, (b) RT, (c) 250°C, et (d) 500°C avec la surface traitée en haut. Les lignes verticales noires en pointillé estiment approximativement les épaisseurs des couches UFG + TL. Les flèches noires verticales indiquent les épaisseurs estimées des couches PDL. Toutes les images partagent la même échelle

La Figure 3.4 présente des observations à plus fort grossissement de la microstructure à différentes profondeurs pour les échantillons traités à CT et à 500°C. Les deux échantillons présentent des microstructures extrêmement affinées à la surface (Figure 3.4a,b) et à une profondeur de 50 μm (Figure 3.4c,d). Bien que les microstructures générées à 500°C restent très fines, elles sont néanmoins plus grossières que celles obtenues par SMAT à CT. À une profondeur de 200 μm (Figure 3.4e,f), des défauts plans subdivisent les grains initialement grossiers de l'échantillon SMATé à CT, tandis que des contrastes de désorientation intragranulaire marqués sont visibles dans la microstructure de l'échantillon SMATé à 500°C. La profondeur maximale affectée semble être atteinte à 400 μm sous SMAT à CT, car aucun défaut d'accommodation de la déformation et de désorientation intragranulaire ne sont visibles (Figure 3.4g). En comparaison, l'échantillon déformé à chaud présente encore une désorientation intragranulaire significative à cette même profondeur (Figure 3.4h).

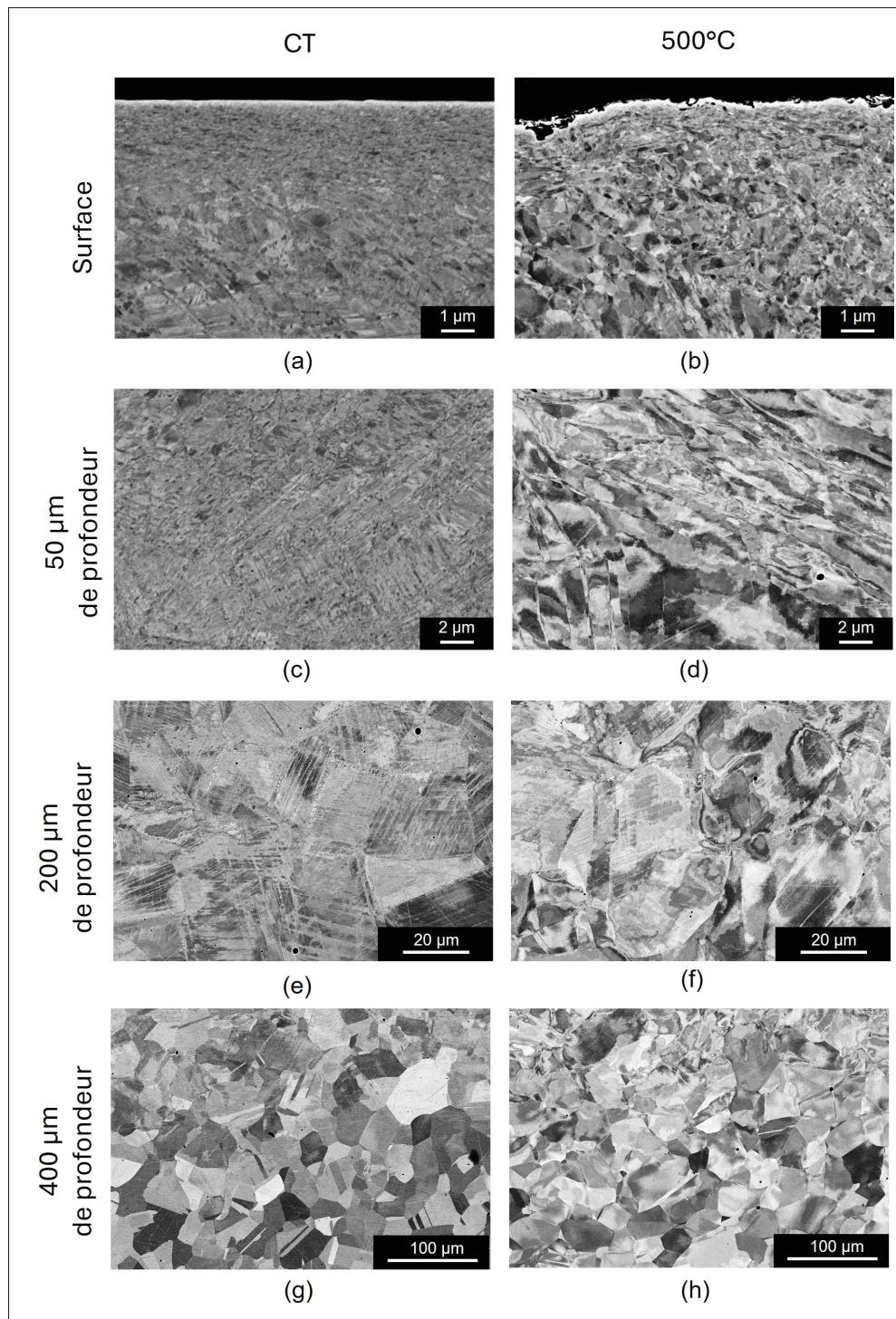


Figure 3.4 Images électroniques à plus fort grossissement des coupes transverses des échantillons après SMAT, montrant la microstructure (a, b) en surface, (c, d) à 50 μm , (e, f) à 200 μm et (g, h) à 400 μm sous la surface traitée, pour les échantillons traités par SMAT à (a, c, e, g) CT et (b, d, f, h) 500°C

Les cartes EBSD en section transverse pour les différentes températures sont affichées dans la Figure 3.5 pour les premiers 50 μm sous les surfaces traitées. Les Figures 3.5a,c,e et g montrent les figures de Pôle Inverse (IPF), selon la normale à la surface (axe Z). Les Figures 3.5b,d,f, et h sont les cartes de phases correspondantes avec l'austénite en contraste de bandes, la martensite α' en bleu et les joints de macles {111} à 60° en rouge. Seul l'échantillon traité par SMAT à température cryogénique (Figures 3.5a et b) présente une quantité significative de 18% de martensite α' (pour un taux d'indexation global de 90%), tandis que les autres montrent soit une très petite quantité de cette phase, soit aucune martensite. La martensite α' à CT est localisée en bandes droites au sein des grains, indiquant une transformation induite par la déformation. Une quantité relativement faible de joints de grains a été indexée comme des joints de macles (9,8% de la fraction de longueur totale des joints de grains détectés $>5^\circ$). Lorsque la température de traitement est augmentée à RT (Figures 3.5c et 3.5d), environ 1% de martensite α' détectée, et une fraction nettement plus élevée de joints de macles a été indexée (58,6%). De plus, des gradients de coloration intragranulaires peuvent être observés dans la Figure 3.5c, reflétant les fortes activités de désorientations intragranulaires. L'augmentation de la température de traitement à 250°C (Figure 3.5e et 3.5f) conduit à l'absence de martensite et à une fraction plus faible de joints de macles (34,0%) (Figure 3.5f). La forte quantité de désorientation intragranulaire (Figure 3.5e) est similaire à celle de l'échantillon traité à RT, avec un affinement des grains produit sur une épaisseur plus importante. Enfin, lorsque la température est encore augmentée à 500°C (Figure 3.5g et 3.5h), la microstructure diffère significativement des autres échantillons : la plupart de la sous-surface observée est constituée de grains ultra-fins avec une taille moyenne de 0,83 μm sur les 35 premiers micromètres, et seulement 6,6% de joints de macles a été indexée sur la carte par rapport à la longueur de tout les joints de grains. Les épaisseurs des couches UFG ont été déterminées en utilisant un critère de taille de grain inférieure à 1 μm à partir des cartes EBSD et ont été subdivisées en couches inférieures à 200 nm comme proposé par Samih et al. [Samih et al. (2013)] pour évaluer l'épaisseur de la couche nanostructurée. Les épaisseurs des couches nanostructurées sont estimées à 2,8, 1,4, 4,6 et 8,3 μm pour CT, RT, 250°C et 500°C , respectivement. De même, les couches UFG sont estimées à 4,7, 1,4, 8,3 et 35,3 μm pour CT, RT, 250°C et 500°C , respectivement.

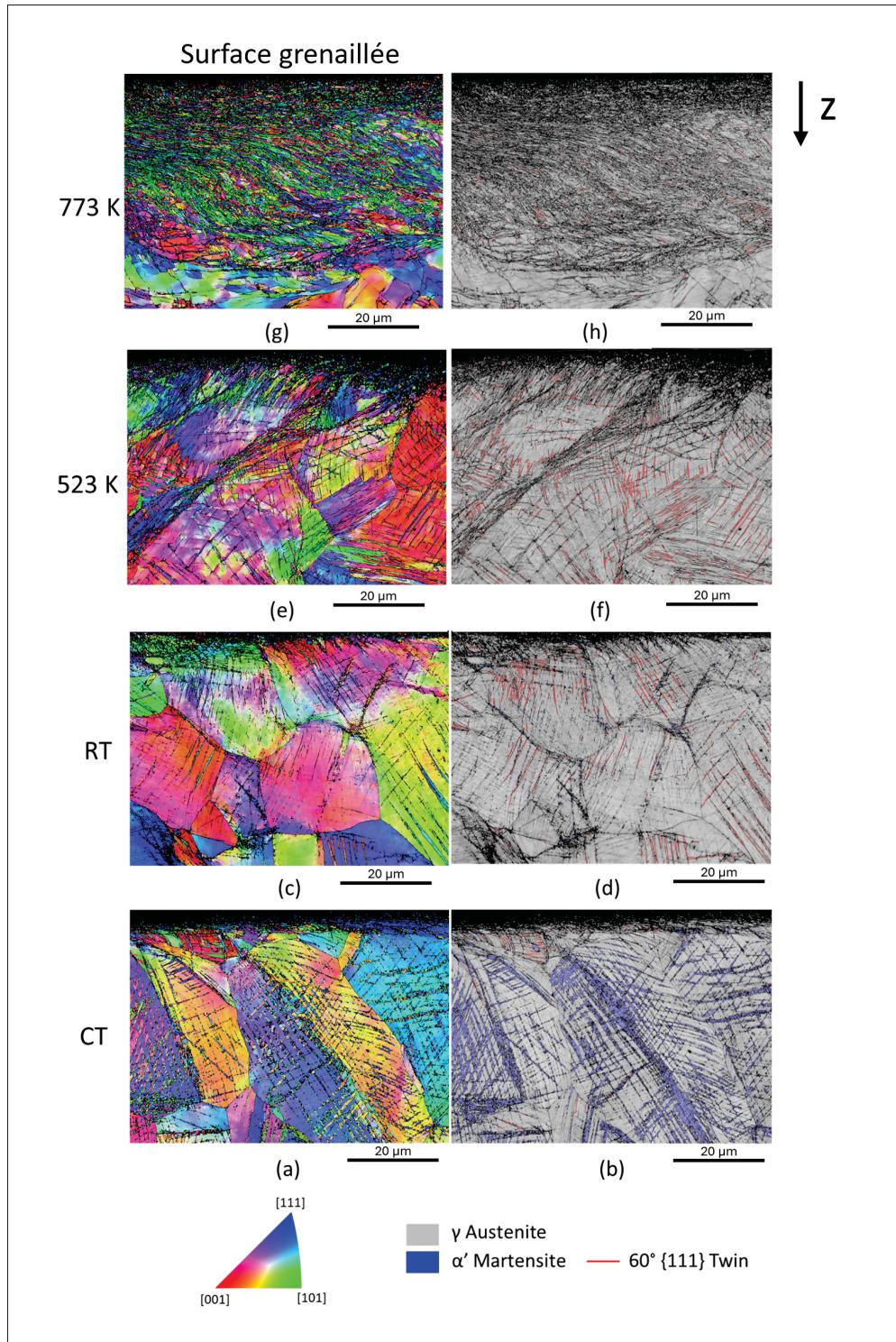


Figure 3.5 Cartes EBSD des 50 premiers microns sous la surface traitée à (a,b) CT, (c,d) RT, (e,f) 250°C, (g,h) 500°C ; a,c,e et g sont les représentations IPF selon l’axe Z, b,d,f et h sont les cartes de phase avec l'austénite γ en bande contraste, la martensite α' en bleue et les macles sont tracées en rouge

Des observations TKD ont été nécessaires pour mieux observer la microstructure sur les premiers microns, car l'indexation des clichés EBSD est affectée par la déformation plastique sévère (ce qui rend les clichés flous) et la présence de plusieurs phases (superpositions de clichés) [Samihi *et al.* (2013)]. Les Figures 3.6a et 3.6c montrent les figures de pôles inverses (IPF) sur l'axe Z de l'échantillon traité par SMAT à CT et à 500°C, respectivement. Les Figures 3.6b et 3.6d montrent les cartes de phases correspondantes où l'austénite est représentée en contraste de bandes et la martensite α' en bleu. Aucune martensite ϵ n'a été indexée dans les deux conditions.

Les deux microstructures d'extrême surface montrent des nanograins équiaxes, que le grenaillage soit effectué à CT ou à 500°C. La taille des grains reste comparable entre les échantillons, variant de 55 nm à 67 nm entre CT et 500°C, respectivement. Seul l'échantillon traité à CT montre la présence de quelques grains de martensite α' (2,5%), la taille des grains de martensite α' étant à peu près la même que celle des nanograins d'austénite, environ 60 nm.

Les relations de macles ont été détectées pour l'échantillon grenaillé à 500°C dans la région extrême de la surface. Elles sont affichées en Figure 3.6d avec un angle de tolérance de 5° en rouge et de 15° en jaune (les joints de macles n'ont pas pu être révélés correctement à CT en Figure 3.6b en raison du faible taux d'indexation de la carte). La présence de joints de macles avec une bonne correspondance, certains étant parallèles entre eux et de nombreux autres modérément désorientés par rapport à la coïncidence de la condition de maclage ("coincidence-site lattice" : CSL) (5-15° par rapport aux {111} à 60°), suggère la formation et la déformation des macles de croissance pendant le processus SMAT. Les macles de croissance se formeraient à partir de sous-structures mobiles fortement désorientées générées pendant les processus de déformation et de restauration, mais ces grains vont progressivement tourner et dévier de la relation CSL de maclage à mesure qu'ils subissent une déformation supplémentaire en raison du processus SMAT en cours.

Les Figures 3.6g et 3.6h montrent des vues rapprochées de deux grains sélectionnés (rectangles noirs en Figure 3.6d) représentés avec des contrastes de densité de GNDs. Le tracé de la densité de GND révèle la formation de sous-structures de dislocations à l'intérieur des nanograins

contenant une densité élevée de GND, tandis que d'autres régions affichent une densité de dislocations beaucoup plus faible.

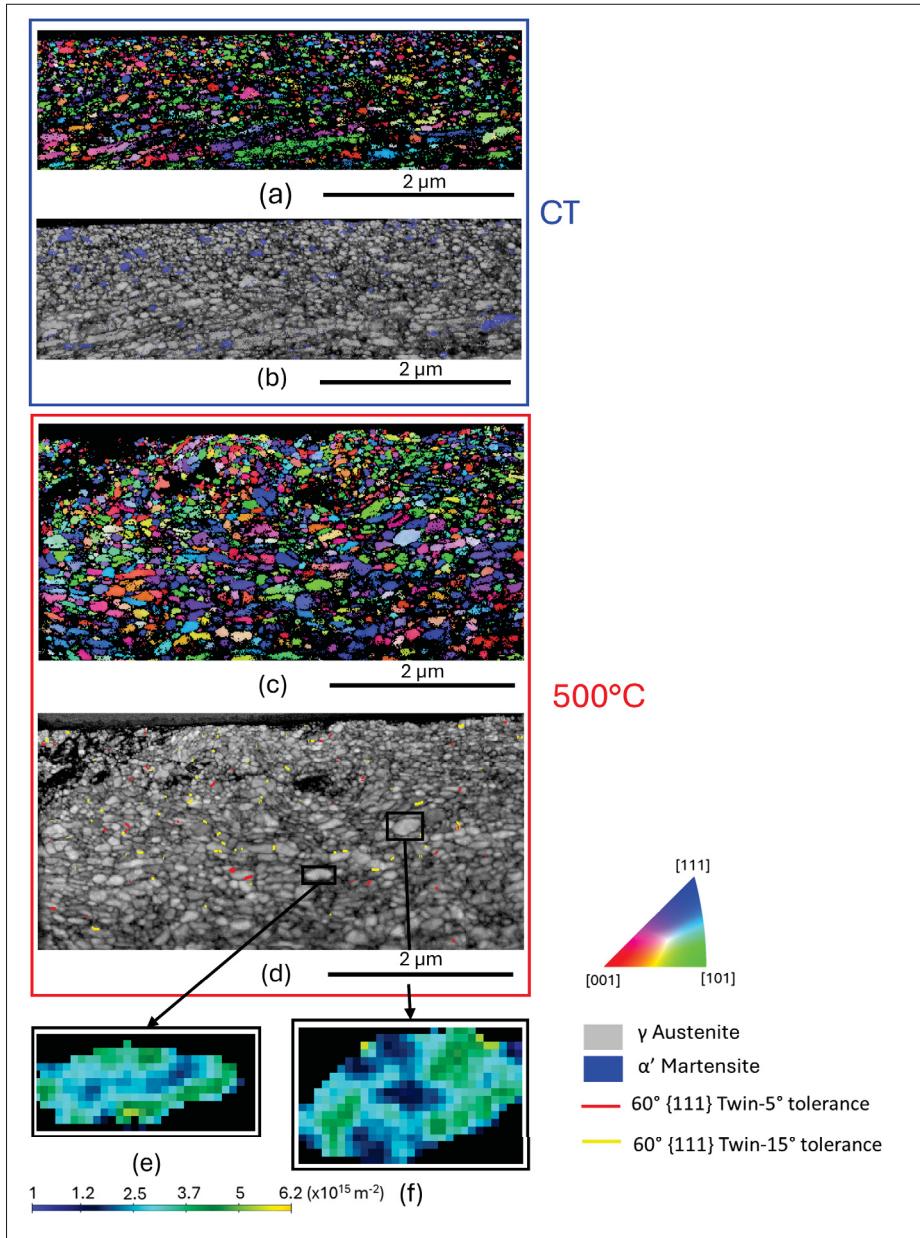


Figure 3.6 Acquisitions TKD de la région UFG à l'extrême surface après SMAT à (a, b) CT et (c, d) 500°C : a, c sont des représentations IPF le long de l'axe Z (normal au plan d'observation) ; b, d sont des cartes de phase avec l'austénite γ en contraste de bande et la α' -martensite en bleu. e, f correspondent à des vues rapprochées (rectangles noirs dans la Figure 4d) tracées en densité GNDs pour montrer les sous-structures de dislocations présentes à l'intérieur des nanograins

Afin de documenter les mécanismes de déformation à une profondeur supérieure à 100 µm de la surface traitée par SMAT, des cartes EBSD supplémentaires ont été produites pour les conditions CT (Figure 3.7), RT et 500°C (Figure 3.8).

La Figure 3.7 montre les figures de pôles et les cartes EBSD associées réalisées à une profondeur de 100 µm sous la surface pour l'échantillon CT. Les bandes de martensite α' (en bleu) et de martensite ε (en vert) sont identifiées en Figure 3.7a. Les bandes de martensite α' (40% avec un taux d'indexation global de 90%) sont principalement alignées dans des directions spécifiques, avec certaines bandes qui se croisent. Une certaine quantité de martensite ε (5,7%) est située au sein des bandes de martensite α' . Les Figures de pôles associées à ces phases sont données en Figures 3.7b et 3.7c avec l'austénite γ représentée en gris, la martensite α' en bleu et la martensite ε en vert. La Figure 3.7b montre la superposition des pôles des plans $\{111\}_\gamma$ (gris) et $\{0002\}_\varepsilon$ (vert) représentant les orientations des Figures 3.7d et f. La phase austénite peut être interprétée comme un grain parent avec des macles mécaniques représentées respectivement par des marqueurs en carré et en étoile. Les deux lignes en pointillés de la Figure 3.7b correspondent aux deux traces des plans $\{111\}_\gamma$ ayant le facteur de Schmid le plus élevé dans la phase austénitique en supposant une charge de compression (selon l'axe Z). Elles correspondent à la morphologie des traces des deux plans trouvées sur la carte de microstructure, montrant que les deux systèmes de glissement les plus activés correspondent à la direction le long de laquelle les bandes de martensite α' se forment (Figure 3.7a). La superposition des pôles $\{\bar{1}11\}_\gamma$ avec les pôles $\{0002\}_\varepsilon$ en Figure 3.7b soutient la Relation d'Orientation (OR) Nishiyama (γ/ε) $\{111\}_\gamma//\{0002\}_\varepsilon <1\bar{1}0>_\gamma //<1\bar{1}\bar{2}0>_\varepsilon$.

La Figure 3.7c montre également la superposition des plans $\{111\}_\gamma$ (gris) et des plans $\{110\}_{\alpha'}$ (bleu) représentant les orientations des Figures 3.7d et f. Les marqueurs en forme de cercles se réfèrent aux pôles $\{110\}_{\alpha'}$ issus des 24 variantes respectant la possible OR de Kurdjumov-Sachs (K-S) (γ/α') $\{111\}_\gamma//\{110\}_{\alpha'} <1\bar{1}0>_\gamma //<1\bar{1}1>_{\alpha'}$. De plus, les pôles $(0002)_\varepsilon$ et $(110)_{\alpha'}$ sont situés au même endroit (Figure 3.7b et 3.7a), confirmant l'OR de Burgers (ε/α') $\{0002\}_\varepsilon//\{110\}_{\alpha'} <1\bar{1}\bar{2}0>_\varepsilon //<1\bar{1}1>_{\alpha'}$. Les grains α' sont clairement liés au plan d'habitat le plus actif du grain d'austénite $(\bar{1}11)_\gamma$. Aucun variant n'est trouvé pour l'orientation

des macles mécaniques. Tous les variants ne sont pas trouvés, et une grande dispersion est associée à certains des variants, surtout sur ce plan commun.

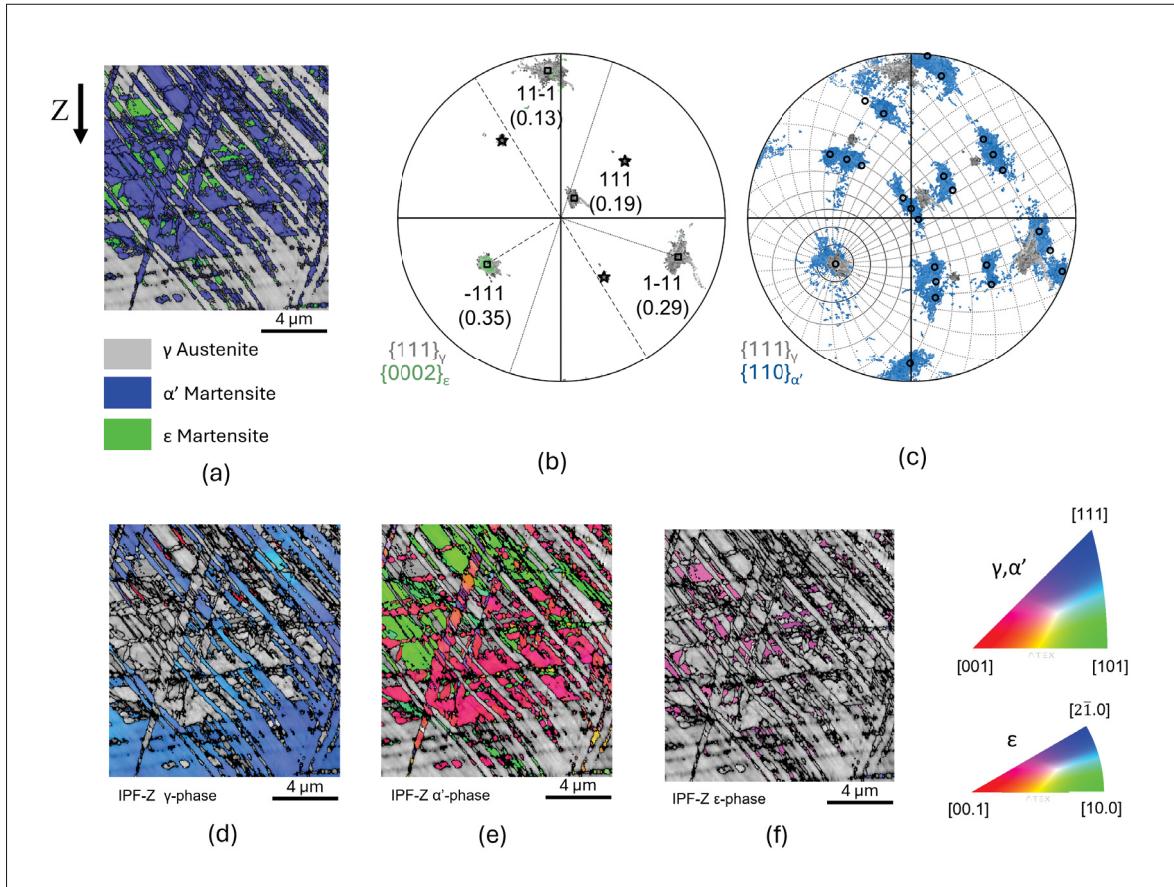


Figure 3.7 Carte de phase EBSD et figures de pôle associées réalisées à une profondeur de 100 μm de la surface traitée CT : (a) Carte EBSD avec l'austénite en gris, la martensite ϵ en vert et la martensite α' en bleu ; (b) Figure de pôle des $\{111\}_\gamma$ -austénite (gris, \square), des pôles des macles associées (gris, \star) et des $\{0002\}_\epsilon$ -martensite (vert). Les lignes pointillées représentent les traces de plan des deux $\{111\}_\gamma$ ayant le plus haut facteur de Schmid (valeurs entre parenthèses). (c) Figure de pôle des $\{111\}_\gamma$ (gris), des $\{110\}_{\alpha'}$ (bleu) et des variantes associées $[\bar{1}11]_\gamma$ α' -martensite (\circ) ; (d,e,f) Représentations IPF le long de l'axe Z pour l'austénite γ , la martensite α' et la martensite ϵ , respectivement

Pour les échantillons RT et 500°C, des cartes EBSD additionnelles présentées en Figure 3.8 ont été réalisées à une profondeur de 125 μm documentant la densité GND et les joints de macles. Dans les deux cartes, aucune martensite n'a été détectée. De nombreuses macles mécaniques ont été observées dans l'échantillon soumis au SMAT à RT (Figure 3.8a). Les zones plus claires

dans la carte de densité GND indiquent des régions à haute densité de GND. Elles correspondent à des traces de défauts plans sur les plans {111} identifiés à partir des résultats d'orientation. Ces défauts plans sont probablement des macles mécaniques trop fines pour être indexées avec le pas de mesure de 50 nm [Barbier *et al.* (2009)]. À température plus élevée (500°C), seulement quelques macles ont été détectées alignées avec les traces des plans {111} (Figure 3.8b). Les structures représentées par la carte de densité GND sont moins planes qu'à RT, suggérant des structures d'enchevêtrement de dislocations denses le long des traces des plans denses {111}. Ainsi, à 125 µm de profondeur, les macles mécaniques accommodent la plupart de la déformation à RT, tandis qu'à 500°C, la déformation est principalement accommodée par le glissement des dislocations avec une faible quantité de macle de déformation.

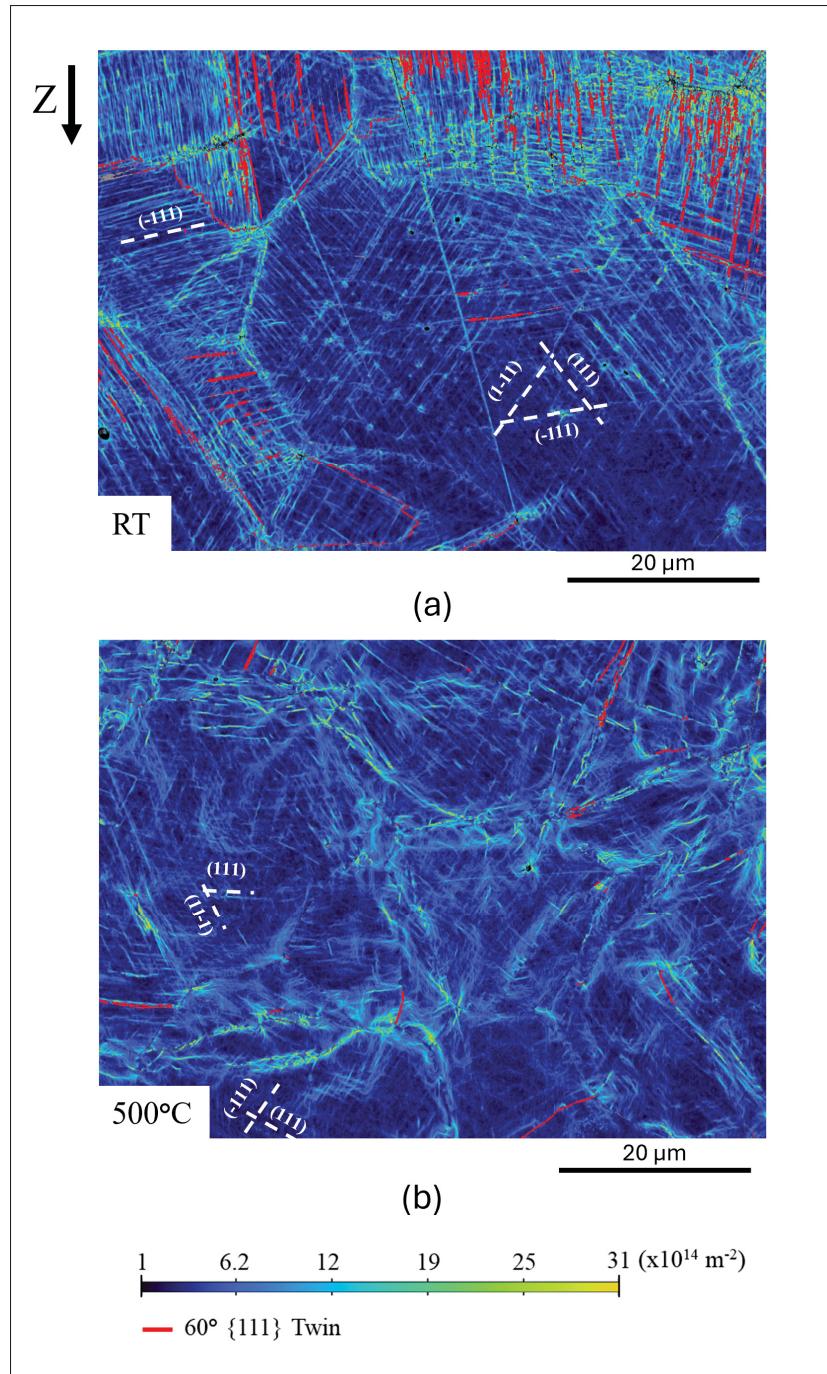


Figure 3.8 Cartes EBSD acquises à une profondeur de 125 μm dans l'échantillon (a) RT (b) 500°C, représentant la densité de GND avec en rouge les macles {111} désorientées de 60°. Les traces des plans {111}, représentées par des lignes pointillées blanches, ont été déduites de l'orientation cristalline obtenue par EBSD

3.3.3 Gradients de dureté, de contraintes résiduelles et de FWHM

Les données de dureté de surface et de sous-surface obtenues sur les échantillons traités par SMAT sont rassemblées dans la Figure 3.9 pour les différentes températures de traitement. Tous les traitements permettent d'augmenter la dureté du matériau initial, avec une dureté maximale située en surface suivie d'une diminution progressive vers la valeur de dureté initiale à cœur (172 ± 10 HV). La dureté de surface maximale de 485 HV est atteinte pour l'échantillon CT, ce qui correspond à une augmentation de dureté d'environ +315 HV. À des températures plus élevées, les duretés de surface semblent plutôt comparables à 435, 421 et 407 HV avec un écart type d'environ ± 20 HV pour les échantillons RT, 250°C et 500°C, respectivement. Ces conditions représentent toujours une augmentation d'environ +250 HV par rapport à la dureté initiale.

Sous la surface, de 0 à 220 µm, l'augmentation de la température entraîne des valeurs de dureté significativement plus basses jusqu'à une zone d'inflexion commune atteinte à une valeur de dureté d'environ 280 HV et une profondeur de 220 µm. À partir de cette profondeur, une tendance inverse est observée pour laquelle les traitements les plus chauds génèrent des valeurs de dureté plus élevées jusqu'à atteindre la valeur de dureté à cœur. En conséquence, la température du SMAT a un effet sur l'épaisseur de la couche durcie, augmentant de 500, 600, 650 et 800 µm pour les échantillons CT, RT, 250°C et 500°C (ces valeurs ont été obtenues en calculant la dérivée des valeurs de dureté et en prenant la profondeur à laquelle la valeur de la dérivée est inférieure à 0,05 HV/µm). Ainsi, un SMAT à chaud entraîne une augmentation de la profondeur de la couche durcie au détriment des valeurs de dureté de surface.

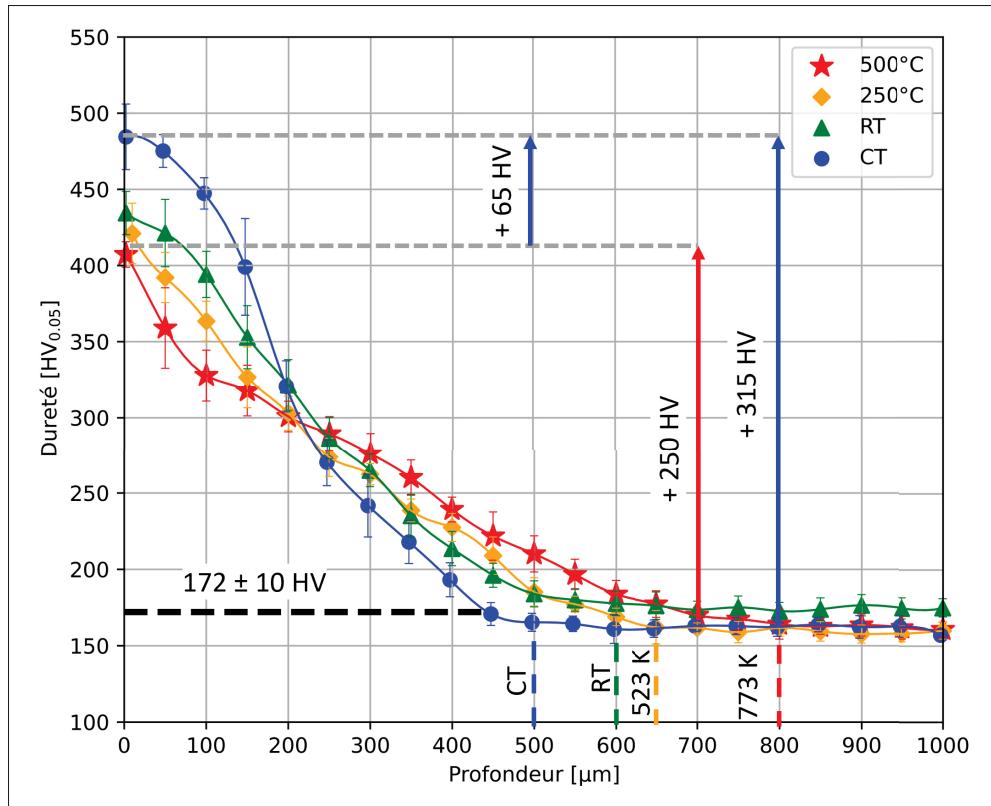


Figure 3.9 Gradients de dureté Vickers après SMAT à CT (bleu), RT (vert), 250° C (orange) et 500°C (rouge). La ligne horizontale en pointillés à 170 HV représente la dureté initiale du matériau. Les barres d'erreur représentent ± 1 écart-type par rapport à la valeur moyenne ($n = 10$)

L'évolution des contraintes résiduelles en fonction de la profondeur pour les échantillons traités par SMAT à différentes températures est représentée dans la Figure 3.10. Le SMAT a induit un gradient de contraintes résiduelles de compression le long de la couche affectée avec un maximum localisé sous la surface pour l'échantillon CT. Une distinction entre la mesure effectuée dans la phase martensitique (signes creux) et l'austénite (signes pleins) est faite pour les premiers 170 microns, le pic {311} de l'austénite étant trop faible pour être mesuré par rapport au pic {211} de la martensite. En dessous d'une profondeur de 150 μm , la fraction de martensite est devenue insuffisante pour la mesure, et les contraintes résiduelles ont été mesurées uniquement dans l'austénite. L'écart type associé à la mesure augmente avec la profondeur. Cela peut être

corrélé à l'augmentation de la taille des grains avec la profondeur, entraînant moins de grains diffractant.

