Étude des microstructures de déformation induites par grenaillage ultrasonique en conditions cryogéniques d'aciers inoxydables austénitiques: effet sur les propriétés en fatigue

Par

Marc NOVELLI

THÈSE 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 7 DECEMBRE 2017

ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE
UNIVERSITÉ DE LORRAINE

©Tous droits réservés, Marc NOVELLI, 2017

©Tous droits réservés

Cette licence signifie qu'il est interdit de reproduire, d'enregistrer ou de diffuser en tout ou en partie, le présent document. Le lecteur qui désire imprimer ou conserver sur un autre media une partie importante de ce document, doit obligatoirement en demander l'autorisation à l'auteur.

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 de Montréal

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

Mme Nathalie Allain, membre du jury
Université de Lorraine, laboratoire d'étude des microstructures et de mécanique des matériaux

M Ghyslain Gagnon, président du jury
Département de génie électrique à l'école de technologie supérieure de Montréal

Martin Lévesque, examinateur externe
Département de génie mécanique à Polytechnique Montréal

Tony Montesin, examinateur externe
Université de Bourgogne, laboratoire interdisciplinaire Carnot de Bourgogne

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

LE 16 NOVEMBRE 2017

À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

REMERCIEMENTS

Mes remerciements vont dans un premier temps aux institutions ayant apporté le financement et le cadre nécessaire au bon déroulement de cette thèse. Le Laboratoire d'Étude des Microstructures et de Mécanique des Matériaux (LEM3) ainsi que le Laboratoire d'Excellence en Design d'Alliages Métallique pour l'Allègement des Structures (LABEX DAMAS) en France et le Laboratoire d'Optimisation des Procédés de Fabrication Avancés (LOPFA) au Canada.

Je tiens à remercier M. Gagnon, président du jury de thèse ainsi que M. Lévesque et M. Montesin, rapporteurs de ce mémoire, m'ayant fait l'honneur de participer à l'expertise de ce travail de recherche.

Mes remerciements vont tout naturellement à Philippe Bocher, Nathalie Allain et Thierry Grosdidier pour m'avoir fait confiance afin de réaliser cette étude. J'aimerais aussi exprimer toute ma reconnaissance aux personnes m'ayant assisté, de près ou de loin, au cours de ces années. Particulièrement Jean-Jacques Fundenberger, personne pluridisciplinaire m'ayant aidé sur de nombreux aspects et enseigné bien plus que je n'aurais pu l'imaginer. Bien évidemment, je remercie tout le personnel technique et le corps enseignant que j'ai côtoyé et avec qui j'ai pu échanger sur des sujets divers et variés.

Mes sincères amitiés reviennent à mes collègues doctorants, avec qui j'ai pu partager mes joies et mes peines, ainsi qu'à tout ceux qui se reconnaitront dans ces mots, votre soutient et les moments passés à vos côtés étaient nécessaires au bon déroulement de ce projet. Je remercie tout particulièrement ma famille et mes amis, profonde motivation de ce travail, qui m'ont supporté et soutenu durant toute la durée de cette thèse, dans les meilleurs moments comme dans les pires.

Ce mémoire de thèse est dédié à Bernard Bolle sans qui je n'aurais probablement pas choisi de continuer ma formation dans la recherche scientifique.

ÉTUDE DES MICROSTRUCTURES DE DÉFORMATION INDUITES PAR GRENAILLAGE ULTRASONIQUE EN CONDITIONS CRYOGÉNIQUES D'ACIERS INOXYDABLES AUSTÉNITIQUES: EFFET SUR LES PROPRIÉTÉS EN FATIGUE

Marc NOVELLI

RÉSUMÉ

La surface des pièces mécaniques est une zone sensible soumise à des conditions de sollicitations particulières, tant mécaniquement (frottement, contrainte maximale) que chimiquement (atmosphère ambiante, corrosion). Ainsi, la ruine des pièces de service est généralement initiée en surface; les grands secteurs industriels sont donc à la recherche de solutions technologiques permettant une amélioration des propriétés mécaniques globales par une modification des propriétés de surface. De nombreuses techniques ont été développées dans ce but, notamment les traitements de surface mécaniques. Parmi ceux-ci, le grenaillage ultrasonique permet de déformer sévèrement et superficiellement les pièces par de nombreux impacts de billes ayant des trajectoires aléatoires au sein de la chambre de traitement.

Le propos de cette étude repose sur l'analyse et la compréhension des microstructures de déformation induites par un traitement de grenaillage ultrasonique, particulièrement sous conditions cryogéniques; sujet très peu exploré à ce jour voir nouveau concernant i) des métaux susceptibles de subir une transformation martensitique et ii) l'influence d'un tel traitement sur la tenue en fatigue cyclique. Pour ce faire, plusieurs nuances d'aciers inoxydables austénitiques présentant des stabilités différentes vis-à-vis de la transformation de phase ont été traitées à très basses températures et les propriétés obtenues ont été comparées à celles mesurées sur les échantillons traités à température ambiante.

Les premières observations ont montré que, suite à un traitement sous condition cryogénique (-130 °C), une baisse de dureté intervient en sous-couche de l'alliage 310S stable, associée à une hausse des propriétés mécaniques sous basse température rendant le matériau plus difficile à écrouir. Ce phénomène est complètement supprimé au sein de l'alliage métastable 304L par une transformation martensitique facilitée, intervenant plus profondément qu'à température ambiante et entrainant une augmentation de la dureté de sous-couche.

Deux alliages métastables (304L et 316L) ont donc été sélectionnés afin de détailler l'influence des paramètres de traitement sur le durcissement de sous-couche par une étude paramétrique comprenant l'amplitude de vibration (40 et 60 µm), la durée (3 et 20 min) ainsi que la température de traitement (ambiante, -80 et -130 °C). Il en ressort qu'augmenter l'énergie de traitent par une hausse de l'amplitude et/ou de la durée de grenaillage entraine une augmentation des duretés de surface et de sous-couche, accompagnée par la production de couches durcies plus épaisses. L'utilisation de températures cryogéniques permet une augmentation du potentiel de durcissement, et ce principalement en sous-couche. En associant les gradients de dureté aux distributions de martensite le long des épaisseurs

affectées, il a été montré que la fraction de martensite était directement liée au potentielle de durcissement en profondeur. La fraction de martensite produite étant dépendante de la température de déformation et, afin de prendre en compte la stabilité initiale de l'alliage comme paramètre additionnel, des mesures complémentaires ont été faites sur l'alliage 316L plus stable. Les résultats ont alors montré qu'il est primordial d'adapter la température de traitement à la stabilité de l'échantillon afin d'optimiser l'efficacité du durcissement de sous-couche et éviter ainsi une baisse de la dureté en profondeur.

Finalement, les structures de déformation obtenues sous condition cryogénique ont été reliées à la tenue mécanique sous sollicitations cycliques en flexion rotative. Comparé à un traitement réalisé à température ambiante, un grenaillage cryogénique permet une baisse la rugosité de surface et la production de contraintes résiduelles de compression plus élevées par la présence de martensite. Cependant, une plus grande relaxation de ces dernières associée à une réduction de la l'épaisseur durcie suite à traitement cryogénique n'ont pas permis d'augmenter la résistance à la fatigue en comparaison des éprouvettes traitées à température ambiante. Néanmoins, le potentiel d'un grenaillage ultrasonique sur l'amélioration de la tenue en fatigue à été mis en avant par l'étude des faciès de rupture. Un échantillon traité cryogéniquement et ayant présenté une faible durée de vie a montré un faciès de rupture comprenant de multiples amorces de fissures toutes localisées en surface. Comparativement, un seul site d'amorçage localisé en sous-couche a été observé sur une éprouvette ayant une durée de vie plus importante qu'un échantillon traité sous température ambiante. Ainsi, si l'implication des défauts de surface peut être limitée en diminuant d'avantage la rugosité de surface par une prolongation de la durée de traitement sous température cryogénique, l'amorce d'une fissure peut être repoussée en sous-couche prolongeant considérablement la durée de vie du matériau sollicité.

Mots-clés: grenaillage ultrasonique, aciers inoxydables austénitiques, déformation sévère de surface, transformation martensitique, fatigue en flexion rotative

STUDY OF THE DEFORMED MICROSTRUCTURES INDUCED BY ULTRASONIC SHOT PEENING UNDER CRYOGENIC CONDITIONS ON AUSTENETIC STAINLESS STEELS: EFFECT ON FATIGUE PROPERTIES

Marc NOVELLI

ABSTRACT

The surface of mechanical components is a sensitive zone subjected to particular mechanical (friction, maximum stress) and chemical (ambient atmosphere, corrosion) interactions. Hence, the rupture is generally initiated on the surface. In order to increase the global integrity of the working parts, the industrial groups are still seeking technological solutions allowing the modifications of the surface properties. Nodaway, plenty of surface modification techniques have been developed like the mechanical surface treatments. Among them, the ultrasonic shot peening (or surface mechanical attrition treatment) focus on superficially deform the mechanical parts through numerous collisions of peening medias having random trajectories inside a confined chamber.

The purpose of this study is based on the analysis and the comprehension of the deformed microstructures induced by the ultrasonic shot peening treatment, especially under cryogenic temperatures. To do so, several austenitic stainless steel grades having different stabilities regarding the martensitic phase transformation have been treated under cryogenic conditions and compared to the properties obtained under room temperature.

The first observations have shown that, after a cryogenic peening, a decrease of the subsurface hardness takes place in the stable 310S alloy which was attributed to an increase of the mechanical properties under cryogenic temperature. This phenomenon is suppressed in the metastable 304L by triggering a martensitic phase transformation promoted under low temperature and happening deeper compared to room temperature, increasing substantially the subsurface hardness.

Two metastable alloys (304L and 316L) were then selected to conduct an ultrasonic shot peening parametric study including the vibration amplitude (40 and 60 μm), the treatment duration (3 and 20 min) and temperature (room temperature, -80 and -130 °C). It has been shown that increasing the treatment energy by raising the vibration amplitude and/or the duration leads to an increase of the surface and subsurface hardnesses as well as the affected layer thickness. The use of cryogenic temperatures allows an additional increase of the hardness, especially in subsurface. By comparing the different hardness gradients with the martensite distributions along the hardened layers, a direct correlation with the hardening rate and the martensite fraction was observed. The initial stability of the treated material was also taken in account by carried out additional observations on the 316L having a higher stability. The results have indicated that the deformation temperature needs to be wisely chosen regarding the stability of the processed material in order to avoid a decrease of the subsurface hardness.

Finally, the deformed microstructures generated under cryogenic ultrasonic shot peening were associated to the mechanical behaviors of cylindrical specimens using rotating bending fatigue tests. Compared to a room temperature treatment, a cryogenic peening allows a decrease of the surface roughness and the generation of higher surface compressive residual stresses by the formation of martensite. However, compared to a room temperature treatment, the fatigue behavior was not increased after a cryogenic peening because of a more pronounced surface residual stress relaxation and a reduction of the affected layer. However, the potential increase of the fatigue life after a cryogenic surface deformation was depicted by the study of the rupture surfaces. It was observed that, if the involvement of the surface defects introduced by the high surface roughness can be lowered, a single subsurface crack initiation can be produced increasing considerably the fatigue behavior of the processed material.

Keywords: ultrasonic shot peening, austenitic stainless steels, surface severe plastic deformation, martensitic transformation, rotating bending fatigue tests

PRODUCTION SCIENTIFIQUE

Article publié dans une revue internationale à comité de relecture

M. Novelli, J-J. Fundenberger, P. Bocher et T. Grosdidier, "On the effectiveness of surface severe plastic deformation by shot peening at cryogenic temperature", *Applied Surface Science*, **389** (2016) pp. 1169-1174

Présentations orales avec actes lors de conférences internationales
(La personne soulignée est celle ayant présentée)

M. Novelli, P. Maurel, L. Weiss, T. Grosdidier, P. Bocher, "Stress-assisted versus Strain-induced martensites formed by cryogenic ultrasonic shot peening in austenitic stainless steels", *International Conference on Shot Peening, Montréal*, 2017, Québec, Canada

M. Novelli, J-J. Fundenberger, P. Bocher, T. Grosdidier, "Hardening of austenitic stainless steels by ultrasonic shot peening at cryogenic temperature", *International Workshop on Giant Straining Process for Advanced Materials*, 2016, Fukuoka, Japon

M. Novelli, J-J. Fundenberger, L. Mohrain, N. Allain, P. Bocher, T. Grosdidier, "Analysis of the deformation induced martensite generated by SMAT ultrasonic shot peening at cryogenic temperature in the 304L stainless steel", *9th Pacific Rim International Conference*, 2016, Kyoto, Japon

Présentations orales lors de conférences internationales

M. Novelli, J-J. Fundenberger, P. Bocher, T. Grosdidier, "Role of the ultrasonic shot peening on fatigue behaviors of 316L machined samples", *International Conference on Surface Integrity*, 2017, Madère, Portugal