La valeur de la contrainte résiduelle de surface est maximale dans la phase martensitique à CT avec une valeur de -720 MPa. Les traitements γ -CT, RT et 250°C ont des valeurs intermédiaires comparables de -480 MPa, -514 MPa et -500 MPa, respectivement; mais la valeur à 500°C tombe à -380 MPa, soit la moitié de celle obtenue en condition CT dans la phase martensitique. Sous la surface, les contraintes résiduelles de compression sont plus importantes avec une valeur maximale de -1050 MPa à une profondeur de 70 μm , pour la condition CT. Le SMAT effectué à RT et 250°C génère des contraintes résiduelles de compression maximales plus faibles avec des valeurs de -788 MPa et -635 MPa, respectivement. Contrairement à l'échantillon CT qui présente une vallée et une transition abrupte à une profondeur correspondant à la transition entre martensite et austénite (200 μm), dans les autres conditions les contraintes résiduelles de compression diminuent de manière plutôt linéaire jusqu'à atteindre le domaine de traction en profondeur. En fin de compte, à 500°C, le gradient de contraintes résiduelles peut être décrit comme un large plateau d'environ 300 μm avec des valeurs inférieures à -400 MPa. En dessous de 200 μm , aucune différence significative n'est observée entre les SMAT effectués à RT, 250°C et 500°C et l'état de contrainte de compression est maintenu jusqu'à 500 μm .

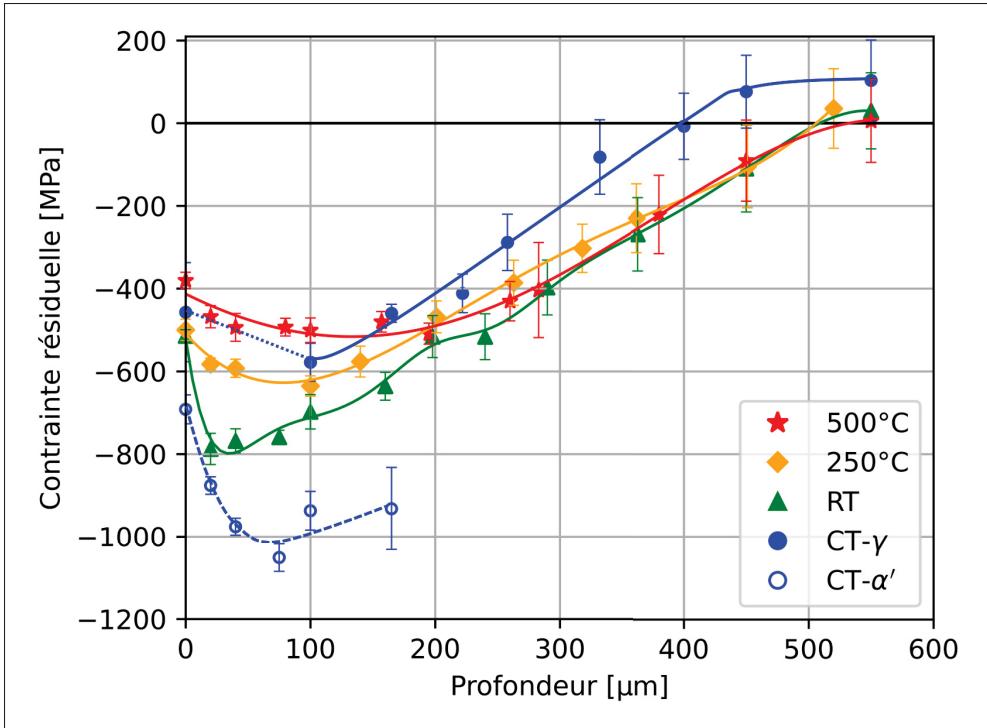


Figure 3.10 gradients de contraintes résiduelles après SMAT à CT (bleu), RT (vert), 250°C (orange) et 500°C (rouge). En ce qui concerne le gradient de contraintes résiduelles CT, la martensite α' et l'austénite γ sont représentées par des marqueurs vides et pleins, respectivement. Les barres d'erreur représentent ± 1 écart-type par rapport à la valeur moyenne ($n = 5$)

La figure 3.11 présente les valeurs de FWHM extraites des mesures des contraintes résiduelles pour toutes les conditions de traitement. En effet, les valeurs de FWHM pour les différentes températures de traitement peuvent être documentées afin de décrire qualitativement les variations de densités de dislocations et de tailles des domaines de diffraction cohérents. Un FWHM plus élevé correspond à des densités de dislocations plus importantes ou à des domaines plus petits [Ungár (2001)]. Les valeurs maximales de FWHM sont observées près de la surface, puis diminuent avec la profondeur, à l'exception de la phase γ dans la condition CT. Cette exception peut s'expliquer par la forte incertitude associée aux mesures, due à la faible intensité du pic.

Pour l'échantillon CT, à la surface, le FWHM de la martensite atteint un maximum d'environ $4,2^\circ$ et diminue jusqu'à $3,2^\circ$ à $180 \mu\text{m}$ de profondeur. Les valeurs de FWHM dans l'austénite -

associées à des erreurs acceptables - sont nettement plus faibles. Pour les autres températures de SMAT, les valeurs maximales de FWHM atteintes à la surface sont d'environ $3,4^\circ$, $4,1^\circ$ et $3,5^\circ$ pour RT, 250°C et 500°C , respectivement. La valeur de FWHM obtenue à 250°C est particulièrement élevée. Cela pourrait être lié à une combinaison entre une forte densité de dislocations atteinte à la surface - résultant de la combinaison du maclage et du glissement des dislocations - et des régions de diffraction relativement petites. Globalement, plus la température de SMAT est élevée, plus le FWHM est faible le long des premiers $\approx 220 \mu\text{m}$. Au-delà de cette profondeur, bien que les évolutions de FWHM soient assez similaires pour toutes les conditions de traitement, la tendance s'inverse et les traitements de SMAT réalisés à plus haute température conduisent à des valeurs de FWHM plus élevées.

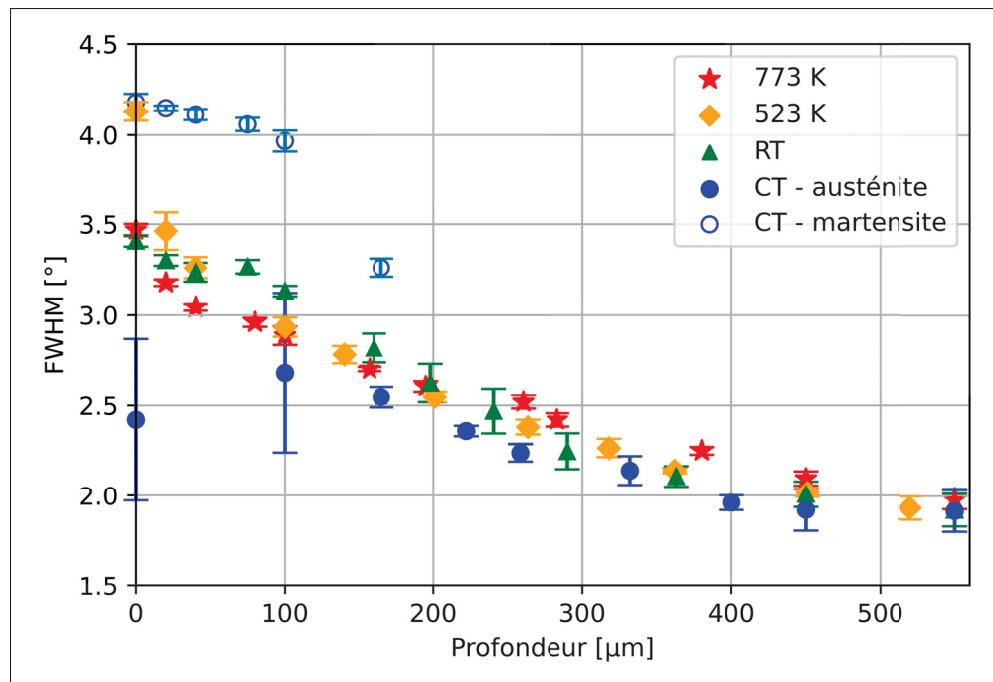


Figure 3.11 FWHM en fonction de la profondeur de l'échantillon pour les traitements de grenaillage réalisés à CT, RT, 250°C , et 500°C . Les barres d'erreur représentent ± 1 écart-type par rapport à la valeur moyenne ($n = 5$)

3.4 Discussion

L'évolution microstructurale d'un acier 316L déformé sous SMAT dans une plage de températures allant de conditions cryogéniques ($\approx -130^{\circ}\text{C}$) à 500°C a révélé que le matériau accommode la déformation via une large gamme de mécanismes en fonction de la température et de la profondeur par rapport à la surface traitée. Pour illustrer la discussion suivante, les observations sont rassemblées dans la Figure 3.12, où les différentes épaisseurs de couches et microstructures sont rappelées et schématisées.

La première partie discutera du rôle de la température sur les mécanismes déclenchés pour accommoder la déformation, tandis que la seconde partie se concentrera sur l'effet de la déformation appliquée sur l'évolution des caractéristiques mécaniques le long du gradient affecté.

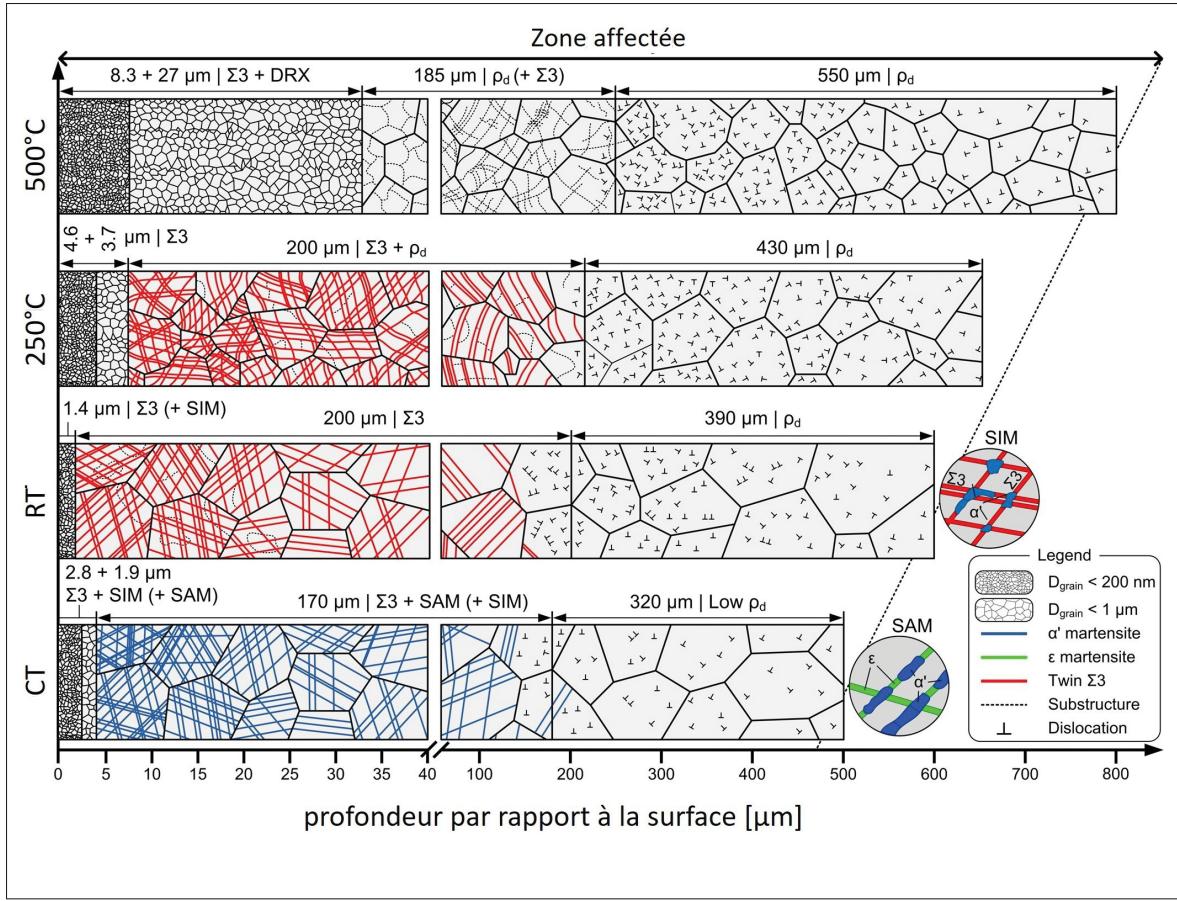


Figure 3.12 Mécanismes accommodant la déformation lors du SMAT à différentes températures de traitement et épaisseurs associées des 3 couches conventionnelles. $\Sigma 3$: maclage mécanique, ρ_d : densité de dislocations, DRX : recristallisation dynamique, SAM : martensite assistée par contrainte, SIM : martensite induite par la déformation.

Les mécanismes indiqués entre parenthèses sont rapportés comme mécanismes additionnels

3.4.1 Effet de l'EFE sur l'interaction entre les différents modes de déformation

Varier la température de SMAT de CT ($\approx -130^\circ\text{C}$) à 500°C est une manière de modifier l'EFE du 316L de 6 à 69 mJ.m^{-2} et par conséquent d'influencer les modes de déformation activés.

À faible EFE (6 mJ.m^{-2}), le taux de déformation élevé généré par le SMAT à la surface de l'échantillon [Azadmanjiri *et al.* (2015); Chen *et al.* (2011)] fournit des conditions préférentielles pour induire du maclage mécanique [Gray, III (1993); Shen *et al.* (2012); Magalhães *et al.* (2017)],

et ces macles mécaniques peuvent agir comme des embryons de martensite α' [Olson & Cohen (1972); Fujita & Katayama (1992)]. Cette transformation martensitique induite par la déformation se produit sans formation de martensite ε (Figures 3.5 et 3.6) [Olson & Cohen (1972)]. À mesure que le taux de déformation diminue en profondeur de l'échantillon, la quantité d'embryons nécessaires pour former la SIM diminue et les conditions pour la formation de la SAM sont favorables. Plus profondément dans le matériau, à environ 100 μm de profondeur, de la martensite ε a été observée avec la martensite α' , ce qui suggère que le mécanisme menant à la formation de la martensite α' a changé. La martensite ε peut être décrite avec les ORs de Nishiyama, suggérant une formation par SAM [Shen *et al.* (2012)]. Les ORs de K-S étaient associés à la formation de la martensite α' , soutenant toujours la formation de la SIM (Figure 3.7b). Lors d'une déformation ultérieure, la phase de martensite ε générera de la martensite α' à l'intersection des lattes [Fujita & Katayama (1992); Venables (1962); Spencer *et al.* (2009)] ou à l'intérieur d'une seule latte de martensite ε [Yang *et al.* (2015)]. Dans cette condition, les ORs de Burgers sont attendus [Humbert *et al.* (2007)] et rapportés ici (Figure 3.7).

La quantité de martensite formée après 10 minutes de SMAT à CT (environ -130°C) est plutôt faible à la surface et à 100 μm de profondeur (avec 18% et 40%, respectivement) par rapport à la valeur calculée de Md30 de 5°C estimée à partir de [Angel (1954)], montrant qu'après 10 minutes de SMAT, la déformation locale accumulée à la surface de l'échantillon est encore relativement faible. La quantité de martensite dépend de la durée de grenaillage, avec une augmentation de la quantité de martensite avec le temps [Novelli *et al.* (2018)]. Novelli *et al.* (2018) ont constaté qu'un maximum de martensite formée en sous-surface d'environ 30% pour 3 minutes atteignait 100% après 20 minutes de traitement à -80°C pour un acier inoxydable 304L ayant une EFE d'environ 6 mJ.m^{-2} à cette température. Ici, la durée relativement courte du SMAT (10 minutes) et la rotation de l'échantillon réduisent la déformation accumulée et la possibilité de maximiser la quantité de formation de martensite. La plus grande quantité de martensite atteinte dans la zone sous-surface à 100 μm peut être attribuée à une combinaison de mécanismes : (i) des contraintes de cisaillement plus élevées sous la surface, comme attendu par la théorie de Hertz pour un contact bille/plan [Novelli *et al.* (2018)], (ii) le chauffage local en

surface dû aux impacts des billes augmentant l'énergie requise pour la transformation, (iii) une possible réversion de la martensite lorsqu'elle est générée à haute déformation [Ni *et al.* (2003); Li *et al.* (2008)]. Plus loin de la surface, l'énergie de déformation disponible diminue avec le taux de déformation, de sorte que la contrainte critique pour la transformation martensitique n'est pas atteinte et l'activité des dislocations est le seul mécanisme disponible pour accommoder la déformation.

Pour des EFE intermédiaires (23 mJ.m^{-2} et 44 mJ.m^{-2} , correspondant à RT et 250°C , respectivement), près de la surface où le taux de déformation et la déformation sont élevés, la déformation se produit avec une quantité significative de macles mécaniques (Figures 3.5d et 3.5f) sans signe de transformation martensitique à la surface. Pour cette gamme d'EFE, l'effet TWIP est le mécanisme principal rapporté pour la déformation de l'austénite [Allain (2004); Barbier *et al.* (2009)]. L'augmentation de l'EFE de 23 à 44 mJ.m^{-2} diminue l'activité de maclage mécanique et augmente la contribution des dislocations et, par conséquent, la fragmentation intragranulaire (Figure 3.5) [Molnár *et al.* (2019)]. Une EFE plus élevée de 44 mJ.m^{-2} a conduit à un affinement intensif des grains sur une profondeur plus épaisse, résultant en une couche UFG plus épaisse (Figure 3.5). De plus, des bandes de cisaillement ont été trouvées et un affinement significatif des grains dans ces dernières a été documenté (Figure 3.5e). La déformation localisée dans les bandes de cisaillement a été associée à une augmentation locale de la température (échauffement adiabatique) qui facilite la formation de grains plus petits pouvant recristalliser rapidement [Bahl *et al.* (2017)]. Ce mécanisme a été observé dans un 316L SMATé dans des conditions similaires, mais avec des billes plus grandes et un traitement plus long sur 316L [Bahl *et al.* (2017)]. Ici, comme le temps de grenaillage est plus court (10 minutes), le mécanisme n'est observé que lorsque plus d'énergie mécanique est impartie au matériau en raison de la réduction de la contrainte d'écoulement. Loin de la surface, comme la déformation et le taux de déformation sont faibles, la contrainte critique nécessaire à la formation de macles n'est pas atteinte et la déformation est accommodée par l'activité des dislocations.

À haute EFE (69 mJ.m^{-2} , c'est-à-dire à 500°C), la déformation plastique est principalement contrôlée par l'activité des dislocations sur l'ensemble du gradient microstructural et les

mécanismes displasifs discutés précédemment sont drastiquement réduits. Cela est clairement visible en comparant la microstructure en dessous de 125 µm de profondeur (Figures 1.21a et 1.21b), où les défauts plans observés à RT sont remplacés par des sous-structures désorientées et une densité de dislocations plus élevée, même si la température de traitement est significativement plus élevée et que des processus de restauration dynamique sont attendus. Pour cette condition de grenaillage, la couche UFG s'étend jusqu'à 35 µm sous la surface traitée (Figure 3.12) avec certaines preuves de DRX observées. La présence de macles aux frontières des grains dans la Figure 3.6d montre que la recristallisation discontinue se produit par la germination de nouveaux grains sans contrainte générés par les macles de croissance. Ce mécanisme de germination est classiquement rapporté dans les matériaux CFC à faible EFE [Sakai *et al.* (2014); Huang & Logé (2016)]. Ces grains seront progressivement déformés par les impacts suivants, générant des sous-structures de dislocations et induisant une rotation des grains. Ces rotations réduiront la cohérence de la relation de maclage (CSL), comme illustré dans la Figure 3.6b. L'occurrence de la dDRX est également soutenue par la texture aléatoire trouvée à la surface de l'échantillon, car la formation de macles de croissance tend diminuer l'indice de texture [Tikhonova *et al.* (2013)]. La présence de sous-structures de dislocations dans les microstructures formées peut également suggérer l'occurrence de la recristallisation dynamique continue (cDRX) rapportée pour certains aciers inoxydables austénitiques soumis à une déformation en température [Tikhonova *et al.* (2013); Satheesh Kumar *et al.* (2017)]. Ainsi, une compétition entre les mécanismes de dDRX et de cDRX pourrait avoir lieu sous SMAT effectué à 500°C.

Pour résumer, le mécanisme TRIP qui contrôle la déformation sous faible EFE et conduit à la formation de martensites ε et α' passe à un mécanisme TWIP, à mesure que l'EFE augmente jusqu'à 44 mJ.m^{-2} (250°C) et repose finalement sur les activités des dislocations et les processus de restauration dynamique pour une EFE plus élevée, et éventuellement de la recristallisation dynamique à la surface de l'échantillon.

3.4.2 Effet de la déformation et des mécanismes identifiés sur la dureté et les gradients de contraintes résiduelles

Comme la déformation appliquée déclenche divers mécanismes, l'origine des gradients de dureté et de contraintes résiduelles générés change avec la température du procédé. Les filiations de microdureté présentées dans la Figure 3.9 et les gradients de contraintes résiduelles dans la Figure 3.10 sont la conséquence de la déformation hétérogène complexe en profondeur de la microstructure.

L'extrême surface (les premiers microns) est caractérisée par des taux de déformation très élevés et des déformations locales accumulées importantes, résultant en un affinement des grains considérable pour toutes les conditions de traitement (Figure 3.5). Les mécanismes d'affinement diffèrent, mais les tailles de grains finales sont comparables (Figure 3.6) : dans l'échantillon cryogénique, une augmentation notable de la dureté de surface (485 HV) par rapport aux autres (\approx 420 HV) est observée en raison de la présence d'une deuxième phase, la martensite α' . Cette phase est localisée dans des bandes de glissement très fines et agit comme une barrière à la mobilité des dislocations [Spencer *et al.* (2004); Liu *et al.* (2017a)]. Pour les conditions RT, 250°C et 500°C, la dureté est contrôlée par la taille des grains et la densité de dislocations, car aucune martensite n'est présente. Il est alors surprenant que la dureté résultante ne varie pas, même si l'énergie d'activation est multipliée par un facteur de 2,6 (de 25°C à 500°C). La FWHM de surface (Figure 3.11) est similaire pour les échantillons RT et 500°C mais significativement plus élevée pour l'échantillon à 250°C, suggérant une combinaison de densité de dislocations plus élevée et de domaines de diffraction plus petits. Cette condition peut être attribuée à l'accumulation combinée de dislocations et à l'activation des processus de restauration à température plus élevée, contribuant tous deux à une grande valeur de FWHM. La température plus basse empêche la formation de domaines de diffraction cohérents, tandis que les températures plus élevées restaurent excessivement les structures de dislocations.

Pour les valeurs de dureté en sous-surface, la présence d'une quantité significative de martensite dans l'échantillon traité à CT résulte en une microstructure beaucoup plus dure sur les 200 premiers micromètres. Cependant, une plus grande quantité de phase martensitique ne correspond

pas nécessairement à des valeurs de dureté plus élevées, le pourcentage de martensite étant plus élevé à 100 µm sous la surface malgré une faible valeur de dureté (40 HV plus basse). (Ainsi la dureté est principalement contrôlée par la taille de grain et non par la quantité de martensite formée). Pour les autres conditions, comme le mécanisme TRIP est l'un des processus de déformation actifs, la déformation à froid facilite sa contribution à l'écrouissage, conduisant à des valeurs de dureté supérieures pour l'échantillon RT. De plus, l'augmentation de la température favorise le glissement des dislocations, la restauration et éventuellement la recristallisation, entraînant l'annihilation des dislocations. Ceci est documenté par les valeurs de FWHM plus faibles atteintes dans les échantillons SMAT à chaud (Figure 3.12) et la formation de sous-structures plus grossières (Figure 3.8).

Il est intéressant de noter que le croisement des duretés observé à une profondeur d'environ 220 µm à environ 280 HV dans la Figure 3.9 correspond à la fin de la région UFG + TL (Figure 3.12) où la formation de défauts displacifs contrôle le processus de déformation et un écrouissage significatif peut être atteint. En dessous de ce croisement (profondeur > 220 µm), l'absence de défaut displacif réduit le potentiel d'écrouissage du matériau, qui est contrôlé uniquement par l'activité des dislocations.

L'évolution de la limite d'élasticité de l'acier inoxydable austénitique 316L en température a été documentée par Molnár *et al.* (2019) : 278 MPa à RT, 190 MPa à 250°C et 158 MPa à 500°C, donnant une énergie d'activation de 174 kJ.mol⁻¹ (en utilisant un coefficient de vitesse de déformation de 0.013 [Güden *et al.* (2022)]). En considérant que l'énergie cinétique des billes est identique pour les différentes conditions de SMAT, la diminution de la limite d'élasticité permet une augmentation de la profondeur à laquelle la déformation peut se produire. La couche superficielle durcie influence également le transfert d'énergie vers la région sous-jacente lors du processus de SSPD [Liu *et al.* (2021a)]. Ainsi, la surface très dure générée lors du SMAT cryogénique consomme une quantité importante d'énergie, limitant l'écrouissage en profondeur. À l'inverse, la surface plus ductile obtenue sous conditions chaudes permet une déformation plastique plus uniforme dans la couche PDL. Ainsi, l'augmentation de la température de SMAT facilite l'activité de dislocations dans la région PDL (>220 µm), entraînant des densités de

dislocations plus élevées et des zones affectées plus profondes lors du SMAT chaud (Figure 3.6g,h). Ces changements dans les mécanismes de déformation actifs, induisent un croisement dans la Figure 3.9, Cela se reflète également par un croisement concomitant des valeurs de FWHM (Figure 3.11). En effet, à l’exception de la condition CT pour laquelle de la martensite s’est formée, la tendance de l’effet de la température de SMAT sur le FWHM est également modifiée vers 200 μm de profondeur. En dessous de 200 μm , l’activité de dislocation plus intense sous conditions chaudes se traduit par des valeurs de FWHM plus élevées et des valeurs de dureté plus importantes.

L’évolution des contraintes résiduelles peut également être expliquée par le gradient de déformation généré pendant le processus SSPD. Comme les contraintes résiduelles sont contrôlées par la nature hétérogène de la déformation introduite par le procédé de fabrication, il est attendu que la contrainte résiduelle maximale située dans la zone sous-surface coïncide avec la région où la déformation maximale s’est produite. Des valeurs de compression significativement plus élevées sont trouvées lorsque la phase de martensite α' est formée (échantillon CT) en raison d’une expansion de volume de 2% associée à la formation de cette phase [Mei & Morris (1990)]. De même, des valeurs de contraintes résiduelles de compression plus élevées sont atteintes dans la phase martensitique que dans la phase austénitique (Figure 3.10) dans la région où les deux phases peuvent être mesurées (entre 100 et 180 μm). Cette différence peut être expliquée par la limite élastique plus élevée de la phase martensitique dans laquelle des contraintes résiduelles plus élevées peuvent être introduites [Kirk & Payne (1999)]. L’augmentation de la température de grenaillage à RT conduit à une réduction drastique de la transformation martensitique (Figure 3.5), entraînant une réduction de la contrainte résiduelle de compression maximale. Pour les conditions plus chaudes (250 et 500°C), le processus de restauration thermiquement activé résulte en une région déformée étendue et en une relaxation partielle de la déformation introduite, entraînant des contraintes résiduelles moins significatives, comme le montre la Figure 3.10. De manière similaire à l’évolution de la dureté et pour les mêmes raisons, toutes les conditions atteignent presque la même valeur de contrainte résiduelle de 500 MPa à 220 μm de profondeur.

Après cette profondeur, la contrainte résiduelle diminue linéairement pour tous les échantillons pour atteindre la région de compensation en traction. Dans ce domaine, les hétérogénéités de déformation conduisant aux contraintes résiduelles de compression peuvent être attribuées uniquement aux dislocations (Figure 3.12), expliquant le domaine de compression plus court pour la condition CT, car l'activité des dislocations est limitée à cette température.

Bien que la formation de martensite α' dans des conditions cryogéniques améliore la dureté et les contraintes résiduelles de compression, il est important de souligner les éventuels inconvénients. En effet, puisque la martensite se forme directement durant le procédé de SMAT, le potentiel de transformation de phase supplémentaire sous chargement mécanique (par exemple en fatigue) se trouve réduit. Cela peut limiter la grande ductilité caractéristique de l'acier inoxydable austénitique et potentiellement conduire à une rupture en fatigue plus précoce [Müller-Bollenhagen *et al.* (2010)]. De plus, la formation de martensite peut également affecter négativement la résistance à la corrosion des aciers inoxydables austénitiques [Lv & Luo (2014)], une de leurs propriétés clés dans de nombreuses applications industrielles. Par conséquent, l'introduction de phases martensitiques pour améliorer les propriétés de surface doit être soigneusement évaluée, en tenant compte des exigences spécifiques de l'application visée et des compromis potentiels.

3.5 Conclusions

Cette étude a démontré l'influence significative de la température à laquelle le SMAT a été réalisé sur les mécanismes de déformation activés. L'alliage métastable 316L a présenté un large éventail de mécanismes de déformation influencés par la température de SMAT. Le grenaillage cryogénique (-130°C) a favorisé un mécanisme de plasticité induite par transformation de phase (effet TRIP), tandis que des températures modérées (jusqu'à 250°C) ont activé la plasticité induite par maclage (effet TWIP). À haute température (500°C), la déformation induite par grenaillage a été principalement accommodée par glissement de dislocations. Pour toutes les conditions de SMAT, la surface traitée a révélé la structure en trois parties caractéristiques : UFG, TL et PDL. Cependant, l'épaisseur de ces couches varie de manière significative avec la

température de grenaillage. Cette évolution liée à la température met en évidence la possibilité de moduler les voies de déformation afin d'obtenir des gradients de microstructure adaptés à différentes propriétés mécaniques.

Les valeurs de dureté et de contraintes résiduelles dans la sous-surface (couche UFG+TL) sont contrôlées par des mécanismes de déformation de type displacif, potentiellement accompagnés de DRX à haute température de SMAT, tandis que les propriétés en profondeur (couche PDL) sont exclusivement contrôlées par l'activité des dislocations. En condition cryogénique, les martensites SAM et SIM se sont formées et les relations d'orientation de type Burgers ($\varepsilon \rightarrow \alpha'$), Nishiyama ($\gamma \rightarrow \varepsilon$) et Kurdjomov-Sach ($\gamma \rightarrow \alpha'$) ont été identifiées. La présence de martensite α' permet une augmentation notable des duretés de surface et de sous-surface ainsi que des contraintes résiduelles de compression, au détriment de la profondeur affectée. La dureté de surface atteint 485 HV (pour une couche ultrafine de 4,7 μm d'épaisseur) et des contraintes résiduelles de compression très élevées (-1000 MPa) sont relevées à environ 100 μm sous la surface.

A chaud (500°C), la dureté de surface et les contraintes résiduelles de compression sont plus faibles, respectivement à 400 HV et -500 MPa. Une couche ultrafine beaucoup plus épaisse, s'étendant jusqu'à 35 μm (issue de DRX), et des contraintes résiduelles de compression s'étendant jusqu'à 550 μm de profondeur sont obtenues. Les contraintes résiduelles restent inférieures à -400 MPa même à 300 μm de profondeur.

L'interaction entre les différents mécanismes de déformation génère des évolutions microstructurales, des gradients de dureté et de contraintes résiduelles qui offrent des opportunités de moduler les propriétés des matériaux en sélectionnant judicieusement la température de grenaillage.

CHAPITRE 4

AMÉLIORATION DE LA PERFORMANCE EN FATIGUE DE L'ACIER INOXYDABLE AUSTÉNITIQUE PAR DÉFORMATION PLASTIQUE SÉVÈRE DE SURFACE À CHAUD VIA UN PROCÉDÉ DE GRENAILLAGE ULTRASONIQUE

Yann Austernaud^{1,2,3}, Marc Novelli^{1,2}, Thierry Grosdidier^{1,2}, Philippe Bocher³

¹ Laboratoire d'Étude des Microstructures et de Mécanique des Matériaux (LEM3), UMR CNRS 7239, 7 rue Félix Savart, BP 15082, Metz F-57073, France,

² LABoratoire d'Excellence Design des Alliages Métalliques pour Allègement des Structures (DAMAS), Université de Lorraine, 7 rue Félix Savart, BP 15082, Metz F-57073, France

³ Département de Génie Mécanique, École de Technologie Supérieure, 1100 Notre-Dame Ouest, Montréal, Québec, Canada H3C 1K3

Article soumis pour publication à la revue « International Journal of Fatigue » en mai 2025

Résumé

Les effets de la SSPD réalisée à chaud par grenaillage ultrasonique (SMAT) sur les gradients de microstructure, de dureté et de contraintes résiduelles, ainsi que sur les propriétés de fatigue du 316L austénitique, ont été étudiés. Des éprouvettes usinées ont été grenaillées pendant 10 minutes à température ambiante (RT), 250°C et 500°C, avant de réaliser des essais de fatigue en flexion rotative afin de déterminer la limite d'endurance. L'éprouvette grenaillée à température ambiante a montré une limite d'endurance en fatigue nettement supérieure à celle des éprouvettes simplement usinées (+25%), avec l'amorçage des fissures déplacé en sous-surface. L'éprouvette grenaillée à 250°C a révélé une limite d'endurance similaire, avec le même type d'amorçage des fissures en sous-surface. En revanche, en raison de l'augmentation de la rugosité et des concentrateurs de contraintes dues aux replis de matière ("pile-ups") et à l'oxydation de surface, l'amorçage des fissures de fatigue s'est produit directement en surface lorsque le SMAT a été réalisé à 500°C. Malgré cet amorçage en surface, le SMAT réalisé à 500°C a permis d'obtenir une limite d'endurance supérieure (+15% par rapport au SMAT à température ambiante). Cette amélioration est attribuée à la microstructure restaurée formée lors du grenaillage à 500°C, qui stabilise les contraintes résiduelles de compression introduites, ainsi qu'à l'augmentation de la profondeur affectée et au pic de contrainte de traction plus faible induit par le grenaillage à

chaud. Afin d'appuyer l'interprétation du comportement en fatigue sous différentes conditions de contrainte moyenne, une analyse de Goodman a été réalisée, confirmant le rôle bénéfique des contraintes résiduelles de compression introduites par le grenaillage à chaud sur l'amélioration de la limite d'endurance.

4.1 Introduction

L'industrie requiert des matériaux toujours plus performants, dotés de propriétés mécaniques améliorées. Dans ce contexte, la surface des composants mécaniques joue généralement un rôle déterminant dans les performances mécaniques, en particulier en ce qui concerne les ruptures par fatigue. En effet, les imperfections de surface engendrent fréquemment des concentrations de contraintes qui constituent des sites privilégiés pour l'amorçage des fissures de fatigue. Par conséquent, la rugosité de surface est un facteur influençant le comportement en fatigue des métaux [Maiya & Busch (1975); Itoga *et al.* (2003)]. Par ailleurs, la présence de contraintes résiduelles peut avoir un impact significatif sur les mécanismes d'amorçage et de propagation des fissures [Webster & Ezeilo (2001)]. Les contraintes résiduelles de compression sont bénéfiques pour améliorer la résistance à la fatigue, car elles retardent l'amorçage des fissures et réduisent leur vitesse de propagation grâce à l'effet de fermeture de fissure [Almer *et al.* (2000); Li *et al.* (2018)]. L'état microstructural du matériau est également important. En effet, les nanograins et les grains ultrafins sont connus pour améliorer la résistance à la fatigue à haut cycle en raison de la plus grande résistance du matériau, tandis qu'une diminution de la résistance à faible cycle est généralement observée en raison de la perte de ductilité associée [Hanlon *et al.* (2003); Mughrabi *et al.* (2004)].

Des procédés tels que le grenaillage conventionnel ("Shot peening") sont largement utilisés pour introduire des contraintes résiduelles de compression à la surface des matériaux et améliorer les propriétés en fatigue [Farrahi *et al.* (1995); Jiang *et al.* (2007); de los Rios *et al.* (1995)]. Le grenaillage dit sévère ("severe shot peening") qui consiste à projeter de billes à haute vitesse pendant un temps relativement long, est également utilisé en raison de sa capacité à affiner significativement la microstructure. [Maleki *et al.* (2021)]. Un des inconvénients possibles du

grenaillage sévère est le sur-grenaillage, qui peut introduire des défauts de surface agissant comme des concentrateurs de contraintes ou des fissures de surface [Maleki *et al.* (2021)].

Des techniques dérivées du grenaillage ont été développées afin d'intensifier la déformation plastique produite en surface. Parmi celles-ci figure le SMAT aussi connus sous le nom USP, qui consiste à mettre en mouvement des billes ayant des trajectoires aléatoires à l'intérieur d'une chambre confinée ce qui a pour effet d'améliorer l'affinement microstructural [Lu & Lu (2004); Liu *et al.* (2000)]. Ce procédé génère une SSPD tout en réduisant le risque de concentration de contraintes lié à un sur-grenaillage. [Azadmanjiri *et al.* (2015); Grosdidier & Novelli (2019)]. Le SMAT est un procédé multiparamétrique où les paramètres de traitement tels que la durée du grenaillage et l'amplitude de la sonotrode influencent largement les gradients introduits dans le matériau [Gatey *et al.* (2016); Arifvianto *et al.* (2011)], ainsi que l'intégrité de la surface [Marteau *et al.* (2015)], et par conséquent, la résistance à la fatigue [Kumar *et al.* (2014); Kumar *et al.* (2020)]. Un autre paramètre moins contrôlé et influençant les gradients introduit et potentiellement les performances en fatigue est la température à laquelle le SMAT est réalisé. Tandis que les effets de la diminution de la température de SMAT à une température cryogénique a été documentée en terme de transformation martensitique [Novelli *et al.* (2018)], et rapporté comme bénéfique en fatigue pour des alliages métastables [Maurel *et al.* (2021)]. Les effets du SMAT à chaud sur les propriétés en fatigue sont uniquement rapportés pour un alliage de NiTi [Wei *et al.* (2022)]. Pour cet alliage, une augmentation de la résistance à la fatigue après un SMAT à chaud a été observée par rapport à l'état non traité, bien qu'aucune comparaison n'ait été réalisée avec un SMAT effectué à température ambiante.