TABLE DES MATIÈRES

Page

INTRODUCTION 1

CHAPITRE 1 ETAT DE L'ART 3
1.1 Introduction générale aux aciers inoxydables 4
1.1.1 Métallurgie des aciers 4
1.1.2 Les aciers inoxydables austénitiques 5
1.1.3 Déformation plastique des structures cubiques à faces centrées 9
1.1.3.1 Durcissement par mouvement des dislocations 9
1.1.3.2 Le maclage 12
1.1.4 La transformation de phase martensitique 13
1.1.4.1 Cristallographie et relations d'orientations des phases martensitiques dans les aciers inoxydables 13
1.1.4.2 La martensite activée thermiquement 17
1.1.4.3 La martensite produite par déformation 19
1.1.5 Limitation à la transformation de phase martensitique 24
1.1.6 Influence de la transformation de phase martensitique sur le comportement mécanique des aciers inoxydables austénitiques métastables 26
1.2 Déformation plastique sévère et affinement des structures 30
1.2.1 Introduction aux déformations plastiques sévères 30
1.2.2 L'affinement structural assisté par cryogénie 33
1.2.3 Les traitements de déformation plastique sévère de surface 35
1.2.3.1 Les traitements de surface mécaniques 35
1.2.3.2 Le grenaillage de précontrainte 39
1.2.4 Le grenaillage ultrasonique 41
1.2.4.1 Nanostructuration de surface induite par le grenaillage ultrasonique 43
1.2.4.2 Distribution de la déformation dans le cas des aciers inoxydables austénitiques 47
1.2.4.3 Nanostructuration de surface assistée par cryogénie 53
1.3 Influence du grenaillage ultrasonique sur les propriétés physico-chimiques et mécaniques 54
1.3.1 Changement des propriétés physico-chimiques de surface 54
1.3.2 Amélioration de la tenue mécanique par nanostructuration de surface 55
1.3.3 Résistance sous charges cycliques 58
1.4 Conclusion partielle 61

CHAPITRE 2 DISPOSITIFS DE GRENAILLAGE ET METHODES DE CARACTERISATION 63
2.1 Le traitement de grenaillage ultrasonique 63

2.1.1 Traitement des échantillons plats 64
2.1.2 Traitement d'éprouvettes cylindriques 65
2.1.3 Traitements cryogéniques 67
2.1.4 Paramètres de traitement utilisés 68
2.2 Méthodes de caractérisation structurales 69
2.2.1 Imagerie électronique 69
2.2.1.1 Interaction électrons-matière 70
2.2.1.2 La cartographie d'orientation EBSD 71
2.2.2 Diffraction des rayons X 73
2.2.2.1 Mesure de quantité de phase 75
2.3 Caractérisation du comportement mécanique 78
2.3.1 Mesures de la rugosité de surface 78
2.3.2 Mesures de microdureté 79
2.3.3 Mesure de contraintes résiduelles 80
2.3.4 Essai de traction 82
2.3.5 Essais de fatigue en flexion rotative 83

CHAPITRE 3 MODIFICATIONS STRUCTURALES APPORTEES PAR LE TRAITEMENT DE GRENAILLAGE ULTRASONIQUE SUR DIFFERENTS ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES 85
3.1 Influence de la température sur les mécanismes de durcissement d'acier austénitiques ayant différentes stabilités 86
3.1.1 Paramètres de traitement 86
3.1.2 Modifications des microstructures de sous-couches 87
3.1.2.1 Durcissement et zones affectées 87
3.1.2.2 Observations des mécanismes de durcissement de sous-couche par imagerie d'orientation EBSD 90
3.1.3 Caractérisation des structures d'extrême surface 92
3.1.3.1 Estimation du taux de durcissement d'extrême surface pa dureté 92
3.1.3.2 Composition des phases de surface mesurée par DRX 94
3.1.3.3 Efficacité de l'affinement d'extrême surface observée par imagerie électronique 96
3.1.4 Discussion sur l'efficacité du traitement de grenaillage ultrasonique sous condition cryogénique 97
3.2 Analyses fines des mécanismes de la transformation martensitique activée par déformation dans l'alliage 304L 100
3.2.1 Effet de la température sur les mécanismes de transformation 100
3.2.2 Description de la transformation martensitique par analyses EBSD 103
3.2.2.1 Relations d'orientation mesurées par EBSD lors de la transformation de phase martensitique 106
3.2.2.2 Approche statistique de la sélection de variant par reconstruction de microstructure 109
3.2.3 Discussion sur de l'effet de la température de traitement sur la nature de la transformation martensitique 113

3.3 Conclusion partielle 115

CHAPITRE 4 INFLUENCE DES PARAMETRES DE TRAITEMENT SUR LES MICROSTRUCTURES DE DEFORMATION D'ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES METASTABLES 117
4.1 Influences des paramètres de traitement thermomécaniques sur les modifications microstructurales 117
4.1.1 Paramètres de traitement 118
4.1.2 Effet des paramètres de grenaillage sur la rugosité de surface 118
4.1.3 Rôle des paramètres de traitement sur les modifications de sous-couche 122
4.1.3.1 Distributions de martensite α' estimées par EBSD 125
4.1.4 Analyses d'extrêmes surfaces 132
4.1.5 Influence de la transformation martensitique sur le gradient des contraintes résiduelles 135
4.1.6 Discussion sur l'effet des paramètres de traitement sur les microstructures induites par grenaillage ultrasonique 139
4.1.6.1 Rôles de l'amplitude et du temps de traitement sur le durcissement à température ambiante 139
4.1.6.2 Influence d'une baisse de température sur le durcissement 140
4.1.6.3 Effet de l'échauffement de surface 140
4.1.6.4 Distributions des contraintes lors du traitement de grenaillage 142
4.1.6.5 Effet de la température de traitement sur les contraintes résiduelles 145
4.1.6.6 Influence de martensite α' sur la surface grenaillée 146
4.2 Influence de la stabilité austénitique sur les microstructures de déformations 149
4.2.1 Influence de la stabilité austénitique sur la transformation martensitique 150
4.2.1.1 Fraction de martensites mesurées en surface 150
4.2.1.2 Distributions de martensite α' mesurées en sous-couche 151
4.2.2 Effet de la transformation de phase sur le durcissement de l'alliage 316L 153
4.2.3 Impact de la température de traitement sur les contraintes résiduelles 154
4.2.4 Discussion sur l'influence de la stabilité austénitique sur le durcissement 156
4.3 Conclusion partielle 158

CHAPITRE 5 CARACTERISATION DES PROPRIETES MECANIQUES INDUITES PAR UN TRAITEMENT DE GRENAILLAGE ULTRASONIQUE 161
5.1 Caractérisations des éprouvettes produites 161
5.1.1 Élaborations des éprouvettes et paramètres de traitement 161
5.1.2 Microstructures de déformation observées en section transverse 163
5.1.3 Durcissement superficiel des éprouvettes de fatigue 164

5.1.4 Aspect de surface des éprouvettes traitées 166
5.1.4.1 État de surface des éprouvettes recristallisées 166
5.1.4.2 État de surface des éprouvettes écrouies 168
5.1.5 Mesures des gradients de contraintes résiduelles 169
5.2 Modifications des propriétés mécaniques par déformation de surface 173
5.2.1 Résistance mécanique sous traction uniaxiale monotone 173
5.2.2 Comportement en fatigue sous charges cycliques 175
5.2.3 Analyse post-rupture 178
5.3 Interprétation des résultats de comportement mécanique 182
5.3.1 Comparaison de l'état de déformation entre les échantillons plats et les éprouvettes de fatigue cylindriques 183
5.3.2 Modifications de la tenue en fatigue par traitement de grenaillage ultrasonique 184
5.4 Conclusion partielle 186

CONCLUSION 189

RECOMMANDATIONS 193

ANNEXE I ETUDE DE LA DISTRIBUTION DES VARIANTS MARTENSITIQUES PAR ANALYSES DES FIGURES DE PÔLES EBSD 195

ANNEXE II CODE PYTHON ULTILISÉ DANS LE CALCUL DES FRACTIONS DE PHASES DEPUIS UNE CARTE EBSD 203

LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES 205

LISTE DES TABLEAUX

Page

Tableau 1.1 Paramètres cristallographiques des phases impliquées dans la transformation de phase martensitique 15

Tableau 1.2 Relations d'orientations reliant la phase mère et la/les phase(s) héritée(s) après transformation martensitique dans les bases ferreuses 16

Tableau 1.3 Estimations des températures de début de transformation M_s pour les alliages liés à cette étude 18

Tableau 1.4 Estimation des températures M_{d30} caractérisant l'obtention de 50% de martensite sous 30% de déformation vraie 20

Tableau 2.1 Listes des paramètres de grenaillage utilisés 68

Tableau 2.2 Paramètres de polissage utilisés afin de préparer les échantillons pour les acquisitions EBSD 73

Tableau 2.3 Positions et intensités des pics de diffractions utilisés pour la quantification de phase. 77

Tableau 2.4 Paramètres utilisés pour la mesure des contraintes résiduelles par DRX 82

Tableau 3.1 Compositions et températures caractéristiques des alliages 304L et 310S 87

Tableau 3.2 Paramètres de grenaillage ultrasonique 87

Tableau 4.1 Compositions et températures caractéristiques des alliages 316L et 304L 150

Tableau 5.1 Résistance à la traction et allongement à rupture obtenus par essais de traction pour les alliages 304L et 316L 174

LISTE DES FIGURES

Page

Figure 1.1 Diagramme de phase du fer pur en fonction de la pression et de la température 4

Figure 1.2 Diagramme de Pryce et Andrews [Pryce et Andrews - 1960] avec les valeurs obtenues pour les alliages 304L, 316L et 310S 7

Figure 1.3 Représentations a) d'une maille CFC avec un plan (111) en bleu et b) du tétraèdre de Thompson projeté dans le plan $(1\bar{1}\bar{1})$ 10

Figure 1.4 Représentation schématique d'une faute d'empilement dans une structure CFC 11

Figure 1.5 Représentation schématique de la formation d'une macle dans un réseau CFC 13

Figure 1.6 Modifications des paramètres de mailles de l'austénite et de la martensite en fonction de la quantité de carbone insérée [Lacombe, Baroux et Beranger - 1990] 14

Figure 1.7 Représentation de l'énergie libre de l'austénite et de la martensite en fonction de la température 17

Figure 1.8 Contrainte seuil de transformation martensitique en fonction de la température de déformation 21

Figure 1.9 Exemple de la germination de martensite α a) à l'intersection de deux bandes de martensite ε [Venables - 1961] et b) à l'intérieure d'une bande unique de martensite ε [Yang, Sun et Zhang - 2015] 22

Figure 1.10 Évolution de la quantité de martensite α' ($f^{\alpha'}$) en fonction du taux (ε) et de la température de déformation [Olson et Cohen - 1975] 24

Figure 1.11 Influence de la taille de grain de la phase austénitique sur la transformation de phase martensitique a) produite thermiquement et b) induite par déformation [Matsuoka *et al.* - 2013] 25

Figure 1.12 Mécanismes de déformations observés lors d'un essai de traction sur un alliage 304 à température ambiante [Shen *et al.* - 2012] 27

Figure 1.13 Courbes de traction uniaxiale réalisées sur un acier 304L à température ambiante et sous conditions cryogéniques [Park *et al.* - 2011] 28

Figure 1.14 Évolution de la résistance à la traction, de l'allongement à rupture et de la limite élastique en fonction de la température de sollicitation [Tsuchida *et al.* - 2011] 29

Figure 1.15 Représentations schématiques des procédés HPT et ECAP. L'échantillon traité y est représenté en rouge 31

Figure 1.16 Structure typique d'un cuivre déformé par HPT observé au microscope électronique à transmission [Valiev, Islamgaliev et Alexandrov - 2000] 32

Figure 1.17 a) Variations de dureté d'un cuivre pur déformé à température ambiante et sous condition cryogénique en fonction du taux de déformation et du temps de conditionnement à température ambiante et b) variations de dureté d'un cuivre pur suite à une longue période de conditionnement à température ambiante [Edalati *et al.* - 2014] 34

Figure 1.18 Schéma représentatif des deux grands types de traitement de surface 36

Figure 1.19 Distributions des duretés mesurées après différents traitements de surface mécaniques 37

Figure 1.20 Exemple de l'affinement structural observé sur une éprouvette en 316L traitée par galetage répétitif [Huang *et al.* - 2015]. 38

Figure 1.21 Schéma du traitement de grenaillage de précontrainte traditionnel. 39

Figure 1.22 Comparaison des microstructures de sous-couche obtenues avant (NP) et après traitement de grenaillage conventionnel (CSP) et de grenaillage sévère (SSP) sur un alliage 316L 40

Figure 1.23 Schéma du traitement de grenaillage ultrasonique 42

Figure 1.24 Schéma de l'affinement structural par activité des dislocations (a, b) [Azadmanjiri *et al.* - 2015] et images électroniques associées (c, d, e) [Tao *et al.* - 2002] avec la formation a, c, e) de murs denses de dislocations et b, d) de cellules de dislocations 44

Figure 1.25 Schéma de l'affinement structural par maclage pour les matériaux de faibles EFE avec une schématisation a) des processus d'affinement, b) des structures affinées obtenues ainsi que c) les images électroniques associées. 46

Figure 1.26 Distribution des vitesses des billes en fonction des paramètres de grenaillage ultrasonique avec A l'amplitude de vibration, M la masse de billes insérée et D le diamètre des billes [Badreddine *et al.* - 2014] 47

Figure 1.27 Coupe schématique des différentes couches déformées induites par traitement de grenaillage ultrasonique 48

Figure 1.28 Distribution de la déformation en sous-couche et estimation des épaisseurs des couches conventionnelles après traitement de grenaillage ultrasonique sur un alliage 316L [Samih *et al.* - 2013] 50

Figure 1.29 Profils de dureté obtenus après traitement de grenaillage ultrasonique en fonction de a) la durée de traitement sur un alliage 304 [Sun - 2013] et b) de l'amplitude de traitement sur un alliage 316L [Roland *et al.* - 2007] 51

Figure 1.30 Distributions de phases obtenues en sous-couche d'un alliage 304 suivant différentes vitesses de déformation [Chen *et al.* - 2011] 52

Figure 1.31 Images de l'affinement structural assisté par cryogénie appliqué au fer pur [Murdoch *et al.* - 2015] avec a) la structure initiale sans traitement, b) la microstructure de surface obtenue après traitement cryogénique et c) après déformation à température ambiante. Les surfaces traitées se trouvent à droite de la figure....54

Figure 1.32 Courbes de traction obtenues sur du cuivre pur ayant différentes fractions de volume déformés par grenaillage ultrasonique cryogénique 56