Les aciers inoxydables austénitiques (ASSs) sont largement utilisés dans l'industrie en raison de leur bonne résistance à la corrosion, et ils se prêtent particulièrement bien au traitement SMAT grâce à leur excellente capacité d'écrouissage. L'application du SMAT aux ASSs a permis d'améliorer la résistance à la fatigue de près de 30% en retardant l'amorçage des fissures [Roland *et al.* (2006); Dureau *et al.* (2020)] Le 316L est un acier inoxydable austénitique particulièrement pertinent, car il peut être renforcé par SSPD. Plusieurs études ont rapporté les avantages du SMAT à température ambiante en termes de gradients microstructuraux et de gradients de

contraintes résiduelles [Arifvianto *et al.* (2011); Novelli *et al.* (2016)], ainsi que de propriétés en fatigue [Roland *et al.* (2006); Dureau *et al.* (2022)]. Dans une étude récente, les microstructures générées par SMAT à chaud ont été étudiées sur un 316L recristallisé, et il a été démontré que le contrôle de la température de greaillage permettait de modifier de manière drastique les mécanismes d'accommodation de la déformation et la nature des microstructures en gradient [Austernaud *et al.* (2025)].

Cette étude vise à examiner l'effet des déformations thermomécaniques induites par le SMAT sur les modifications microstructurales d'un 316L brut de tréfilage. Elle documentera les modifications de surface et microstructurales apportées par le SMAT à température ambiante, à 250°C et à 500°C. La performance en fatigue du SMAT à chaud sera testée par essais de fatigue en flexion rotative à 4 points à température ambiante. L'évolution des contraintes résiduelles en fonction du nombre de cycles sera documentée, et le potentiel bénéfice du contrôle de la température du procédé sera clarifié afin d'établir la relation entre température du procédé, microstructure et performance mécanique.

4.2 Matériaux et méthodologie

4.2.1 Matériaux et conditions de greaillage

Le matériau étudié est un acier inoxydable austénitique 316L dans un état écroui, tréfilé sous forme de barres cylindriques de Ø12,7 mm. Des éprouvettes cylindriques ont été usinées à partir de ces barres, sous forme d'échantillons de 6 mm de diamètre avec une longueur de zone utile de 25 mm, comme illustré à la Figure 4.1. Le matériau brut de tréfilage a une dureté de 345 ± 5 HK (correspondant à 320 HV0.02) reflétant son état écroui. Cette condition, contrairement à l'état recristallisé utilisé pour étudier l'effet du SMAT à chaud sur les mécanismes d'évolution microstructurale (Chapitre 3), a été choisi car elle est plus représentative de l'état métallurgique des composants utilisés en milieu industriel. La microstructure initiale est caractéristique de la déformation d'un matériau tréfilé à froid, avec des grains allongés contenant des macles mécaniques et avec la présence de désorientation intragranulaire. La Figure 4.2 présente une

cartographie EBSD de la microstructure initiale dans la direction transverse de l'éprouvette cylindrique (plan XZ, comme indiqué sur la Figure 4.1). Aucune phase martensitique n'a été observée.

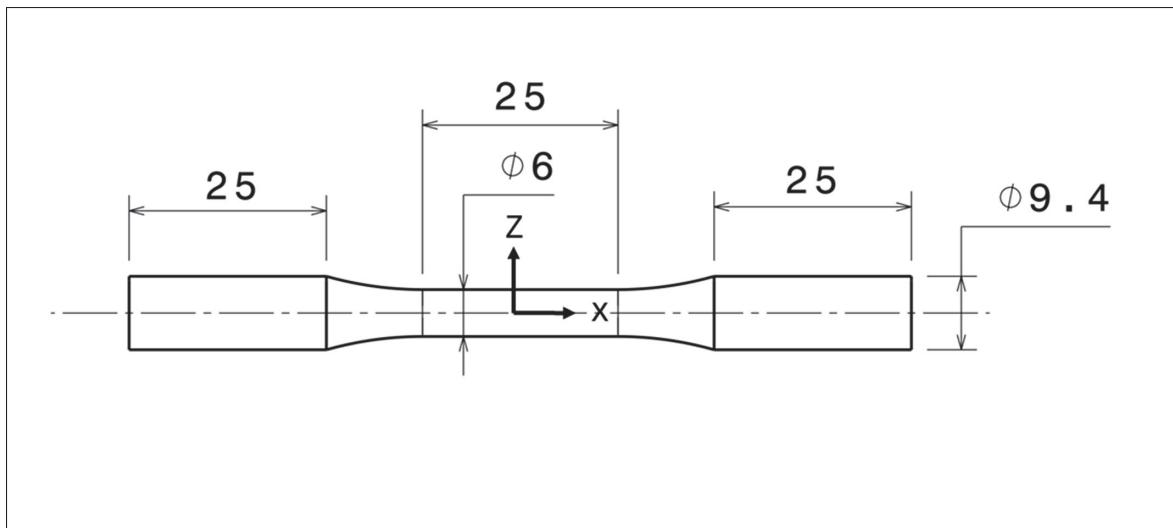


Figure 4.1 Géométrie de l'échantillon (en mm)

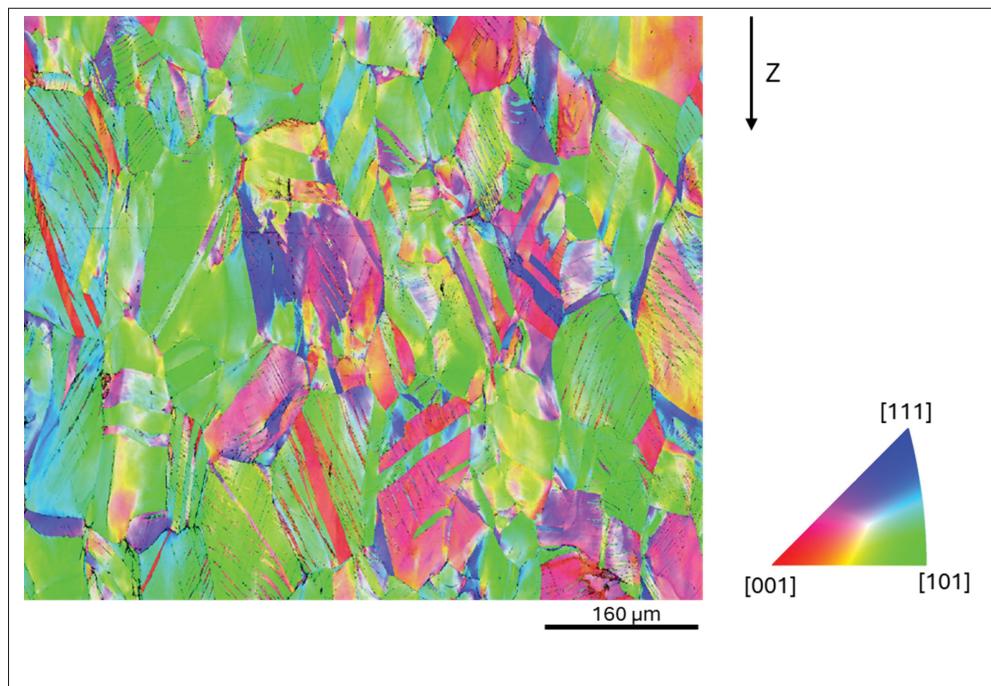


Figure 4.2 Carte EBSD de la microstructure initiale (plan XZ) représentée en IPF selon l'axe Z

Le traitement de SMAT a été réalisé pendant 10 minutes sur des éprouvettes cylindriques, avec une amplitude de sonotrode de 60 μm , une fréquence de 20 kHz et des billes de Ø2 mm en acier 100C6. Seule la température a été définie comme variable de traitement, avec des traitements réalisés à température ambiante (RT), 250°C et 500°C. Le chauffage a été réalisé dans un four à image en partie supérieure de l'échantillon, tandis que le grenaillage était réalisé sur la partie inférieure de l'échantillon. Pendant le traitement, l'échantillon cylindrique (Figure 4.1) était mis en rotation à une vitesse de 10 tr/min. Plus de détails sur le procédé sont disponibles dans le Chapitre 2.

4.2.2 Évaluation des propriétés en fatigue

Des essais de fatigue en flexion rotative 4 points ($R = -1$) ont été sélectionnés comme méthode d'essai de fatigue. Les éprouvettes cylindriques de fatigue ont été usinées à partir des barres tréfilées, pour obtenir des échantillons de 6 mm de diamètre avec une longueur utile de 25 mm (Figure 4.1). Les essais ont été réalisés sur un banc de type RR Moore à une fréquence de 20 Hz afin d'éviter tout échauffement des éprouvettes. La limite d'endurance a été estimée en suivant la méthode STEP [STP91A (1963)], en fixant la limite d'endurance à 10^6 cycles. Certains essais de fatigue ont été interrompus pour mesurer les contraintes résiduelles de surface après différents nombres de cycles : $10^0, 10^1, 10^2, 10^3, 10^4, 10^5, 10^6$. Ces essais de fatigue interrompus ont été réalisés pour chaque condition de SMAT à une amplitude de contrainte de 500 MPa et 600 MPa.

4.2.3 Caractérisation des modifications de surface et de sous-couche

La rugosité a été mesurée avec un profilomètre Mitutoyo SJ-400, avec une longueur seuil ("cut-off") λ_c et une longueur d'évaluation respectivement fixées à 2,5 mm et 12,5 mm selon la norme ISO 4287. Le Tableau 4.1 présente les valeurs mesurées (moyenne de 10 mesures) des paramètres de rugosité de surface : R_a, R_q, R_t et R_{sm} .

La rugosité (R_q) correspondant à l'écart quadratique moyen, et est plus sensible aux variations que la rugosité arithmétique (R_a). Les rugosité R_a et R_q sont calculées à partir du profil de rugosité comme indiqué dans les équations 4.1 et 4.2, respectivement.

$$R_a = \frac{1}{L} \int_0^L Z(x) dx \quad (4.1)$$

$$R_q = \sqrt{\frac{1}{L} \int_0^L Z^2(x) dx} \quad (4.2)$$

où L est la longueur mesurée et Z(x) est la hauteur du profil à la position x. Le R_t correspond à la distance entre le pic le plus haut et la vallée de rugosité la plus profonde, sur la longueur évaluée. Le R_{sm} quant à lui correspond à l'espace moyen entre deux pics de rugosité successifs. Le facteur de concentration de contrainte K_t , estimant l'augmentation de la contrainte locale induite par la rugosité pour chaque état de surface, a été calculé à l'aide de l'équation issue de la simulation par éléments finis de Li *et al.* (1992) pour les surfaces rugueuses, comme suit :

$$K_t = 1 + 4.0 \left(\frac{R_t}{R_{sm}} \right) \quad \text{pour} \quad \left(\frac{R_t}{R_{sm}} \right) < 0.15 \quad (4.3)$$

Tableau 4.1 Rugosité de surface en fonction du traitement et valeur du K_t associée

condition	Brut d'usinage	SMAT-RT	SMAT-250°C	SMAT-500°C
R_a (µm)	$1,4 \pm 0,1$	$2,5 \pm 0,2$	$3,6 \pm 0,3$	$4,1 \pm 0,4$
R_q (µm)	$1,7 \pm 0,2$	$3,1 \pm 0,2$	$4,4 \pm 0,4$	$5,0 \pm 0,5$
R_t (µm)	$9,1 \pm 1,2$	$17,3 \pm 2,6$	$25,9 \pm 5,1$	$28,3 \pm 3,6$
R_{sm} (µm)	70 ± 7	810 ± 136	699 ± 67	706 ± 88
K_t	3,1	2,1	2,4	2,4

La détermination du gradient de dureté a été réalisée par des indentations de microdureté Knoop à l'aide d'un microduromètre Clemex JS2000. Une charge constante de 100 gF et un temps de maintien de 10 secondes ont été appliqués pour chaque indentation. Les profils de dureté HK ont été débutés à une profondeur de 25 µm depuis la surface traitée et réalisés en direction du

cœur avec un pas de 25 μm . Les valeurs et les barres d'erreur associées sont les moyennes et les écarts-types calculés sur 5 mesures.

Les contraintes résiduelles de surface ont été mesurées selon la méthode du $\cos(\alpha)$ [Delbergue *et al.* (2016)] à l'aide d'un instrument de diffraction des rayons X Pulstec μ 360 avec une tension de 30 kV, un courant de 1,5 mA et une source de chrome. Les acquisitions ont été effectuées dans la direction axiale de l'échantillon (le long de l'axe X sur la Figure 4.1a), et les calculs ont été réalisés sur le pic $\{311\}_\gamma$ de l'austénite ($\text{Cr-K}_\beta = 2,085 \text{ \AA}$).

Les gradients ont été obtenus par élimination successive de matière par électropolissage à l'aide d'une solution A3 (acide perchlorique à 5%, méthanol à 60% et butoxyéthanol à 35%), puis la profondeur de matière enlevée a été mesurée à l'aide d'un profilomètre de contact. Une correction a été appliquée pour tenir compte de la relaxation des contraintes induit par l'enlèvement de matière, en utilisant la méthode proposée par Moore & Evans (1958) pour des barres cylindriques. Les valeurs et les barres d'erreur associées mentionnées dans l'article sont les moyennes et les écarts-types calculés sur 5 mesures effectuées à différents points de la circonférence de l'échantillon.

Pour les observations microstructurales, les échantillons ont été polis-miroir avant imagerie. Les microstructures ont été examinées en sections transverses par imagerie MEB utilisant le contraste BSE et EBSD avec respectivement des MEB Zeiss SUPRA 40 et Jeol F100. Les cartes EBSD ont été acquises avec un pas de 50 nm sous une tension de 15 kV. Les cartes EBSD ont ensuite été traitées avec le logiciel ATEX [Beausir & Fundenberger (2017)].

4.3 Résultats

4.3.1 Caractéristiques des surfaces grenaillées

La Figure 4.3 illustre l'évolution de la morphologie de surface documentée à travers des mesures de rugosité et des observations optiques. Le SMAT génère une rugosité supérieure par rapport à l'échantillon usiné (R_a et R_q). La faible valeur initiale de R_q de $1,7 \pm 0,2 \mu\text{m}$ s'élève de 88%

pour atteindre $3,1 \pm 0,2 \mu\text{m}$ après un traitement SMAT à température ambiante. Lorsque la température de SMAT augmente, la rugosité augmente, atteignant $4,4 \pm 0,3 \mu\text{m}$ après SMAT à 250°C et $5,0 \pm 0,5 \mu\text{m}$ après SMAT à 500°C (Figure 4.3a).

Au-delà de l'évolution de rugosité, des modifications morphologiques sont observées. En effet, les échantillons usinés présentent des stries d'usinage en forme de V (Figure 4.3b) avec une largeur d'environ $70 \mu\text{m}$ (R_{sm}) et une profondeur de $9,1 \mu\text{m}$ (R_t) (Tableau 4.1), associées à un facteur de concentration de contrainte (K_t) de 3,1. Les images optiques de la surface en fonction de la température de SMAT montrent que les traces d'usinage sont progressivement remplacées par une topographie de type cratères, typique des surfaces grenaillées (Figure 4.3c), réduisant ainsi le K_t à 2,1. La surface de l'échantillon traité à 500°C (Figure 4.3d) présente un état d'oxydation marqué, apparaissant avec une teinte bleuâtre. La formation d'oxydes à la surface de l'acier 316L traité par SMAT à chaud sera détaillé dans le Chapitre 5. De plus, l'image MEB (Figure 4.3e) met en évidence des bourrelets de matière (flèches rouges) ainsi que des fissures de surface (cercles rouges), indiquant une altération de l'intégrité de surface suite au SMAT à haute température, bien que le K_t calculé n'augmente que légèrement à 2,4. La présence de fissures de surface sur l'échantillon traité à 500°C peut sembler contradictoire avec l'idée selon laquelle l'élévation de température augmente la ductilité du matériau. En réalité, ces fissures de surface proviennent de la fragmentation d'une couche d'oxyde fragile formée à la surface de l'échantillon.

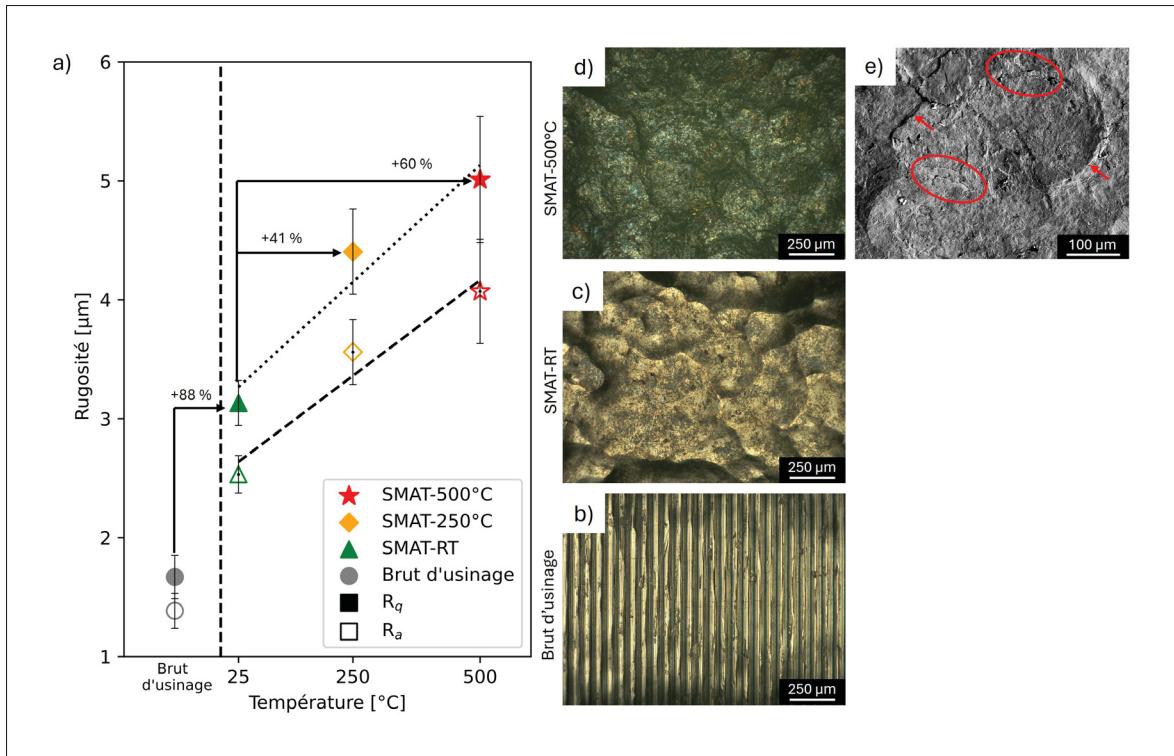


Figure 4.3 (a) évolution de la rugosité R_a et R_q en fonction de la température de SMAT, images des surfaces des échantillons (b) brut d'usinage, (c) SMATé à RT, (d,e) SMATé à 500°C

4.3.2 Caractéristiques des gradients introduits

La Figure 4.4 rassemble des images MEB et des cartes EBSD acquises en section transverse des surfaces traitées pour les échantillons RT, 250°C et 500°C. Les images MEB (Figure 4.4a-c) révèlent qu'en comparaison avec la microstructure du matériau brut de tréfilage (Figure 4.2), des microstructures plus fines se forment à proximité de la surface, où les grains initialement déformés se fragmentent progressivement en grains ultrafins dans la région de surface. Le résultat intéressant mis en évidence ici est que l'épaisseur de la couche UFG augmente avec la température de traitement SMAT. Cependant, en raison de l'état écroui du matériau initial, l'amplitude globale du gradient microstructural reste moins marquée que celle obtenue dans le même acier lorsqu'il est initialement à l'état recristallisé [voir Chapitre 3].

Les cartographies EBSD présentées en Figure 4.4d-f mettent en évidence la dépendance de l'épaisseur de la couche UFG à la température de SMAT. La surface de l'échantillon traité à température ambiante (Figure 4.4d) révèle une structure extrêmement fine s'étendant uniquement sur les deux premiers microns. En dessous de cette profondeur, des défauts plans sont observés dans les grains initiaux, sans formation de martensite α' (<1%).

Pour l'échantillon grenaillé à 250°C (Figure 4.4e), l'épaisseur de la couche UFG atteint environ 10 μm . En dessous de cette couche, une structure duplexe constituée à la fois de grains affinés et de grains déformés est observée.

À 500°C (Figure 4.4f), le processus de recristallisation dynamique [voir Chapitre 3] est supposé contrôler l'affinement des grains, conduisant à la formation d'une couche UFG d'environ 30 μm d'épaisseur. Ainsi, de manière globale, le SMAT réalisé à chaud entraîne une augmentation de l'épaisseur de (i) la couche de grains ultrafins et (ii) de la profondeur totale affectée. Ce résultat est en accord avec les études antérieures décrivant les mécanismes d'accommodation de la déformation et l'évolution microstructurale associés à une modification de la température de SMAT sur un acier inoxydable 316L (voir Chapitre 3).

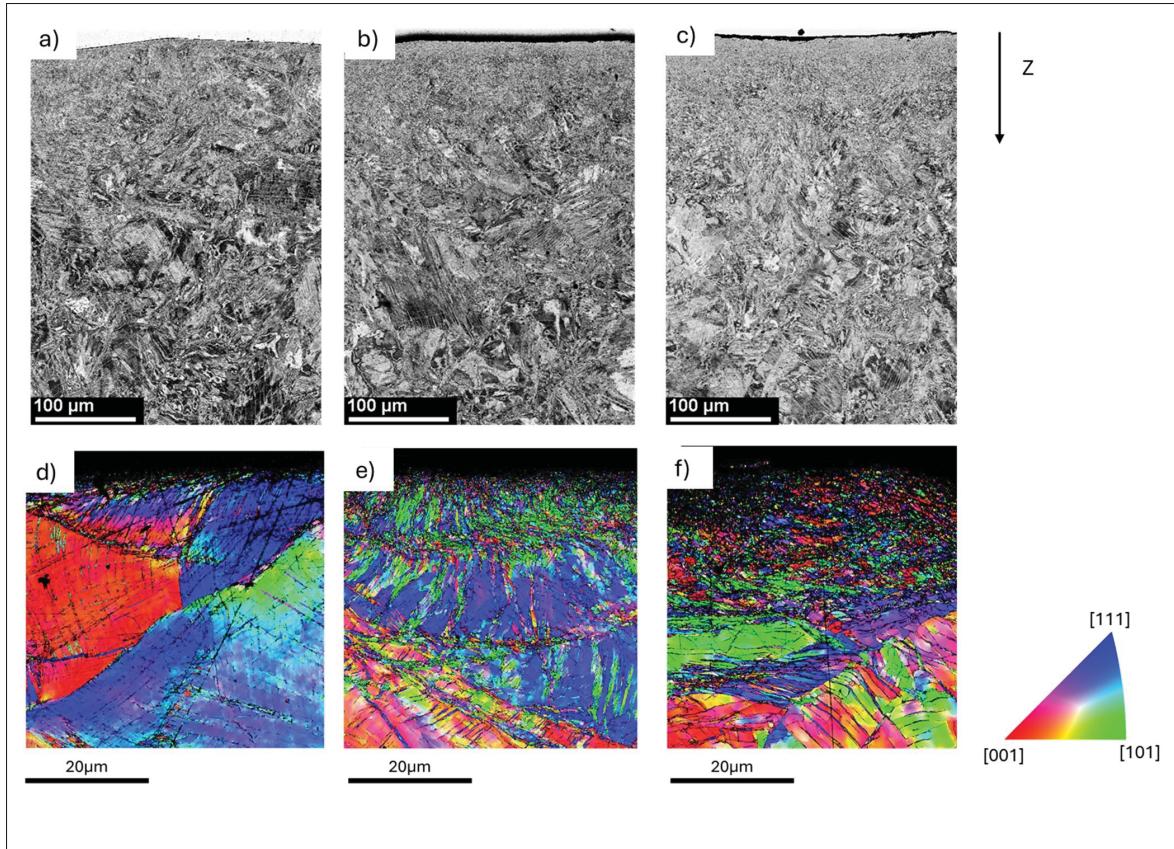


Figure 4.4 Images MEB en coupes transverses associées à des cartes EBSD (IPF-Z) à plus fort grossissement pour l'échantillon SMATé à (a, d) RT, (b, e) 250°C et (c, f) 500°C

L'évolution du gradient de dureté pour les différentes températures de SMAT est donné en Figure 4.5. Des gradients de dureté sont générés, avec des duretés maximales en surface suivies d'une diminution progressive jusqu'à atteindre la dureté initiale au cœur des échantillons (345 ± 5 HK). Dans le cas du SMAT réalisé à RT, la dureté de surface atteint 427 HK, soit une augmentation de +24% par rapport à la dureté à cœur. Lorsque le SMAT est effectué à 250°C, une valeur de surface encore plus élevée est obtenue, avec une dureté de 450 HK (+30%). En comparaison, pour l'échantillon traité à 500°C, la dureté de surface n'atteint que 390 HK (+13%).

Les niveaux de dureté de surface obtenus ici sont comparables à ceux rapportés pour le 316L initialement recristallisé et grenaillé. En effet, des valeurs de dureté de 435 HV, 421 HV et

407 HV ont été rapportées après SMAT à RT, à 250°C et à 500°C, respectivement. Dans le cas du 316L tréfilé étudié ici, l'échantillon traité à 250°C présente une dureté supérieure à celle de l'échantillon traité à température ambiante. Cette dureté plus élevée à proximité de la surface à 250°C peut être attribuée à la microstructure duplexe composée de petits grains recristallisés dynamiquement (DRX) et de grains déformés intercalés (Figure 4.4e). Étant donné que le matériau tréfilé est déjà écroui, le processus de DRX se produit à une température plus basse par rapport au matériau initialement recristallisé [Austernaud *et al.* (2025)]. En comparaison, à 500°C, la DRX conduit à la formation de grains recristallisés dynamiquement, fortement restaurés, présentant une dureté globale plus faible.

La Figure 4.5 montre également que la température de SMAT a un effet modéré sur la profondeur de la zone affectée en dureté. La dureté du cœur est retrouvée à une profondeur d'environ 200 µm pour l'échantillon traité à température ambiante, et à environ 250 µm pour les échantillons greffaillés à 250°C et 500°C.

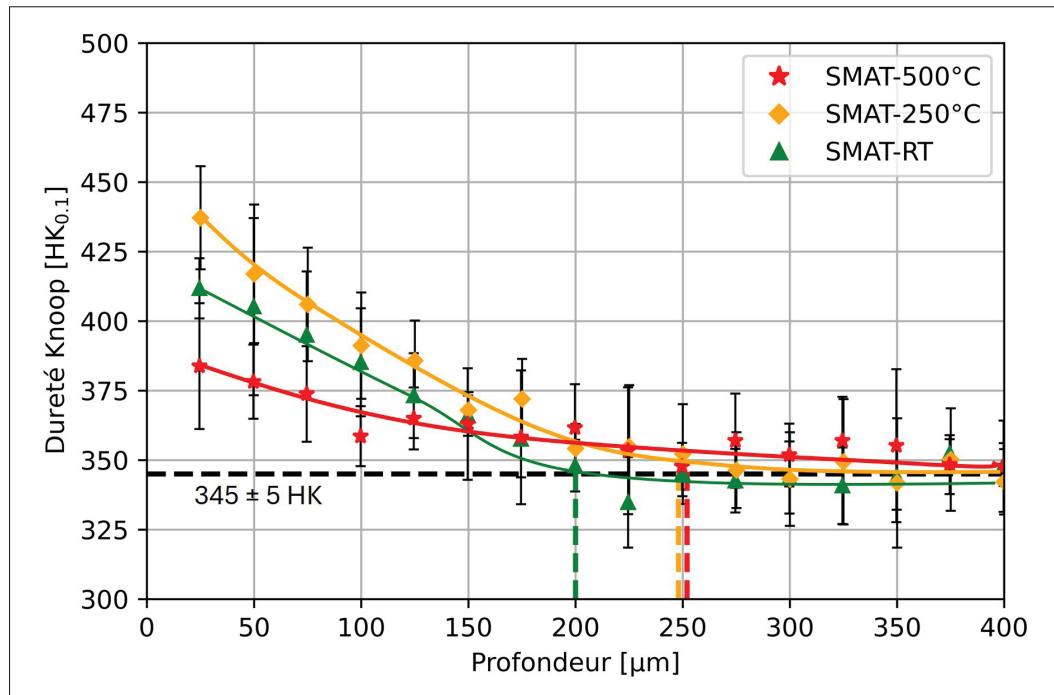


Figure 4.5 Évolution de la dureté le long de la profondeur de l'échantillon pour le SMAT réalisé à RT (vert), 250°C (orange) et 500°C (rouge)

Les profils de contraintes résiduelles en profondeur générés par le SMAT aux trois températures différentes sont présentés dans la Figure 4.6. Pour tous les échantillons, un état de fortes contraintes résiduelles de compression, compris entre -660 et -480 MPa, est introduit en surface, comparé aux échantillons usinés pour lesquels des contraintes résiduelles de -60 ± 35 MPa ont été mesurée.

Le SMAT réalisé à RT génère des contraintes résiduelles de compression maximale de -780 MPa, situées à environ 50 μm sous la surface. Ces contraintes diminuent ensuite fortement avec la profondeur, se stabilisant autour de -500 MPa entre 120 μm et 200 μm . Au-delà de ce plateau, les contraintes résiduelle de compression diminuent progressivement vers le domaine de traction.

Dans le cas des traitements réalisés à chaud, des contraintes résiduelles de compression de plus faible amplitude sont observées près de la surface, avec des valeurs d'environ -620 MPa et -560 MPa à une profondeur de 50 μm pour les échantillons traités à 250°C et 500°C, respectivement. Pour ces conditions, les contraintes résiduelles de compression forment un plateau avec une variation de ± 100 MPa qui s'étend jusqu'à une profondeur de 200 μm . Par conséquent, à partir de 200 μm et en profondeur, les contraintes résiduelles de compression atteignent des valeurs plus élevées que celles introduites par le grenaillage à froid. Ainsi, l'effet principal de l'élévation de la température du SMAT est d'approfondir le plateau de contraintes résiduelles de compression en sous-couche. Par exemple, des contraintes résiduelles de compression de -530 MPa sont encore présentes à une profondeur de 250 μm sous la surface après un SMAT à 500°C, tandis qu'après un traitement à température ambiante, ces valeurs ne sont observées que jusqu'à une profondeur de 150 μm .

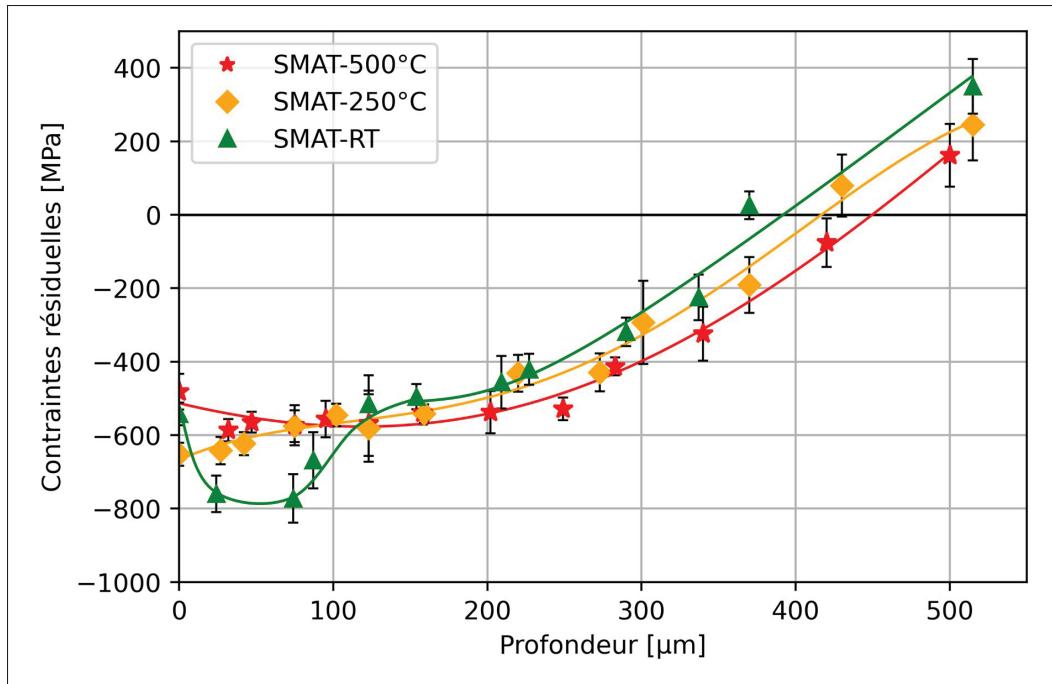


Figure 4.6 gradients de contraintes résiduelles en fonction de la profondeur de l'échantillon pour l'échantillon traité au SMAT à : RT (vert), 250°C (orange) et 500°C (rouge)

4.3.3 Comportement en fatigue et amorçage de fissures

La Figure 4.7 présente les résultats des essais de fatigue, illustrant les niveaux d'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles à rupture pour les différentes conditions de traitement par grenaillage. Les échantillons n'ayant pas rompu (run-out) sont représentés par des flèches, les marqueurs pleins indiquent les échantillons présentant un amorçage de fissure en sous-surface, tandis que les étoiles noires correspondent aux échantillons dont les surfaces de rupture sont présentées à la Figure 4.8.

L'effet bénéfique de la température de SMAT sur la durée de vie en fatigue du 316L n'est pas identique selon le domaine de durée de vie considéré ; il est plus marqué en régime de fatigue à haut nombre de cycle qu'en fatigue à faible nombre de cycle. Toutes les conditions de SMAT entraînent une augmentation de la limite d'endurance par rapport au matériau usiné. Les

comportements en fatigue des échantillons SMATés à RT et à 250°C sont relativement proches, avec une limite d'endurance autour de 500 MPa, soit une augmentation de +25% par rapport à l'état usiné (400 MPa).

Pour les échantillons grenaillés à 500°C, la limite d'endurance est encore améliorée de 15% supplémentaires (575 MPa) par rapport aux échantillons SMATés à RT et à 250°C. Cependant, pour cette température, une forte dispersion de la durée de vie en fatigue est observée sous une même contrainte appliquée. Cela peut être attribué à la surface hétérogène formée par le SMAT à haute température, où la présence ou l'absence de replis de matière, ainsi que la formation d'une couche d'oxyde non uniforme, pouvant servir de sites d'amorçage des fissures de fatigue.

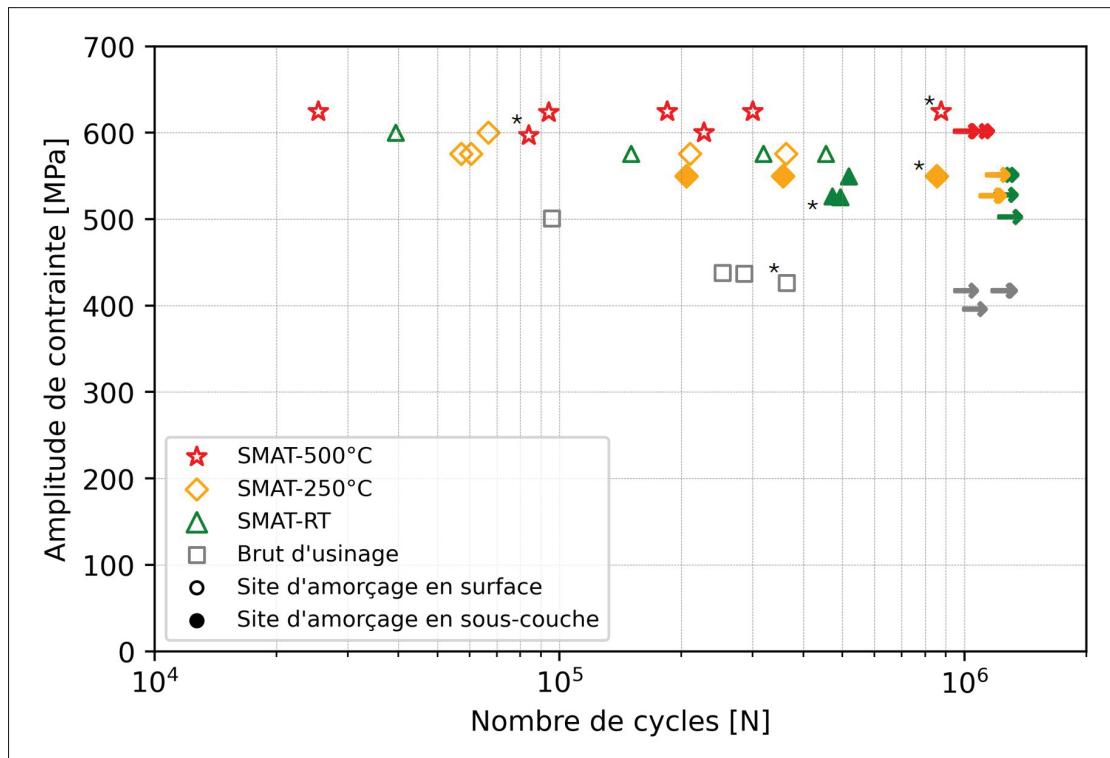


Figure 4.7 Courbes S-N des échantillons SMATés dans les différentes conditions : les échantillons non traités sont représentés par des carrés gris, les échantillons SMATés à RT par des triangles verts, les échantillons SMATés à 250°C par des diamants orange et les échantillons SMATés à 500°C par des étoiles rouges. Les contours en pointillés noirs représentent les échantillons pour lesquels l'amorçage des fissures a été identifié sous la surface ; les flèches représentent les run out

La Figure 4.8 regroupe les images issues de l'analyse fractographique. Les Figures 4.8Ia, IIa, IIIa, IVa, b sont des images optiques des surfaces de rupture, tandis que les autres images en Figure 4.8 sont des images MEB. Comme indiqué dans la Figure 4.7 par les différents marqueurs pleins ou creux, certaines tendances claires concernant l'amorçage des fissures de fatigue peuvent être observées.