Figure 1.33 Courbes de tractions obtenues en fonction de la durée de traitement et du nombre de billes insérées sur un alliage 304 [Chan *et al.* - 2010] 57

Figure 1.34 Courbes de Wöhler d'aciers faiblement alliés (NP) traités par grenaillage conventionnel (CSP), grenaillage sévère (SSP), grenaillage répété (RSSP) et grenaillé sévèrement puis rectifié (GSSP) [Bagherifard *et al.* - 2012 ; Bagherifard et Guagliano - 2012] 59

Figure 1.35 Courbe de Wölher d'un alliage 316L traité par grenaillage ultrasonique [Roland *et al.* - 2006] 60

Figure 2.1 Photographie d'une vue d'ensemble du dispositif de grenaillage ultrasonique....64

Figure 2.2 Photographie d'une vue globale du dispositif de grenaillage ultrasonique destiné au traitement d'échantillons plats....65

Figure 2.3 Photographie d'une vue globale du dispositif de grenaillage destiné aux éprouvettes cylindriques 66

Figure 2.4 Exemple d'une mesure de température lors d'un traitement de 20 min à -130 °C utilisant un réservoir en acier inoxydable 304L 68

Figure 2.5 Poire d'interaction formée lors d'une interaction faisceau matière.....70

Figure 2.6 Principe de l'imagerie d'orientation EBSD [Maitland et Sitzman - 2007] 72

Figure 2.7 Intensité de diffraction en fonction de la profondeur de pénétration selon différentes natures de sources RX.....75

Figure 2.8 Exemple d'une mesure par DRX obtenu a) sur le détecteur plan et b) après intégration des diffractogrammes 78

Figure 2.9 Schéma de la mesure de dureté par indentation Vickers.....79

Figure 2.10 Plan côté des éprouvettes utilisées pour la caractérisation du comportement mécanique. 83

Figure 2.11 Schéma représentatif d'un essai de fatigue en flexion rotative.....84

Figure 3.1 Coupes transverses des échantillons obtenus sous différentes conditions de traitement et observées par MEB.....88

Figure 3.2 Filiations de microdureté réalisées en sous-couche des échantillons déformés pour les différentes conditions de traitement.....90

Figure 3.3 Cartographies d'orientation EBSD obtenues à une profondeur de 230 µm pour l'alliage 310Straité sous condition cryogénique.....91

Figure 3.4 Cartographie d'orientation EBSD obtenue à une profondeur de 230 µm pour l'alliage 304L traité sous condition cryogénique 92

Figure 3.5 Duretés de surface obtenues par charges incrémentales.....93

Figure 3.6 Diffractogrammes obtenus en surface des matériaux pour les différentes conditions de traitement. 94

Figure 3.7 Exemple particulièrement sévère de pollution de surface observée par microscope à balayage et sous électrons rétrodiffusés sur l'échantillon 310S traité sous condition cryogénique 96

Figure 3.8 Extrêmes surfaces des différents échantillons observées par microscope à balayage sous électrons rétrodiffusés et à fort grandissement. 97

Figure 3.9 Distributions des phases martensitiques en fonction de la profondeur pour l'alliage 304L traité a) à température ambiante et b) sous condition cryogénique avec une amplitude de 60 µm et une durée de 20 min.....102

Figure 3.10 Cartographie d'orientation EBSD réalisée à une profondeur de 120 µm en sous-couche de l'échantillon 304L traité avec une amplitude de 40 µm durant 20 min à température ambiante 103

Figure 3.11 Cartographie d'orientation EBSD à fort grandissement d'un grain sélectionné sur la carte présentée en Figure 3.10.....104

Figure 3.12 Cartographie d'orientation EBSD réalisée à une profondeur de 250 µm en sous-couche de l'échantillon 304L traité avec une amplitude de 40 µm durant 20 min à TCryo. 105

Figure 3.13 Détails des relations d'orientation liants l'austénite, la martensite ε et α' 106

Figure 3.14 Distributions des déviations angulaires relatives aux différentes relations d'orientation entre les phases γ, ε et α' pour a) la condition de température ambiante et b) la condition cryogénique.....107

Figure 3.15 Comparaison entre des FDPs {111} de l'austénite et {110} martensite α' obtenues en sous-couche des échantillons de 304L traités à température ambiante et sous condition cryogénique pour des orientations cristallines comparables 108

Figure 3.16 Résumé des différentes étapes d'analyses pour l'approche statistique de la sélection de variant avec a) les cartes EBSD utilisées pour l'analyse, b) les microstructures reconstruites à l'aide du logiciel MERENGUE 2 [Germain *et al.* - 2012] et c) les différents variants analysés par le logiciel DECRYPT [Liu *et al.* - 2017]. 110

Figure 3.17 Fractions des systèmes (a, c) et des variants (b, d) les plus activés en profondeur des échantillons traités à température ambiante (a, b) et cryogénique (c, d) 112

Figure 4.1 Exemple de désignation des échantillons d'analyses structurales 118

Figure 4.2 Micrographies de l'état de surface des échantillons a) avant et b) après traitement de grenaillage ultrasonique.....119

Figure 4.3 Observation par imagerie optique confocale des surfaces obtenues pour les échantillons 304L a) 40 µm 3 min TAmb, b) 60 µm 3 min TAmb, c) 40 µm 20 min TAmb, d) 60 µm 20 min TAmb, 40 µm 20 min -130 °C et f) 60 µm 20 min -130 °C 120

Figure 4.4 Rugosité de surface R_q mesurée sur le 304L pour les différentes conditions de traitement.....122

Figure 4.5 Images réalisées au MEB par électrons rétrodiffusés des échantillons 304L en coupe transverse et traités avec une amplitude de 40 µm à a) température ambiante et b) à -80 °C 123

Figure 4.6 Profils de dureté obtenus sur l'alliage 304L pour les traitements a) 40 µm 3 min, b) 40 µm 20 min, c) 60 µm 3 min et d) 60 µm 20 min.....124

Figure 4.7 Distributions des phases en sous-couches des échantillons 304L a) 60µm 20min TAmb et b) 60µm 20min -130 °C observées par cartographie d'orientation 125

Figure 4.8 Comparaison entre les quantifications DRX et les données EBSD brutes pour les acquisitions réalisées sur les échantillons 304L a) 60 µm 20 min TAmb et b) 60 µm 20 min -130 °C. 127

Figure 4.9 Comparaison entre les quantifications de phases DRX et les fractions EBSD corrigées pour les acquisitions réalisées sur les échantillons 304L a) 60 µm 20 min TAmb et b) 60 µm 20 min -130 °C 129

Figure 4.10 Distribution de martensite pour les différentes conditions de traitement réalisées sur l'alliage 304L avec a) une amplitude de 40 µm et b) une amplitude de 60 µm 131

Figure 4.11 Quantifications des phases de surface réalisées par DRX.....133

Figure 4.12 Cartographie d'orientation acquises en extrême surface des échantillons 304L a) 40µm 20min TAmb et b) 40µm 20min -80 °C. 134

Figure 4.13 Gradients des contraintes résiduelles obtenus pour les échantillons 304L traités avec une amplitude de 40 µm pour des durées de a) 3 min et b) 20 min à TAmb et -80 °C 137

Figure 4.14 Gradients des contraintes résiduelles obtenus pour les échantillons 304L traités avec une amplitude de 60 µm pour des durées de a) 3 min et b) 20 min à TAmb et -80 °C 138

Figure 4.15 Distributions de la contrainte de cisaillement lors d'un contact sphère/plan.....144

Figure 4.16 Évolutions des duretés de surface en fonction des fractions de martensite α' mesurées par DRX 147

Figure 4.17 Évolutions des rugosités de surface R_q en fonction de la fraction de martensite mesurée par DRX en surface.....149

Figure 4.18 Fractions de martensites en surface obtenues par DRX pour les alliages 304L et 316L a) pour amplitude de 40 µm et b) pour une amplitude de 60 µm 151

Figure 4.19 Distributions de martensite α' de sous-couche pour une durée de traitement de 20 min et a) une amplitude de 40 µm et b) une amplitude de 60 µm. 152

Figure 4.20 Filiations de dureté réalisées en sous-couche de l'alliage 316L pour a) une amplitude de 40 µm et b) une amplitude de 60 µm 154

Figure 4.21 Profils des contraintes résiduelles obtenus sur l'alliage 316L pour les trois températures (TAmb, -80 et -130 °C) sous une amplitude de a) 40 µm et b) 60 µm 155

Figure 5.1 Étapes d'élaboration des éprouvettes recristallisées 162

Figure 5.2 Cartographies d'orientation EBSD réalisées sur les sections transverses des alliages 304L et 316L grenaillés a-c) à température ambiante et b-d) sous condition cryogénique 163

Figure 5.3 Profils de dureté obtenus sur les sections transverses pour les différentes conditions de traitement des alliages a) 304L et b) 316L 165

Figure 5.4 Aspects de surface des éprouvettes recristallisées observées au microscope confocal 167

Figure 5.5 Aspects de surface des éprouvettes écrouies observées au microscope confocal 168

Figure 5.6 Contraintes résiduelles de l'austénite de surface mesurées sur les éprouvettes initiales pour les deux conditions de matières des alliages 304L et 316L 169

Figure 5.7 Gradients de contraintes résiduelles mesurés sur les alliages a) 304L et b) 316L écrouis et recristallisés pour les différentes conditions de traitement 170

Figure 5.8 Contraintes résiduelles de surface mesurées dans le sens axial avant et après cyclage par test de fatigue pour les éprouvettes recristallisées des alliages 304L et 316L ayant atteint la limite d'endurance sans rompre pour les différentes conditions de traitement 172

Figure 5.9 Courbes de traction contrainte - déformation pour les alliages a) 304L et b) 316L 173

Figure 5.10 Durée de vie en fonction de l'amplitude de chargement pour les éprouvettes des alliages a) 304L et b) 316L à différentes conditions de traitement 176

Figure 5.11 Exemple de désignation des éprouvettes de fatigue 177

Figure 5.12 Faciès de rupture observés sur des éprouvettes 316L traitées par grenaillage ultrasonique à a) température ambiante, b) sous condition cryogénique avec amorce unique et c) avec amorces multiples 179

Figure 5.13 Observations au microscope électronique à balayage sous électrons secondaires a) du faciès de rupture et b) de l'inclusion au site d'amorçage de l'éprouvette 316L-R / TAmb 340 MPa 460 305N ainsi que c) la quantification EDX associée à l'éprouvette et à l'inclusion180

Figure 5.14 Observation par imagerie électronique à balayage sous électrons secondaires a) du faciès de rupture et b) agrandissement du site d'amorçage en profondeur (rectangle rouge) observé sur l'échantillon 316L-R -100 °C / 340 MPa 920769 N.....181

Figure 5.15 Observation par imagerie électronique sous électrons rétrodiffusés de fissures secondaires sur une section transverse de l'éprouvette 304L-R TAmb / 340 MPa 32014 N 182

Figure 5.16 Section utile des éprouvettes en vue de coupe présentant les variables pour le calcul du temps d'exposition réel au traitement 183

Figure 5.17 Courbes représentant le chargement en traction des sollicitations cycliques (droite rouge), le gradient des contraintes résiduelles mesuré sur l'éprouvette 316L-R -100 °C / 340 MPa 920769 N (courbe bleue pleine) et le chargement "réel" vu par l'éprouvette (courbe bleue pointillée) 185

LISTE DES ABRÉVIATIONS, SIGLES ET ACRONYMES

Sigles (alphabet grec):

α	taux de formation des défauts de déformation
α'	phase martensitique α'
α_{ECAP}	angle entre les matrices ECAP [°]
β	probabilité que l'intéraction des défauts forme un embryon de martensite α'
ε	phase martensitique ε
ε_{eff}	déformation effective
γ	phase austénitique γ
λ	longueur d'onde du faisceau de rayons X incident
μ	coefficient d'absorption
ν	coefficient de Poisson
φ	angle sur l'azimute [°]
ψ	angle de déclinaison [°]
ρ	masse volumique [kg/m^3]
θ_{HV}	demi-angle au sommet de l'indenteur Vickers [°]
θ_{hkl}	angle de diffraction pour le plan hkl considéré[°]

Sigles:

A	aire du faisceau de rayons X incident [mm^2]
$a_{\alpha'}$	paramètre de maille de la martensite α' cubique [Å]
a_{ε}	paramètre de maille de la martensite ε hexagonale [Å]
a_{γ}	paramètre de maille de l'austénite [Å]
$a_{\alpha' q}$	paramètre de maille de la martensite α' quadratique [Å]

$\vec{b}$	vecteur de Burgers
$c_{\alpha' q}$	paramètre de maille de la martensite α' quadratique [Å]
c	vitesse de la lumière
c_{ε}	paramètre de maille de la martensite ε hexagonale [Å]
$Cr_{éq}$	teneur équivalente en chrome [$\%_{masse}$]
d_{HV}	diagonale(s) de l'indentation plastique généré [µm]
$d_{éq}$	distance d'équilibre entre deux dislocations partielles
$d_{shockley}$	distance entre deux dislocations partielles
d_{hkl}	distance interréticulaire [Å]
$\bar{e}$	charge d'un électron
E	module de Young [GPa]
e^{-2M}	facteur thermique
e_{HPT}	épaisseur de l'échantillon HPT
EFE	énergie de faute d'empilement [mJ/m²]
F	facteur de structure
F_{HV}	force d'indentation appliquée [gf]
f	fréquence [Hz]
$G_{\alpha'}(T)$	enthalpie libre de la martensite à une température T donnée
$G_{\gamma}(T)$	enthalpie libre de l'austénite à une température T donnée
$\Delta G(T)$	enthalpie libre du système à une température T donnée
h	profondeur d'indentation [µm]
HV	dureté Vickers
I_0	intensité du faisceau de rayons X incident

Lp	coefficient de Lorentz-polarisation
m	masse d'un électron
M_d	température de fin de transformation martensitique induite par déformation [°C]
M_{d30}	température à laquelle 50% de martensite sera induite par une déformation vraie de 30% [°C]
Mf	température de fin de transformation de phase martensitique spontanée
Ms	température de début de transformation de phase martensitique spontanée [°C]
M^{σ}_s	température délimitant une transformation martensitique induite par déformation et assistée par la contrainte
n	obtenu par dérivation du paramètre β
N_{ECAP}	nombre de passe en ECAP
N_{HPT}	nombre de tour en HPT
$Ni_{éq}$	teneur équivalente en nickel [$\%_{masse}$]
P_{SP}	pression de grenaillage
P	multiplicité de symétrie
R	rapport d'amplitude de chargement en fatigue
r_{HPT}	position sur le rayon de l'échantillon HPT
r_{debye}	rayon du cercle de Debye
T_0	température d'équilibre thermodynamique entre l'austénite et la martensite
TAmb	température ambiante
TCryo	température cryogénique
V_{bille}	vitesse des billes du traitement de grenaillage ultrasonique [m/s]
V_{SP}	vitesse d'avance de la buse de grenaillage

XXX

v	volume d'une cellule
W_p	travail d'origine extérieur
$\%_{masse}$	teneur massique en élément d'alliage [$\%_{masse}$]

Acronymes:

AISI	American Iron and Steel Institute
CC	maille Cubique Centrée
CD	cellule de dislocations
CFC	maille Cubique à Faces Centrées
CSP	Conventionnal Shot Peening
DRX	Diffraction des Rayons X
EBSD	Electron Back Scattered Diffraction
ECAP	Equal Channel Angular Pressing
EDS	Energy Dispersive Spectrometry
EN	European Standard
FDP	Figure De Pôles
GND	Geometrically Necessary Dislocation
GSSP	Grinding Severe Shot Peening
G-T	relation d'orientation de Greninger-Troiano
HC	Hexagonale Compacte
HPT	High Pressure Torsion
KAM	Kernel Average Misorientation
K-S	relation d'orientation de Kurdjumov-Sachs
MEB	Microscope à Balayage Électronique

MDD	Mur Dense de Dislocations
NP	Not Peened
N-W	relation d'orientation de Nishiyama-Wasserman
RSSP	Reepening Severe Shot Peening
SMAT	Surface Mechanical Attrition Treatment
SMRT	Surface Mechanical Rolling Treatment
SP	Shot Peening
SSP	Severe Shot Peening
TRIP	Transformation Induced Plasticity
TWIP	Twinning Induced Plasticity
USNM	Ultrasonic Nanocrystal Surface Modification
WDS	Wavelength Dispersive Spectrometry

LISTE DES SYMBOLES ET UNITÉS DE MESURE

UNITÉS DE BASE

u. a. unité arbitraire
mm millimètre (unité de longueur)
kg kilogramme (unité de masse)
min minute (unité de temps)
°C degré Celsius (unité de température)

Aire
mm^2 millimètre carré

UNITÉS GÉOMÉTRIQUES

Longueur
m mètre
cm centimètre
mm millimètre
µm micromètre
Å angström (10-10 m)

UNITÉS DE MASSE

Masse
kg kilogramme
g gramme

UNITÉS MÉCANIQUES

Angle plan
rad radian
tr tour
˚ degré

UNITÉS DE TEMPS

h heure
min minute
s seconde

Contrainte, Pression
Pa pascal
MPa mégapascal
GPa gigapascal

Fréquence
Hz hertz
kHz kilohertz

Force
N newton
kN kilonewton
gf gramme force

INTRODUCTION

Les problématiques environnementales et énergétiques actuelles amènent les bureaux d'étude à concevoir des équipements aux performances toujours plus élevées, tandis que les conditions d'utilisation sont de plus en plus sévères. De ce fait, les industriels des grands secteurs industriels sont constamment à la recherche de technologies permettant le renforcement global des pièces de services à moindre coût. Considérant que la ruine d'une pièce mécanique est souvent induite à partir de fissures initiées depuis sa surface - très sollicitée chimiquement et mécaniquement (corrosion, niveau de contrainte maximal, frottement …) – de nombreux traitements se focalisant sur des modifications de surface ont été développés. Par l'application d'une déformation plastique superficielle il est alors possible de conférer à une pièce mécanique un niveau de contraintes résiduelles adapté, bénéfique pour ralentir la propagation des fissures, tout en améliorant de façon significative les propriétés de surface comme le frottement, l'usure ou la corrosion. Parmi ces traitements figure le grenaillage ultrasonique, sujet de cette thèse, développé au début des années 1990. L'objectif principal de cette thèse consiste en la caractérisation des microstructures de déformation induites par grenaillage ultrasonique et leurs influences sur les propriétés mécaniques d'aciers inoxydables austénitiques de type Fe-Cr-Ni, notamment lorsque la déformation est réalisée sous températures cryogéniques. Dans le but de détailler ce sujet de recherche de manière cohérente et aboutie, ce manuscrit s'articule en cinq parties.

Afin de mieux cerner les enjeux de cette recherche, une étude bibliographique sera abordée au CHAPITRE 1. Une description générale des aciers inoxydables austénitiques sera donnée en première partie avec, comme point d'orgue, une définition précise de la transformation martensitique. La seconde partie se focalisera sur les mécanismes de formation de structures affinées massives dans le but de les appliquer ensuite au traitement de déformation plastique sévère de surface. Finalement, la dernière section résumera les propriétés physico-chimiques et mécaniques de surface octroyées aux pièces traitées par le grenaillage ultrasonique.

Les moyens techniques mis en jeu pour décrire et caractériser les microstructures obtenues après traitement de grenaillage ultrasonique seront détaillés dans le CHAPITRE 2. Un descriptif du bâti conçu spécialement pour cette recherche sera donné. Suivra une liste

détaillée des moyens de caractérisation microstructurale ainsi que les dispositifs d'expertise du comportement mécanique.

La caractérisation des structures de déformations, à proprement parler, débutera au CHAPITRE 3. L'évaluation de l'efficacité du traitement de grenaillage cryogénique sera abordée en premier lieu en comparant deux aciers inoxydables austénitiques ayant des stabilités de transformation différentes. Les microstructures générées en surface d'échantillons plats, à température ambiante et sous condition cryogénique, induites dans un alliage 310S hautement stable seront confrontées à celles induites dans l'alliage 304L métastable; tant au niveau de la surface que de la sous-couche. Une analyse détaillée des mécanismes fins de transformation de phase martensitique observés dans l'alliage 304L, notamment au niveau des distributions des variants martensitiques générés, conclura ce chapitre.

Le traitement de grenaillage ultrasonique étant défini par de nombreux paramètres, une étude paramétrique sera réalisée au CHAPITRE 4. L'amplitude de vibration, la durée et la température de traitement seront choisies comme variables d'études. Des analyses systématiques seront réalisées sur des échantillons plats, particulièrement sur les distributions de martensite α' et des contraintes résiduelles générées par le traitement le long de la couche affectée. Ces observations seront d'abord réalisées sur l'alliage 304L afin d'introduire la méthode de quantification de phase le long des couches affectées. Ces résultats seront ensuite confrontés à ceux obtenus sur une nuance 316L, plus stable vis-à-vis de la transformation de phase martensitique.

La dernière étude, présentée au CHAPITRE 5, s'attachera à lier les microstructures induites dans des éprouvettes cylindriques aux comportements mécaniques des aciers inoxydables austénitiques de type 304L et 316L, sous traction uniaxiale monotone et sous sollicitations cycliques en flexion rotative. Cette partie concerne principalement l'étude des mécanismes d'endommagements lors d'essais de fatigue mécanique, néanmoins, des analyses structurales seront abordées en première partie pour pouvoir, entre autre, faire le lien avec les résultats obtenus sur les échantillons plats.

Finalement, une conclusion générale retracera les résultats des cette étude et proposera des recommandations en guise d'ouverture à de futurs travaux.

CHAPITRE 1

ETAT DE L'ART

Le sujet d'étude de cette thèse porte sur la caractérisation des microstructures de déformation induites par traitement de grenaillage ultrasonique dans les aciers inoxydables austénitiques, en particulier à température cryogénique. Le but de ce chapitre est donc de présenter les notions fondamentales nécessaires à la compréhension des phénomènes de déformation abordés dans les observations structurales et mécaniques qui suivront.

Dans une première partie, une description des aciers inoxydables sera donnée. Une approche métallurgique introduira tout d'abord les microstructures observables dans les aciers inoxydables austénitiques puis, s'en suivra une définition des mécanismes d'accommodations à la déformation rencontrés dans les structures austénitiques, incluant la transformation de phase martensitique. Cette partie sera conclue par une sélection précise des aciers de cette étude donnant les arguments de choix de tels matériaux.

La seconde partie portera sur la caractérisation des structures hyperdéformées, notamment par le traitement de grenaillage ultrasonique. Les caractéristiques associées à ce type de déformation seront dans un premier temps introduites par les traitements de déformation plastique sévère sur des matériaux massifs afin de présenter les notions essentielles des microstructures hyperdéformées. Ces notions seront utilisées pour définir et détailler le traitement de grenaillage ultrasonique. Une description des effets liés à l'utilisation de températures cryogéniques lors de déformations plastiques de surface conclura cette partie.

Le dernier aspect traité concernera les changements de propriétés conférés par un traitement de surface ultrasonique. Un court paragraphe introduira les changements de propriétés physico-chimiques au travers des traitements dits "duplex" pour ensuite aborder l'amélioration des caractéristiques mécaniques, notamment sous charges cycliques.

1.1 Introduction générale aux aciers inoxydables

1.1.1 Métallurgie des aciers

Les aciers, au sens large, présentent une large variété de microstructures ayant notamment un effet sur les propriétés physiques, chimiques et mécaniques du matériau, pouvant donc être optimisées selon l'application visée. Cette diversité de structure provient en partie du polymorphisme du fer pur, élément de base des aciers. Cet élément peut se présenter sous la forme de trois phases cristallines différentes selon la température et la pression considérée (Figure 1.1).

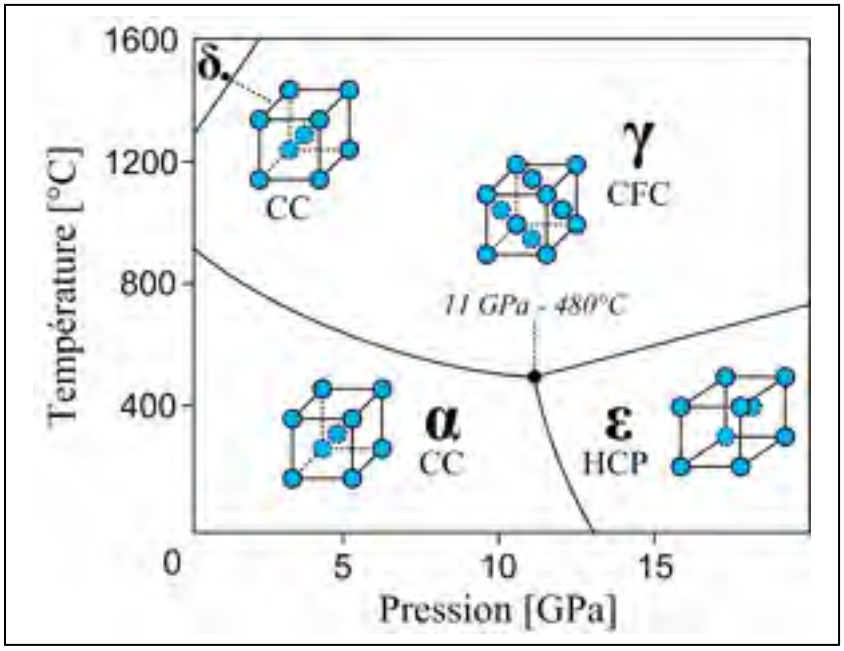


Figure 1.1 Diagramme de phase du fer pur en fonction de la pression et de la température. Domaines tirés de Lacombe, Baroux et Beranger - 1990

A température ambiante et à pression atmosphérique, le fer pur se présente sous la forme d'une maille cubique centrée (CC) nommée fer-α. Lorsque la température est supérieure à 910 °C à pression atmosphérique, la structure cristalline change et se transforme en fer-γ, maille cubique à faces centrées (CFC), afin de minimiser l'énergie du système. Cette phase

n'est pas stable à température ambiante. A plus haute température, la structure du fer change à nouveau pour redevenir CC, cette phase qui est dénommée fer-δ n'est autre qu'une variante du fer-α plus stable à haute température. Le fer pur peut aussi se présenter sous la phase ε de maille hexagonale (HC pour *Hexagonale Compacte)* si la pression est très importante (> 13 GPa).

En associant aux bases ferreuses d'autres éléments en solution solide, il est possible de former des alliages ayant de nouvelles propriétés. A titre d'exemple, le molybdène améliore la tenue à la corrosion et la résistance mécanique à chaud, le niobium augmente la tenue au fluage et la corrosion intergranulaire, le manganèse facilite la formabilité à chaud ou encore le carbone et l'azote, présents en insertion, permettent un durcissement notable. Parmi la multitude d'éléments ayant chacun une influence sur le comportement des aciers, le chrome améliore considérablement la tenue à la corrosion du fer tandis que le nickel et le manganèse stabilisent l'austénite γ et améliorent la ductilité. Une catégorie particulière regroupe donc les aciers inoxydables de structure austénitique dont les caractéristiques sont présentées dans le paragraphe suivant.