Dans le cas des échantillons usinés, les fissures de fatigue amorcent toujours à la surface, à la base d'une strie d'usinage. Pour les échantillons grevaillés par SMAT à RT et à 250°C, l'amorçage de fissure se produit généralement en sous-surface pour les durées de vie élevées (proches de 10^6 cycles, marqueurs pleins Figure 4.7), tandis qu'un amorçage multiple en surface est observé pour les faibles durées de vie.

Lorsque le SMAT est réalisé à 500°C, les sites d'amorçage sont systématiquement localisés en surface, sur des défauts créés par le SMAT (fond de cratère de rugosité ou bourrelet de matière créé par le SMAT).

La Figure 4.8Ia illustre le cas d'un échantillon usiné présentant plusieurs sites d'amorçage en surface (Figures 4.8Ib,c,d). Ces amorçages se situent à la base des stries d'usinage. Dans les exemples présentés en figures 4.8IIa-b et 4.8IIIa-b, les sites d'amorçage sont localisés en sous-surface, respectivement à environ 400 µm et 450 µm de profondeur, pour les échantillons traités à température ambiante et à 250°C. Ces profondeurs coïncident avec la zone où les contraintes résiduelles de compression ne sont plus présentes. Les observations à plus fort grossissement (Figures 4.8IIc-d et IIIc) montrent des amorçages sur des défauts microstructuraux sans inclusion détectée.

De manière intéressante, après un SMAT réalisé à 500°C (Figures 4.8IVa,b), l'amorçage des fissures à nouveau lieu en surface. La figure 4.8IV illustre que, pour un échantillon testé en fatigue à faible nombre de cycles, plusieurs sites d'amorçage en surface sont observés. À l'inverse, pour les échantillons ayant atteint une durée de vie plus élevée, une seule fissure amorce et conduit à la rupture. Dans les deux cas, l'observation à fort grossissement (Figure

4.8IVf) révèle que l'amorçage a lieu à la base d'un bourrelet de matière (ou cratère de rugosité) formé lors du SMAT.

Enfin, la Figure 4.8IVe met en évidence la présence de contaminants (oxydes) avant fatigue, répartis de manière hétérogène à la surface de l'échantillon traité à 500°C, avec une épaisseur maximale d'environ 5 µm. Cette couche d'oxyde, formée durant le SMAT, est également visible en surface (Figure 4.8p), agissant comme concentrateur de contrainte, elle contribue directement à l'amorçage des fissures en surface.

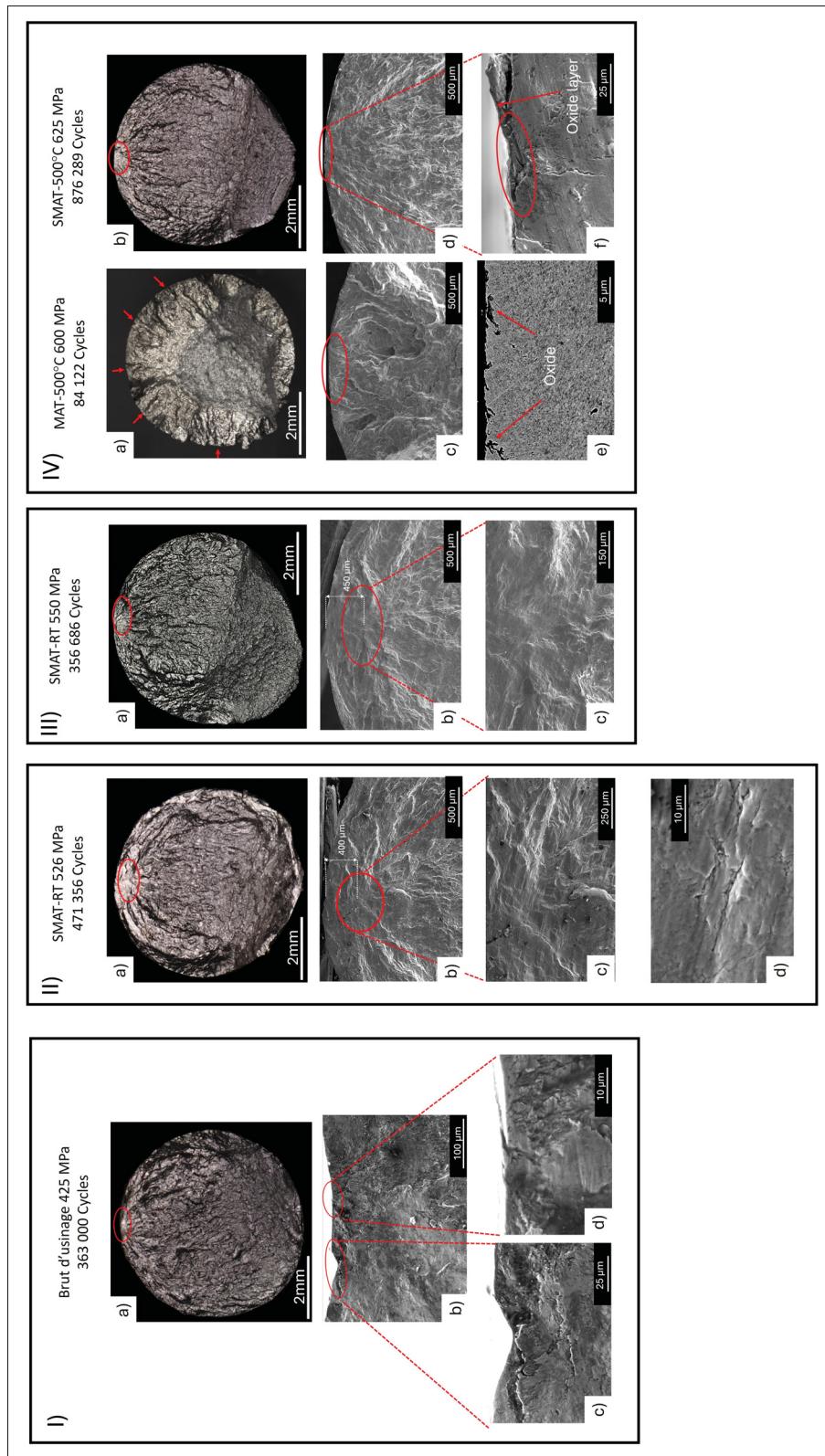


Figure 4.8 Fractographie des échantillons (Ia-d) brut d'usinage, (IIa-d) RT-SMAT, (IIIa-c) SMAT à 250°C, (IVa-f) SMAT à 500°C. La Figure o est une image BSE en cross section avant fatigue illustrant l'oxydation de surface

4.3.4 Relaxation des contraintes résiduelles pendant la fatigue

Pour évaluer la potentielle relaxation des contraintes résiduelles se produisant pendant la fatigue, des tests de fatigue interrompus ont été réalisés à une amplitude de contrainte de 500 MPa et 600 MPa avec une mesures des contraintes résiduelles de surface avant cyclage et après 1, 10^1 , 10^2 , 10^3 , 10^5 et 10^6 cycles ainsi qu'à la rupture de l'échantillon. Les contraintes résiduelles sont uniquement évaluée en surface de l'échantillon, où la contrainte appliquée est maximale, et par conséquent correspondant à la zone où la redistribution des contraintes résiduelle et susceptible de se produire le plus facilement. Les Figures 4.9a et 4.9b donnent l'évolution de la relaxation relative des contraintes résiduelles (comparée à la valeur des contraintes résiduelles avant cyclage en fatigue) en fonction du nombre de cycles à 500 et 600 MPa, respectivement.

Dans la Figure 4.9a (500 MPa), une légère baisse des contraintes résiduelles est observée pour les conditions de SMAT à faible température de greaillage (température ambiante et 250°C) juste après le tout premier cycle de fatigue. Pour l'échantillon SMATé à 500°C, cette baisse des contraintes résiduelles n'est pas observée. Pour le niveau de contrainte de 500 MPa, après le premier cycle, les contraintes résiduelles reste ensuite plutôt stable jusqu'à 10^6 cycles dans tous les échantillons. La Figure 4.9b montre que, globalement, les relaxations des contraintes résiduelles sont plus prononcées à un niveau de contrainte de 600 MPa. De même que pour le niveau de contrainte de 500 MPa, les échantillons SMATés à température ambiante et à 250°C présentent une baisse des contraintes résiduelles après le premier cycle de fatigue avec une relaxation d'environ 70 MPa et 25 MPa pour les échantillons à température ambiante et 250°C, respectivement. Ensuite, dans l'échantillon à température ambiante, une relaxation linéaire plutôt limitée est observée jusqu'à 100 cycles atteignant environ 80 MPa (soit une valeur de contraintes résiduelles de compression d'environ -480 MPa). À partir de 100 cycles, les contraintes résiduelles diminuent fortement jusqu'à la rupture de l'échantillon à 39 434 cycles. Les contraintes résiduelles sur l'échantillon postmortem sont d'environ -170 MPa, ce qui correspond à une relaxation de 370 MPa (par rapport à la valeur de contraintes résiduelles de compression avant fatigue). Pour l'échantillon SMATé à 250°C, les contraintes résiduelles de compression diminuent linéairement jusqu'à 10^4 cycles atteignant 100 MPa de relaxation.

Entre 10^4 et 5×10^4 , une relaxation majeure des contraintes résiduelles d'environ 200 MPa est observée. La rupture de l'échantillon se produit rapidement après cette chute à 66 791 cycles. Les valeurs des contraintes résiduelles mesurées sur l'échantillon postmortem sont d'environ -340 MPa, ce qui correspond à une relaxation de 260 MPa environ. Pour l'échantillon SMATé à 500°C, les contraintes résiduelles restent quasi au même niveau jusqu'à 10^5 cycles (à l'exception d'une légère relaxation de 40 MPa entre 100 et 1000 cycles). L'échantillon atteint la rupture à 227 519 cycles avec un niveau de contraintes résiduelles d'environ -370 MPa, représentant une relaxation des contraintes résiduelles de 125 MPa par rapport à l'échantillon non soumis à la fatigue. Ces résultats indiquent clairement que le SMAT à chaud permet de stabiliser les contraintes résiduelles de surface introduites pendant le grenaillage.

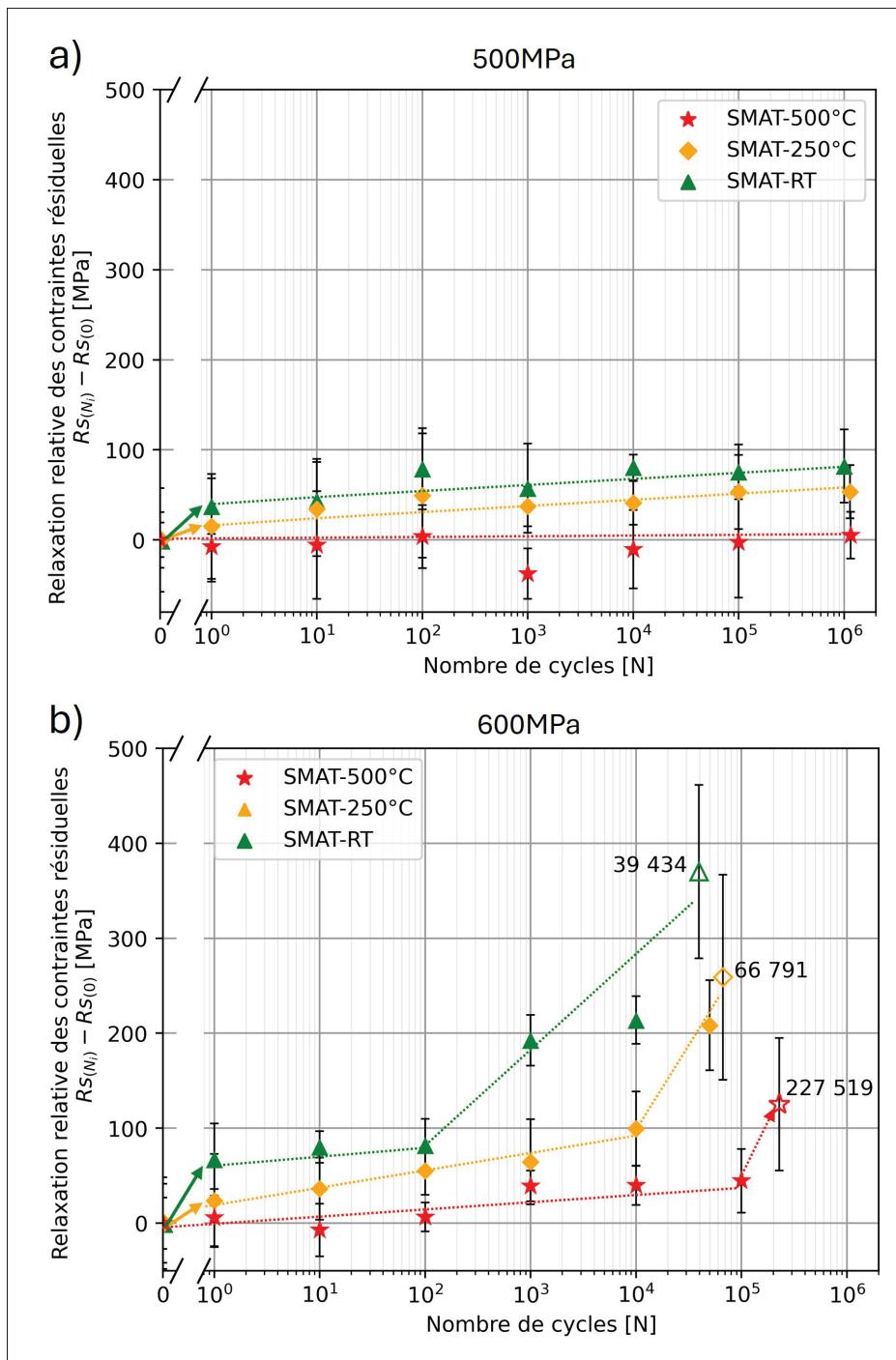


Figure 4.9 Relaxation relative des contraintes résiduelles évaluée
à : (a) 500 MPa, (b) 600 MPa

4.4 Discussion

L'effet de la température de SMAT sur la performance en fatigue de l'acier inoxydable austénitique 316L est étroitement lié à son influence sur les gradients de contraintes résiduelles et l'évolution microstructurale. À des températures élevées, la réduction de la contrainte d'écoulement facilite la déformation plastique en profondeur, entraînant la formation de gradients sur des profondeurs plus importantes. L'augmentation de la température amplifie également la rugosité de surface, le matériau plus ductile étant plus sujet à la déformation plastique. Cependant, malgré cette rugosité accrue, les impacts des billes n'augmentent que légèrement le facteur de concentration de contrainte (K_t), car les cratères formés à des températures élevées sont à la fois plus larges et plus profonds. Ces modifications induites par le SMAT influencent les mécanismes d'amorçage des fissures, avec un amorçage pouvant être soit en surface, soit en sous-surface, en fonction de la température de traitement.

La discussion qui suit examine d'abord l'influence de la température du SMAT sur les mécanismes d'amorçage des fissures, puis analyse la stabilité des contraintes résiduelles de compression sous chargement cyclique, avant d'aborder la pertinence d'un diagramme de type Goodman pour interpréter les propriétés de fatigue après SMAT à différentes températures.

4.4.1 Effet de la température de SMAT sur les performances en fatigue : modification des sites d'amorçages

Dans l'état usiné, les fissures se forment au niveau des stries d'usinage en surface (Figure 4.8), qui agissent comme des concentrateurs de contrainte. Ces stries, caractérisées par des formes en V avec des profondeurs de 9,1 µm et des largeurs de 70 µm (Figure 2, Tableau 1), engendrent d'importants concentrateurs de contrainte, avec un facteur de concentration de contrainte K_t associé estimé à 3,1 (Tableau 4.1) selon l'équation 4.3. La présence de ces concentrateurs de contrainte, associée à des contraintes résiduelles de compression limitées en surface (-60 MPa), favorise l'amorçage de fissures en surface au niveau de ces entailles, comme le confirment les observations fractographiques (Figure 4.8).

Avec le traitement SMAT à RT et à 250°C, le mécanisme d'amorçage des fissures se déplace de la surface vers la sous-surface en régime à grand nombre de cycles (à faibles niveaux de contrainte). La limite d'endurance en fatigue est améliorée d'environ 25% (Figure 4.7) après SMAT à RT et à 250°C. Les stries d'usinage sont remplacées par des cratères de billes formés lors des impacts, dont les profondeurs atteignent respectivement 17,3 µm et 25,9 µm, pour des largeurs de 810 µm et 699 µm dans ces deux conditions de traitement. En conséquence, le K_t diminue à 2,1 et 2,4 (Tableau 4.1), tandis que les contraintes résiduelles de compression excèdent -500 MPa dans les deux cas (Figure 4.6). L'introduction de ces contraintes résiduelles de compression élevées empêche l'amorçage des fissures en surface et déplace leur amorçage vers la sous-surface, à des profondeurs de 400 à 450 µm, soit à proximité du pic de traction induit par le SMAT (Figure 4.6). La diminution linéaire de la contrainte le long du rayon de l'échantillon, jusqu'à atteindre la fibre neutre à l'axe de l'échantillon, entraîne une réduction de la contrainte d'environ 13% et 15%, respectivement, aux profondeurs de 400 µm et 450 µm par rapport à la contrainte maximale appliquée en surface. Malgré une plus faible intensité des fluctuations de contrainte, les fissures sont initiées à ces endroits, sans aucune inclusion détectée, probablement en raison du pic de traction élevé dans ces régions et de la présence de défauts microstructuraux similaires à ceux illustrés en Figure 4.8. Les caractéristiques microstructurales favorisant l'amorçage en sous-surface des fissures dans les matériaux à structure CFC sont généralement attribuées à la localisation de la déformation au niveau des bandes de micro-cisaillement ou des macles [Ghosh *et al.* (2021)] ou à des configurations spécifiques impliquant une activité de glissement significative [Stein *et al.* (2014)], telles que la formation d'une sous-structure de dislocations de bandes de glissement persistantes rapportée pour l'alliage 316L soumis à SSPD [Huang *et al.* (2015)].

Lorsque la rupture des échantillons survient à des niveaux de contrainte plus élevés, les fissures amorcent en surface. Le fait que les échantillons résistent à 1 million de cycles à faible intensité de contrainte démontre l'absence de caractéristiques microstructurales sensibles autour de 400 µm sous la surface, c'est-à-dire dans la région des contraintes résiduelles de traction. L'amorçage des fissures se produit alors uniquement sur les défauts de surface introduits par le SMAT.

Les performances en fatigue des échantillons deviennent alors une question statistique, liée à la probabilité qu'une caractéristique microstructurale sensible soit présente dans la zone où se situent les contraintes résiduelles de traction. Dans la présente géométrie d'échantillon, la probabilité d'activer des sites d'amorçage en sous-surface est d'environ 50% pour les échantillons traités à température ambiante et à 250°C.

Les échantillons traités par SMAT à 500°C ne présentent que de l'amorçage de fissures en surface, nécessitant des niveaux de contrainte élevés pour être activés. D'après les profils de contraintes résiduelles (Figure 4.6), le traitement à 500°C induit des contraintes résiduelles de compression de surface plus faibles et un pic de traction situé plus en profondeur que pour les autres conditions de traitement (50 à 100 µm plus profond). La diminution des contraintes résiduelles de compression de surface et du pic de traction peut être attribuée aux mécanismes de restauration se produisant lors du SMAT à 500°C. Comme le pic de traction est situé plus en profondeur dans l'échantillon, la contrainte maximale en flexion rotative atteint une intensité plus faible (environ 17% inférieure à celle en surface). Ces deux conditions i) une valeur plus faible du pic de traction et ii) une contrainte maximale appliquée plus faible – semblent suffisantes pour empêcher l'amorçage des fissures sur des caractéristiques microstructurales sensibles. Par conséquent, la fissuration se produit plutôt au niveau des défauts de surface générés par le SMAT. Bien que le facteur de concentration de contrainte estimé K_t pour le SMAT à 500°C soit similaire à celui calculé pour les températures plus basses (2,4), il pourrait sous-estimer l'importance des concentrateurs de contrainte de surface, car il ne prend pas en compte la présence d'oxydes, d'amoncellements de matière (pile-ups) ou de microfissures (Figures 4.3e et 4.8o-p). Ces défauts de surface peuvent dégrader les performances en fatigue, car la tenue sera alors contrôlée par le comportement de propagation des fissures courtes. Étant donné que l'amorçage des fissures en surface est principalement dictée par la présence de défauts critiques – tels que des amoncellements de matière, des microfissures ou des oxydes – qui sont distribués de manière hétérogène sur la surface traitée par SMAT, cette variabilité pourrait expliquer la dispersion observée des durées de vie en fatigue (Figure 4.7). Les contraintes résiduelles de compression de surface (bien que nettement inférieures à celles des autres conditions, Figure

4.6) retarderont la propagation des fissures. Toutefois, les concentrations de contrainte au niveau des amoncellements de matière et des microfissures favorisent un amorçage précoce des fissures en surface. Ces observations suggèrent qu'une condition de SMAT moins intense, obtenue par une durée de traitement plus courte et/ou une température plus basse, pourrait optimiser les performances en fatigue en réduisant la fréquence et la taille des discontinuités de surface, permettant ainsi un amorçage en sous-surface des fissures dans la région où se situent les contraintes résiduelles de traction.

4.4.2 Effet de la stabilité des contraintes sur les performances en fatigue

Une autre caractéristique des échantillons traités par SMAT à 500°C qui peut expliquer leurs meilleures performances en fatigue est la stabilité supérieure des contraintes résiduelles de compression induites. Il faut au moins 100,000 cycles pour commencer à observer un processus de relaxation (Figure 4.9), tandis que pour les autres conditions, la relaxation des contraintes se produit dès 100 cycles pour la température ambiante et 10,000 cycles pour la condition à 250°C. Cette stabilité pourrait être un facteur clé dans l'amélioration de la tenue en fatigue, car elle permet aux contraintes résiduelles de compression de continuer à jouer leur rôle de retardement de la propagation des fissures. Des contraintes résiduelles de compression stables sur un grand nombre de cycles indiquent que la microstructure n'est pas sensible à l'adoucissement dynamique dans la plage des déformations appliquées. Il est donc pertinent de se demander pourquoi la microstructure générée à 500°C est plus stable que celles obtenues à des températures plus basses.

La stabilité accrue des contraintes résiduelles de compression dans les conditions de grenaillage à chaud (grenaillage conventionnel ou martelage laser) a déjà été documentée et attribuée aux mécanismes de DSA et de DP, comme rapporté pour l'acier AISI 4140 grenaillé à chaud [Menig *et al.* (2006); Ye *et al.* (2011)], l'acier inoxydable martensitique AISI 420 [Angkurarach & Juijerm (2020)], ainsi que l'acier inoxydable austénitique 304 [Nikitin & Scholtes (2012)]. Cependant, le 316L ayant une faible teneur en éléments interstitiels (C, N), les mécanismes de DP et DSA sont supposés être limités. Toutefois, certaines études ont signalé la présence de DSA dans le

316L [Hong *et al.* (2005); Sarkar *et al.* (2018); Samuel *et al.* (1988)], où la diffusion du chrome vers le cœur des dislocations a été observée à haute température (entre 400 et 650°C) [Hong *et al.* (2005); Samuel *et al.* (1988)]. Comme le SMAT à 500°C a eu lieu dans cette plage de température, la diffusion du chrome pourrait contribuer à la stabilisation des dislocations et être à l'origine de la bonne stabilité des contraintes résiduelles de compression pour cette condition.

Sous l'effet du SMAT à 500°C, de la DRX s'est produite [Austernaud *et al.* (2025)], entraînant la formation d'une couche ultra-fine de 30 µm d'épaisseur, composée d'un réseau de dislocations hautement restauré (Figure 4.4). Un des marqueurs de ce processus de DRX est la formation des sous-structures de dislocations bien organisées et restaurées. Cela a l'inconvénient de réduire l'intensité des contraintes résiduelles de compression en surface par rapport aux conditions de SMAT à plus basse température, mais ces structures de dislocations restaurées restent plus stables. Ainsi, les nouvelles dislocations introduites par les sollicitations en fatigue sont générées et se déplacent à travers le matériau, ce qui empêche l'adoucissement dynamique et la relaxation des contraintes résiduelles.

De plus, la diminution de la dureté de surface observée pour les échantillons traités à 500°C (Figure 4.5) peut jouer un rôle sur la stabilité des contraintes résiduelles de compression sous chargement cyclique de fatigue. Le potentiel accru d'écrouissage de la région traitée, combiné à des sous-structures de dislocations plus stables (microstructure DRX), contribue au maintien des contraintes résiduelles de compression sous chargement cyclique. Les microstructures ultra-fines générées par le SMAT à chaud aident à prévenir l'adoucissement dynamique et peuvent également freiner la propagation des microfissures initiées à la surface des échantillons. Les travaux de Roland *et al.* (2006) ont démontré qu'un SMAT réalisé à température ambiante suivi d'un recuit améliorait la résistance en fatigue de 5 à 6%, mettant en évidence que la restauration contrôlée et l'augmentation de la ductilité peuvent contribuer à la stabilisation des contraintes résiduelles. Ainsi, pour les échantillons SMATés à 500°C, les processus de restauration jouent un rôle clé dans la stabilisation des contraintes résiduelles de compression, améliorant ainsi la tenue en fatigue.

Bien que l'augmentation de la température du SMAT augmente les concentrateurs de contraintes en surface, les mécanismes de DRX et de DSA/DP actifs à haute température stabilisent les contraintes résiduelles de compression introduites et améliorent la ductilité, tout en réduisant l'intensité du pic de traction dans le profil de contraintes résiduelles. Cette combinaison a permis d'obtenir la meilleure limite d'endurance dans cette étude. Cependant, la présence de défauts de surface générés par le SMAT à chaud (microfissures, amas de matière, oxydation), qui agissent comme des sites potentiels d'amorce de fissures, suggère que la température optimale du SMAT pourrait se situer entre 250°C et 500°C, ou qu'un temps de traitement plus court à 500°C pourrait être préférable.

4.4.3 Analyse du comportement en fatigue en utilisant l'approche de Goodman

Dans le but d'interpréter plus précisément les performances en fatigue de l'acier inoxydable 316L soumis au SMAT à différentes températures, un diagramme de type Goodman [Nicholas & Zuiker (1996)] a été construit (Figure 4.10), en considérant la contrainte locale au site d'amorçage de la fissure pour chaque condition de SMAT après 10^6 cycles. Ces graphes prennent en compte, pour chaque condition, la relation entre la contrainte moyenne appliquée et l'amplitude de la contrainte de fatigue normalisée par la dureté locale au site d'amorçage. Cette normalisation par la dureté permet une comparaison plus claire entre les conditions qui induisent différents niveaux de dureté après SMAT. La contrainte moyenne appliquée correspond ici à la contrainte résiduelle, et deux intensités ont été considérées : celle mesurée après le traitement de surface (Figure 4.10a) et celle après stabilisation sous relaxation en fatigue (Figure 4.10b). L'amplitude de la contrainte de fatigue a été calculée en prenant en compte la contrainte locale au site d'amorçage et un facteur de concentration de contrainte associé à la rugosité a été pris en compte lorsque la fissure amorçait en surface de l'échantillon.

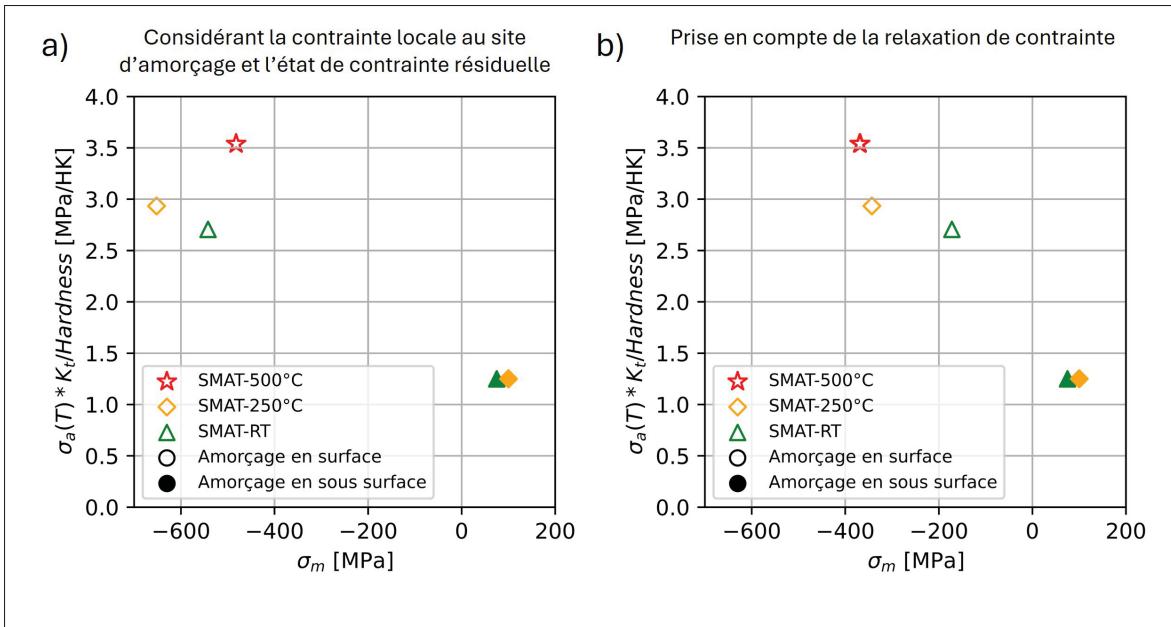


Figure 4.10 Diagramme de Goodman de la résistance à la fatigue, incorporant le facteur d'intensité de contrainte et la dureté locale du matériau : (a) En tenant compte des contraintes résiduelles avant les essais de fatigue, (b) En tenant compte de la relaxation des contraintes résiduelles

L'utilisation du niveau de contraintes résiduelles après SMAT dans le diagramme de Goodman permet d'apporter des éléments de compréhension sur l'influence des conditions de SMAT sur le comportement en fatigue (Figure 4.10a). Pour le SMAT à température ambiante et à 250°C, les points correspondant à l'amorçage des fissures en surface et en sous-surface se situent dans deux régions distinctes du graphique. Leurs positions mettent en évidence le rôle des contraintes résiduelles : en surface, la présence de fortes contraintes résiduelles de compression permet d'atteindre une amplitude de contrainte de fatigue élevée, tandis qu'en profondeur, la présence du pic de traction réduit significativement l'amplitude de contrainte admissible. Bien que les microstructures locales soient significativement différentes, un comportement linéaire peut être observé entre ces deux régions, et les points correspondant aux traitements SMAT à chaud (en rouge) s'en détachent clairement en se situant plus haut dans le diagramme. Malgré une intensité plus faible des contraintes résiduelles en surface et une valeur de K_t plus élevée, la résistance en fatigue de la condition traitée à 500°C est nettement supérieure, ce qui indique que

la microstructure produite en surface pour cette condition présente une meilleure résistance à la fatigue que celles obtenues à des températures plus basses.

Cette approche peut être affinée en intégrant l'intensité des contraintes résiduelles stabilisées dans le calcul, comme illustré dans la Figure 4.10b, où les contraintes résiduelles après essai de fatigue à 600 MPa ont été considérées (Figure 4.9b). Il est important de noter que le comportement de relaxation à 600 MPa peut ne pas être totalement applicable à des niveaux de chargement inférieurs, comme ceux menant à l'amorçage des fissures en fatigue pour les conditions à température ambiante et 250°C. Toutefois, en supposant un mécanisme de stabilisation similaire, cette approche reste pertinente pour analyser l'influence de la relaxation des contraintes résiduelles sur l'endurance en fatigue. Une meilleure approximation pourrait consister à prendre en compte des tendances de relaxation spécifiques à des chargements plus faibles pour améliorer la précision de cette analyse.

Lorsque les contraintes stabilisées documentées en Figure 4.9b sont prises en compte (Figure 4.10b), les points correspondant à l'amorçage en surface pour les conditions à température ambiante et 250°C se déplacent vers la droite du diagramme de Goodman, à mesure que l'intensité des contraintes résiduelles de compression diminue. Ce déplacement pourrait suggérer l'émergence d'une tendance linéaire entre toutes les conditions, ce qui impliquerait que la limite d'endurance des échantillons SMATés à différentes températures pourrait être décrite à l'aide d'une approche de type Goodman. Cependant, il faut garder à l'esprit que les microstructures locales sont très différentes, et qu'il serait nécessaire de rassembler davantage de données avant de tirer une conclusion définitive.

La position plus élevée du point correspondant aux échantillons SMATés à 500°C dans le diagramme de Goodman indique que la stabilité de ses contraintes résiduelles sous chargement en fatigue ne peut pas être la seule explication à sa résistance en fatigue. Malgré des contraintes résiduelles de compression initiales plus faibles et la présence de nombreuses discontinuités de surface pouvant agir comme des fissures courtes, cette condition résiste très bien aux sollicitations en fatigue. En se basant sur la dépendance linéaire proposée précédemment, on peut

estimer la contrainte appliquée nécessaire à l'amorçage d'une fissure en sous-surface dans les échantillons traités à 500°C. Cela correspondrait à une amorce de fissure en sous-surface à une profondeur de 450 µm avec une contrainte résiduelle locale de traction de 50 MPa (soit un rapport contrainte/dureté local d'environ $1,6 \text{ MPa.HK}^{-1}$), donnant une limite d'endurance estimée à environ 650 MPa. Cela représente une amélioration de 13% par rapport à la performance actuelle limitée par un amorçage en surface, soulignant ainsi l'impact négatif des discontinuités de surface dans cette condition.

Pour améliorer davantage les propriétés mécaniques après SMAT, un traitement à une température comprise entre 250°C et 500°C pourrait offrir le meilleur compromis entre l'introduction de contraintes résiduelles de compression élevées, leur stabilité et la limitation des défauts de surface. En supposant qu'un tel traitement n'engendrerait pas de discontinuités de surface défavorables, et qu'un amorçage de fissure en sous-surface se produise à environ 400 µm de profondeur, avec une contrainte résiduelle de traction d'environ +50 MPa à cette position, ce qui correspondrait à un rapport contrainte/dureté local d'environ $1,5 \text{ MPa.HK}^{-1}$, on obtiendrait une contrainte locale de 540 MPa, soit une contrainte appliquée d'environ 620 MPa. Cela représenterait une amélioration de 8% par rapport à la performance actuelle.

4.5 Conclusions

Les modifications de surface et les gradients microstructuraux induits par le SMAT à chaud sur l'acier inoxydable austénitique 316L ont permis d'améliorer significativement la limite d'endurance en fatigue à 1 million de cycles. Les résultats mettent en évidence le rôle crucial de la température du SMAT sur l'intensité et la stabilité des contraintes résiduelles de compression générées dans le matériau, et par conséquent sur ses performances en fatigue. Les principaux résultats peuvent être résumés comme suit :

À température ambiante, le SMAT élimine efficacement les stries d'usinage et introduit des niveaux élevés de contraintes résiduelles de compression, entraînant une augmentation de la limite d'endurance en fatigue par rapport à la condition usinée (+25%). Deux types de sites

d'amorçage des fissures sont observés : l'un lié aux amorces en surface et l'autre associé à des caractéristiques microstructurales situées à 400 µm sous la surface, correspondant au pic de traction du gradient de contraintes résiduelles. La compétition entre l'amorçage des fissures en surface et en sous-surface dépend de la probabilité statistique de présence d'un défaut microstructural dans la zone de contraintes résiduelles de traction. Lorsque ce type de défaut est présent, la rupture survient à des contraintes relativement faibles, alors qu'en son absence, l'amorçage des fissures se produit en surface, nécessitant des niveaux de contrainte plus élevés pour amorcer.