1.1.2 Les aciers inoxydables austénitiques

Les aciers inoxydables sont issus d'un alliage fer-carbone ($\%_{masse}$ C < 1,2 $\%_{masse}$) ayant pour principal élément d'alliage le chrome. Au-dessus d'une teneur de 10,5 $\%_{masse}$, le chrome confère aux aciers des vertus anticorrosives par la création d'une couche de passivation de composition chimique Cr_2O_3. L'oxydation observée dans le fer pur et certains de ses alliages sous forme de rouille est alors complètement supprimée. Le carbone est maintenue en-dessous de 1,2 $\%_{masse}$ afin d'éviter toute formation de carbure, en particulier avec le chrome sous forme de carbures intergranulaires $Cr_{23}C_6$, pouvant détériorer les propriétés anticorrosives des aciers inoxydables [Tedmon, Vermilyea et Rosolowski - 1971]. Les aciers inoxydables sont regroupés en quatre groupes selon la/les phase(s) qui les compose(nt):

- Les aciers inoxydables ferritiques présentant une bonne aptitude au formage à chaud et un bon compromis résistance mécanique / ductilité.

- Les aciers inoxydables austénitiques, possédant un haut potentiel d'écrouissage et une bonne ductilité, seront développés plus tard car sujets de cette recherche.
- Les aciers inoxydables martensitiques, alliages aptes à la trempe, reconnus pour leurs hautes limites d'élasticité mais présentant en contrepartie une ductilité relativement faible.
- Les aciers inoxydables duplex définis par une structure biphasée ferrite-austénite.

Les éléments d'alliage sont alors classés en fonction de leurs influences sur la phase austénitique ou ferritique, à titre d'exemple le Cr, Mo, Si, Ti, Nb, V, W, Al, Ta sont considérés comme des éléments alphagènes et le Ni, C, N, Co ainsi que le Mn comme des éléments gammagènes. Il est alors possible de calculer des équivalences en chrome et en nickel qui sont respectivement les principaux éléments alphagènes et gammagènes des alliages considérés. L'équivalence en chrome consiste à quantifier l'effet des différents éléments alphagènes que l'on peut rencontrer. Le pourcentage de ces éléments est exprimé en pourcentage massique et chaque élément est précédé d'un coefficient pondérateur pour tenir compte de son pouvoir alphagène. L'équivalence en nickel suit exactement le même principe mais pour les éléments gammagènes. Plusieurs de ces formules empiriques existent dans la littérature, nous retiendrons celles proposées par Pryce et Andrews [Pryce et Andrews - 1960], reportées dans les équations ci-dessous. Elles permettent de prédire la présence théorique de phase depuis l'état solide. Il est à noter qu'une démarche similaire existe, proposée par Schaeffler [Schaeffler - 1949], pour prédire les phases obtenues depuis l'état liquide, se révélant forte utile dans les problématiques de soudage.

$$\boldsymbol{Ni_{éq}}\ (\%\boldsymbol{wt}) = (\%Ni) + 30.(\%C) + 0{,}5(\%Mn) \tag{1.1}$$

$$\boldsymbol{Cr_{éq}}\ (\%\boldsymbol{wt}) = (\%Cr) + (\%Mo) + 1{,}5.(\%Si) + 0{,}5.(\%Nb) \tag{1.2}$$

A l'aide des valeurs de $Cr_{éq}$ et de $Ni_{éq}$ calculées par les équations (1.1) et (1.2), il est possible d'obtenir une idée sur les phases composant l'alliage et leurs éventuelles stabilités en utilisant le diagramme en Figure 1.2. Les positions des alliages 304L, 316L et 310S, alliages utilisés dans cette étude, y sont représentés. Ces trois alliages sont contenus dans le domaine

purement austénitique ce qui signifie que ces nuances seront entièrement austénitiques. Le fait que les alliages 304L et 316L soient plus proches des domaines biphasés comparés à l'alliage 310S reflète la haute stabilité de la phase austénitique de ce dernier. La stabilité de la phase austénitique vis-à-vis de la transformation martensitique sera abordée plus en détail dans la suite de ce chapitre.

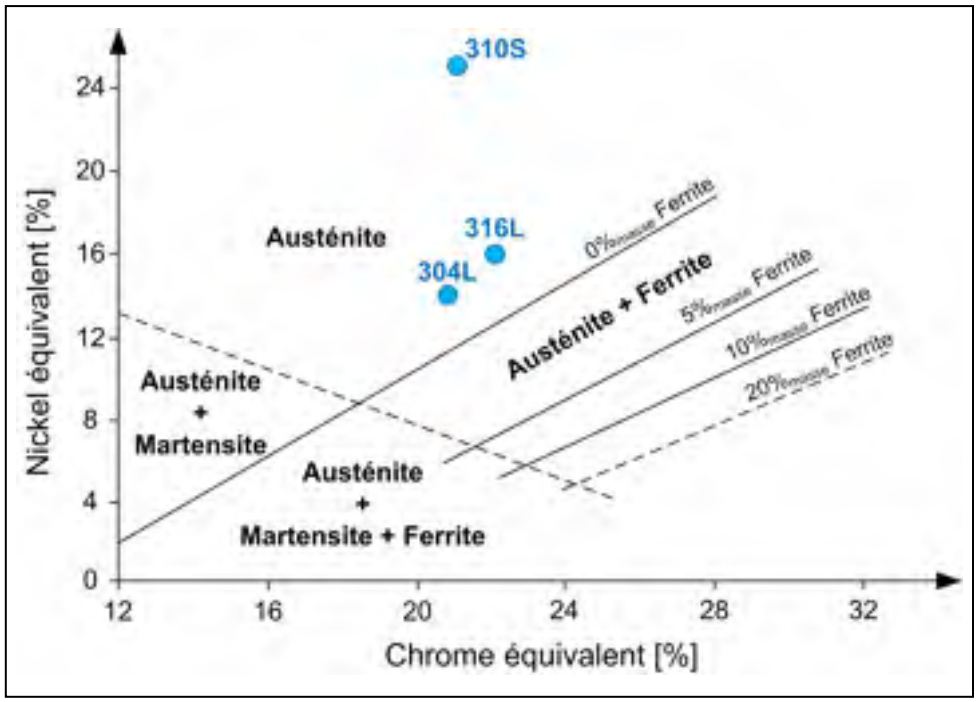


Figure 1.2 Diagramme de Pryce et Andrews [Pryce et Andrews - 1960] avec les valeurs obtenues pour les alliages 304L, 316L et 310S

Les aciers inoxydables austénitiques, quant à eux, sont donc caractérisés par une structure entièrement austénitique γ à température ambiante. Cette dernière est obtenue par un traitement thermique dit d'hypertrempe consistant à chauffer le matériau dans le domaine austénitique et à le tremper rapidement pour conserver cette structure à température ambiante. Il est à noter que l'hypertrempe est utilisée essentiellement pour empêcher la transformation ferritique, certaines nuances d'aciers inoxydables restent cependant insensibles aux vitesses de refroidissements et il n'est donc pas nécessaire de les tremper après déformation à chaud ou suite à un recuit. Les aciers inoxydables austénitiques sont

classés selon la norme américaine AISI ou la norme européenne EN 10088. La norme américaine, la plus couramment utilisée, regroupe les aciers inoxydables austénitiques selon 3 classes:

- AISI 200
  Cette nuance est adoptée essentiellement pour s'affranchir du nickel au prix élevé, utilisé dans les séries 300, en le replaçant par du manganèse. Les propriétés mécaniques de cette nuance se rapprochent de celles de la série 300.
- AISI 300
  Sujet de cette étude, c'est la série la plus couramment utilisée. Elle englobe les alliages d'aciers inoxydables alliés essentiellement en chrome et en nickel.
- AISI 600
  Cette nuance regroupe des séries spéciales, plus riches en éléments d'addition et définies selon l'application. Ici, le durcissement par vieillissement est utilisé pour augmenter la résistance mécanique.

Les trois aciers inoxydables austénitiques (304L, 316L, 310S) sujets de cette étude ne sont pas aptes à la trempe et la précipitation de carbures et généralement évitée pour ne pas dégrader les propriétés corrosives de ces derniers. Cependant, la phase austénitique de structure CFC qui compose ces alliages possède un grand potentiel d'écrouissage permettant de les durcir par déformation. Ainsi, un traitement mécanique déformant plastiquement les pièces de services sera généralement visé afin d'améliorer les propriétés mécaniques des aciers inoxydables austénitiques.

Avant de détailler les différents mécanismes d'accommodation à la déformation pouvant être rencontrés dans les structures CFC, il est important d'introduire ici la définition de l'énergie de faute d'empilement (EFE). L'EFE est une propriété atomique des matériaux, variant avec la composition et la température [Gallagher - 1970]. Elle est utilisée, entre autre, pour prédire les mécanismes de déformation plastique qui seront rencontrés. Dans le cas des structures CFC, lorsque l'EFE est élevée (> 200 mJ/m²), un écrouissage par mouvement des dislocations sera généralement rencontré. Lorsque celle-ci est faible, le maclage sera le mécanisme privilégié et, si l'équilibre des phases le permet, une transformation de phase

martensitique sera possible [Allain *et al.* - 2004 ; Curtze et Kuokkala - 2010]. Dans les cas des trois aciers inoxydables de cette étude, les EFE s'élèvent respectivement à 18, 78 et 94 mJ/m² pour les nuances 304L, le 316L et 310S d'après les travaux de Schramm et Reed [Schramm et Reed - 1975]. Ces alliages accommoderont donc la déformation principalement par maclage et/ou transformation de phase martensitique.

1.1.3 Déformation plastique des structures cubiques à faces centrées

Lorsque les premières études se sont essayées à modéliser le comportement mécanique des matériaux, les hypothèses reposaient sur des mailles cristallines parfaites, exemptes de défauts. Les valeurs de cisaillements estimées étaient alors plusieurs milliers de fois supérieures aux valeurs mesurées expérimentalement. C'est au début des années 1930, après les travaux de Orawan, Taylor et Polanyi [Orowan - 1934 ; Taylor - 1934 et Polanyi - 1934] qu'il fut proposé que le cisaillement pouvait se produire par glissement de défauts linéaires élémentaires nommés dislocations.

1.1.3.1 Durcissement par mouvement des dislocations

Les dislocations sont des défauts linéaires présents au sein de la matrice cristalline et responsable du comportement plastique des métaux. Le déplacement d'une dislocation s'effectuant sur des distances interatomiques, ce mouvement demande de fournir une certaine énergie, appelée force de Pierls-Nabarro, pour "avancer d'un cran". Cette force est notamment fonction de la distance à parcourir c'est pourquoi le glissement s'effectuera principalement sur les plans denses de la structure, là où les atomes sont empilés de manière compacte. Dans la structure CFC, les plans denses sont ceux de la famille {111} et les directions denses celles de la famille <110>. La Figure 1.3a propose une représentation d'un plan de la famille {111} contenu dans une structure CFC, les directions denses correspondent aux diagonales de chaque face.

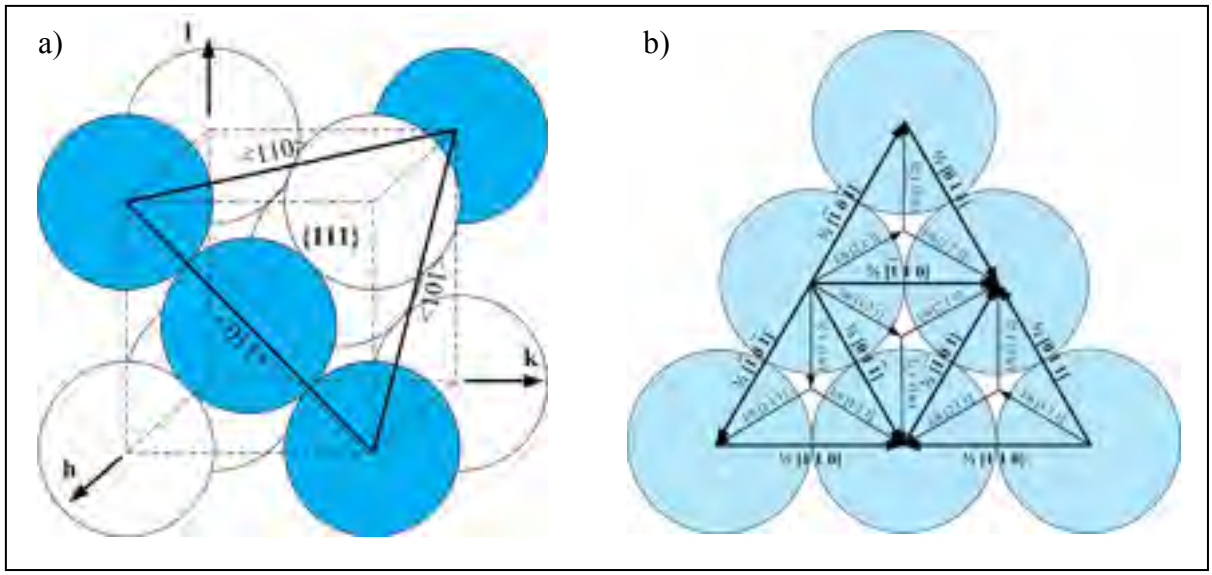


Figure 1.3 Représentations a) d'une maille CFC avec un plan (111) en bleu et b) du tétraèdre de Thompson projeté dans le plan $(1\bar{1}\bar{1})$

Le mouvement d'une dislocation est défini par un vecteur $\vec{b}$, appelé vecteur de Burgers, défini par une distance fonction du paramètre de maille "a" et d'une direction <u, v, w>. Pour les structures CFC, une dislocation parfaite sera définie par $\frac{a}{2}$<110>. Lorsqu'une dislocation augmente en longueur, son énergie croit et elle peut alors se dissocier en changeant de direction pour atteindre un état énergétique inférieur et plus stable. La Figure 1.3b montre un exemple du tétraèdre de Thompson décrivant la dissociation de dislocations parfaites en deux dislocations partielles dites de Shockley. Cette décomposition permet à une dislocation parfaite $\frac{a}{2}$ [110] de se dissocier en deux dislocations partielles de Shockley selon l'équation (1.3):

$$\frac{a}{2}[110] = \frac{a}{6}[211] + \frac{a}{6}[12\bar{1}] \tag{1.3}$$

Les dislocations partielles de Shockley provenant d'une même dislocation parfaite seront toutes deux contenues dans le même plan {111} contrairement à une dislocation parfaite qui peut glisser sur deux plans {111}. En se dissociant, les dislocations partielles génèrent un

espace contenant un défaut dans la séquence d'empilement des plans atomiques. Le défaut créé suite à cette modification du réseau cristallin est appelé faute d'empilement.

On utilise le terme faute d'empilement lorsqu'une modification de la séquence d'empilement atomique est introduite dans le réseau cristallin (Figure 1.4). La dissociation des dislocations vue auparavant introduit une faute d'empilement dans l'espace les séparant. Deux mécanismes rentrent alors en compétition: i) les deux dislocations créées exerceront une force de répulsion entre elles. Cette force de répulsion, proportionnelle à l'inverse de la distance $d_{shockley}$ qui les sépare, aura alors tendance à maximiser $d_{shockley}$ pour réduire l'énergie du système, ii) la faute d'empilement créée entre ces dislocations exercera une énergie proportionnelle à *d* qui aura pour effet de vouloir minimiser cette distance. Cette interaction donnera lieu à un équilibre entre ces deux forces représentées par $d_{éq}$. Cette valeur dépendra donc de l'EFE du matériau considéré. Les matériaux ayant une faible EFE présenteront plus de dislocations partielles qui seront plus espacées permettant une restauration importante des structures de déformation générées.

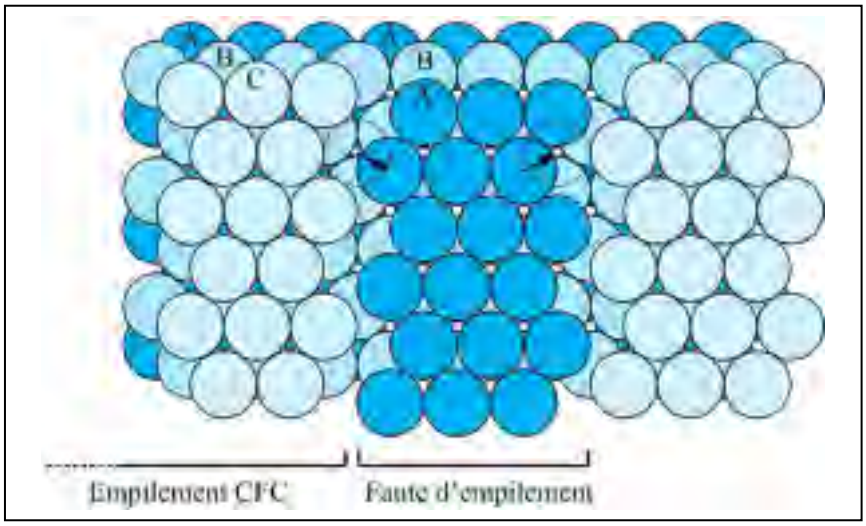


Figure 1.4 Représentation schématique d'une faute d'empilement dans une structure CFC

La Figure 1.1 présentée au début de ce chapitre exposait une variante hexagonale du fer pur sous très forte pression (> 13 GPa). Cette phase peut aussi être obtenue par déformation plastique. En effet, l'empilement des plans basaux {10.0} des structures hexagonales et celui

des plans denses {111} des structures CFC présente la même compacité mais diffère au niveau de la séquence d'empilement. Si une faute d'empilement engendrée par la création de dislocations partielles est présente tous les deux plans de la famille {111} considérés, la structure CFC devient alors HC, cette phase est appelée ε (comme en Figure 1.1) et elle joue un rôle prépondérant dans la transformation de phase martensitique induite par déformation qui sera abordée plus en détail à la fin de cette section.

1.1.3.2 Le maclage

Une autre forme de faute d'empilement peut être trouvée dans les structures de type CFC: la macle. Le maclage, en d'autres termes, le mécanisme de création d'une macle, caractérise un déplacement de la maille cristalline selon une symétrie "miroir". Le maclage peut être d'origine thermique lors de la croissance de grains ou un produit de l'effort appliqué. Il est important de dissocier le glissement du maclage: premièrement, le réseau avant et après passage d'une dislocation par glissement reste inchangé alors que tout un volume du réseau est cisaillé lors du maclage. Deuxièmement, le glissement se déplace selon un nombre multiple de la distance interatomique là où le mouvement des atomes associé au maclage est inférieur à une distance interatomique.

Le maclage est défini selon un plan et une direction qui, dans le cas des structures CFC, se produit sur les plans {111} selon une rotation de 60° (Figure 1.5). Il est le plus souvent constaté lorsque la vitesse de déformation est élevée et dans les matériaux ayant une faible EFE. Aux basses températures, le glissement n'est plus favorable et l'EFE diminue entraînant une augmentation de l'activité de déformation par maclage.

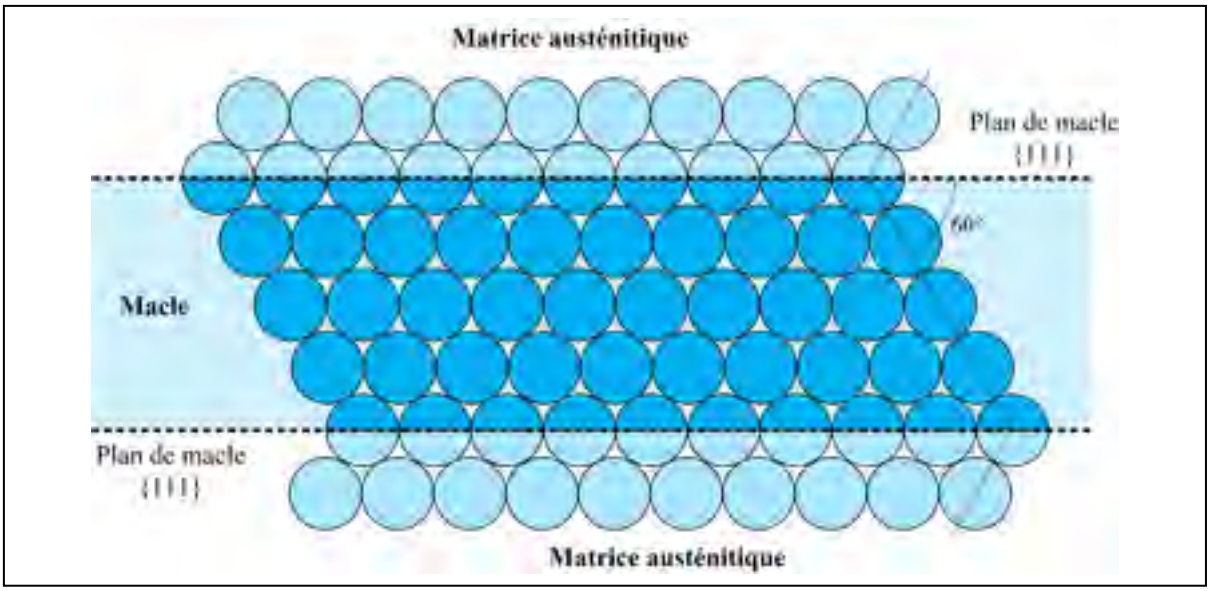


Figure 1.5 Représentation schématique de la formation d'une macle dans un réseau CFC

1.1.4 La transformation de phase martensitique

Le terme "transformation de phase martensitique" définit toutes modifications de phase cristalline intervenant par mouvement coopératif des atomes sur des distances inférieures aux espacements interréticulaires et, par définition, n'impliquant pas de diffusion atomique. Elle est alors qualifiée de transformation displacive de premier ordre. Cette forme de transformation de phase intervient dans de nombreux matériaux purs ou alliés (cobalt, titane, zirconium) et notamment les aciers inoxydables austénitiques soit lors d'un refroidissement soit lors de déformation.

1.1.4.1 Cristallographie et relations d'orientations des phases martensitiques dans les aciers inoxydables

Due au caractère displassif de la transformation, la phase héritée possède la même composition chimique que la phase mère. Dans le cas des aciers, la martensite α' se retrouve par conséquent sursaturée en éléments d'alliage comparativement à la ferrite-α stable à cette température. Ceci peut jouer un rôle important notamment dans le cas du carbone, dû au faible taux d'insertion de la phase CC héritée ($C\%_{masse} < 0.02\ \%_{masse}$). La Figure 1.6 présente

l'évolution du paramètre de maille de l'austénite a_γ ainsi que ceux de la martensite α' cubique $a_{\alpha'}$ et quadratique $a_{\alpha'\,q}$ et $c_{\alpha'\,q}$, en fonction du taux de carbone inséré dans la maille. Le carbone piégé en trop grande quantité aura pour effet de distordre la structure martensitique en lui donnant la forme d'une structure quadratique centrée. Lorsque le taux de carbone est proche de zéro, la martensite décrit alors une structure CC assimilable à celle de la ferrite α. Dans certains cas particuliers, la phase hexagonale intermédiaire dénommée martensite ε peut apparaître sous l'effet d'une déformation. Le Tableau 1.1 résume les structures, les symétries cristallographiques et les paramètres de maille des phases pouvant être impliqués dans la transformation de phase martensitique. La transformation de phase martensitique est aussi accompagnée d'une augmentation de volume. Cette variation de volume dépend en partie du taux de carbone de l'alliage [Moyer et Ansell - 1975] et s'élève à 2,7 % avec les structures et paramètres de mailles des deux phases donnés dans le Tableau 1.1.

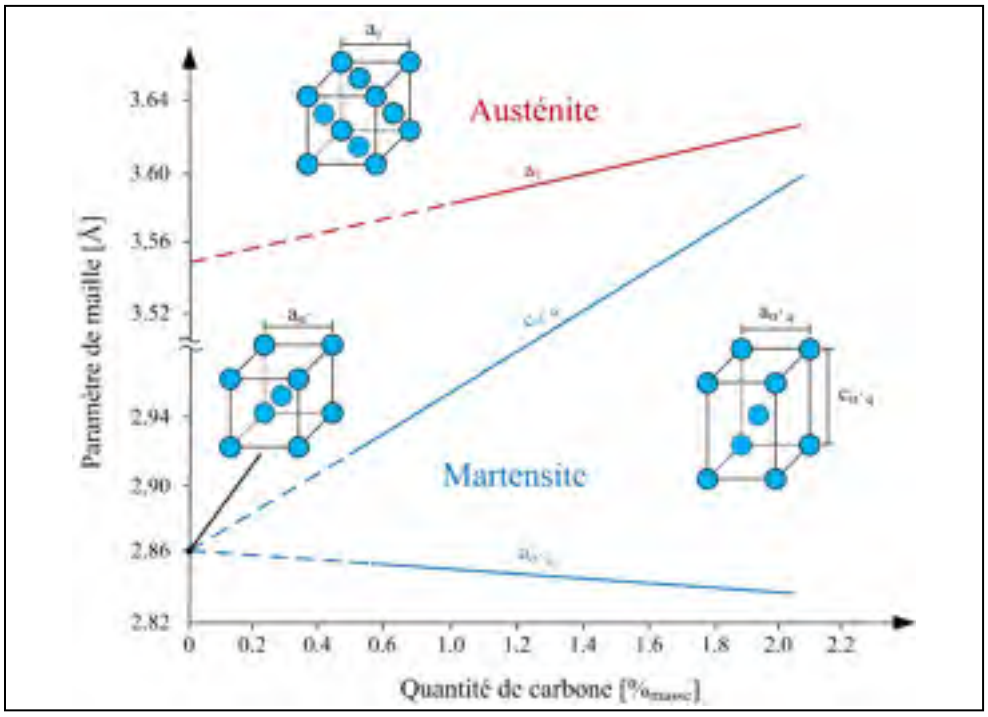


Figure 1.6 Modifications des paramètres de mailles de l'austénite et de la martensite en fonction de la quantité de carbone insérée
[Lacombe, Baroux et Beranger - 1990]

Tableau 1.1 Paramètres cristallographiques des phases impliquées dans la transformation de phase martensitique

Phase	Structure cristalline	Groupe d'espace	Paramètre de maille [Å]
Austénite γ	CFC	Fm-3m	$a_\gamma = 3.5870$
Martensite ε	HC	P63/mmc	$a_\varepsilon = 2.5303$ $c_\varepsilon = 4.1342$
Martensite α'	CC	Im-3m	$a_{\alpha'} = 2{,}8722$

Un aspect fondamental de la transformation de phase martensitique est le fait qu'elle lie la phase mère et la phase héritée par un plan frontière invariant appelé plan d'habitat. Bain et Dunkirk [Bain et Dunkirk - 1924] définissent la transformation de phase par une contraction et une rotation de la phase mère; cependant, les observations expérimentales ne respectent pas strictement cette relation d'orientation. De nombreux travaux se sont donc attachés à décrire les relations d'orientation reliant les différentes phases concernées dans une large gamme d'acier; les relations les plus connues sont regroupées dans le Tableau 1.2. La relation d'orientation dépendra notamment de la teneur en élément d'insertion, notamment le carbone dans le cas des alliages base fer. Les aciers à faible teneur en carbone sont caractérisés par la relation de Kurdjumow et Sachs [Kurdjumow et Sachs - 1930] (K-S). Pour les aciers de moyenne et forte teneurs en carbone, les relations de Nishiyama [Nishiyama - 1934] (confirmées par Wassermann [Wassermann - 1935] d'où la dénomination Nishiyama-Wassermann (N-W)) et de Greninger et Troiano [Greninger et Troiano - 1949] (G-T) seront principalement observées. Les relations d'orientations observées dans les aciers inoxydables austénitiques respectent dans la majorité des cas les relations de K-S entre les phases γ / α' et de Kelly [Kelly - 1965] lorsque la martensite ε prend part à la séquence de transformation γ / ε / α'. Le Tableau 1.2 introduit aussi la notion de variant martensitique qui dépend directement des familles de plans et des directions considérées dans la relation d'orientation. Pour la relation de K-S, les quatre plans de la famille {111} possèdent six directions <110> permettant la formation théorique de 24 variants de martensite α'.