À 250°C, la température est suffisamment élevée pour activer la recristallisation dynamique pendant le SMAT, entraînant la formation d'une microstructure duplex contenant un mélange de grains fins recristallisés et déformés. Cependant, le niveau de contraintes résiduelles et la limite d'endurance restent comparables à ceux de la condition SMATée à température ambiante, avec un même déplacement des sites d'amorçage des fissures de la surface vers la sous-surface lorsque la rupture se produit à des niveaux de contrainte plus faibles. Malgré un affinement microstructural plus profond, la résistance en fatigue n'est pas davantage améliorée.

À 500°C, le SMAT génère une couche ultrafine hautement restaurée s'étendant sur 30 µm sous la surface. Bien que des valeurs plus faibles de contraintes résiduelles de compression, une rugosité de surface plus élevée et la formation de microfissures, d'empilements de matière et d'une couche oxydée soient observées, la performance en fatigue est améliorée de 15% par rapport aux conditions SMATées à température ambiante et à 250°C. Cette amélioration est attribuée à des contraintes résiduelles de compression plus profondes, à un pic de traction moins marqué dans le profil de contraintes résiduelles et à une sensibilité réduite de la microstructure générée à l'adoucissement dynamique, c'est-à-dire à la relaxation des contraintes résiduelles. Le processus de restauration se produisant à 500°C conduit à un réseau de dislocations bien organisé, potentiellement stabilisé par une diffusion locale du chrome vers les cœurs des dislocations en raison du DSA à cette température. Ce réseau a le potentiel de rester relativement stable sous chargement en fatigue. En d'autres termes, la grande capacité d'écrouissage de la couche ultrafine pourrait empêcher l'adoucissement dynamique par déformation et retarder significativement la

propagation des fissures courtes initiées à partir des discontinuités de surface engendrées par le SMAT.

Malgré certains compromis en termes d'intégrité de surface, ces résultats révèlent le fort potentiel du SMAT à haute température pour améliorer la résistance en fatigue, en générant une microstructure capable de stabiliser l'état de contraintes résiduelles de compression sous chargement en fatigue. Choisir une température de SMAT comprise entre 250°C et 500°C pourrait permettre d'améliorer encore davantage la performance en fatigue. Un traitement dans cette plage de température offre l'avantage de générer une microstructure ultrafine tout en limitant l'oxydation et la formation d'empilements de matière, évitant ainsi que la surface ne devienne le point faible du matériau.

CHAPITRE 5

CONTAMINATION DE SURFACE INDUIITE PAR TRAITEMENTS DE GRENAILLAGE ULTRASONIQUE À CHAUD EN UTILISANT DES BILLES EN ACIER 100C6 ET EN ZrO₂

Yann Austernaud^{1,2,3}, Marc Novelli^{1,2}, Thomas H. Kauffmann⁴, Philippe Bocher³, Thierry Grosdidier^{1,2}

¹ Laboratoire d'Étude des Microstructures et de Mécanique des Matériaux (LEM3), UMR CNRS 7239, 7 rue Félix Savart, BP 15082, Metz F-57073, France,

² LABoratoire d'Excellence Design des Alliages Métalliques pour Allègement des Structures (DAMAS), Université de Lorraine, 7 rue Félix Savart, BP 15082, Metz F-57073, France

³ Département de Génie Mécanique, École de Technologie Supérieure, 1100 Notre-Dame Ouest, Montréal, Québec, Canada H3C 1K3

⁴ Laboratoire Matériaux Optiques, Photonique et Systèmes (LMOPS), Université de Lorraine & Centrale Supélec, 57070 Metz, France

Article soumis pour publication dans la revue « Materials Letters : X » en avril 2025

Résumé

La contamination de la surface de l'échantillon induite lors du SMAT a été étudiée après des traitements de greaillage réalisés avec des billes en acier 100C6 et en ZrO₂ à température ambiante, 250°C et 500°C. Les investigations ont révélé que toutes les pièces constitutives de la chambre de traitement (sonotrode, parois et billes) contribuent à la contamination de la surface de l'échantillon. L'augmentation de la température de SMAT conduit à une plus grande contamination de la surface, avec des débris de contaminants de plus grande taille ainsi qu'une oxydation de la surface de l'échantillon. En particulier, plusieurs billes de ZrO₂ se sont fragmentées à 500°C en raison d'une fragilisation par transformation de phase à haute température.

5.1 Introduction

Les traitements mécaniques de surface jouent un rôle crucial dans l'amélioration de la résistance des matériaux, notamment en termes de fatigue et de résistance à l'usure. Parmi eux, le traitement

de grenaillage ultrasonique se distingue par sa capacité à générer des nanostructures de surface et des gradients de déformation élevés en sous-couche [Olugbade & Lu (2020); Grosdidier *et al.* (2023)]. Cependant, l'amélioration apportée par le SMAT à température ambiante (RT) peut être limitée, en particulier pour les matériaux à haute résistance, où une augmentation excessive de l'énergie du traitement peut entraîner des conditions de surtraitement conduisant à la formation de fissures de surface préjudiciables pour la résistance en fatigue [Maleki *et al.* (2021)]. Des techniques de durcissement de surface assistées thermiquement ont ainsi été introduites afin de réduire la contrainte d'écoulement des matériaux à haute résistance mécanique et de favoriser une plus grande déformation plastique. L'élévation de la température de traitement peut également activer des mécanismes supplémentaires tels que la recristallisation dynamique ou la précipitation dynamique, conduisant à la formation de nouvelles microstructures [Liu *et al.* (2021b)].

Par ailleurs, il est connu que le SMAT induit une contamination de la surface traitée, susceptible d'affecter significativement la corrosion [Fabijanic *et al.* (2012); Wen *et al.* (2015)] ou sur la diffusion, comme dans le cas des traitements duplex thermochimiques menant à la formation d'une couche nitrurée discontinue [Samih *et al.* (2014)]. Étant donné que la contamination de surface peut affecter de manière importante les propriétés du matériau, cette étude vise à analyser le processus de contamination se produisant lors du SMAT, en particulier dans des conditions de grenaillage à chaud.

5.2 Matériaux et méthodologie

Des éprouvettes cylindriques en acier inoxydable 316L ont été traitées par SMAT (20 kHz, 60 µm, 10 min) à température ambiante (RT), 250°C et 500°C. Des billes en acier à roulement 100C6 d'un diamètre de 2 mm et des billes en zircone stabilisé à l'yttrium (Y-ZrO₂) d'un diamètre de 2,4 mm ont été utilisées et mises en mouvement par un sonotrode en alliage de titane Ti6Al4V à l'intérieur d'une chambre en acier inoxydable martensitique AISI 420. Afin d'assurer des conditions reproductibles, un nouveau jeu de billes a été utilisé pour chaque traitement, tandis que la chambre et la sonotrode ont été nettoyées à l'éthanol avant chaque essai.

Une représentation schématique de la chambre de SMAT avec la composition chimique des différentes pièces est donnée en Figure 5.1 et dans le tableau 5.1. Pour chaque condition de température, le SMAT avec les billes en ZrO₂ a été effectué avant le grenaillage avec les billes en 100C6. Un nouveau jeu de billes a été utilisé pour chaque traitement et la chambre a été nettoyée à l'éthanol.

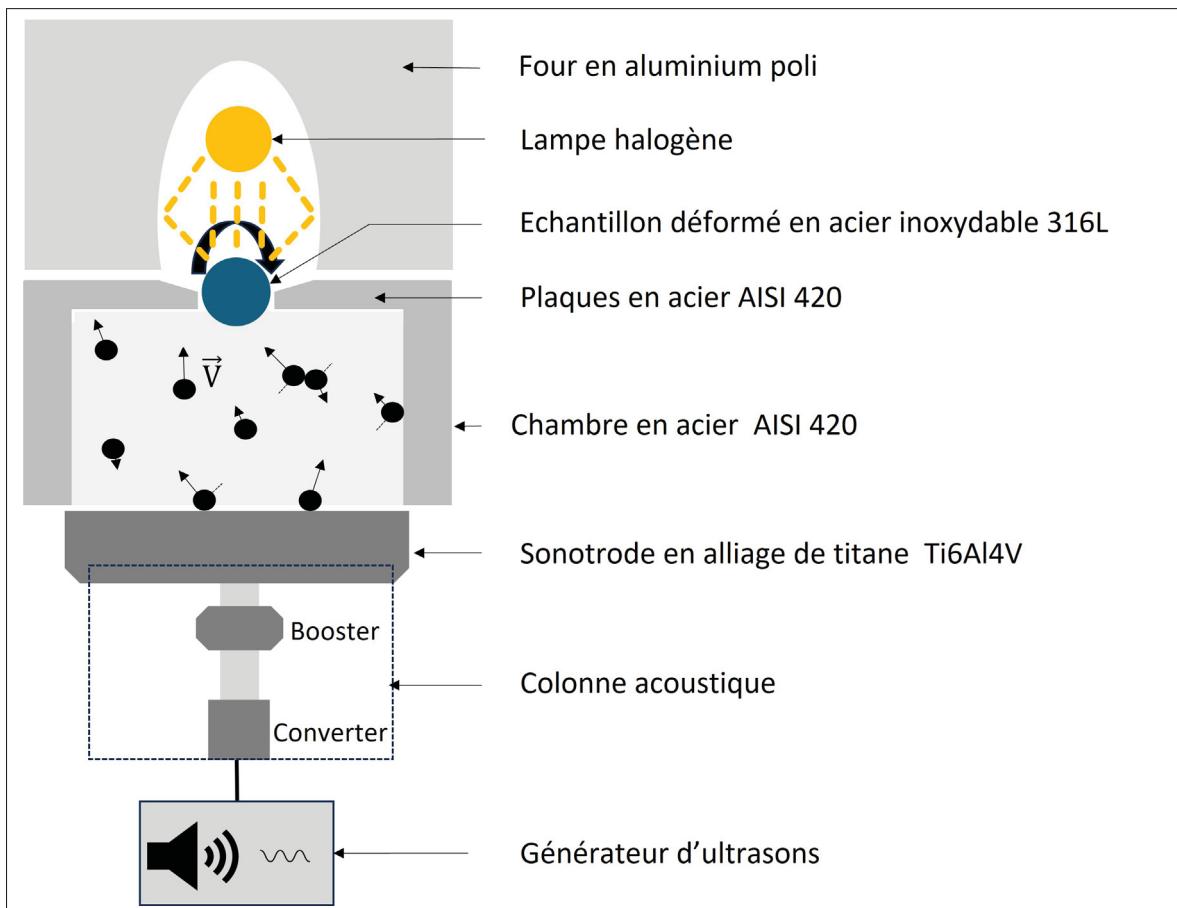


Figure 5.1 Schéma du SMAT et de la chambre de traitement

De la spectroscopie Raman a été réalisée sur les surfaces des échantillons et des billes à l'aide d'un microscope confocal Horiba LabRAM HR Evolution et répété trois fois. Les mesures ont été effectuées sur la plateforme de spectroscopie du LMOPS, Université de Lorraine - CentraleSupélec. L'acquisition des spectres a été réalisée avec un laser Oxxius de 532 nm, une puissance de 4 mW, un objectif de grossissement 100X et un temps d'acquisition de 20s.

Tableau 5.1 Compositions chimiques (en % massique) des différents composants utilisés dans le dispositif de SMAT en température. Les éléments surlignés en gris ont été sélectionnés comme marqueurs pour identifier l'origine des contaminations lors des cartographies EDS. Les compositions standard de la chambre, de la sonotrode et des billes 100C6 proviennent de la base de données MatWeb

Composant	Matériaux ferreux	C	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	N	P	Fe
Échantillon	AISI 316L	0	17	10	2	1.3	0.4	0	0.03	Bal.
Chambre	AISI 420	≥ 0.15	13	—	—	<1	<1	—	<0.04	Bal.
Billes	100C6	1	1.5	—	—	0.4	0.3	—	<0.03	Bal.

Composant	Matériaux non ferreux	Fe	Al	V	O	Ti	Y	Zr
Sonotrode	Ti6Al4V	<0.25	6	4	<0.20	Bal.	—	—
Billes	ZrO ₂	—	—	—	~26	—	~4	Bal.

— : valeur non spécifiée ou négligeable ; Bal. : Équilibre.

Des analyses chimiques de surface ont été menées par spectroscopie à dispersion d'énergie des rayons X (EDS) à l'aide d'un MEB ZEISS SUPRA 40. Étant donné que le dispositif SMAT est composé de plusieurs éléments de compositions chimiques distinctes (voir tableau 5.1), des éléments caractéristiques ont été sélectionnés pour tracer l'origine de la contamination. Le titane (Ti) et le zirconium (Zr) ont été choisis pour identifier respectivement les contaminations provenant de la sonotrode et des billes de zircone. Comme les échantillons (17% Cr, 10% Ni), la chambre (martensitique AISI 420 : 12–14% Cr) et les billes 100C6 (<1,7% Cr) sont tous fabriqués à partir d'aciers de nuances différentes, le Ni a été choisi pour identifier l'échantillon, tandis que le Cr a été utilisé pour identifier la chambre lorsqu'il n'était pas associé au Ni. Le Fe a été sélectionné pour représenter les billes lorsqu'il n'était associé ni au Ni ni à une quantité notable de Cr.

5.3 Résultats et discussion

La Figure 5.2 regroupe des images optiques des surfaces des échantillons ainsi que les spectres Raman associés après SMAT à différentes températures en utilisant des billes en ZrO₂ et en

100C6. En fonction de la température de greaillage, les surfaces des échantillons changent de couleur, témoignant d'une modification de l'état d'oxydation de la surface (Figure 5.2a-c). Parmi toutes les acquisitions Raman (Figure 5.2d-e), seules celles réalisées sur les échantillons traités par SMAT à 500°C présentent des pics clairement identifiables. Bien que la couleur des surfaces des échantillons SMATés à 250°C diffère nettement de celle des échantillons traités à température ambiante, l'absence de spectre après SMAT à 250°C pourrait être attribuée à une couche d'oxyde trop mince pour être détectée.

Pour les échantillons SMATés à 500°C, les spectres Raman semblent identiques, quelle que soit la nature des billes utilisées. L'oxyde de Cr₂O₃, caractéristique du film passif naturellement présent à la surface des aciers inoxydables, n'est pas détecté. Ce dernier présente généralement une faible sensibilité à la spectroscopie Raman, se traduisant par une intensité de pic faible. La majorité des pics sont attribués à l'oxyde de fer hématite Fe₂O₃, tandis que le pic observé à 663 cm⁻¹ est caractéristique de l'oxyde de fer magnétite Fe₃O₄. Bien que le Cr₂O₃ soit l'oxyde principal dans le film passif natif de l'acier inoxydable, il est à peine détecté en raison de sa faible sensibilité en spectroscopie Raman, même si une bande faible autour de 560 cm⁻¹ peut indiquer la présence de Cr₂O₃. Les signaux à 510 et 640 cm⁻¹ suggèrent la présence de TiO₂, mais leur recouvrement avec les pics du Fe₂O₃ rend l'identification incertaine, en particulier pour les échantillons traités avec des billes en acier, où les oxydes de fer dominent.

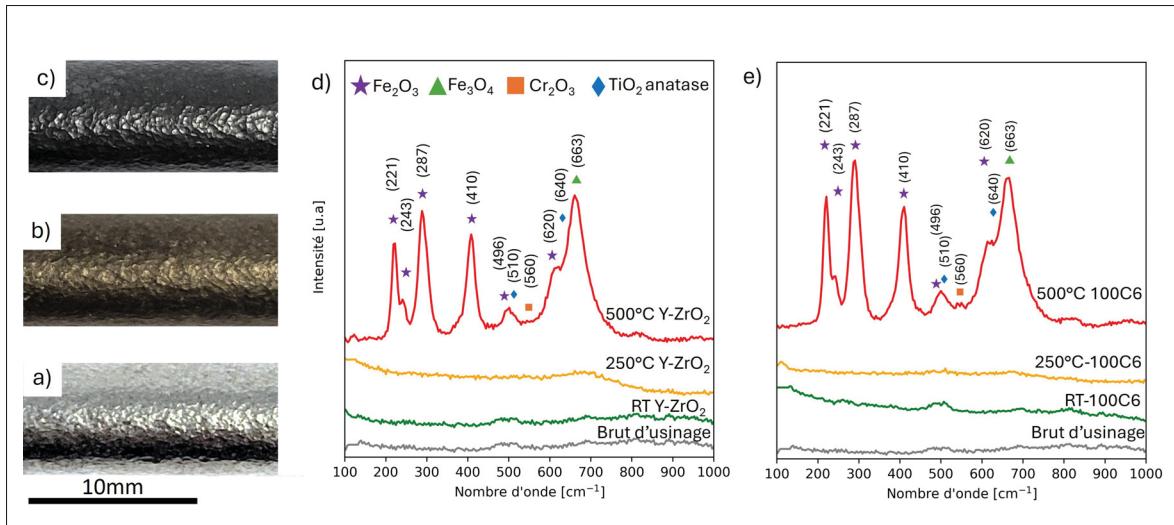


Figure 5.2 (a-c) Observations optiques de la surface des échantillons après SMAT à (a) température ambiante, (b) 250°C et (c) 500°C. Les images partagent la même échelle; (d-e) Spectres Raman obtenus sur les surfaces des échantillons après SMAT à température ambiante (vert), 250°C (orange) et 500°C (rouge) en utilisant (d) des billes en ZrO₂ et (e) des billes en 100C6

La Figure 5.3 présente les observations optiques et l'analyse par spectroscopie Raman réalisées sur les surfaces des billes de ZrO₂ et de 100C6. Comme observé dans la Figure 5.3a-c, les surfaces des billes de ZrO₂ deviennent brillantes en raison de la métallisation survenant lors du SMAT. Les billes de ZrO₂ restent sphériques après le traitement à température ambiante, tandis que certaines d'entre elles sont largement fragmentées après un grenaillage à 500°C (Figure 5.3c). Les spectres Raman (Figure 5.3d) acquis à partir de différentes régions d'une même surface de bille utilisée à 500°C ont révélé à la fois : (i) des pics caractéristiques de la phase tétragonale du ZrO₂ (spectre 1), et (ii) des signaux de Fe₂O₃ et de Fe₃O₄ (spectre 2), indiquant une contamination de surface par des oxydes de fer probablement formés à partir de l'acier traité ou des parois de la chambre durant le SMAT à haute température. Des pics supplémentaires à 178 et 382 cm⁻¹, associés à la phase monoclinique du ZrO₂ et visibles à température ambiante, se sont intensifiés avec l'augmentation de la température de grenaillage.

La littérature indique qu'une transformation induite par la déformation, de la phase tétragonale vers la phase monoclinique, est bénéfique dans les zircons stabilisées grâce à l'expansion

volumique qui se produit à l'extrémité des fissures, limitant ainsi leur propagation [Gupta *et al.* (1978)]. En revanche, lorsqu'une transformation de phase est induite thermiquement, des fissures de surface menant à une décohésion des grains se forment, comme cela a été observé dans les zircons stabilisées lors du vieillissement isotherme à 250°C [Jong-Kook & Hwan (1994)]. Ainsi, la ténacité des billes de ZrO₂ est maintenue lors du SMAT réalisé à température ambiante et à 250°C grâce à un mécanisme de renforcement par transformation de phase induite mécaniquement, tandis qu'une fragmentation importante des billes est favorisée par une transformation de phase induite par la température à 500°C.

Concernant les billes en acier 100C6 (Figure 5.3e-g), il est probable que le même processus de métallisation de surface ait eu lieu lors du SMAT, mais l'aspect métallique initial des billes empêche de l'observer visuellement. Les billes de 100C6 ont conservé leur forme sphérique et leur intégrité pour toutes les conditions de température du SMAT. Alors qu'aucun pic identifiable n'est présent dans les spectres Raman acquis après les traitements à température ambiante et à 250°C, des changements dans la ligne de base sont évidents. La ligne de base plate à RT peut suggérer l'enlèvement d'une fine couche d'oxyde, alors qu'à l'inverse le bruit observé après SMAT à 250°C résulte de l'oxydation de la surface, bien qu'il soit impossible d'identifier précisément la nature des oxydes. À 500°C, des pics caractéristiques des oxydes Fe₂O₃ et Fe₃O₄ sont visibles dans le spectre acquis sur la surface des billes en acier après un grenaillage à 500°C (Figure 5.3h). L'oxyde de titane TiO₂-anatase n'a pas été détecté par spectroscopie Raman, ni sur les billes de ZrO₂, ni sur les billes de 100C6, bien qu'il soit présent sur la surface des échantillons (Figure 5.2).

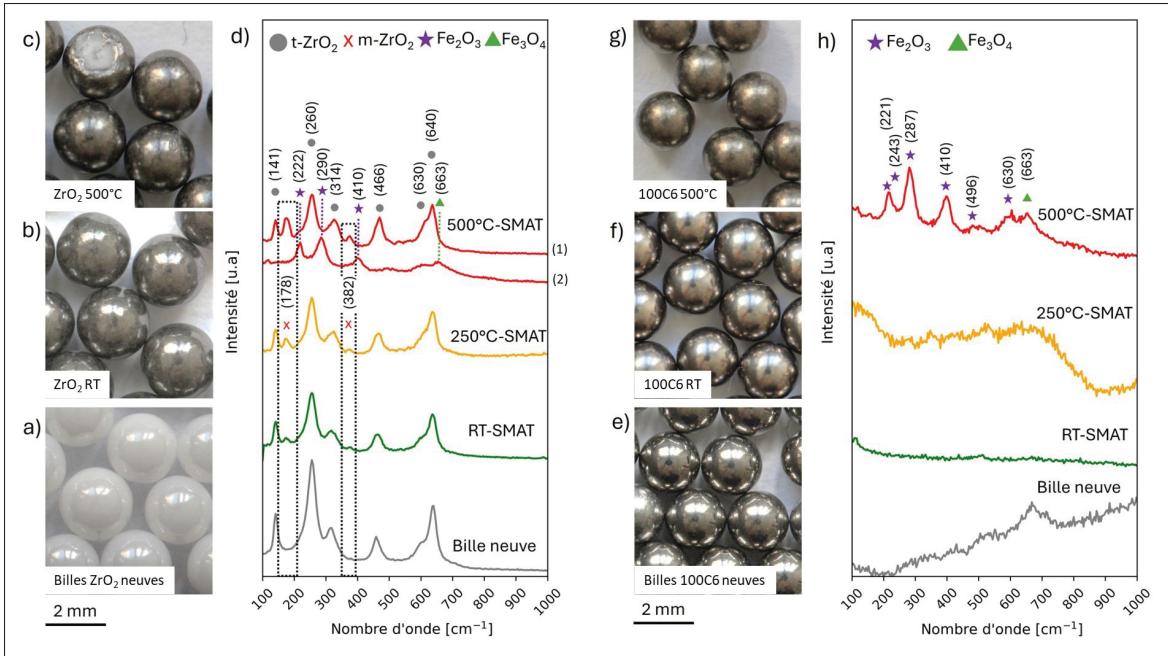


Figure 5.3 Images optiques des billes en (a, b, c) ZrO₂ et (e, f, g) 100C6 dans les conditions (a, e) initiales, (b, f) après SMAT à température ambiante et (c, g) après SMAT à 500°C. (d, h) Spectres Raman obtenus sur les surfaces des billes après SMAT à température ambiante (vert), 250°C (orange) et 500°C (rouge). Dans (d), les deux spectres ont été acquis sur la même surface de bille en ZrO₂, mais à des emplacements différents : le spectre 1 montre des pics caractéristiques du ZrO₂, tandis que le spectre 2 révèle des pics supplémentaires de Fe₂O₃ et de Fe₃O₄

La Figure 5.4 compare les analyses chimiques EDS des surfaces des échantillons après SMAT avec des billes de ZrO₂ et de 100C6. Les deux échantillons traités à température ambiante, Figure 5.4a-b, présentent des états de contamination de surface très différents. La surface traitée avec des billes de ZrO₂ révèle une contamination notable en Ti et Zr, tandis que celle traitée avec des billes de 100C6 n'en présente pas (Figure 5.4b).

Lorsque la température du SMAT est augmentée à 250°C, des traces de Ti sont présentes à la surface des échantillons pour les deux types de billes (Figure 5.4c-d). De plus, du Zr est détecté lorsque des billes de ZrO₂ sont utilisées, et des zones riches en Fe sont observées après l'utilisation de billes en acier 100C6.

Un grenaillage à 500°C avec des billes de ZrO₂ (Figure 5.4e-f) entraîne une contamination en Ti plus marquée, et un fragment de Zr (d'environ 200 µm de diamètre équivalent – Figure 5.4e) a été retrouvé incrusté à la surface de l'échantillon. Une contamination provenant de la chambre de traitement est également visible avec la présence de taches (Fe, Cr) à la périphérie de l'incrustation de la particule de Zr (cercle rouge pointillé – Figure 5.4e). L'utilisation de billes de 100C6 à 500°C (Figure 5.4f) révèle une contamination en Fe provenant des billes (cercles rouges) et de la chambre de traitement (zones riches en Fe et en Cr - cercles rouges pointillés).

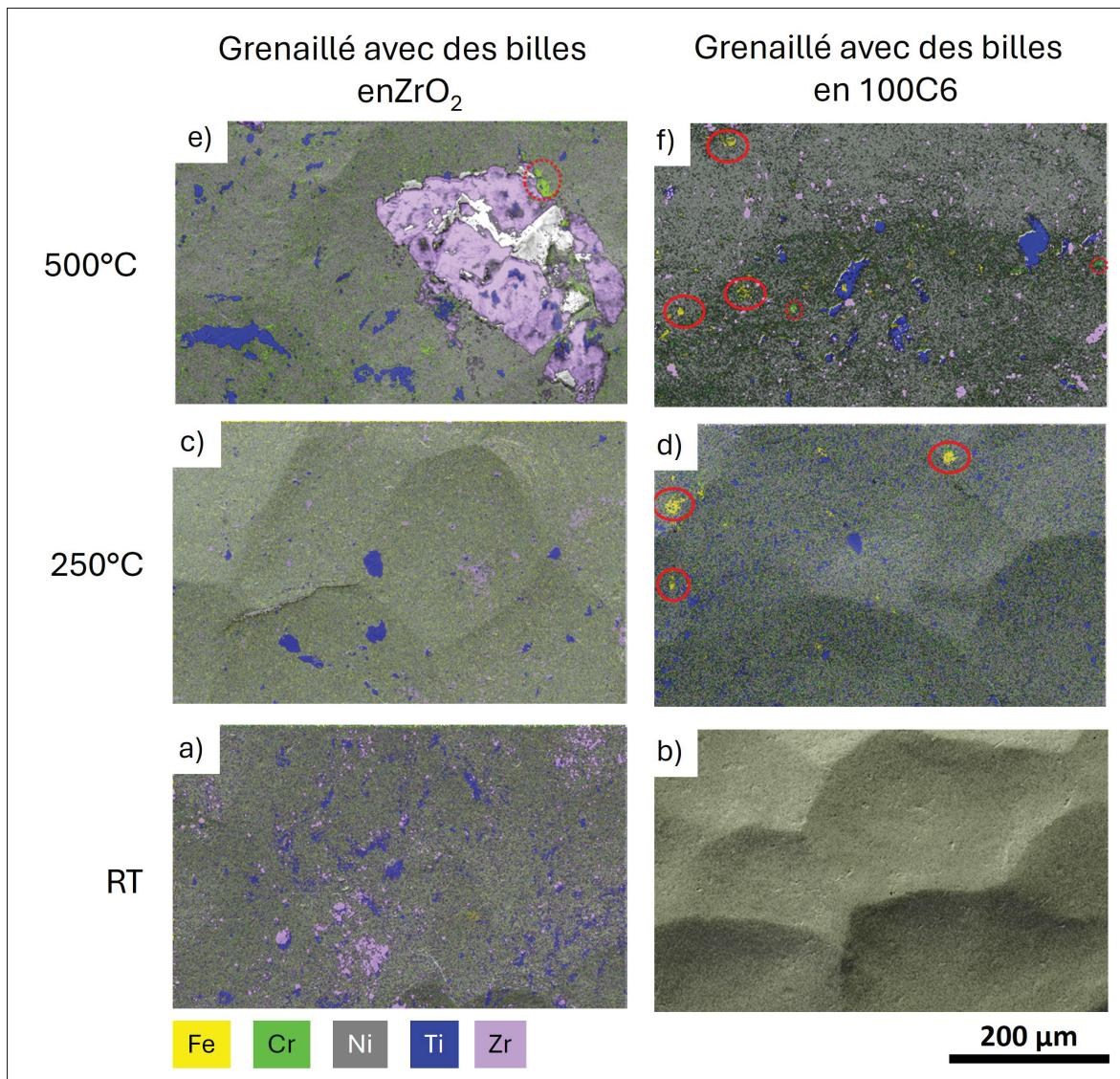


Figure 5.4 Acquisitions EDS réalisées à la surfaces des échantillons après SMAT en utilisant des billes en (a, c, e) ZrO_2 et (b, d, f) 100C6 à (a, b) température ambiante, (c, d) 250°C et (e, f) 500°C

Bien que les surfaces de la chambre et de la sonotrode aient été nettoyées entre les traitements, de fins résidus de zircone ont parfois été observés après l'utilisation de billes en acier à 500°C (Figure 5.4f). Ainsi, seules les billes peuvent agir comme intermédiaires dans le transfert de contamination. Cela a été confirmé par l'analyse EDS de la surface des billes et présenté en Figure 5.5. Tous les éléments caractéristiques peuvent être identifiés à la surface des billes et,

de manière similaire à la contamination des échantillons, l'augmentation de la température de SMAT conduit à une contamination plus importante des billes. De plus, des zones enrichies en Ni et Cr provenant de l'échantillon sont clairement visibles sur les surfaces des billes après un SMAT réalisé à 500°C. Le type de contamination croisée par le Zr observée sur les surfaces grenaillées avec des billes 100C6 (Figure 5.4f) peut s'expliquer par le transfert, sur les billes 100C6, de débris de ZrO₂ préalablement incrustés dans les surfaces de la chambre et de la sonotrode, en particulier après un SMAT à 500°C.

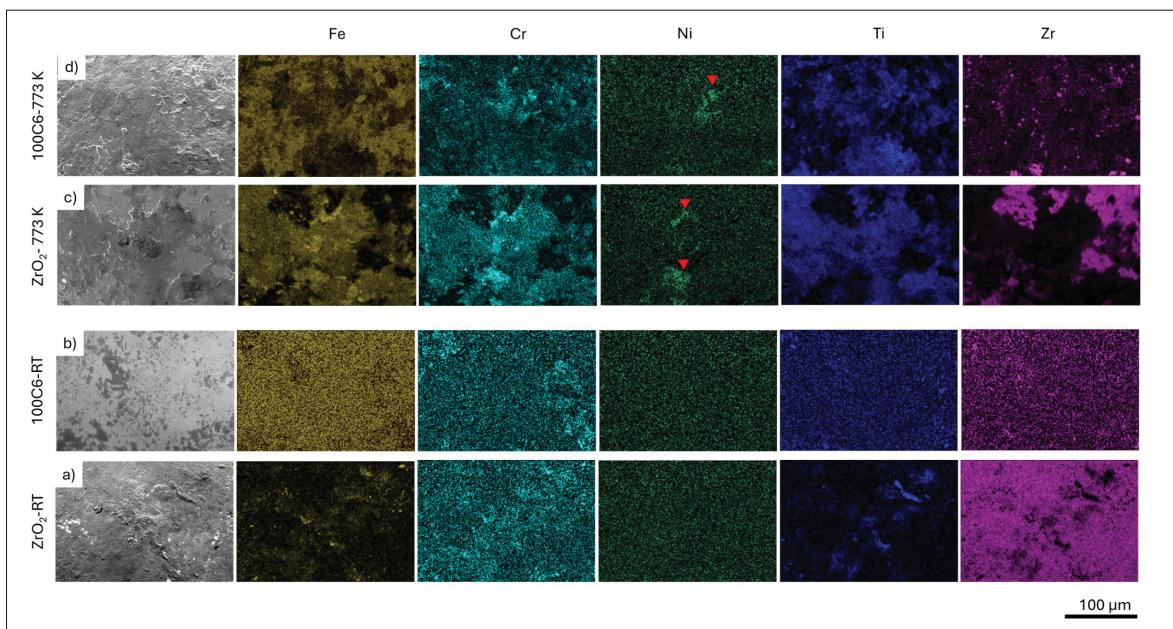


Figure 5.5 Acquisitions EDS réalisées sur les surfaces des billes en ZrO₂ (a,c) et 100C6 (b,d) après SMAT à température ambiante (a,b) et à 500°C (c,d)

5.4 Conclusions

Des traitements de grenaillage par SMAT ont été réalisés à chaud en utilisant soit des billes en céramique ZrO₂, soit des billes en acier 100C6. Les investigations ont montré que toutes les parties constituant le dispositif SMAT sont impliquées dans le processus de contamination de la surface des échantillons. Le grenaillage à chaud a tendance à augmenter la contamination de surface, en particulier par le titane provenant de la sonotrode, et entraîne l'oxydation de la

surface des échantillons à 500°C. Une attention particulière doit être portée lors de l'utilisation de billes en ZrO₂ à chaud, car une transformation de phase fragilisante de tétragonale vers monoclinique induit la fragmentation des billes.

CHAPITRE 6

EFFET DE LA TEMPÉRATURE DE SMAT SUR LE COMPORTEMENT À LA CORROSION DE L'ACIER INOXYDABLE AUSTÉNITIQUE 316L

6.1 Introduction

Dans le chapitre précédent, il a été montré que le SMAT à température (500°C) conduit à une forte oxydation de la surface, avec la formation d’oxyde de fer de type Fe_2O_3 et Fe_3O_4 . De plus, il a été montré que l’augmentation de la température cause une augmentation de la contamination à la surface, notamment de titane provenant de la sonotrode, via un transfert de matière induit par les billes de grenaillage. Cette oxydation et ces contaminations sont susceptibles d’influencer les propriétés fonctionnelles des matériaux, en particulier leur résistance à la corrosion, propriété clé pour l’acier 316L utilisé pour sa résistance accrue à la corrosion dans l’industrie.

La résistance à la corrosion des aciers inoxydables austénitiques après traitement de surface reste un sujet d’étude complexe et controversé. En effet, l’influence du SMAT sur le comportement à la corrosion n’est pas pleinement comprise et varie en fonction des conditions de traitement. Selon la littérature, on observe des améliorations [Balusamy *et al.* (2010); Azar *et al.* (2010); Singh *et al.* (2020); Lei *et al.* (2021)] ou des dégradations [Hao *et al.* (2009); Azar *et al.* (2010); Balusamy *et al.* (2013); Ahmed *et al.* (2014)] du comportement à la corrosion.

L’amélioration des propriétés de corrosion est généralement attribuée à la nanocristallisation de surface, favorisant la formation d’un film passif protecteur. À l’inverse, la dégradation est due à une augmentation des défauts cristallins et de la densité des joints de grains, qui deviennent des sites privilégiés pour la germination des piqûres de corrosion [Hao *et al.* (2009)]. La contamination de surface formée lors du SMAT peut également conduire à une dégradation des propriétés en corrosion [Wen *et al.* (2011)].

Ainsi, ce chapitre vise à étudier l’effet de la température de traitement SMAT sur le comportement à la corrosion de l’acier inoxydable austénitique 316L, en mettant en relation les contaminations identifiées au Chapitre 5 avec les observations électrochimiques.

6.2 Surfaces et sous-couche après traitement de SMAT

Pour étudier le comportement en corrosion d'échantillons grenaillés en température, des échantillons d'acier inoxydable austénitique 316L (recristallisés) conformément à la description donnée au chapitre 2 ont été utilisés. Les échantillons ont subi un traitement SMAT à trois températures différentes : température ambiante (RT), 250°C et 500°C. Deux types de billes de greaillage ont été utilisés : des billes en acier 100C6 et des billes en zircone yttrée Y-ZrO₂.

Les surfaces greaillées ont été caractérisées en termes de rugosité et de topographie de surface comme illustré en Figure 6.1. Une augmentation quasi linéaire de la rugosité (R_q) avec la température de traitement est observée comme illustré en Figure 6.1a, atteignant une augmentation de +57% à 500°C. Les billes en zircone (ZrO₂) produisent une rugosité plus élevée (+7%) que les billes en acier 100C6, en raison de leur plus grande énergie d'impact (\approx +30%). En effet, dans notre expérience, le diamètre des billes est de 2 mm pour les billes 100C6 et de 2,4 mm pour les billes ZrO₂. Pour tous les traitements, le taux de recouvrement de la sonotrode est resté constant à 15%. Ainsi, environ 80 billes en ZrO₂ ont été introduites, tandis que 130 billes en acier ont été utilisées. Badreddine *et al.* (2014b) ont montré par simulations numériques que le nombre et la taille des billes introduites influencent le nombre d'impacts sur la surface de l'échantillon, mais ont un effet limité sur la vitesse d'impact de ces billes sur la surface de l'échantillon. Sur la base de ce résultat, nous pouvons supposer que les billes 100C6 et ZrO₂ ont la même vitesse d'impact et calculer la différence d'énergie due à la variation de la densité et du diamètre des billes, comme indiqué dans l'équation 6.1.

$$\frac{E_c^{\text{ZrO}_2}}{E_c^{\text{100C6}}} = \frac{\frac{1}{2}m_{\text{ZrO}_2}V^2}{\frac{1}{2}m_{\text{100C6}}V^2} = \frac{\rho_{\text{ZrO}_2}}{\rho_{\text{100C6}}} \cdot \left(\frac{R_{\text{ZrO}_2}^3}{R_{\text{100C6}}^3} \right) = 1.3 \quad (6.1)$$

Bien que ce calcul ne prenne pas en compte le coefficient de restitution des différentes natures de billes, il permet d'expliquer la rugosité supérieure observée.