Tableau 1.2 Relations d'orientations reliant la phase mère et la/les phase(s) héritée(s) après transformation martensitique dans les bases ferreuses. Les abréviations correspondent à K-S: Kurdjumov-Sachs, N-W: Nishiyama-Wasserman et G-T: Greninger-Troiano

Relation d'orientation	**Plans parallèles** *phase mère // phase héritée*	**Directions parallèles** *phase mère // phase héritée*	**Nbr. de variants**
[Bain et Dunkirk - 1924]	$\{100\}_\gamma // \{100\}_{\alpha'}$	$<100>_\gamma // <110>_{\alpha'}$	3
[Kurdjumow et Sachs - 1930]	$\{111\}_\gamma // \{110\}_{\alpha'}$	$<110>_\gamma // <111>_{\alpha'}$	24
[Nishiyama - 1934] [Wassermann - 1935]	$\{111\}_\gamma // \{110\}_{\alpha'}$	$<211>_\gamma // <111>_{\alpha'}$	12
[Greninger et Troiano - 1949]	$\sim 1°$ $\{111\}_\gamma // \{110\}_\alpha$	$\sim 2.5°$ $\{211\}_\gamma // \{110\}_\alpha$	24
[Kelly - 1965]	$\{111\}_\gamma // \{0001\}_\varepsilon // \{110\}_{\alpha'}$	$<110>_\gamma // <1210>_\varepsilon // <111>_{\alpha'}$	24

La transformation de phase martensitique suit donc des règles d'orientations cristallines et demande un réarrangement local des atomes au sein de la microstructure. Une énergie d'activation doit donc être compensée pour permettre à la transformation d'avoir lieu. L'énergie d'apport peut être d'origine thermique ou induite par un effort mécanique.

1.1.4.2 La martensite activée thermiquement

D'un point de vue thermodynamique, la transformation γ→α' résulte d'une diminution de l'enthalpie libre entre les deux phases. On peut exprimer cette énergie par l'équation (1.4) qui donne la différence d'enthalpie libre de l'austénite $G_\gamma(T)$ et de la martensite $G_{\alpha'}(T)$ à une température T ainsi que l'addition d'un terme W_p représentant un effort externe.

$$\Delta G(T) = G^{\gamma}(T) - G^{\alpha'}(T) + W_p \tag{1.4}$$

Elle est par définition positive lorsque l'austénite est la phase stable et négative dans le cas inverse (Figure 1.7). On définit alors une température caractéristique T_0 qui correspond à l'équilibre thermodynamique entre les deux phases. La température à laquelle la martensite se formera sera néanmoins inférieure à T_0 car l'énergie nécessaire à la création d'une interface et celle liée à la déformation élastique accompagnant la transformation doivent être ajoutées dans le bilan énergétique global. On définit ainsi une température de début de transformation martensitique M_s, inférieure à T_0.

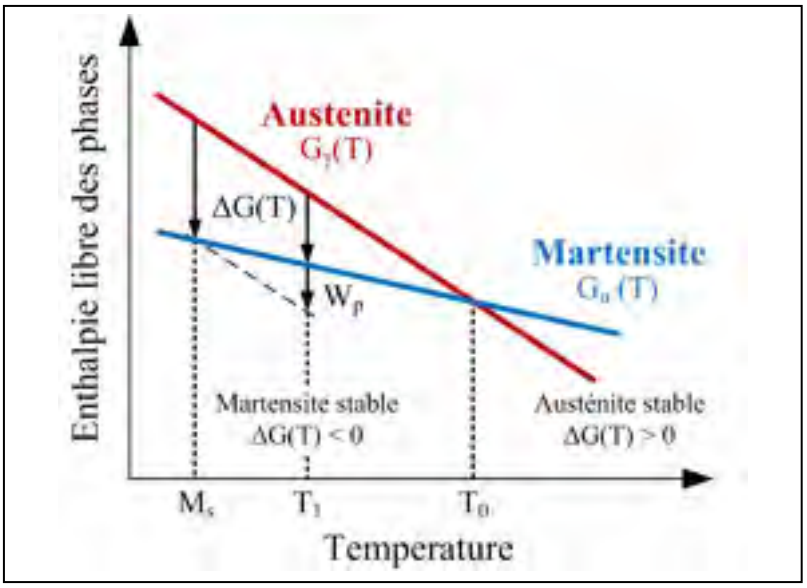


Figure 1.7 Représentation de l'énergie libre de l'austénite et de la martensite en fonction de la température

La température de début de transformation M_s est influencée par de nombreux paramètres comme l'état de déformation, la taille de grain ou encore la composition chimique. De nombreux ouvrages recensent des formules obtenues empiriquement sur divers alliages pour estimer cette température caractéristique. Trois équations données par les travaux de Pickering [Pickering - 1978] en équation (1.5), Eichelman et Hull [Eichelman et Hull - 1953] en équation (1.6) et Monkman, Cuff et Grant [Monkman, Cuff et Grant - 1957] en équation (1.7) sont présentées ci-dessous:

$$M_{s_{Pickering}}(°C) = 502 - 810 \times \%C - 1230 \times \%N - 13 \times \%Mn - 30 \times \%Ni - 12 \times \%Cr - 54 \times \%Cu - 46 \times \%Mo \quad (1.5)$$

$$M_{s_{Eichelmann}}(°C) = 1350 - 1665 \times (\%C + \%N) - 28 \times \%Si - 33 \times \%Mn - 42 \times \%Cr - 61 \times \%Ni \quad (1.6)$$

$$M_{s_{Monkman}}(°C) = 1182 - 1456 \times (\%C + \%N) - 37 \times \%Cr - 57 \times \%Ni \quad (1.7)$$

Bien que ces formules permettent d'estimer la température de début de transformation, elles présentent l'inconvénient d'être basées sur l'extrapolation de résultats expérimentaux. De grandes différences de résultats peuvent alors être obtenues avec différentes formules appliquées au même alliage. Les résultats obtenus avec ces trois formules et pour les alliages de cette étude sont donnés dans le Tableau 1.3.

Tableau 1.3 Estimations des températures de début de transformation M_s pour les alliages liés à cette étude

Références	M_s [° C]		
	304L	316L	310S
[Pickering - 1978]	-79 °C	-183 °C	
[Eichelman et Hull - 1953]	-117 °C	-122 °C	< -273 °C
[Monkman, Cuff et Grant - 1957]	-80 °C	-100 °C	

Si le début de la transformation martensitique est caractérisé par la température M_s, la température de fin de transformation est définie par M_f. Dans l'optique d'obtenir une structure entièrement martensitique, il est nécessaire que la température de fin de traitement thermique soit inférieure à M_f. Concernant les aciers inoxydables austénitiques utilisés pour cette recherche, il apparait qu'un traitement thermique sera difficilement applicable. En effet, les températures de début et de fin de transformation sont généralement bien inférieures à la température ambiante (Tableau 1.3). Il sera alors préférable d'assistée et/ou d'induire cette transformation par déformation dans ces alliages.

1.1.4.3 La martensite produite par déformation

La transformation de phase martensitique étant caractérisée par un mouvement coopératif des atomes, l'énergie nécessaire à ce déplacement peut être obtenue par un effort externe d'origine mécanique lors de la déformation. La température T_1 représentée dans la Figure 1.7 ne produit pas une différence d'énergie suffisante pour déclencher la transformation martensitique thermiquement. Cependant, à l'aide d'une énergie externe notée ici W_p, l'énergie devient suffisante pour permettre la transformation de phase. Par analogie avec la température de début de transformation M_s, une température dénommée M_d permet d'estimer la température à laquelle il n'est plus possible de former de martensite, même sous sollicitation mécanique. Il est cependant plus courant d'utiliser le terme M_{d30} donnant la température à laquelle 50 % de martensite sera produit sous une déformation vraie de 30 %. Quatre équations empiriques obtenues par les travaux de Angel [Angel - 1954] en équation (1.8), Gladman, Hammond et Marsh [Gladman, Hammond et Marsh - 1974] en équation (1.9), Sjöberg [Sjöberg - 1973] en équation (1.10) et Nohara, Ono et Ohashi [Nohara, Ono et Ohashi - 1976] en équation (1.11) permettent l'estimation de M_{d30} pour les alliages de l'étude (Tableau 1.4).

$$M_{d_{30}\,Angel}(°C) = 413 - 462.(\%C + \%N) - 9{,}2.\%Si - 8{,}1.\%Mn - 13{,}7.\%Cr - 9{,}5.\%Ni - 18{,}5.\%Mo \quad (1.8)$$

$$M_{d_{30}\,Gladman}(°C) = 497 - 462.(\%C + \%N) - 9{,}2.\%Si - 8{,}1.\%Mn - 13{,}7.\%Cr - 20.\%Ni - 18{,}5.\%Mo \quad (1.9)$$

$$M_{d_{30}\,Sjoberg}(°C) = 608 - 515.\%C - 821.\%N - 7{,}8.\%Si - 12.\%Mn - 34.\%Ni - 13.\%Cr - 6{,}5.\%Mo \quad (1.10)$$

$$M_{d_{30}\,Nohara}(°C) = 551 - 462.(\%C + \%N) - 9{,}2.\%Si - 8{,}1.\%Mn - 13.7.\%Cr - 29.(\%Ni + \%Cu) - 18.5.\%Mo - 68.\%Nb \quad (1.11)$$

Tableau 1.4 Estimation des températures M_{d30} caractérisant l'obtention de 50% de martensite sous 30% de déformation vraie

Références	M_{d30} [° C]		
	304L	316L	310S
[Angel - 1954]	29 °C	9 °C	-155 °C
[Gladman, Hammond et Marsh - 1974]	29 °C	-13 °C	-272 °C
[Sjöberg - 1973]	22 °C	-18 °C	-
[Nohara, Ono et Ohashi - 1976]	11 °C	-49 °C	-

L'évolution de la contrainte critique nécessaire pour activer la transformation martensitique en fonction de la température est présentée en Figure 1.8, avec M^{σ}_{s} la température à laquelle une transition entre un effort élastique et plastique est nécessaire à la formation de martensite et Md la température où il n'est plus possible de former de martensite. Il est possible de distinguer deux types de transformation martensitique déclenchée par déformation:

- **La transformation assistée par la contrainte (AC)**: intervenant entre M_s et $M^{\sigma}_{s,}$ l'énergie demandée est ici faible et une déformation élastique est suffisante pour déclencher la transformation de phase.

- **La transformation induite par la déformation (ID)**: formée entre M^{σ}_s et M_d, l'écoulement plastique réalisé sous une contrainte supérieure à la limite d'élasticité fournit ici l'énergie nécessaire pour provoquer la transformation de phase.

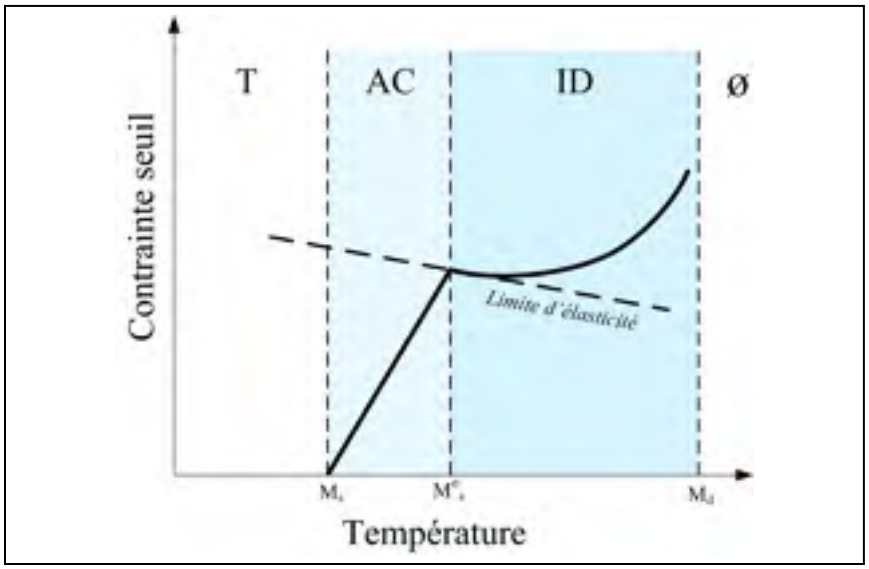


Figure 1.8 Contrainte seuil de transformation martensitique en fonction de la température de déformation. T: thermiquement, AC: assistée par la contrainte, ID: induite par déformation et ø: aucune transformation

Considérant que la force motrice permettant la transformation martensitique est essentiellement de nature chimique lorsque le matériau est porté près de sa température de transformation spontanée M_s [Olson et Cohen - 1972], l'énergie nécessaire pour induire la transformation martensitique peut alors devenir relativement faible. Ainsi une déformation élastique s'avère suffisante pour déclencher le changement de phase. Lorsque la température est augmentée (entre M^{σ}_s et M_d), l'énergie nécessaire pour déclencher la transformation devient plus importante jusqu'à ce que les défauts induits par la déformation soient nécessaires pour former de la martensite. La martensite devient alors induite par la plasticité.