Au-delà de l'augmentation de la rugosité, un changement dans l'état de surface se produit, comme le montrent les images MEB en Figure 6.1b-g. L'élévation de la température favorise

la contamination de la surface, comme expliqué dans le chapitre 5. Cela est particulièrement visible dans la Figure 6.1c, où l'on observe une incrustation de zircone (particules blanches) et de titane, ce dernier ressortant plus sombre à la surface (cercle rouge). Après un grenaillage ultrasonique à 500°C, l'oxyde formé en surface induit l'apparition d'une seconde "rugosité" à l'intérieur des cratères laissés par les billes, avec des fissures se formant dans ces zones.

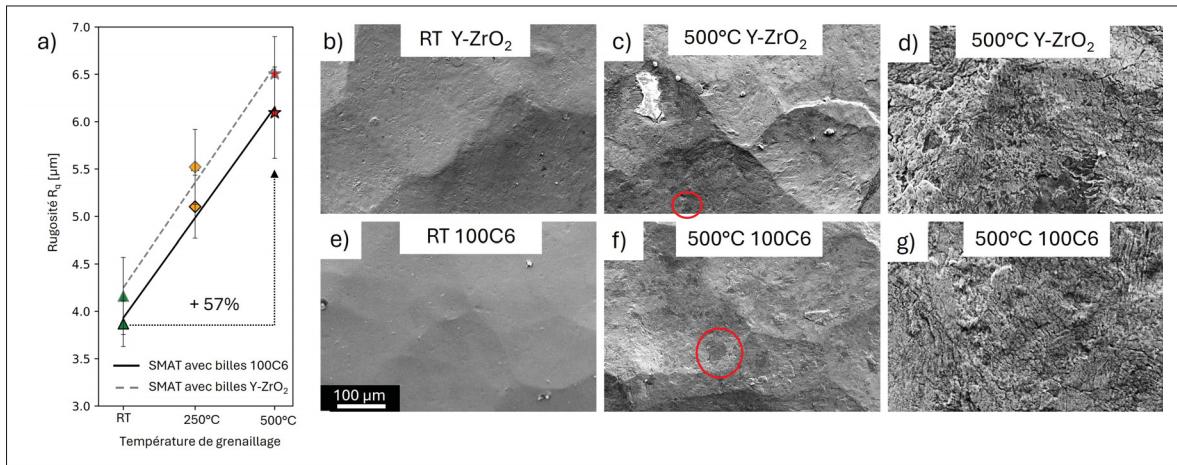


Figure 6.1 (a) Évolution de la rugosité R_q des échantillons SMATés avec des billes en acier 100C6 et des billes en zircone ZrO_2 à RT, 250°C et 500°C; images MEB de la surface de l'échantillon après (b) SMAT à RT avec des billes en ZrO_2 , (c,d) SMAT à 500°C avec des billes en ZrO_2 , (e) SMAT à RT avec des billes en 100C6, (f,g) SMAT à 500°C avec des billes en 100C6

Les modifications apportées par les traitements de SMAT en extrême surface sont documentées par imagerie MEB en section transverse. La Figure 6.2 présente la section transverse d'un échantillon grenaillé à température ambiante et à 500°C. À température ambiante, aucune contamination n'est observée, et la section transverse révèle l'affinement microstructural produit en surface de l'échantillon (Figure 6.2a). En revanche, en plus de l'affinement microstructural affectant une profondeur plus importante, la surface grenaillée à 500°C (Figure 6.2b) présente une contamination (contraste noir) en sous-couche, jusqu'à une profondeur d'environ 10 μm . L'analyse EDX présentée en Figure 6.2c montre que cette contamination comprend des zones riches en fer et en oxygène (attribuées à l'oxyde de fer) ainsi que des zones riches en titane provenant de la sonotrode.

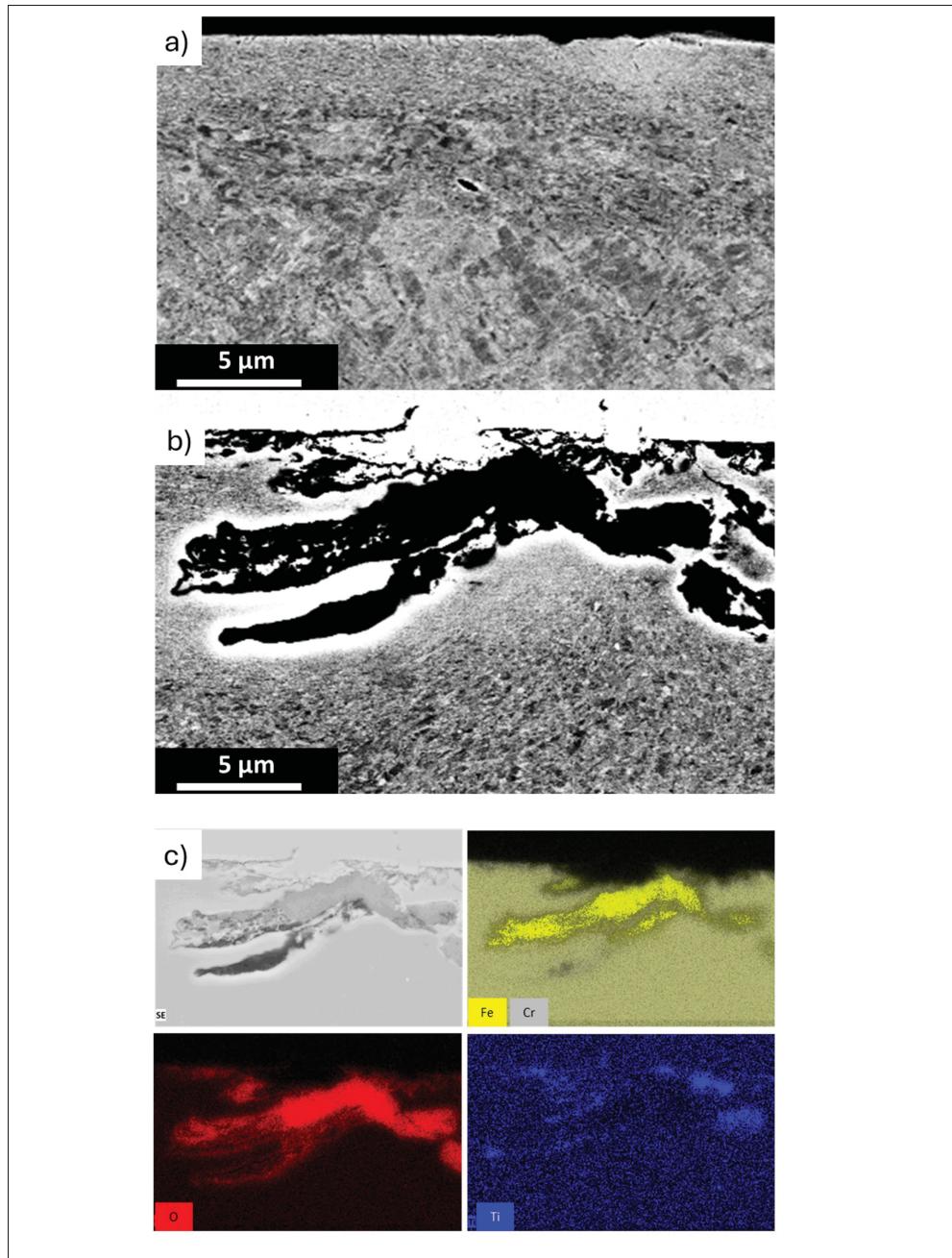


Figure 6.2 Images MEB en coupe transverse des échantillons après SMAT à (a) RT et à (b) 500°C, respectivement, en utilisant des billes de 100C6. (c) Cartes EDX de l'échantillon grenaillé à 500°C

6.3 Démarche des essais de corrosion

Afin de documenter l'effet du SMAT en température sur le comportement en corrosion, des essais de corrosion ont été réalisés dans un premier temps dans une solution électrolytique saline (NaCl 3,5%) à l'aide de courbes de polarisation potentiodynamique. Afin de pouvoir comparer les différents échantillons entre eux, une surface équivalente a été plongée dans la solution. Pour cela, des cylindres de surface équivalente ont été préparés en recouvrant les zones à ne pas exposer à la solution avec du Téflon. Le contact électrique avec l'échantillon est effectué à l'aide d'un fil de cuivre, et le montage de corrosion utilisé est un montage standard à trois électrodes : électrode de référence (électrode au calomel saturé), électrode de travail (échantillon) et contre-électrode (électrode de platine).

Cependant, une grande réactivité des surfaces empêche l'atteinte d'un équilibre électrochimique en circuit ouvert, comme illustré sur la Figure 6.3. Un phénomène de passivation-dépassivation est observé, avec l'hypothèse de formation de piqûres locales qui se repassivent. Ce phénomène génère un bruit important sur les courbes de polarisation et empêche la réalisation de mesures d'impédance électrochimique.

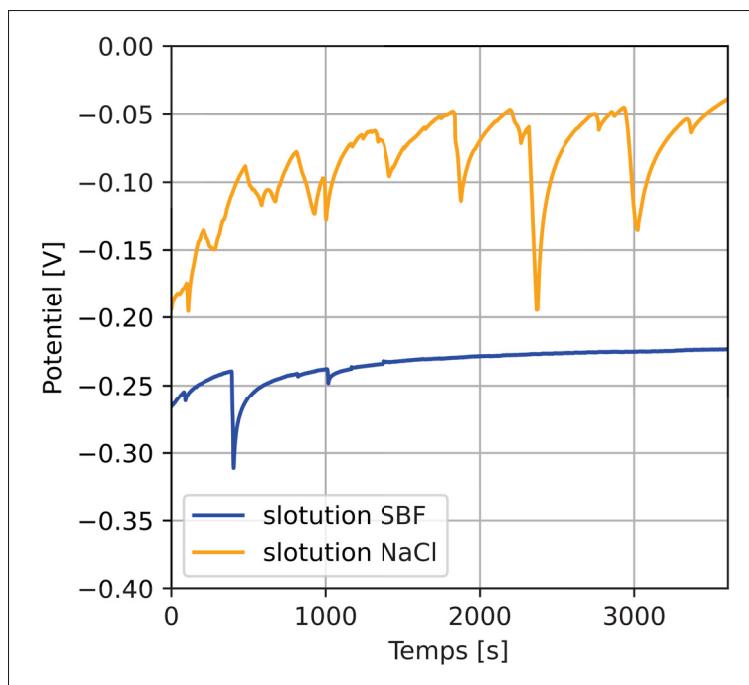


Figure 6.3 Évolution du potentiel libre d'un échantillon dans une solution NaCl et SBF

Afin de diminuer le bruit sur les courbes, les essais de corrosion ont ensuite été réalisés dans une solution SBF ("Simily Body Fluid") simulant le milieu du corps humain, contenant moins d'ions chlorure. La composition de la solution SBF est donnée dans le tableau 6.1. Contrairement au test réalisé dans la solution NaCl, le potentiel libre d'un échantillon placé dans la solution SBF se stabilise dans le temps, conduisant à des courbes potentiodynamiques moins bruitées. Ainsi pour la suite de l'étude, les courbes de polarisation sont effectuées dans un milieu SBF.

Tableau 6.1 Composition de la solution SBF simulant le corps humain pour 1000 ml

Solution numéro	Réactif	quantité pour 1000 ml
1	NaCl	8.035 g
2	NaHCO ₃	0.355 g
3	KCl	0.225 g
4	K ₂ HPO ₄ ·3H ₂ O	0.231 g
5	MgCl ₂ ·6H ₂ O	0.311 g
6	1.0 M HCl	39.0 ml
7	CaCl ₂	0.292 g
8	Na ₂ SO ₄	0.072 g
9	((HOCH ₂) ₃ CNH ₂)	6.118 g
10	1.0 M HCl (pH adj.)	quantité pour ajuster le pH à 7.2

6.4 Propriétés électrochimiques

Les Figures 6.4a et b présentent les courbes de polarisation potentiodynamique cyclique (CPP) enregistrées pour l'échantillon grenaillé avec des billes en 100C6 et en ZrO₂, respectivement, dans un milieu simulant le corps humain. La courbe CPP d'un échantillon de référence non grenaillé est également donnée dans la Figure 6.4a (courbe en gris). Le tableau 6.2 résume les valeurs obtenues lors des essais CPP.

Pour cet acier inoxydable austénitique, la courbe obtenue pour l'échantillon non grenaillé est typique d'un matériau passif. Elle présente un plateau après le potentiel de corrosion dans la partie anodique. En augmentant le potentiel vers 300 mV, des piqûres se forment puis se repassivent, ce qui est responsable de la présence de plusieurs pics de courant dans la courbe CPP. Le potentiel de piqûration (E_{pit}), à partir duquel des piqûres stables se forment, est atteint autour de 400 mV.

Pour les deux types de billes, la courbe CPP du SMAT réalisé à température ambiante (RT) présente également ce plateau passif avec la formation de "piqûres métastables". Toutefois, ce plateau montre davantage de bruit dans la densité de courant, traduisant ainsi une réactivité de surface plus élevée.

L'augmentation de la température de grenaillage entraîne une légère diminution du potentiel de corrosion (E_{corr}) et une augmentation de la densité de courant de corrosion (I_{corr}). Elle affecte également le plateau passif en réduisant le potentiel de piqûration (E_p). Par exemple, pour l'échantillon grenaillé avec des billes en 100C6, E_p diminue de 390 mV à -14 mV lorsque la température de grenaillage passe de la température ambiante à 500°C.

Le grenaillage à chaud se caractérise par une réduction du plateau passif et par l'absence de piqûres métastables avant d'atteindre E_p . Finalement, après un SMAT à 500°C, le plateau est quasiment inexistant, car une augmentation rapide de la densité de courant est observée après le potentiel de corrosion. Le potentiel de repassivation (E_{rp}) ainsi que la surface de la boucle d'hystérisis, qui représente la susceptibilité à la piqûration, diminuent également avec l'augmentation de la température de grenaillage.

Des différences sont également visibles entre les deux types de billes : le potentiel de corrosion pour les billes en zircone est toujours plus élevé (entre -150 et -100 mV) que celui obtenu avec les billes en 100C6 (-270 à -220 mV). La densité de courant de corrosion ainsi que la densité de courant du plateau passif (I_p) sont légèrement plus faibles lorsque le SMAT est réalisé avec des billes en ZrO₂. Enfin, un SMAT à 500°C avec des billes en 100C6 réduit considérablement le plateau et la boucle d'hystérisis par rapport à un SMAT à 500°C réalisé avec des billes en zircone.

Ainsi, globalement, le grenaillage avec des billes en ZrO₂ présente l'avantage de moins altérer les propriétés de corrosion du 316L traité par SMAT.

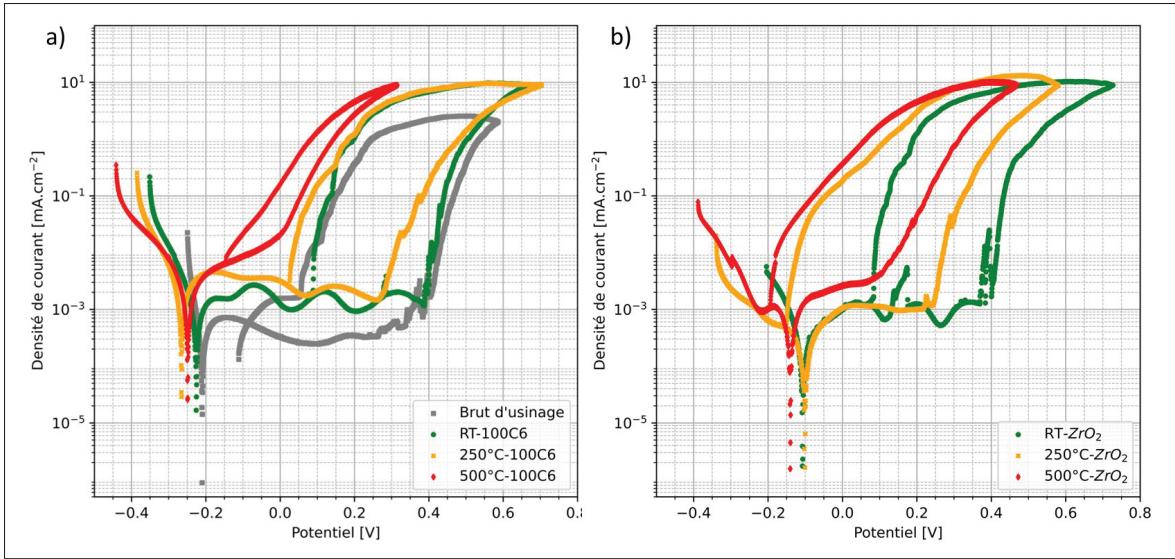


Figure 6.4 Courbes de polarisation cyclique pour les différentes conditions de SMAT : a) avec des billes de 100C6 à température ambiante, 250°C et 500°C ; b) avec des billes de ZrO_2 à température ambiante, 250°C et 500°C

Tableau 6.2 Valeurs des différents paramètres de corrosion pour les différentes conditions de SMAT

	Brut d'usinage	100C6			ZrO_2		
		RT	250°C	500°C	RT	250°C	500°C
E_{corr} (mV)	-210	-225	-265	-248	-106	-105	-140
I_{corr} (A/cm²)	2.84E-07	7.64E-07	1.38E-06	1.83E-06	2.18E-07	2.07E-07	6.00E-07
E_{pit} (mV)	400	390	267	-14	400	245	110
E_{rp} (mV)	-85	88	26	-147	82	-148	-195

Un premier facteur pouvant expliquer la dégradation des propriétés en corrosion est l'augmentation de la rugosité de surface. La Figure 6.1 montre que cette augmentation entraîne une élévation de la surface effective exposée à la solution. Comme la densité de courant est calculée pour un cylindre équivalent, cela peut expliquer l'accroissement du courant de corrosion avec la température de grenaillage. Il est généralement rapporté que la rugosité a un effet négatif sur les propriétés en corrosion, provoquant une augmentation du courant de corrosion et une réduction

du plateau de passivation [Azar *et al.* (2010); Balusamy *et al.* (2013); Lee *et al.* (2009)]. En effet, l'augmentation de la rugosité est généralement associée à la déstabilisation du film passif due à l'augmentation des défauts de surface pouvant conduire à l'initiation de piqûres de corrosion [Azar *et al.* (2010)].

6.5 Mécanismes de corrosion

Afin d'identifier les mécanismes mis en jeu lors des essais de corrosion, les surfaces corrodées ont été observées au MEB. La Figure 6.5 montre les surfaces grenaillées avec des billes en acier et en zircone à RT et à 500°C après essais de corrosion. Pour les deux types de billes, à température ambiante, des piqûres de corrosion localisée sont observées (Figure 6.5a-d). À 500°C, de la corrosion localisée est observée, mais cette dernière affecte des surfaces plus étendues et ne se limite pas à des piqûres de corrosion (zones entourées sur la Figure 6.5a,d). L'observation des surfaces à 500°C montre que l'augmentation de la rugosité n'est pas le principal facteur de la dégradation des propriétés en corrosion. En effet, une modification du mécanisme de corrosion par piqûres est observée.

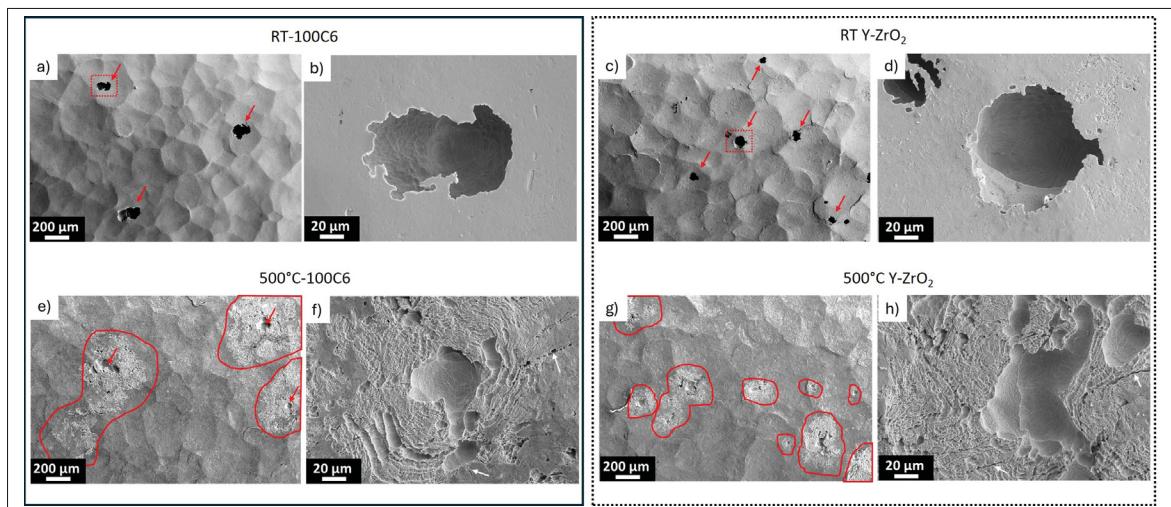


Figure 6.5 Images MEB des surfaces des échantillons exposées au test de corrosion après SMAT réalisé avec (a,b) des billes de 100C6 à température ambiante, (c,d) des billes de ZrO₂ à température ambiante, (e,f) des billes de 100C6 à 500°C g,h) des billes de ZrO₂ à 500°C

La Figure 6.6 présente les sections transverses des surfaces corrodées permettant de visualiser la corrosion en sous-couche des échantillons. Pour les échantillons greaillés à température ambiante, une forme de "champignon" est observée, avec une zone localisée attaquée en surface qui s'étend en sous-couche, typique des piqûres de corrosion. Les piqûres observées atteignent jusqu'à 80 µm de profondeur.

Pour les échantillons greaillés à 500°C, la corrosion est plus limitée en surface (20 premiers µm), et la forme des zones corrodées est similaire à la contamination observée en surface, comme indiqué dans la Figure 6.2. L'analyse des surfaces corrodées ne révèle aucune différence significative entre les échantillons greaillés avec des billes en acier (Figure 6.6a,c) et ceux greaillés avec des billes en zircone (Figure 6.6b,d).

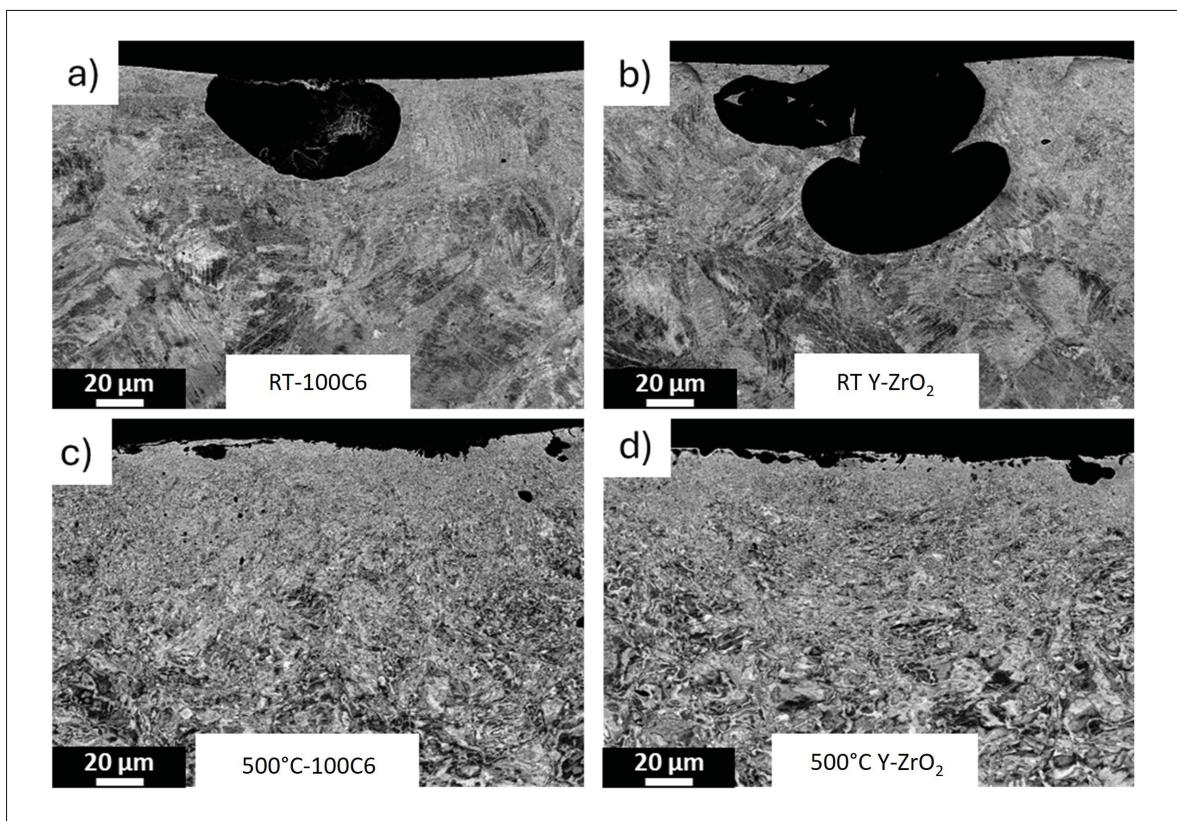


Figure 6.6 Images MEB en section transverse de l'échantillon corrodé après SMAT réalisé avec (a) des billes de 100C6 à température ambiante, (b) des billes de ZrO₂ à température ambiante, (c) des billes de 100C6 à 500°C, (d) des billes de ZrO₂ à 500°C

Afin de mettre en évidence le rôle de la contamination sur la corrosion, la Figure 6.7 regroupe une image en section transverse d'un échantillon grenaillé à 500°C avec des billes en acier avant (Figure 6.7a) et après essai de corrosion (Figure 6.7b). Avant corrosion, de la contamination (liserés noirs) se forme et pénètre en sous-couche de l'échantillon ($\approx 10 \mu\text{m}$). Après corrosion, la contamination observée est remplacée par du vide, avec une corrosion localisée dans les zones de contamination.

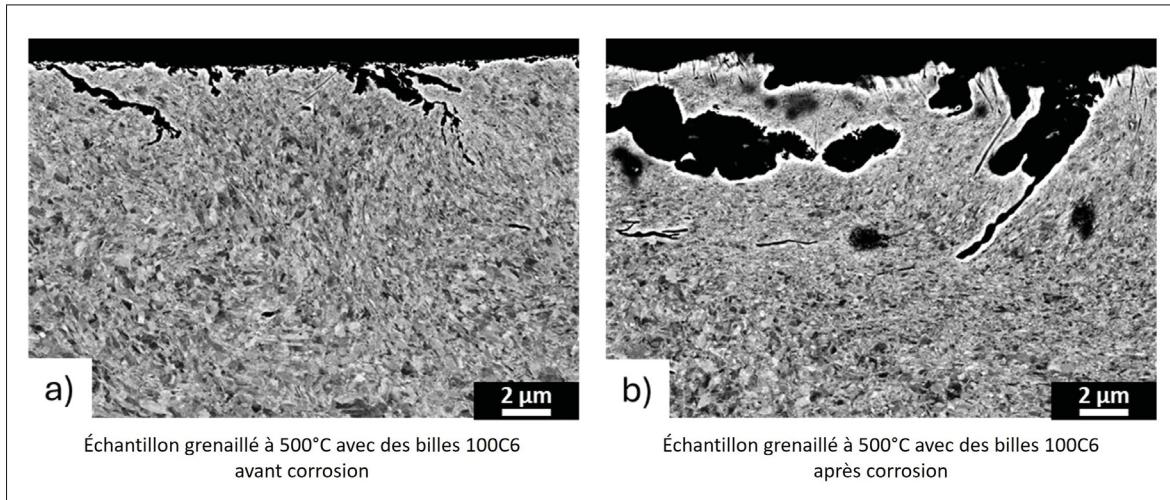


Figure 6.7 Images MEB en coupe transverse de l'échantillon traité par SMAT avec des billes de 100C6 à 500°C a) avant le test de corrosion b) après le test de corrosion

La Figure 6.8 illustre la différence des mécanismes de corrosion entre les conditions RT et 500°C. Après SMAT à température ambiante, le film passif du 316L est conservé, et lors du processus de corrosion, les ions chlorure déstabilisent localement le film passif, formant ainsi une piqûre de corrosion. L'acidification du pH dans la zone de piqûre accélère la corrosion du matériau en sous-couche, donnant la forme caractéristique de piqûre observée et affectant une profondeur importante du matériau, d'environ 80 μm .

Après SMAT à 500°C, le mécanisme de corrosion change. En effet, la contamination et l'oxydation de la surface déstabilisent le film passif initialement présent. La corrosion observée résulte d'une corrosion galvanique entre les contaminants (titane et particules de billes) [Sun *et al.* (2017a)] et de corrosion caverneuse [Peyre *et al.* (2000)], avec pénétration d'électrolyte dans les

fissures d'oxyde observées dans les Figures 6.1 et 6.7. De la corrosion par piqûre semble encore avoir lieu, comme observable dans la Figure 6.5, mais n'est plus le mécanisme prédominant dans la corrosion des échantillons grenaillés à 500°C. Bien que la tenue en corrosion des échantillons grenaillés à 500°C soit dégradée par rapport au grenaillage à température ambiante, il est intéressant de noter que la corrosion se limite à une faible profondeur de l'échantillon ($\approx 20 \mu\text{m}$), ce qui la rend plus facilement détectable et potentiellement moins préjudiciable que des piqûres de corrosion non détectées.

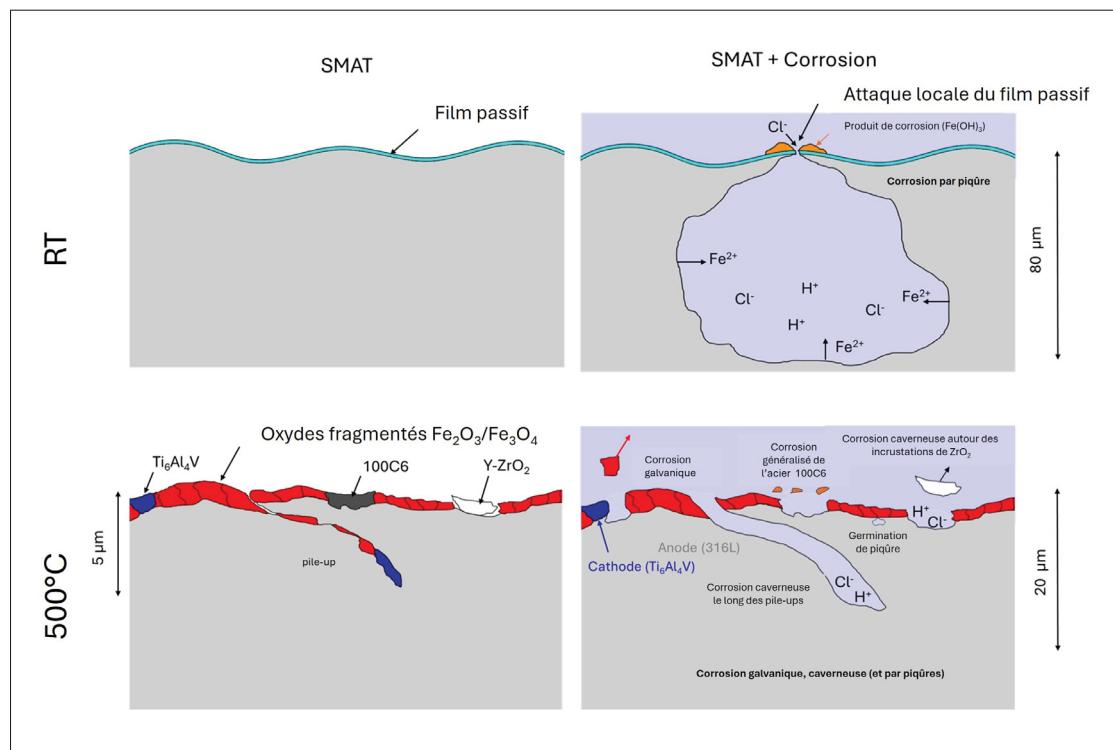


Figure 6.8 Représentation schématique de la surface après SMAT à température ambiante (a) et à 500°C (b). (c) et (d) représentent les surfaces SMATées à température ambiante et à 500°C soumises à la corrosion, respectivement

6.6 Effet de la nature des billes de grenaillage sur les propriétés en corrosion

La nature des billes utilisées pour le grenaillage influence les propriétés en corrosion, comme l'illustrent les courbes de polarisation en Figure 6.4. Le grenaillage avec des billes en acier

entraîne des densités de courant de corrosion plus élevées que celui réalisé avec des billes en zircone (Tableau 6.2). De plus, lorsque le grenaillage est effectué à 500°C avec des billes en acier, le plateau de passivité disparaît presque entièrement, contrairement à l'échantillon traité avec des billes en zircone.

Ces différences peuvent être attribuées à la nature de la contamination induite par les billes sur la surface des échantillons. En effet, la contamination par l'acier 100C6, issu des billes en acier, favorise la corrosion généralisée. Comme l'acier 100C6 n'est pas inoxydable et qu'il est moins noble que l'acier 316L, il est sujet à un mécanisme de corrosion. De plus, cette contamination s'intensifie avec l'augmentation de la température de grenaillage, ce qui explique à la fois l'augmentation de la densité de corrosion (réflétant une augmentation de la vitesse de corrosion) et la disparition du plateau de passivation à 500°C. L'effet néfaste des billes en acier sur la résistance à la corrosion a également été observé par Wen *et al.* (2011) sur un alliage d'aluminium grenaillé avec des billes en acier.

En revanche, les échantillons grenaillés avec des billes en zircone présentent une contamination qui n'est pas sujette à la corrosion. Cela peut expliquer le déplacement des courbes de polarisation vers des potentiels plus nobles, indiquant une surface plus résistante à la corrosion. Cependant, l'augmentation de la température amplifie l'oxydation, accroît la rugosité de la surface et modifie les mécanismes de corrosion comme illustré en Figure 6.8, ce qui entraîne une dégradation des propriétés en corrosion pour les deux types de billes.

6.7 Conclusion

Les résultats de ce chapitre mettent en évidence l'impact du grenaillage à chaud sur la résistance à la corrosion de l'acier 316L, notamment liée à la dégradation de l'état de surface.

Le grenaillage avec des billes en zircone entraîne une dégradation moindre des propriétés en corrosion par rapport aux billes en acier. Toutefois, dans les deux cas, l'élévation de la température de grenaillage accentue la détérioration de l'état de surface en raison de l'augmentation de la

rugosité, de l'oxydation et de la contamination des surfaces, ces facteurs étant responsables de la diminution de la résistance à la corrosion.

Le SMAT réalisé à 500°C modifie les mécanismes de corrosion, favorisant les mécanismes de corrosion galvanique et caverneuse, qui s'étendent sur la surface, contrairement aux piqûres localisées observées sur les échantillons grenaillés à température ambiante. Toutefois, la corrosion reste principalement limitée aux 20 premiers micromètres de profondeur, tandis que dans le cas du SMAT à température ambiante, des piqûres atteignant jusqu'à 80 µm sont observées. Cette différence suggère que, bien que le SMAT à haute température dégrade les propriétés de corrosion, il pourrait être avantageux dans certaines applications où une corrosion plus uniforme et facilement détectable est préférable à des attaques localisées plus profondes.

CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS

Ces travaux de recherche ont porté sur l'étude des microstructures de déformation induites par le traitement SMAT en température dans un acier inoxydable austénitique 316L et sur la modification des propriétés mécano-chimiques résultantes. Dans ce cadre, un four spécifique a été développé afin de réaliser des traitements de grenaillage à chaud (jusqu'à 500°C). Trois axes principaux ont été explorés, chacun apportant des éléments nouveaux à la compréhension et à l'optimisation du SMAT en température.

Effet de la température sur les mécanismes de déformation activés et les gradients introduits par SMAT

L'analyse fine des gradients de microstructure, de dureté et de contraintes résiduelles a mis en évidence une évolution progressive et bien définie des mécanismes de déformation en fonction de la température. Ce travail permet de proposer, pour la première fois, une cartographie claire des mécanismes activés selon la température de SMAT : à basse température, l'effet TRIP domine ; à température ambiante et à 250°C, l'effet TWIP devient prépondérant ; tandis qu'à 500°C, le glissement des dislocations et la recristallisation dynamique contrôlent la déformation, formant une couche de grains ultrafins étendue d'environ 35 µm.

Ces observations, obtenues grâce à une caractérisation multi-échelle rigoureuse, permettent de mieux comprendre le lien entre mécanismes de déformation, gradients induits et propriétés fonctionnelles, et ouvrent des perspectives de contrôle microstructural inédites via la température du traitement. Ainsi, selon les applications visées, le SMAT peut être ajusté pour maximiser soit les propriétés de surface (dureté, contraintes résiduelles), soit la profondeur affectée, ce qui représente un levier de conception original pour les traitements mécano-thermiques de surface.

Modification des propriétés en fatigue par le SMAT en température

Le comportement en fatigue a été étudié sur des échantillons de 316L tréfilé après SMAT réalisé à température ambiante, 250°C et 500°C. Il a été montré que les traitements à haute température permettent d'introduire des gradients de dureté et de contraintes résiduelles plus profonds, bien que leurs valeurs en surface soient plus faibles. Malgré cela, l'échantillon traité à 500°C a présenté les meilleures performances en fatigue, avec une amélioration de 15% par rapport au SMAT à température ambiante.

Ce résultat, contre-intuitif, met en lumière un apport original : la profondeur et la stabilité des gradients sont des facteurs déterminants pour la tenue en fatigue, parfois plus influents que les propriétés de surface immédiates. L'amélioration est attribuée à une meilleure stabilité des contraintes résiduelles sous sollicitations cycliques et à une microstructure restaurée favorable, induisant un pic de contraintes de traction plus faible en sous-couche. Ces observations apportent des éléments nouveaux à la compréhension des relations microstructure - contraintes résiduelles - fatigue pour les traitements par déformation plastique sévère de surface.

Contamination et altération des propriétés en corrosion

Bien que le SMAT à 500°C améliore la durée de vie en fatigue, il entraîne également une contamination marquée de la surface. L'utilisation de billes en zircone yttrée s'est révélée inadaptée pour le grenaillage à chaud, en raison de leur transformation martensitique et de leur fragmentation sous impact. Une contamination hétérogène, provenant des billes, de la sonotrode et des parois de la chambre, a été observée dans toutes les conditions de traitement à chaud.

Les essais de corrosion ont révélé une dégradation des propriétés après SMAT à chaud, avec un changement significatif du mécanisme de corrosion. Tandis que le SMAT à température ambiante induit une corrosion par piqûres classique des aciers inoxydables austénitiques, le traitement

à 500°C génère une corrosion localisée étendue, se développant préférentiellement dans les zones oxydées et contaminées. Cette transition vers une corrosion galvanique et caverneuse, bien que restant superficielle, représente un phénomène important à prendre en compte pour une potentielle industrialisation du procédé. Ces résultats complètent la littérature actuelle en mettant en évidence l'impact critique de l'environnement de traitement sur les performances en corrosion de pièces grenaillées à chaud.

Recommandations et perspectives

Les résultats obtenus montrent que le contrôle de la température permet de moduler de manière ciblée les mécanismes de déformation, et donc les propriétés mécaniques induites. Cependant, le SMAT à chaud introduit des effets secondaires non négligeables, en particulier l'oxydation et la contamination incontrôlées.

Il serait pertinent d'améliorer le banc de traitement afin de réaliser des SMAT sous atmosphère contrôlée (argon, vide, atmosphère réductrice), limitant ainsi l'oxydation à température élevée. Cette évolution technique ouvrirait la voie à une maîtrise fine des traitements thermomécaniques de surface. Par ailleurs, des traitements à des températures intermédiaires (entre 250°C et 500°C) pourraient être explorés afin de bénéficier partiellement de la recristallisation dynamique tout en limitant l'oxydation.

L'évolution des gradients de contraintes résiduelles sous fatigue pourrait être suivie en utilisant des échantillons sacrificiels prélevés à différents stades de chargement, afin de mesurer la redistribution du gradient de contraintes résiduelles, pour mieux comprendre la cinétique de relaxation. L'élimination de l'oxydation et de la rugosité avant les essais de fatigue permettrait également de dissocier clairement l'effet microstructural de l'effet de la rugosité de surface et de la contamination sur la tenue mécanique. De plus, des essais mécaniques cycliques instrumentés

(avec mesure du durcissement/adoucissement) pourraient compléter l'étude sur la stabilité des gradients sous sollicitations.

Enfin, il serait intéressant d'envisager des traitements duplex ou séquentiels, combinant les avantages du SMAT à froid (dureté, contraintes résiduelles élevées, faible oxydation) et du SMAT à chaud (recristallisation, stabilité, profondeur). Par exemple, un traitement en deux étapes (à chaud suivi d'un traitement à froid) pourrait permettre d'augmenter la profondeur affectée tout en améliorant la dureté de surface. Ce traitement pourrait également réduire la rugosité de surface et l'oxydation formée par le SMAT à chaud. À l'inverse, un pré-traitement à froid avant un traitement à chaud pourrait stocker une énergie de déformation favorisant la recristallisation dynamique. Une approche combinant un traitement cryogénique pour former de la martensite, suivi d'un traitement à chaud pour stabiliser les contraintes résiduelles et accroître la profondeur affectée, pourrait également être envisagée.

En conclusion, ces travaux ont mis en évidence le potentiel du SMAT en température comme outil d'optimisation des propriétés mécaniques et microstructurales des aciers inoxydables austénitiques. L'ensemble des résultats ouvre de nouvelles perspectives pour adapter les traitements de surface aux exigences de performance des composants critiques, notamment dans les secteurs biomédical, nucléaire ou aéronautique, où la tenue en fatigue et la corrosion sont déterminantes.

ANNEXE I

MESURE DE TEMPÉRATURE ET CALIBRATION DU PYROMÈTRE

Afin de calibrer le pyromètre et de mesurer la température lors des traitements de SMAT une étape de calibration est nécessaire. Pour cela une éprouvette de fatigue a été percée axialement et radialement afin de mesurer à l'aide de thermocouples de type K, la température proche de la surface et la température à cœur de l'éprouvette. La Figure I-1 montre le positionnement des thermocouples.

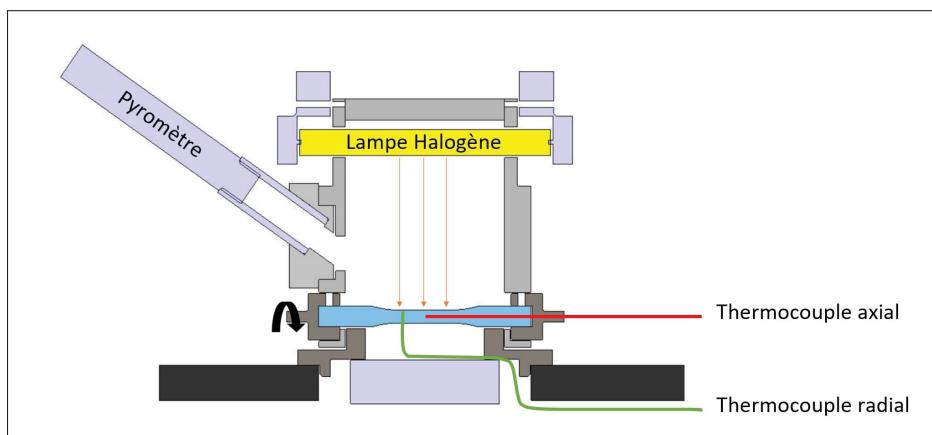


Figure-A I-1 Schéma du positionnement des thermocouples axial et radial

La Figure I-2 illustre l'évolution de la température du pyromètre et du thermocouple axial et radial lors d'un essai de mise en température (statique). Cet essai montre une évolution similaire de l'augmentation de la température enregistrée par les thermocouples radial et axial. Ainsi l'évolution de la température à cœur de l'éprouvette (thermocouple axial) est semblable à l'évolution de la température proche de la surface (thermocouple radial). Pour la suite des essais de calibration de la température, seul le thermocouple axial sera pris comme référence, étant donné que ce dernier peut être utilisé lors de traitement de grenaillage.

Néanmoins cet essai montre un décalage de température mesurée par le pyromètre comparée aux mesures des thermocouples. Ce décalage est dû aux radiations de la lampe affectant la mesure

du pyromètre. Afin d'éviter la saturation de ce dernier et de diminuer l'influence des radiations de la lampe, un filtre en polyéthylène a été placé devant la lentille du pyromètre.

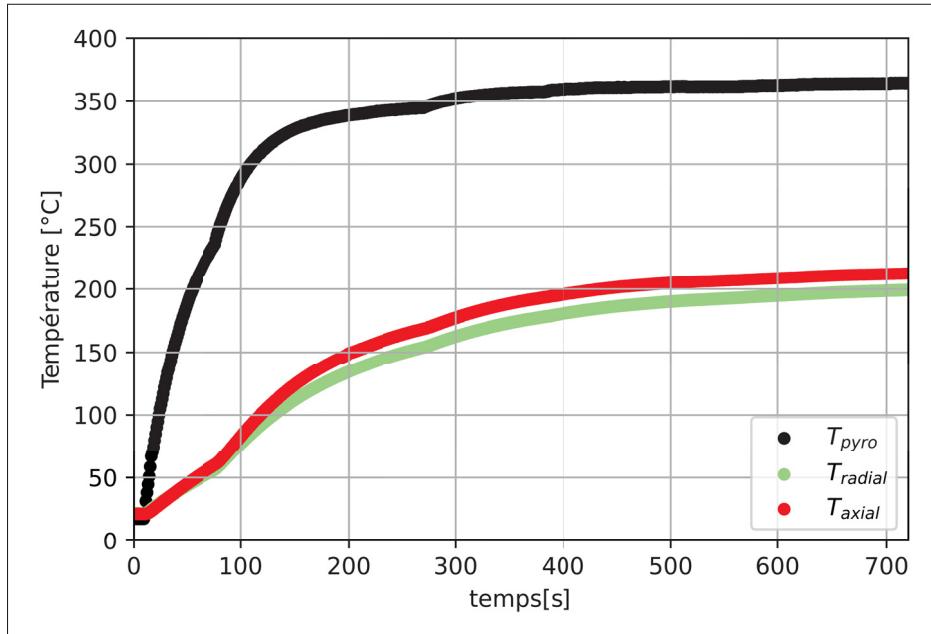


Figure-A I-2 Schéma du positionnement des thermocouples axial et radial

Une fois ce décalage corrigé, une abaque de température a été construite en mesurant la température indiquée par le pyromètre pour différentes températures du thermocouple axial comprise entre RT et 500°C.

La Figure I-3 représente la fonction de passage utilisée pour corriger la température indiquée par le pyromètre.

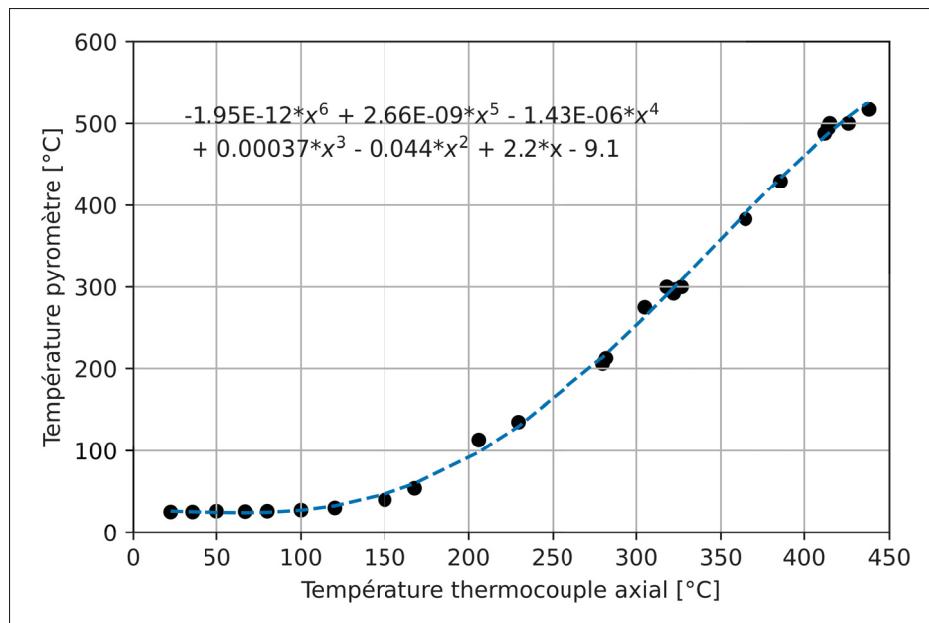


Figure-A I-3 Fonction de passage permettant de corriger la température indiquée par le pyromètre

Ainsi la Figure I-4 présente l'évolution de la température d'une éprouvette en fonction du temps avec et sans correction de la température du pyromètre. Cette figure montre également la chute de température provoquée par le début du traitement SMAT. Pour pallier cette diminution de température une augmentation de la puissance de la lampe est effectuée lors du lancement de traitement de SMAT afin de garder la température de traitement à sa valeur cible.

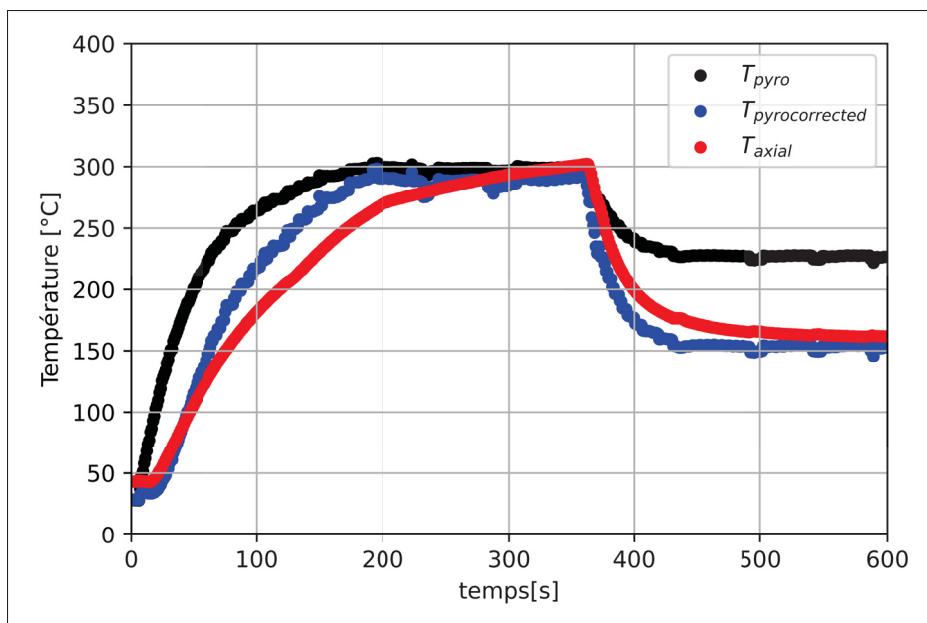


Figure-A I-4 Correction de la température indiquée par le pyromètre basée sur la température du thermocouple axial

BIBLIOGRAPHIE

- Ahmed, A. A., Mhaede, M., Wollmann, M. & Wagner, L. (2014). Effect of surface and bulk plastic deformations on the corrosion resistance and corrosion fatigue performance of AISI 316L. *Surface and Coatings Technology*, 259, 448–455. doi : 10.1016/j.surfcoat.2014.10.052.
- Allain, S. (2004). *Caractérisation et modélisation thermomécaniques multi-échelles des mécanismes de déformation et d'écrouissage d'acières austénitiques à haute teneur en manganèse : application à l'effet TWIP*. (PhD Thesis, Vandoeuvre-les-Nancy, INPL). Repéré à <https://www.theses.fr/2004INPL006N>.
- Almer, J. D., Cohen, J. B. & Moran, B. (2000). The effects of residual macrostresses and microstresses on fatigue crack initiation. *Materials Science and Engineering : A*, 284(1), 268–279. doi : 10.1016/S0921-5093(99)00779-0.
- Altenberger, I., Nikitin, I. & Scholtes, B. (2005). STATIC AND DYNAMIC STRAIN AGEING OF DEEP ROLLED PLAIN CARBON STEEL SAE 1045 FOR OPTIMIZED FATIGUE STRENGTH.
- Amanov, A., Urmanov, B., Amanov, T. & Pyun, Y. S. (2017). Strengthening of Ti-6Al-4V alloy by high temperature ultrasonic nanocrystal surface modification technique. *Materials Letters*, 196, 198–201. doi : 10.1016/j.matlet.2017.03.059. Publisher : Elsevier B.V.
- Amanov, A. & Pyun, Y. S. (2017). Local heat treatment with and without ultrasonic nanocrystal surface modification of Ti-6Al-4V alloy : Mechanical and tribological properties. *Surface and Coatings Technology*, 326, 343–354. doi : 10.1016/j.surfcoat.2017.07.064. Publisher : Elsevier B.V.
- Anand Kumar, S., Ganesh Sundara Raman, S. & Sankara Narayanan, T. S. N. (2012). Effect of Surface Mechanical Attrition Treatment on Fatigue Lives of Alloy 718. *Transactions of the Indian Institute of Metals*, 65(5), 473–477. doi : 10.1007/s12666-012-0154-5.
- Angel, T. (1954). Formation of Martensite in Austenitic Stainless Steels Effects of Deformation, Temperature, and Composition. *J. Iron and Steel Inst.*, 177, 165–174. Repéré à <https://cir.nii.ac.jp/crid/1571980075282249600>.
- Angkurarach, L. & Jujierm, P. (2020). Effects of High-Temperature Deep Rolling on Fatigue, Work Hardening, and Residual Stress Relaxation of Martensitic Stainless Steel AISI 420. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 29(2), 1416–1423. doi : 10.1007/s11665-020-04656-6.

- Arifvianto, B., Suyitno, Mahardika, M., Dewo, P., Iswanto, P. T. & Salim, U. A. (2011). Effect of surface mechanical attrition treatment (SMAT) on microhardness, surface roughness and wettability of AISI 316L. *Materials Chemistry and Physics*, 125(3), 418–426. doi : 10.1016/j.matchemphys.2010.10.038.
- Austernaud, Y., Novelli, M., Bocher, P. & Grosdidier, T. (2025). Effect of shot peening temperature on the microstructure induced by surface severe plastic deformation on an austenitic stainless steel. *Journal of Materials Processing Technology*, 118823. doi : 10.1016/j.jmatprotec.2025.118823.
- Azadmanjiri, J., Berndt, C. C., Kapoor, A. & Wen, C. (2015). Development of Surface Nano-Crystallization in Alloys by Surface Mechanical Attrition Treatment (SMAT). *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*, 40(3), 164–181. doi : 10.1080/10408436.2014.978446.
- Azar, V., Hashemi, B. & Rezaee Yazdi, M. (2010). The effect of shot peening on fatigue and corrosion behavior of 316L stainless steel in Ringer's solution. *Surface and Coatings Technology*, 204(21-22), 3546–3551. doi : 10.1016/j.surfcoat.2010.04.015. Publisher : Elsevier B.V.
- Badreddine, J., Remy, S., Micoulaut, M., Rouhaud, E., Desfontaine, V. & Renaud, P. (2014a). CAD based model of ultrasonic shot peening for complex industrial parts. *Advances in Engineering Software*, 76, 31–42. doi : 10.1016/j.advengsoft.2014.05.010.
- Badreddine, J., Rouhaud, E., Micoulaut, M. & Remy, S. (2014b). Simulation of shot dynamics for ultrasonic shot peening : Effects of process parameters. *International Journal of Mechanical Sciences*, 82, 179–190. doi : 10.1016/j.ijmecsci.2014.03.006. Publisher : Elsevier.
- Bagheri, S. & Guagliano, M. (2009). Review of shot peening processes to obtain nanocrystalline surfaces in metal alloys. *Surface Engineering*, 25(1), 3–14. doi : 10.1179/026708408X334087.
- Bagherifard, S., Slawik, S., Fernández-Pariente, I., Pauly, C., Mücklich, F. & Guagliano, M. (2016). Nanoscale surface modification of AISI 316L stainless steel by severe shot peening. *Materials & Design*, 102, 68–77. doi : 10.1016/j.matdes.2016.03.162.
- Bahl, S., Suwas, S., Ungàr, T. & Chatterjee, K. (2017). Elucidating microstructural evolution and strengthening mechanisms in nanocrystalline surface induced by surface mechanical attrition treatment of stainless steel. *Acta Materialia*, 122, 138–151. doi : 10.1016/j.actamat.2016.09.041.

- Balusamy, T., Kumar, S. & Sankara Narayanan, T. S. N. (2010). Effect of surface nanocrystallization on the corrosion behaviour of AISI 409 stainless steel. *Corrosion Science*, 52(11), 3826–3834. doi : 10.1016/j.corsci.2010.07.004.
- Balusamy, T., Sankara Narayanan, T. S. N., Ravichandran, K., Park, I. S. & Lee, M. H. (2013). Influence of surface mechanical attrition treatment (SMAT) on the corrosion behaviour of AISI 304 stainless steel. *Corrosion Science*, 74, 332–344. doi : 10.1016/j.corsci.2013.04.056.
- Barbier, D., Gey, N., Bozzolo, N., Allain, S. & Humbert, M. (2009). EBSD for analysing the twinning microstructure in fine-grained TWIP steels and its influence on work hardening. *Journal of Microscopy*, 235(1), 67–78. doi : 10.1111/j.1365-2818.2009.03182.x.
- Beausir, B. & Fundenberger, J.-J. (2017). Analysis Tools for Electron and X-ray diffraction, ATEX. Université de Lorraine. Repéré à www.atex-software.eu.
- Bhamare, S., Ramakrishnan, G., Mannava, S. R., Langer, K., Vasudevan, V. K. & Qian, D. (2013). Simulation-based optimization of laser shock peening process for improved bending fatigue life of Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo alloy. *Surface and Coatings Technology*, 232, 464–474. doi : 10.1016/j.surfcoat.2013.06.003. Publisher : Elsevier B.V.
- Birnbaum, A. J., Vikelic, S. & Lawrence Yao, Y. (2010). 18 - Advances in laser-induced plastic deformation processes. Dans Lawrence, J., Pou, J., Low, D. K. Y. & Toyserkani, E. (Éds.), *Advances in Laser Materials Processing* (pp. 535–572). Woodhead Publishing. doi : 10.1533/9781845699819.6.535.
- Bisen, N. S., Sivasubramanian, J. & Basu, A. (2023). Ultrasonic shot peening of 316L stainless steel – Experimental and analytical approach. *Materials Today : Proceedings*, 91, 1–8. doi : 10.1016/j.matpr.2023.03.751.
- Byun, T. S., Lee, E. H. & Hunn, J. D. (2003). Plastic deformation in 316LN stainless steel – characterization of deformation microstructures. *Journal of Nuclear Materials*, 321(1), 29–39. doi : 10.1016/S0022-3115(03)00195-8.
- Carneiro, L., Wang, X. & Jiang, Y. (2020). Cyclic deformation and fatigue behavior of 316L stainless steel processed by surface mechanical rolling treatment. *International Journal of Fatigue*, 134, 105469. doi : 10.1016/j.ijfatigue.2019.105469.
- Castañeda, J. A., Zambrano, O. A., Alcázar, G. A., Rodríguez, S. A. & Coronado, J. J. (2021). Stacking Fault Energy Determination in Fe-Mn-Al-C Austenitic Steels by X-ray Diffraction. *Metals*, 11(11), 1701. doi : 10.3390/met11111701. Number : 11 Publisher : Multidisciplinary Digital Publishing Institute.

- Chakkravarthy, V., Manojkumar, P., Jerome, S., Evlashin, S. A., Arackal Narayanan, J., Menda-galiev, R. V., Sidorenko, A. O. & Narayan, R. L. (2024). Effect of impact angle on hot corrosion resistance of abrasive water jet peened Ti-6Al-4V alloy. *Surface and Coatings Technology*, 494, 131523. doi : 10.1016/j.surfcoat.2024.131523.
- Chan, H. L., Ruan, H. H., Chen, A. Y. & Lu, J. (2010). Optimization of the strain rate to achieve exceptional mechanical properties of 304 stainless steel using high speed ultrasonic surface mechanical attrition treatment. *Acta Materialia*, 58(15), 5086–5096. doi : 10.1016/j.actamat.2010.05.044.
- Chemkhi, M., Pi, Y., Retraint, D., Montay, G., Demangel, C., Garnier, C., Belhacene, F. & Ben-hayoune, H. (2011). Effect of SMAT parameters on microstructural features using DOE technique. Repéré à <https://utt.hal.science/hal-02880604>.
- Chen, A. Y., Ruan, H. H., Wang, J., Chan, H. L., Wang, Q., Li, Q. & Lu, J. (2011). The influence of strain rate on the microstructure transition of 304 stainless steel. *Acta Materialia*, 59(9), 3697–3709. doi : 10.1016/j.actamat.2011.03.005.
- Christian, J. W. & Mahajan, S. (1995). Deformation twinning. *Progress in Materials Science*, 39(1), 1–157. doi : 10.1016/0079-6425(94)00007-7.
- Cladera, A., Weber, B., Leinenbach, C., Czaderski, C., Shahverdi, M. & Motavalli, M. (2014, aug). Iron-based shape memory alloys for civil engineering structures An overview.
- Clayton, C. R. & Lu, Y. C. (1986). A Bipolar Model of the Passivity of Stainless Steel : The Role of Mo Addition. *Journal of The Electrochemical Society*, 133(12), 2465. doi : 10.1149/1.2108451. Publisher : IOP Publishing.
- Cunat, P.-J. (2025). Structure des aciers inoxydables. *Techniques de l'Ingénieur*. Repéré à <https://www.techniques-ingénieur.fr/base-documentaire/materiaux-th11/aciers-inoxidables-aciers-refractaires-et-aciers-resistant-au-fluage-42346210/aciers-inoxidables-m4540/structure-des-aciers-inoxidables-m4540v2niv10002.html>.
- Dai, K. & Shaw, L. (2008). Analysis of fatigue resistance improvements via surface severe plastic deformation. *International Journal of Fatigue*, 30(8), 1398–1408. doi : 10.1016/j.ijfatigue.2007.10.010.
- de los Rios, E. R., Walley, A., Milan, M. T. & Hammersley, G. (1995). Fatigue crack initiation and propagation on shot-peened surfaces in A316 stainless steel. *International Journal of Fatigue*, 17(7), 493–499. doi : 10.1016/0142-1123(95)00044-T.

- Delbergue, D., Texier, D., Levesque, M. & Bocher, P. (2016, jul). Comparison of Two X-Ray Residual Stress Measurement Methods : Sin 2ψ and Cos α , Through the Determination of a Martensitic Steel X-Ray Elastic Constant. *Residual Stresses 2016 : ICRS-10*, 2, 55 – 60. doi : 10.21741/9781945291173-10.
- Dureau, C., Novelli, M., Arzaghi, M., Massion, R., Bocher, P., Nadot, Y. & Grosdidier, T. (2020). On the influence of ultrasonic surface mechanical attrition treatment (SMAT) on the fatigue behavior of the 304L austenitic stainless steel. *Metals*, 10(1). doi : 10.3390/met10010100.
- Dureau, C., Arzaghi, M., Massion, R., Nadot, Y. & Grosdidier, T. (2022). On the high cycle fatigue resistance of austenitic stainless steels with surface gradient microstructures : Effect of load ratio and associated residual stress modification. *Materials Science and Engineering : A*, 840, 142916. doi : 10.1016/j.msea.2022.142916.
- Edalati, K., Bachmaier, A., Beloshenko, V. A., Beygelzimer, Y., Blank, V. D., Botta, W. J., Bryła, K., Čížek, J., Divinski, S., Enikeev, N. A., Estrin, Y., Faraji, G., Figueiredo, R. B., Fuji, M., Furuta, T., Grosdidier, T., Gubicza, J., Hohenwarter, A., Horita, Z., Huot, J., Ikoma, Y., Janeček, M., Kawasaki, M., Král, P., Kuramoto, S., Langdon, T. G., Leiva, D. R., Levitas, V. I., Mazilkin, A., Mito, M., Miyamoto, H., Nishizaki, T., Pippan, R., Popov, V. V., Popova, E. N., Purcek, G., Renk, O., Révész, Á., Sauvage, X., Sklenicka, V., Skrotzki, W., Straumal, B. B., Suwas, S., Toth, L. S., Tsuji, N., Valiev, R. Z., Wilde, G., Zehetbauer, M. J. & Zhu, X. (2022). Nanomaterials by severe plastic deformation : review of historical developments and recent advances. *Materials Research Letters*, 10(4), 163–256. doi : 10.1080/21663831.2022.2029779. Publisher : Taylor & Francis _eprint : <https://doi.org/10.1080/21663831.2022.2029779>.
- Fabijanic, D., Taylor, A., Ralston, K., Zhang, M.-X. & Birbilis, N. (2012). Influence of Surface Mechanical Attrition Treatment Attrition Media on the Surface Contamination and Corrosion of Magnesium. *Corrosion*, 69(6), 527–535. doi : 10.5006/0763.
- Farrahi, G. H., Lebrijn, J. L. & Couratin, D. (1995). Effect of Shot Peening on Residual Stress and Fatigue Life of a Spring Steel. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 18(2), 211–220. doi : 10.1111/j.1460-2695.1995.tb00156.x. _eprint : <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/pdf/10.1111/j.1460-2695.1995.tb00156.x>.
- Feng, Y., Hu, S., Wang, D. & Cui, L. (2016). Formation of short crack and its effect on fatigue properties of ultrasonic peening treatment S355 steel. *Materials & Design*, 89, 507–515. doi : 10.1016/j.matdes.2015.10.009.
- Fu, R., Huang, Y., Liu, Y. & Li, H. (2023). Microstructural Evolution and Dynamic Recrystallization Behavior of the Homogenized 2195 Al-Li Alloy During Hot Deformation. *Metals and Materials International*, 29(9), 2605–2622. doi : 10.1007/s12540-023-01397-8.

- Fujita, H. & Katayama, T. (1992). <I>In-situ</I> Observation of Strain-Induced $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$ and $\gamma \rightarrow \alpha'$ Martensitic Transformations in Fe–Cr–Ni Alloys. *Materials Transactions, JIM*, 33(3), 243–252. doi : 10.2320/matertrans1989.33.243.
- Gao, T., Sun, Z., Xue, H. & Retraint, D. (2020). Effect of surface mechanical attrition treatment on high cycle and very high cycle fatigue of a 7075-T6 aluminium alloy. *International Journal of Fatigue*, 139, 105798. doi : 10.1016/j.ijfatigue.2020.105798.
- Gatey, A. M., Hosmani, S. S. & Singh, R. P. (2016). Surface mechanical attrition treated AISI 304L steel : role of process parameters. *Surface Engineering*, 32(1), 69–78. doi : 10.1179/1743294415Y.0000000056.
- Ghosh, S., Bibhanshu, N., Suwas, S. & Chatterjee, K. (2021). Surface mechanical attrition treatment of additively manufactured 316L stainless steel yields gradient nanostructure with superior strength and ductility. *Materials Science and Engineering : A*, 820, 141540. doi : 10.1016/j.msea.2021.141540.
- Gray, III, G. T. (1993). Deformation twinning : Influence of strain rate. Repéré à <https://www.osti.gov/biblio/10193638>.
- Grosdidier, T., Zou, J. X., Bolle, B., Hao, S. Z. & Dong, C. (2010). Grain refinement, hardening and metastable phase formation by high current pulsed electron beam (HCPEB) treatment under heating and melting modes. *Journal of Alloys and Compounds*, 504, S508–S511. doi : 10.1016/j.jallcom.2010.04.010.
- Grosdidier, T. & Novelli, M. (2019). Recent developments in the application of surface mechanical attrition treatments for improved gradient structures : Processing parameters and surface reactivity. *Materials Transactions*, 60(7), 1344–1355. doi : 10.2320/matertrans.MF201929.
- Grosdidier, T., Novelli, M. & Weiss, L. (2023). Surface Severe Plastic Deformation for Improved Mechanical/Corrosion Properties and Further Applications in the Bio-Medical and Hydrogen Sectors. *MATERIALS TRANSACTIONS*, 64(8), 1695–1708. doi : 10.2320/matertrans.MT-MF2022040.
- Güden, M., Enser, S., Bayhan, M., Taşdemirci, A. & Yavaş, H. (2022). The strain rate sensitive flow stresses and constitutive equations of a selective-laser-melt and an annealed-rolled 316L stainless steel : A comparative study. *Materials Science and Engineering : A*, 838, 142743. doi : 10.1016/j.msea.2022.142743.
- Guiheux, R. (2016). *Comportement d'acières à transformation de phase austénite-martensite pour la simulation du grenaillage de précontrainte*. (phdthesis, Ecole nationale supérieure d'arts et métiers - ENSAM). Repéré à <https://pastel.hal.science/tel-01455203>.

- Gupta, T. K., Lange, F. F. & Bechtold, J. H. (1978). Effect of stress-induced phase transformation on the properties of polycrystalline zirconia containing metastable tetragonal phase. *Journal of Materials Science*, 13(7), 1464–1470. doi : 10.1007/BF00553200.
- Hanlon, T., Kwon, Y. N. & Suresh, S. (2003). Grain size effects on the fatigue response of nanocrystalline metals. *Scripta Materialia*, 49(7), 675–680. doi : 10.1016/S1359-6462(03)00393-2.
- Hao, Y.-w., Deng, B., Zhong, C., Jiang, Y.-m. & Li, J. (2009). Effect of Surface Mechanical Attrition Treatment on Corrosion Behavior of 316 Stainless Steel. *Journal of Iron and Steel Research, International*, 16(2), 68–72. doi : 10.1016/S1006-706X(09)60030-3.
- Harada, Y. & Mori, K. (2005). Effect of processing temperature on warm shot peening of spring steel. *Journal of Materials Processing Technology*, 162-163, 498–503. doi : 10.1016/j.jmatprotec.2005.02.095.
- Harada, Y., Fukaura, K. & Haga, S. (2007). Influence of microshot peening on surface layer characteristics of structural steel. *Journal of Materials Processing Technology*, 191(1-3), 297–301. doi : 10.1016/j.jmatprotec.2007.03.026.
- Hong, S.-G., Lee, K.-O. & Lee, S.-B. (2005). Dynamic strain aging effect on the fatigue resistance of type 316L stainless steel. *International Journal of Fatigue*, 27(10), 1420–1424. doi : 10.1016/j.ijfatigue.2005.06.037.
- Hu, T., Li, S., Qiao, H., Lu, Y., Sun, B. & Wu, J. (2018). Effect of Warm Laser Shock Peening on Microstructure and Properties of GH4169 Superalloy. *IOP Conference Series : Materials Science and Engineering*, 423, 012054. doi : 10.1088/1757-899X/423/1/012054. Publisher : IOP Publishing.
- Huang, H., Wang, Z., Lu, J. & Lu, K. (2015). Fatigue behaviors of AISI 316L stainless steel with a gradient nanostructured surface layer. *Acta Materialia*, 87, 150–160. doi : 10.1016/j.actamat.2014.12.057.
- Huang, K. & Logé, R. (2016). A review of dynamic recrystallization phenomena in metallic materials. *Materials & Design*, 111, 548–574. doi : 10.1016/j.matdes.2016.09.012.
- Humbert, M., Petit, B., Bolle, B. & Gey, N. (2007). Analysis of the γ -?– α' variant selection induced by 10% plastic deformation in 304 stainless steel at -60 °C. *Materials Science and Engineering : A*, 454-455, 508–517. doi : 10.1016/j.msea.2006.11.112.
- Humphreys, F. J. & Hatherly, M. (1995). *Recrystallization and related annealing phenomena* (éd. 1st ed). Oxford, OX, UK ; Tarrytown, N.Y., U.S.A : Pergamon.

- Itoga, H., Tokaji, K., Nakajima, M. & Ko, H. N. (2003). Effect of surface roughness on step-wise S-N characteristics in high strength steel. *International Journal of Fatigue*, 25(5), 379–385. doi : 10.1016/S0142-1123(02)00166-4.
- Jiang, X. P., Man, C. S., Shepard, M. J. & Zhai, T. (2007). Effects of shot-peening and re-shot-peening on four-point bend fatigue behavior of Ti-6Al-4V. *Materials Science and Engineering : A*, 468-470, 137–143. doi : 10.1016/j.msea.2007.01.156.
- Jing, Y., Fang, X., Xi, N., Feng, X. & Huang, K. (2021). Investigation of microstructure and mechanical properties evolution in 7050 aluminum alloy and 316L stainless steel treated by laser shock peening. *Materials Characterization*, 182, 111571. doi : 10.1016/j.matchar.2021.111571.
- Jong-Kook, L. & Hwan, K. (1994). Microstructural development of the isothermal phase transformation during ageing at 250 °C in 2Y-TZP ceramics. *Journal of Materials Science*, 29(1), 136–140. doi : 10.1007/BF00356584.
- Kashyap, B. P., McTaggart, K. & Tangri, K. (1988). Study on the substructure evolution and flow behaviour in type 316L stainless steel over the temperature range 21–900°C. *Philosophical Magazine A*, 57(1), 97–114. doi : 10.1080/01418618808204501. Publisher : Taylor & Francis _eprint : <https://doi.org/10.1080/01418618808204501>.
- Kelly, P. M. (1965). The martensite transformation in steels with low stacking fault energy. *Acta Metallurgica*, 13(6), 635–646. doi : 10.1016/0001-6160(65)90126-4.
- Kibey, S., Liu, J. B., Johnson, D. D. & Sehitoglu, H. (2007). Predicting twinning stress in fcc metals : Linking twin-energy pathways to twin nucleation. *Acta Materialia*, 55(20), 6843–6851. doi : 10.1016/j.actamat.2007.08.042.
- Kikuchi, S., Tanaka, I., Takesue, S., Komotori, J. & Matsumoto, K. (2018). Dynamic recrystallization of Fe-Cr alloys by atmospheric-controlled induction-heating fine particle peening. *Surface and Coatings Technology*, 344, 410–417. doi : 10.1016/j.surfcoat.2018.03.030.
- Kirk, D. & Payne, N. (1999). Transformations induced in austenitic stainless steels by shot peening. *ICSP7 : 7th International Conference on Shot Peening Warsaw (Poland)*, 29.
- Kishore, A., John, M., Ralls, A. M., Jose, S. A., Kuruveri, U. B. & Menezes, P. L. (2022). Ultrasonic Nanocrystal Surface Modification : Processes, Characterization, Properties, and Applications. *Nanomaterials*, 12(9), 1415. doi : 10.3390/nano12091415. Number : 9 Publisher : Multidisciplinary Digital Publishing Institute.

- Kumar, S. A., Raman, S. G. S. & Narayanan, T. S. N. S. (2014). Influence of Surface Mechanical Attrition Treatment Duration on Fatigue Lives of Ti–6Al–4V. *Transactions of the Indian Institute of Metals*, 67(1), 137–141. doi : 10.1007/s12666-013-0322-2.
- Kumar, S., Chattopadhyay, K. & Singh, V. (2020). Optimization of the Duration of Ultrasonic Shot Peening for Enhancement of Fatigue Life of the Alloy Ti-6Al-4V. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 29(2), 1214–1224. doi : 10.1007/s11665-020-04661-9.
- Kurdjumow, G. & Sachs, G. (1930). Über den Mechanismus der Stahlhärtung. *Zeitschrift für Physik*, 64(5), 325–343. doi : 10.1007/BF01397346.
- Lai, J. K. L. (1983). A study of precipitation in AISI type 316 stainless steel. *Materials Science and Engineering*, 58(2), 195–209. doi : 10.1016/0025-5416(83)90046-0.
- Lee, H.-s., Kim, D.-s., Jung, J.-s., Pyoun, Y.-s. & Shin, K. (2009). Influence of peening on the corrosion properties of AISI 304 stainless steel. *Corrosion Science*, 51(12), 2826–2830. doi : 10.1016/j.corsci.2009.08.008.
- Lei, Y. B., Wang, Z. B., Zhang, B., Luo, Z. P., Lu, J. & Lu, K. (2021). Enhanced mechanical properties and corrosion resistance of 316L stainless steel by pre-forming a gradient nanostructured surface layer and annealing. *Acta Materialia*, 208, 116773. doi : 10.1016/j.actamat.2021.116773.
- Li, G., Qu, S., Xie, M. & Li, X. (2017). Effect of ultrasonic surface rolling at low temperatures on surface layer microstructure and properties of HIP Ti-6Al-4V alloy. *Surface and Coatings Technology*, 316, 75–84. doi : 10.1016/j.surfcoat.2017.01.099.
- Li, H. Y., Sun, H. L., Bowen, P. & Knott, J. F. (2018). Effects of compressive residual stress on short fatigue crack growth in a nickel-based superalloy. *International Journal of Fatigue*, 108, 53–61. doi : 10.1016/j.ijfatigue.2017.11.010.
- Li, J. K., Mei, Y., Duo, W. & Renzhi, W. (1992). An Analysis of Stress Concentrations Caused by Shot Peening and Its Application in Predicting Fatigue Strength. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 15(12), 1271–1279. doi : 10.1111/j.1460-2695.1992.tb01262.x. _eprint : <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/pdf/10.1111/j.1460-2695.1992.tb01262.x>.
- Li, J., Umemoto, M., Yodaka, Y., Fujisaku, K. & Tsuchiya, K. (2008). The dynamic phase transformation and formation of nanocrystalline structure in SUS304 austenitic stainless steel subjected to high pressure torsion. *Reviews on Advanced Materials Science*, 18(7), 577–582.

- Li, K. Q., Zhang, Z. J., Yan, J. X., Yang, J. B. & Zhang, Z. F. (2020). Mechanism transition of cross slip with stress and temperature in face-centered cubic metals. *Journal of Materials Science & Technology*, 57, 159–171. doi : 10.1016/j.jmst.2020.04.035.
- Lim, S. H., Zhang, Z., Seng, D. H. L., Lin, M., Teo, S. L., Wei, F., Cheong, A. K. H., Wang, S. & Pan, J. (2021). In-situ warm shot peening on Ti-6Al-4V alloy : Effects of temperature on fatigue life, residual stress, microstructure and mechanical properties. *Journal of Alloys and Compounds*, 882, 160701. doi : 10.1016/j.jallcom.2021.160701.
- Liu, C., Barella, S., Peng, Y., Sun, J., Guo, S., Liang, S., Gruttaduria, A. & Mapelli, C. (2022). Dynamic recrystallization behavior under steady and transient mutation deformation state. *Materials Science and Engineering : A*, 843, 143138. doi : 10.1016/j.msea.2022.143138.
- Liu, G., Lu, J. & Lu, K. (2000). Surface nanocrystallization of 316L stainless steel induced by ultrasonic shot peening. *Materials Science and Engineering : A*, 286(1), 91–95. doi : 10.1016/S0921-5093(00)00686-9.
- Liu, J., Chen, C., Feng, Q., Fang, X., Wang, H., Liu, F., Lu, J. & Raabe, D. (2017a). Dislocation activities at the martensite phase transformation interface in metastable austenitic stainless steel : An in-situ TEM study. *Materials Science and Engineering : A*, 703, 236–243. doi : 10.1016/j.msea.2017.06.107.
- Liu, J., Suslov, S., Li, S., Qin, H., Ren, Z., Doll, G. L., Cong, H., Dong, Y. & Ye, C. (2018). Electrically Assisted Ultrasonic Nanocrystal Surface Modification of Ti6Al4V Alloy. *Advanced Engineering Materials*, 20(1), 1700470. doi : 10.1002/adem.201700470. _eprint : <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/pdf/10.1002/adem.201700470>.
- Liu, J., Suslov, S., Ren, Z., Dong, Y. & Ye, C. (2019). Microstructure evolution in Ti64 subjected to laser-assisted ultrasonic nanocrystal surface modification. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 136(September 2018), 19–33. doi : 10.1016/j.ijmachtools.2018.09.005. Publisher : Elsevier Ltd.
- Liu, J., Ye, C. & Dong, Y. (2021a). Recent development of thermally assisted surface hardening techniques : A review. *Advances in Industrial and Manufacturing Engineering*, 2, 100006. doi : 10.1016/j.aime.2020.100006.
- Liu, Q., Yang, C. H., Ding, K., Barter, S. A. & Ye, L. (2007). The effect of laser power density on the fatigue life of laser-shock-peened 7050 aluminium alloy. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 30(11), 1110–1124. doi : 10.1111/j.1460-2695.2007.01180.x. _eprint : <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/pdf/10.1111/j.1460-2695.2007.01180.x>.

- Liu, R., Yuan, S., Lin, N., Zeng, Q., Wang, Z. & Wu, Y. (2021b). Application of ultrasonic nanocrystal surface modification (UNSM) technique for surface strengthening of titanium and titanium alloys : a mini review. *Journal of Materials Research and Technology*, 11, 351–377. doi : 10.1016/j.jmrt.2021.01.013. Publisher : Elsevier B.V.
- Liu, Z. Y., Huang, C., Zhao, Y. & Guo, Y. B. (2017b). Kinematic modeling and deformation mechanics in shot peening of functional ceramics. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 93(5), 1669–1683. doi : 10.1007/s00170-017-0661-y.
- Lu, J., Hultman, L., Holmström, E., Antonsson, K. H., Grehk, M., Li, W., Vitos, L. & Golpayegani, A. (2016). Stacking fault energies in austenitic stainless steels. *Acta Materialia*, 111, 39–46. doi : 10.1016/j.actamat.2016.03.042.
- Lu, K. & Lu, J. (2004). Nanostructured surface layer on metallic materials induced by surface mechanical attrition treatment. *Materials Science and Engineering : A*, 375-377, 38–45. doi : 10.1016/j.msea.2003.10.261.
- Lv, J. & Luo, H. (2014). Effects of strain and strain-induced α' -martensite on passive films in AISI 304 austenitic stainless steel. *Materials Science and Engineering : C*, 34, 484–490. doi : 10.1016/j.msec.2013.10.003.
- Magalhães, D. C. C., Kliauga, A. M., Ferrante, M. & Sordi, V. L. (2017). Plastic deformation of FCC alloys at cryogenic temperature : the effect of stacking-fault energy on microstructure and tensile behaviour. *Journal of Materials Science*, 52(12), 7466–7478. doi : 10.1007/s10853-017-0979-8.
- Maiya, P. S. & Busch, D. E. (1975). Effect of surface roughness on low-cycle fatigue behavior of type 304 stainless steel. *Metallurgical Transactions A*, 6(9), 1761–1766. doi : 10.1007/BF02642305.
- Maleki, E., Bagherifard, S., Unal, O., Bandini, M., Farrahi, G. H. & Guagliano, M. (2021). Introducing gradient severe shot peening as a novel mechanical surface treatment. *Scientific Reports*, 11(1), 22035. doi : 10.1038/s41598-021-01152-2. Number : 1 Publisher : Nature Publishing Group.
- Maleki, E., Unal, O., Guagliano, M. & Bagherifard, S. (2022). Analysing the Fatigue Behaviour and Residual Stress Relaxation of Gradient Nano-Structured 316L Steel Subjected to the Shot Peening via Deep Learning Approach. *Metals and Materials International*, 28(1), 112–131. doi : 10.1007/s12540-021-00995-8.
- Marteau, J., Bigerelle, M., Mazeran, P. E. & Bouvier, S. (2015). Relation between roughness and processing conditions of AISI 316L stainless steel treated by ultrasonic shot peening. *Tribology International*, 82, 319–329. doi : 10.1016/j.triboint.2014.07.013.

Martin, S., Wolf, S., Martin, U., Krüger, L. & Rafaja, D. (2016). Deformation Mechanisms in Austenitic TRIP/TWIP Steel as a Function of Temperature. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 47(1), 49–58. doi : 10.1007/s11661-014-2684-4.

Masaki, K., Ochi, Y. & Matsumura, T. (2004). Initiation and propagation behaviour of fatigue cracks in hard-shot peened Type 316L steel in high cycle fatigue. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 27(12), 1137–1145. doi : 10.1111/j.1460-2695.2004.00824.x. _eprint : <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/pdf/10.1111/j.1460-2695.2004.00824.x>.

Maurel, P. (2020). *Déformation plastique sévère des surfaces d'alliages à faible densité par grenaillage ultrasonique : gradients de microstructures, comportements en fatigue et en tribologie*. (These de doctorat, Université de Lorraine). Repéré à <https://www.theses.fr/2020LORR0182>.

Maurel, P., Weiss, L., Grosdidier, T. & Bocher, P. (2020). How does surface integrity of nanostructured surfaces induced by severe plastic deformation influence fatigue behaviors of Al alloys with enhanced precipitation ? *International Journal of Fatigue*, 140, 105792. doi : 10.1016/j.ijfatigue.2020.105792.

Maurel, P., Weiss, L., Bocher, P. & Grosdidier, T. (2021). Effects of SMAT at cryogenic and room temperatures on the kink band and martensite formations with associated fatigue resistance in a β -metastable titanium alloy. *Materials Science and Engineering : A*, 803, 140618. doi : 10.1016/j.msea.2020.140618.

Mei, Z. & Morris, J. W. (1990). Influence of deformation-induced martensite on fatigue crack propagation in 304-type steels. *Metallurgical Transactions A*, 21(12), 3137–3152. doi : 10.1007/BF02647310.

Meng, X.-K., zhong Zhou, J., Su, C., Huang, S., yu Luo, K., Sheng, J. & Tan, W. (2017). Residual stress relaxation and its effects on the fatigue properties of Ti6Al4V alloy strengthened by warm laser peening. *Materials Science and Engineering A*, 680(October 2016), 297–304. doi : 10.1016/j.msea.2016.10.073. Publisher : Elsevier.

Menig, R., Schulze, V. & Vöhringer, O. (2002). Optimized warm peening of the quenched and tempered steel AISI 4140. *Materials Science and Engineering A*, 335(1-2), 198–206. doi : 10.1016/S0921-5093(01)01915-3.

Menig, R., Schulze, V. & Vöhringer, O. (2006). Residual Stress Relaxation and Fatigue Strength of AISI 4140 under Torsional Loading after Conventional Shot Peening, Stress Peening and Warm Peening. Dans Wagner, L. (Éd.), *Shot Peening* (pp. 311–316). Weinheim, FRG : Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA. doi : 10.1002/3527606580.ch39.

- Meric de Bellefon, G., van Duysen, J. C. & Sridharan, K. (2017). Composition-dependence of stacking fault energy in austenitic stainless steels through linear regression with random intercepts. *Journal of Nuclear Materials*, 492, 227–230. doi : 10.1016/j.jnucmat.2017.05.037.
- Molnár, D., Sun, X., Lu, S., Li, W., Engberg, G. & Vitos, L. (2019). Effect of temperature on the stacking fault energy and deformation behaviour in 316L austenitic stainless steel. *Materials Science and Engineering : A*, 759, 490–497. doi : 10.1016/j.msea.2019.05.079.
- Montheillet, F. (2009). Métallurgie en mise en forme à chaud. *Technique de l'ingénieur*. doi : 10.51257/a-v1-m3031.
- Moore, M. G. & Evans, W. P. (1958). Mathematical Correction for Stress in Removed Layers in X-Ray Diffraction Residual Stress Analysis. *SAE Transactions*, 66, 340–345. Repéré à <https://www.jstor.org/stable/44554157>. Publisher : SAE International.
- Mosecker, L., Pierce, D. T., Schwedt, A., Beighmohamadi, M., Mayer, J., Bleck, W. & Wittig, J. E. (2015). Temperature effect on deformation mechanisms and mechanical properties of a high manganese C+N alloyed austenitic stainless steel. *Materials Science and Engineering : A*, 642, 71–83. doi : 10.1016/j.msea.2015.06.047.
- Mughrabi, H., Höppel, H. W. & Kautz, M. (2004). Fatigue and microstructure of ultrafine-grained metals produced by severe plastic deformation. *Scripta Materialia*, 51(8), 807–812. doi : 10.1016/j.scriptamat.2004.05.012.
- Müller-Bollenhagen, C., Zimmermann, M. & Christ, H. J. (2010). Very high cycle fatigue behaviour of austenitic stainless steel and the effect of strain-induced martensite. *International Journal of Fatigue*, 32(6), 936–942. doi : 10.1016/j.ijfatigue.2009.05.007.
- Muñoz-Cubillos, J., Coronado, J. J. & Rodríguez, S. A. (2017). Deep rolling effect on fatigue behavior of austenitic stainless steels. *International Journal of Fatigue*, 95, 120–131. doi : 10.1016/j.ijfatigue.2016.10.008.
- Musin, F., Belyakov, A., Kaibyshev, R., Motohashi, Y., Itoh, G. & Tsuzaki, K. (2010). Microstructure evolution in a cast 1421AI alloy during hot equal-channel angular extrusion. *Reviews on Advanced Materials Science*, 25(2), 107–112.
- Nam, Y.-S., Jeong, Y.-I., Shin, B.-C. & Byun, J.-H. (2015). Enhancing surface layer properties of an aircraft aluminum alloy by shot peening using response surface methodology. *Materials & Design*, 83, 566–576. doi : 10.1016/j.matdes.2015.06.065.
- Ni, Z., Wang, X., Wang, J. & Wu, E. (2003). Characterization of the phase transformation in a nanostructured surface layer of 304 stainless steel induced by high-energy shot peening. *Physica B : Condensed Matter*, 334(1), 221–228. doi : 10.1016/S0921-4526(03)00069-3.

- Nicholas, T. & Zuiker, J. R. (1996). On the use of the Goodman diagram for high cycle fatigue design. *International Journal of Fracture*, 80(2), 219–235. doi : 10.1007/BF00012670.
- Nikitin, I. & Scholtes, B. (2012). Deep rolling of austenitic steel AISI 304 at different temperatures – near surface microstructures and fatigue. *HTM Journal of Heat Treatment and Materials*, 67(3), 188–194. doi : 10.3139/105.110152. Publisher : De Gruyter.
- Nikitin, I., Altenberger, I. & Scholtes, B. (2005). Effect of deep rolling at elevated and low temperatures on the isothermal fatigue behavior of AISI 304. *Icsp-9*, 185–190. Repéré à <http://www.shotpeener.com/library/pdf/2005070.pdf>.
- Nouguier-Lehon, C., Zarwel, M., Diviani, C., Hertz, D., Zahouani, H. & Hoc, T. (2013). Surface impact analysis in shot peening process. *Wear*, 302(1-2), 1058–1063. doi : 10.1016/j.wear.2012.11.031.
- Novelli, M., Fundenberger, J.-J., Bocher, P. & Grosdidier, T. (2016). On the effectiveness of surface severe plastic deformation by shot peening at cryogenic temperature. *Applied Surface Science*, 389, 1169–1174. doi : 10.1016/j.apsusc.2016.08.009.
- Novelli, M., Bocher, P. & Grosdidier, T. (2018). Effect of cryogenic temperatures and processing parameters on gradient-structure of a stainless steel treated by ultrasonic surface mechanical attrition treatment. *Materials Characterization*, 139, 197–207. Repéré à <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1044580318301955>. Publisher : Elsevier.
- Novelli, M. (2017). *Étude des microstructures de déformation induites par grenaillage ultrasonique en conditions cryogéniques d'acières inoxydables austénitiques : effet sur les propriétés en fatigue*. (These de doctorat, Université de Lorraine). Repéré à <https://www.theses.fr/2017LORR0239>.
- Olson, G. B. & Cohen, M. (1972). A mechanism for the strain-induced nucleation of martensitic transformations. *Journal of the Less Common Metals*, 28(1), 107–118. doi : 10.1016/0022-5088(72)90173-7.
- Olugbade, T. O. & Lu, J. (2020). Literature review on the mechanical properties of materials after surface mechanical attrition treatment (SMAT). *Nano Materials Science*, 2(1), 3–31. doi : 10.1016/j.nanoms.2020.04.002. Publisher : Elsevier Ltd.
- Oren, E., Yahel, E. & Makov, G. (2017). Kinetics of dislocation cross-slip : A molecular dynamics study. *Computational Materials Science*, 138, 246–254. doi : 10.1016/j.commatsci.2017.06.039.

- Pan, X., Wang, X., Tian, Z., He, W., Shi, X., Chen, P. & Zhou, L. (2021). Effect of dynamic recrystallization on texture orientation and grain refinement of Ti6Al4V titanium alloy subjected to laser shock peening. *Journal of Alloys and Compounds*, 850, 156672. doi : 10.1016/j.jallcom.2020.156672.
- Peral, L. B., Zafra, A., Bagherifard, S., Guagliano, M. & Fernández-Pariente, I. (2020). Effect of warm shot peening treatments on surface properties and corrosion behavior of AZ31 magnesium alloy. *Surface and Coatings Technology*, 401, 126285. doi : 10.1016/j.surfcoat.2020.126285.
- Peyre, P., Scherpereel, X., Berthe, L., Carboni, C., Fabbro, R., Béranger, G. & Lemaitre, C. (2000). Surface modifications induced in 316L steel by laser peening and shot-peening. Influence on pitting corrosion resistance. *Materials Science and Engineering : A*, 280(2), 294–302. doi : 10.1016/S0921-5093(99)00698-X.
- Pickering, F. B. (1978). *Physical metallurgy and the design of steels*. London : Applied Science Publishers.
- Pradeep Kumar, S., Dinesh Babuand, P., Gautam, J., Rai, A. K. & Paul, C. P. (2024). Synergistic integration of laser shock peening and heat treatment for refined microstructure and enhanced mechanical properties in additively manufactured 17–4PH stainless steel. *Journal of Materials Processing Technology*, 328, 118395. doi : 10.1016/j.jmatprotec.2024.118395.
- Pryce, L. (1960). Practical estimation of composition balance and ferrite content in stainless steels. *J Iron Steel Inst*, 195, 415–417.
- Rémy, L., Pineau, A. & Thomas, B. (1978). Temperature dependence of stacking fault energy in close-packed metals and alloys. *Materials Science and Engineering*, 36(1), 47–63. doi : 10.1016/0025-5416(78)90194-5.
- Roland, T., Retraint, D., Lu, K. & Lu, J. (2006). Fatigue life improvement through surface nanostructuring of stainless steel by means of surface mechanical attrition treatment. *Scripta Materialia*, 54(11), 1949–1954. doi : 10.1016/j.scriptamat.2006.01.049.
- Roland, T., Retraint, D., Lu, K. & Lu, J. (2007). Enhanced mechanical behavior of a nanocrystallised stainless steel and its thermal stability. *Materials Science and Engineering : A*, 445-446, 281–288. doi : 10.1016/j.msea.2006.09.041.
- Sakai, T. & Jonas, J. J. (2001). Plastic Deformation : Role of Recovery and Recrystallization. Dans Buschow, K. H. J., Cahn, R. W., Flemings, M. C., Ilschner, B., Kramer, E. J., Mahajan, S. & Veyssiére, P. (Éds.), *Encyclopedia of Materials : Science and Technology* (pp. 7079–7084). Oxford : Elsevier. doi : 10.1016/B0-08-043152-6/01254-7.

- Sakai, T., Belyakov, A., Kaibyshev, R., Miura, H. & Jonas, J. J. (2014). Dynamic and post-dynamic recrystallization under hot, cold and severe plastic deformation conditions. *Progress in Materials Science*, 60, 130–207. doi : 10.1016/j.pmatsci.2013.09.002.
- Samih, Y., Beausir, B., Bolle, B. & Gerosdier, T. (2013). In-depth quantitative analysis of the microstructures produced by Surface Mechanical Attrition Treatment (SMAT). *Materials Characterization*, 83, 129–138. doi : 10.1016/j.matchar.2013.06.006.
- Samih, Y., Novelli, M., Thiriet, T., Bolle, B., Allain, N., Fundenberger, J.-J., Marcos, G., Czerwic, T. & Gerosdier, T. (2014). Plastic deformation to enhance plasma-assisted nitriding : On surface contamination induced by Surface Mechanical Attrition Treatment. *IOP Conference Series : Materials Science and Engineering*, 63(1), 012020. doi : 10.1088/1757-899X/63/1/012020.
- Samuel, K. G., Mannan, S. L. & Rodriguez, P. (1988). Serrated yielding in AISI 316 stainless steel. *Acta Metallurgica*, 36(8), 2323–2327. doi : 10.1016/0001-6160(88)90331-8.
- Sarkar, A., Nagesha, A., Sandhya, R., Laha, K. & Okazaki, M. (2018). Manifestations of dynamic strain aging under low and high cycle fatigue in a type 316LN stainless steel. *Materials at High Temperatures*, 35(6), 523–528. doi : 10.1080/09603409.2017.1404684. Publisher : Taylor & Francis _eprint : <https://doi.org/10.1080/09603409.2017.1404684>.
- Satheesh Kumar, S. S., Vasanth, M., Singh, V., Ghosal, P. & Raghu, T. (2017). An investigation of microstructural evolution in 304L austenitic stainless steel warm deformed by cyclic channel die compression. *Journal of Alloys and Compounds*, 699, 1036–1048. doi : 10.1016/j.jallcom.2016.12.321.
- Scheriau, S., Zhang, Z., Kleber, S. & Pippan, R. (2011). Deformation mechanisms of a modified 316L austenitic steel subjected to high pressure torsion. *Materials Science and Engineering : A*, 528(6), 2776–2786. doi : 10.1016/j.msea.2010.12.023.
- Shen, Y. F., Li, X. X., Sun, X., Wang, Y. D. & Zuo, L. (2012). Twinning and martensite in a 304 austenitic stainless steel. *Materials Science and Engineering : A*, 552, 514–522. doi : 10.1016/j.msea.2012.05.080.
- Singh, D., Basha, D. A., Singh, A., Devan, R. S. & Hosmani, S. S. (2020). Microstructural and Passivation Response of Severely Deformed AISI 304 Steel Surface : The Role of Surface Mechanical Attrition Treatment. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 29(10), 6898–6911. doi : 10.1007/s11665-020-05161-6.
- SONATS. (2024). Impact surface treatment solutions and laboratory services. Repéré le 2024-01-22 à <https://sonats-et.com/en/>.

- Soyama, H. (2015). Surface mechanics design by cavitation peening. *The Journal of Engineering*, 2015(13), 110–114. doi : 10.1049/joe.2015.0055. _eprint : <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/pdf/10.1049/joe.2015.0055>.
- Spencer, K., Embury, J. D., Conlon, K. T., Véron, M. & Bréchet, Y. (2004). Strengthening via the formation of strain-induced martensite in stainless steels. *Materials Science and Engineering : A*, 387-389, 873–881. doi : 10.1016/j.msea.2003.11.084.
- Spencer, K., Véron, M., Yu-Zhang, K. & Embury, J. D. (2009). The strain induced martensite transformation in austenitic stainless steels : Part 1 – Influence of temperature and strain history. *Materials Science and Technology*, 25(1), 7–17. doi : 10.1179/174328408X293603. Publisher : Taylor & Francis _eprint : <https://doi.org/10.1179/174328408X293603>.
- Stein, C. A., Cerrone, A., Ozturk, T., Lee, S., Kenesei, P., Tucker, H., Pokharel, R., Lind, J., Hefferan, C., Suter, R. M., Ingraffea, A. R. & Rollett, A. D. (2014). Fatigue crack initiation, slip localization and twin boundaries in a nickel-based superalloy. *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, 18(4), 244–252. doi : 10.1016/j.cossms.2014.06.001.
- STP91A. (1963). A guide for fatigue testing and the statistical analysis of fatigue data ». In ASTM Special Technical Publication No. 91-A.
- Sun, G., Sun, X., Li, S., Wu, Y. & Liu, J. (2022). Effect of Rolling Temperature on Microstructural Characteristics and Deformation Mechanisms of a Metastable Austenitic Stainless Steel. *steel research international*, 93(8), 2200096. doi : 10.1002/srin.202200096. _eprint : <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/pdf/10.1002/srin.202200096>.
- Sun, Q., Han, Q., Liu, X., Xu, W. & Li, J. (2017a). The effect of surface contamination on corrosion performance of ultrasonic shot peened 7150 Al alloy. *Surface and Coatings Technology*, 328, 469–479. doi : 10.1016/j.surfcoat.2017.08.028.
- Sun, Y. (2013). Sliding wear behaviour of surface mechanical attrition treated AISI 304 stainless steel. *Tribology International*, 57, 67–75. doi : 10.1016/j.triboint.2012.07.015.
- Sun, Z., Retraint, D., Baudin, T., Helbert, A. L., Brisset, F., Chemkhi, M., Zhou, J. & Kanouté, P. (2017b). Experimental study of microstructure changes due to low cycle fatigue of a steel nanocrystallised by Surface Mechanical Attrition Treatment (SMAT). *Materials Characterization*, 124, 117–121. doi : 10.1016/j.matchar.2016.12.017.
- Tange, A. & Ando, K. (2002). Improvement of spring fatigue strength by new warm stress double shot peening process. *Materials Science and Technology*, 18(6), 642–648. doi : 10.1179/026708302225003514.

- Tange, A., Koyama, H., Tsuji, H. & Schaad, J. (1999). Study on Warm Shot Peening for Suspension Coil Spring. *SAE Transactions*, 108, 463–467. Repéré à <https://www.jstor.org/stable/44650641>. Publisher : SAE International.
- Tao, N. R. & Lu, K. (2009). Nanoscale structural refinement via deformation twinning in face-centered cubic metals. *Scripta Materialia*, 60(12), 1039–1043. doi : 10.1016/j.scriptamat.2009.02.008. Publisher : Acta Materialia Inc.
- Tao, N. R., Wang, Z. B., Tong, W. P., Sui, M. L., Lu, J. & Lu, K. (2002). An investigation of surface nanocrystallization mechanism in Fe induced by surface mechanical attrition treatment. *Acta Materialia*, 50(18), 4603–4616. doi : 10.1016/S1359-6454(02)00310-5.
- Thomas, B. & Schmitt, J.-H. (2002). Durcissement des aciers - Mécanismes. *Étude et propriétés des métaux*. doi : 10.51257/a-v1-m4340.
- Thomas, M. & Jackson, M. (2012). The role of temperature and alloy chemistry on subsurface deformation mechanisms during shot peening of titanium alloys. *Scripta Materialia*, 66(12), 1065–1068. doi : 10.1016/j.scriptamat.2012.02.049. Publisher : Acta Materialia Inc.
- Thornton, P. R., Mitchell, T. E. & Hirsch, P. B. (1962). The dependence of cross-slip on stacking-fault energy in face-centred cubic metals and alloys. *The Philosophical Magazine : A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics*, 7(80), 1349–1369. doi : 10.1080/14786436208213168. Publisher : Taylor & Francis _eprint : <https://doi.org/10.1080/14786436208213168>.
- Tikhonova, M., Belyakov, A. & Kaibyshev, R. (2013). Strain-induced grain evolution in an austenitic stainless steel under warm multiple forging. *Materials Science and Engineering : A*, 564, 413–422. doi : 10.1016/j.msea.2012.11.088.
- Torres, M. (2002). An evaluation of shot peening, residual stress and stress relaxation on the fatigue life of AISI 4340 steel. *International Journal of Fatigue*, 24(8), 877–886. doi : 10.1016/S0142-1123(01)00205-5.
- Toth, L. S., Gu, C. F., Beausir, B., Fundenberger, J. J. & Hoffman, M. (2016). Geometrically necessary dislocations favor the Taylor uniform deformation mode in ultra-fine-grained polycrystals. *Acta Materialia*, 117, 35–42. doi : 10.1016/j.actamat.2016.06.062.
- Unal, O. & Varol, R. (2014). Almen intensity effect on microstructure and mechanical properties of low carbon steel subjected to severe shot peening. *Applied Surface Science*, 290, 40–47. doi : 10.1016/j.apsusc.2013.10.184.

- Ungár, T. (2001). Dislocation densities, arrangements and character from X-ray diffraction experiments. *Materials Science and Engineering : A*, 309-310, 14–22. doi : 10.1016/S0921-5093(00)01685-3.
- Venables, J. A. (1962). The martensite transformation in stainless steel. *The Philosophical Magazine : A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics*. doi : 10.1080/14786436208201856. Publisher : Taylor & Francis Group.
- Venables, J. (1964). Deformation twinning. *AIME Conference Proceedings, RE Reed-Hill, JP Hirth and HC Rogers (Eds)*, 21.
- Webster, G. A. & Ezeilo, A. N. (2001). Residual stress distributions and their influence on fatigue lifetimes. *International Journal of Fatigue*, 23, 375–383. doi : 10.1016/S0142-1123(01)00133-5.
- Wei, P., Hua, P., Xia, M., Yan, K., Lin, H., Yi, S., Lu, J., Ren, F. & Sun, Q. (2022). Bending fatigue life enhancement of NiTi alloy by pre-strain warm surface mechanical attrition treatment. *Acta Materialia*, 240, 118269. doi : 10.1016/j.actamat.2022.118269.
- Wen, L., Wang, Y., Jin, Y. & Ren, X. (2015). Comparison of corrosion behaviour of nanocrystalline 2024-T4 Al alloy processed by surface mechanical attrition treatment with two different mediums. *Corrosion Engineering, Science and Technology*, 50(6), 425–432. doi : 10.1179/1743278214Y.0000000239. Publisher : Taylor & Francis _eprint : <https://doi.org/10.1179/1743278214Y.0000000239>.
- Wen, L., Wang, Y., Zhou, Y., Guo, L. X. & Ouyang, J. H. (2011). Iron-rich layer introduced by SMAT and its effect on corrosion resistance and wear behavior of 2024 Al alloy. *Materials Chemistry and Physics*, 126(1), 301–309. doi : 10.1016/j.matchemphys.2010.11.022.
- Wick, A., Schulze, V. & Vöhringer, O. (2000). Effects of warm peening on fatigue life and relaxation behaviour of residual stresses in AISI 4140 steel. *Materials Science and Engineering : A*, 293(1-2), 191–197. doi : 10.1016/S0921-5093(00)01035-2.
- Wong, C. C., Hartawan, A. & Teo, W. K. (2014). Deep Cold Rolling of Features on Aero-Engine Components. *Procedia CIRP*, 13, 350–354. doi : 10.1016/j.procir.2014.04.059.
- Wu, Y., Guelorget, B., Sun, Z., Déturche, R. & Retraint, D. (2019). Characterization of gradient properties generated by SMAT for a biomedical grade 316L stainless steel. *Materials Characterization*, 155, 109788. doi : 10.1016/j.matchar.2019.109788.
- Xie, Z. (2020). *Atomistic Simulations of Dislocation Nucleation-Controlled Plasticity in FCC Metallic Nano-Objects : Role of Topology, Surface Morphology and Internal Interfaces*. (Thèse de doctorat).

- Yan, X., Yin, S., Chen, C., Jenkins, R., Lupoi, R., Bolot, R., Ma, W., Kuang, M., Liao, H., Lu, J. & Liu, M. (2019). Fatigue strength improvement of selective laser melted Ti6Al4V using ultrasonic surface mechanical attrition. *Materials Research Letters*, 7(8), 327–333. doi : 10.1080/21663831.2019.1609110. Publisher : Taylor & Francis _eprint : <https://doi.org/10.1080/21663831.2019.1609110>.
- Yang, X.-S., Sun, S. & Zhang, T.-Y. (2015). The mechanism of bcc α' nucleation in single hcp ε laths in the fcc $\gamma \rightarrow$ hcp $\varepsilon \rightarrow$ bcc α' martensitic phase transformation. *Acta Materialia*, 95, 264–273. doi : 10.1016/j.actamat.2015.05.034.
- Ye, C., Liao, Y. & Cheng, G. J. (2010). Warm laser shock peening driven nanostructures and their effects on fatigue performance in aluminum alloy 6160. *Advanced Engineering Materials*, 12(4), 291–297. Publisher : Wiley Online Library.
- Ye, C., Suslov, S., Kim, B. J., Stach, E. A. & Cheng, G. J. (2011). Fatigue performance improvement in AISI 4140 steel by dynamic strain aging and dynamic precipitation during warm laser shock peening. *Acta Materialia*, 59(3), 1014–1025. doi : 10.1016/j.actamat.2010.10.032.
- Zeng, Y., Cai, X. & Koslowski, M. (2019). Effects of the stacking fault energy fluctuations on the strengthening of alloys. *Acta Materialia*, 164, 1–11. doi : 10.1016/j.actamat.2018.09.066.
- Zhang, C., Dong, Y. & Ye, C. (2021). Recent Developments and Novel Applications of Laser Shock Peening : A Review. *Advanced Engineering Materials*, 23(7), 2001216. doi : 10.1002/adem.202001216. _eprint : <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/pdf/10.1002/adem.202001216>.
- Zhang, H. W., Hei, Z. K., Liu, G., Lu, J. & Lu, K. (2003). Formation of nanostructured surface layer on AISI 304 stainless steel by means of surface mechanical attrition treatment. *Acta Materialia*, 51(7), 1871–1881. doi : 10.1016/S1359-6454(02)00594-3.
- Zhang, H., Zhao, J., Liu, J., Qin, H., Ren, Z., Doll, G. L., Dong, Y. & Ye, C. (2018). The effects of electrically-assisted ultrasonic nanocrystal surface modification on 3D-printed Ti-6Al-4V alloy. *Additive Manufacturing*, 22(August 2017), 60–68. doi : 10.1016/j.addma.2018.04.035.
- Zhang, L. & Wu, Z. (2023). A mini-review of surface severe plastic deformation methods and their effects on steel and stainless steel. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part L : Journal of Materials : Design and Applications*, 14644207231190491. doi : 10.1177/14644207231190491. Publisher : SAGE Publications.

- Zhou, J., Sun, Z., Kanouté, P. & Retraint, D. (2017). Effect of surface mechanical attrition treatment on low cycle fatigue properties of an austenitic stainless steel. *International Journal of Fatigue*, 103, 309–317. doi : 10.1016/j.ijfatigue.2017.06.011. Publisher : Elsevier Ltd.
- Zhou, J., Retraint, D., Sun, Z. & Kanouté, P. (2018a). Comparative study of the effects of surface mechanical attrition treatment and conventional shot peening on low cycle fatigue of a 316L stainless steel. *Surface and Coatings Technology*, 349, 556–566. doi : 10.1016/j.surfcoat.2018.06.041.
- Zhou, J., Sun, Z., Kanouté, P. & Retraint, D. (2018b). Reconstruction of residual stress and work hardening and their effects on the mechanical behaviour of a shot peened structure. *Mechanics of Materials*, 127, 100–111. doi : 10.1016/j.mechmat.2018.09.005.
- Zhou, J. Z., Meng, X. K., Huang, S., Sheng, J., Lu, J. Z., Yang, Z. R. & Su, C. (2015). Effects of warm laser peening at elevated temperature on the low-cycle fatigue behavior of Ti6Al4V alloy. *Materials Science and Engineering : A*, 643, 86–95. doi : 10.1016/j.msea.2015.07.017.
- Zhu, L., Guan, Y., Wang, Y., Xie, Z. & Lin, J. (2017). Influence of process parameters of ultrasonic shot peening on surface nanocrystallization and hardness of pure titanium. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 89(5), 1451–1468. doi : 10.1007/s00170-016-9181-4.