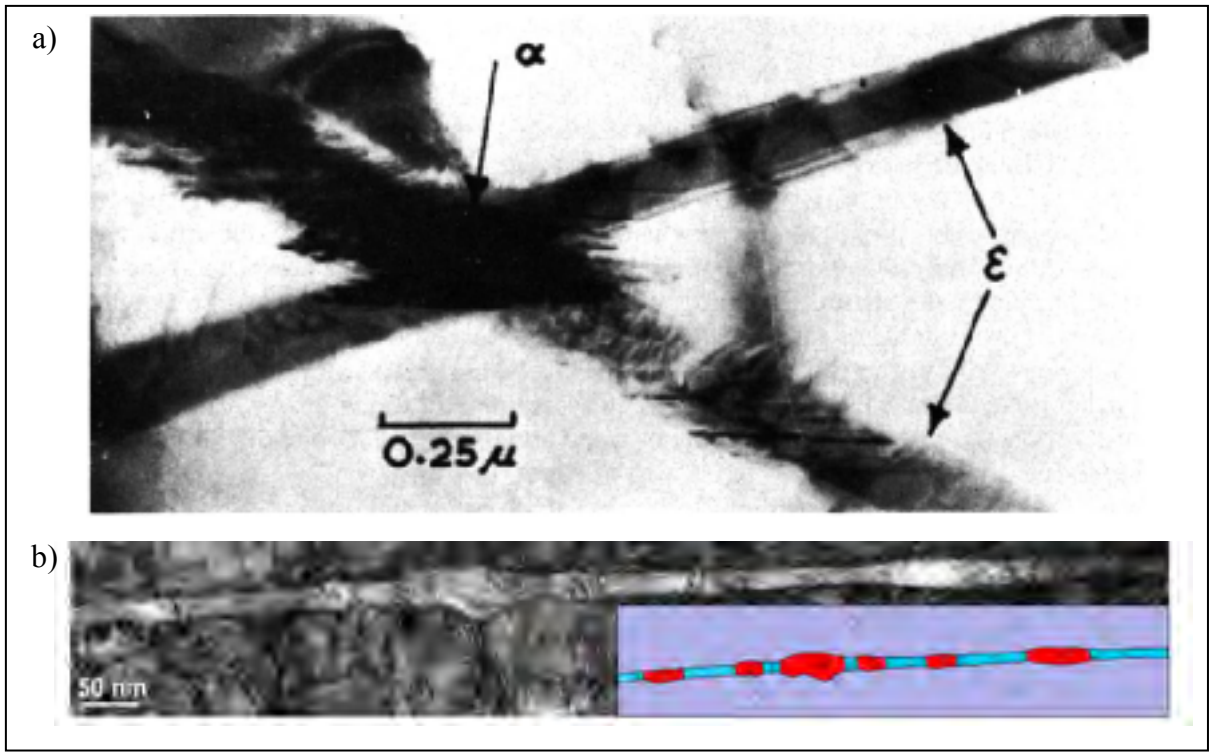


Figure 1.9 Exemple de la germination de martensite α a) à l'intersection de deux bandes de martensite ε [Venables - 1961] et b) à l'intérieure d'une bande unique de martensite ε [Yang, Sun et Zhang - 2015]. L'austénite γ est ici représentée en gris, la martensite ε en bleu et la martensite α' en rouge sur le schéma inséré

Les travaux menés sur la martensite formée par déformation reportent que tous les types de défauts induits par déformation peuvent prendre part à la formation de martensite α' [Olson et Cohen - 1972 ; Fujita et Katayama - 1992], que ce soit la phase ε, des bandes de glissement ou encore des macles. En déformant un alliage 304 sous température cryogénique, Venables [Venables - 1961] a observé la formation d'un embryon de martensite α' à l'intersection de deux bandes de martensite ε (Figure 1.9.a). De plus, la phase α' peut germer et croître dans une unique bande de martensite ε [Li *et al.* - 2014 ; Yang, Sun et Zhang - 2015] comme le montre la Figure 1.9.b. La martensite ε peut donc être une phase de transit permettant la formation de martensite α' afin d'accommoder un taux de déformation croissant. En plus des interactions de la martensite ε, la création d'un germe de martensite α' a été observé à l'intersection de bandes de déformation, au niveau de l'interaction entre des bandes de déformation et des joints de grains [Sabooni *et al.* - 2015] et à l'intersection de

macles de déformation [Lecroise et Pineau - 1972]. Tous ces mécanismes ont en commun de cisailler deux fois le volume contenu à l'intersection selon les directions <112> des plans {111} de l'austénite mère, donnant lieu à une structure cubique centrée caractéristique de la martensite α'. La quantité de martensite ainsi formée dépend alors du nombre de germes créés et de la coalescence des germes ainsi formés [Murr *et al.* - 1982].

Compte tenu de ces observations, il est alors possible de cumuler les effets de la déformation et de la température afin de faire varier les cinétiques de transformation, notamment dans les aciers ayant des températures de début de transformation M_s très basses. Olson et Cohen [Olson et Cohen - 1975] ont proposé une formule empirique permettant d'estimer la quantité de martensite produite dans un alliage 304 pour une température et un taux de déformation donnés (Équation 1.12).

$$f_{\alpha'} = 1 - \exp(-\beta.(1 - \exp(-\alpha.\varepsilon))^n) \qquad (1.12)$$

Dans cette équation, la fraction de martensite $f_{\alpha'}$ dépend du taux de déformation ε mais aussi des paramètres α et β représentant respectivement le taux de formation des défauts de déformation (sensible à la température) et la probabilité que ces derniers forment un embryon de martensite α' par intersection. L'exposant n est une valeur obtenue par dérivation du paramètre β en fonction de la température et vaut 4,5 dans le cas de l'acier inoxydable 304.

En cumulant les effets d'une baisse d'énergie nécessaire au déclenchement de la transformation de phase à la création de site de germination par déformation plastique, il est possible d'augmenter considérablement la quantité de martensite produite pour un taux de déformation donné (Figure 1.10). Les fractions de martensite α' formées en fonction du taux de déformation suivent alors des tendances sigmoïdales comme définie dans la formule précédente.

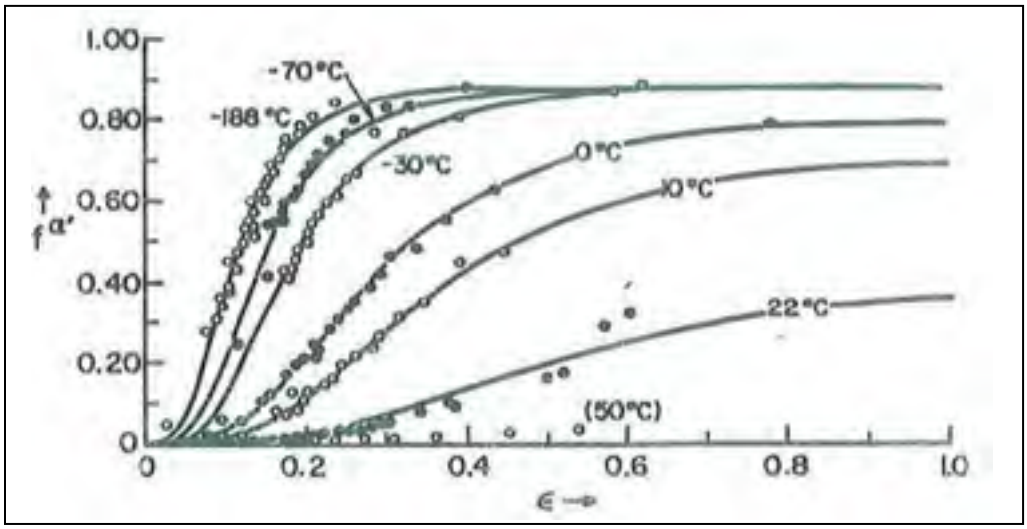


Figure 1.10 Évolution de la quantité de martensite α' ($f^{\alpha'}$) en fonction du taux (ε) et de la température de déformation [Olson et Cohen - 1975]

1.1.5 Limitation à la transformation de phase martensitique

La limitation de la transformation martensitique, couramment dénommée stabilisation de la phase austénitique, englobe toutes modifications de paramètres rendant les cinétiques de transformation difficiles, voir impossibles. En d'autres termes, elle désigne tous les facteurs modifiant les températures de début de transformation M_s et M_{d30}. Hormis la température dont l'effet a été décrit auparavant, les critères influant la cinétique de transformation martensitique peuvent être décrits suivant deux paramètres majeurs:

Les études s'attachant à décrire la cinétique de transformation martensitique induite par déformation reportent une diminution de la fraction de martensite formée due à **l'échauffement adiabatique** généré lors de sollicitations sous fortes vitesses de déformation. En effet, Les matériaux ductiles, et les aciers inoxydables austénitiques en particulier, sont sujets à des échauffements lorsqu'ils sont soumis à des vitesses de déformations élevées. Ce phénomène a été reporté pour différentes conditions de chargement comme la traction uniaxiale [Talonen et Hänninen - 2007], la fatigue par flexion pur [Amiri et Khonsari - 2010], la flexion rotative [Lipski - 2016] ou encore lors d'impact par projectiles [Staudhammer et Murr - 1981] et par barre d'Hopkinson [Lee et Lin - 2001].

Le second paramètre à prendre en compte est **la taille de grain de la phase mère austénitique**. La Figure 1.11a montre l'évolution de la fraction de martensite produite thermiquement dans un acier 304L en fonction de la taille de grain de la matrice austénitique. En utilisant différentes tailles de microstructures austénitiques, Matsuoka et al. [Matsuoka *et al.* - 2013] ont observé qu'en augmentant la taille de grain, la quantité de martensite α' induite thermiquement augmente. Cependant, une taille de grain inférieure à 20 µm limite la quantité de martensite produite.

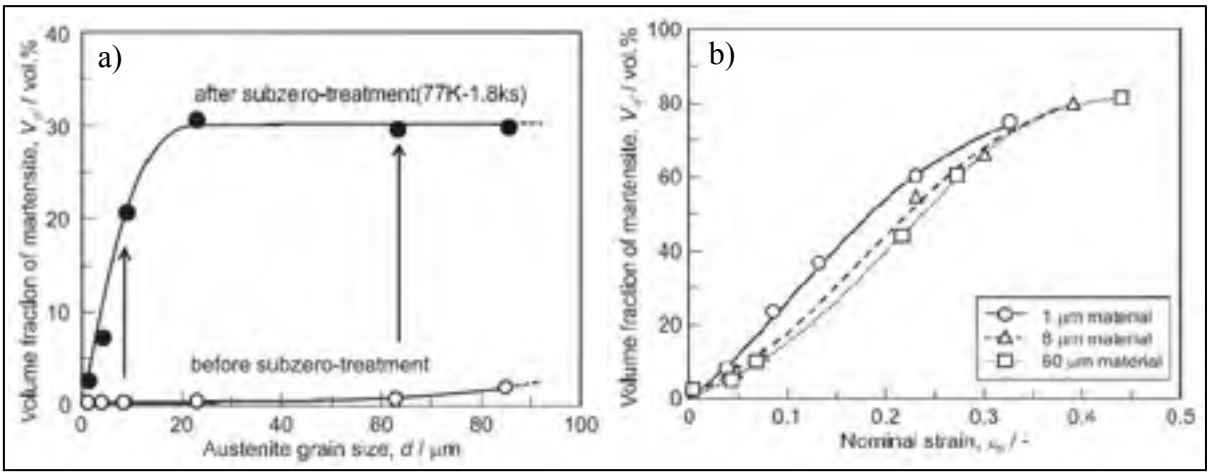


Figure 1.11 Influence de la taille de grain de la phase austénitique sur la transformation de phase martensitique a) produite thermiquement et b) induite par déformation [Matsuoka *et al.* - 2013]

La transformation induite par déformation n'est pas impactée par la réduction de la taille de grain (Figure 1.11.b). Cependant, lorsque la réduction de la taille de grain atteint une limite, généralement submicrométrique, le maclage est drastiquement réduit limitant de manière implicite la fraction de martensite produite [Y. F. Shen *et al.* - 2015], si la maclage est le mécanisme de transformation mis en jeu.

Finalement, certaines observations reportent l'effet des variations de compositions chimiques locales sur la transformation de phase. Dans le cas des aciers austénitiques de base Fe-Cr-Ni, une distribution non homogène des éléments en solution solide peut influer la morphologie et la séquence de transformation martensitique [Man *et al.* - 2016]. Néanmoins, cette dernière

observation n'est pas toujours applicable car de fortes variations de compositions chimiques locales doivent être présentes à l'origine dans la matrice.

1.1.6 Influence de la transformation de phase martensitique sur le comportement mécanique des aciers inoxydables austénitiques métastables

Le comportement mécanique complexe des aciers inoxydables austénitiques offre de nombreuses voies, à l'échelle microstructurale, pour déclencher la transformation de phase induite par déformation. En observant les structures obtenues à différents taux de déformations par microscopie électronique à transmission, Shen et al. [Shen *et al.* - 2012] ont pu définir la séquence des mécanismes de déformation d'un acier 304L par des essais de traction à température ambiante (Figure 1.12). Pour des taux de déformations faibles (< 20%), l'accommodation sera réalisée par la création de dislocations (Ds), de fautes d'empilements (SFs) puis de martensite ε. Il est à noter que la création de dislocations est le premier mécanisme de déformation activé au cours de la déformation et c'est à partir de 10 % de déformation que les fautes d'empilements, et la martensite ε qui en découle, se forment. Cette observation implique que la martensite ε est une phase induite par la déformation. Pour un taux de déformation supérieur, le maclage ("Twins" en anglais) interviendra et la martensite α' sera formée pour des taux de déformation supérieure à 30 %. Finalement la martensite ε sera complètement transformées et seules des dislocations, des macles et de la martensite α' seront observables pour des taux de déformations élevés (> 55 %).

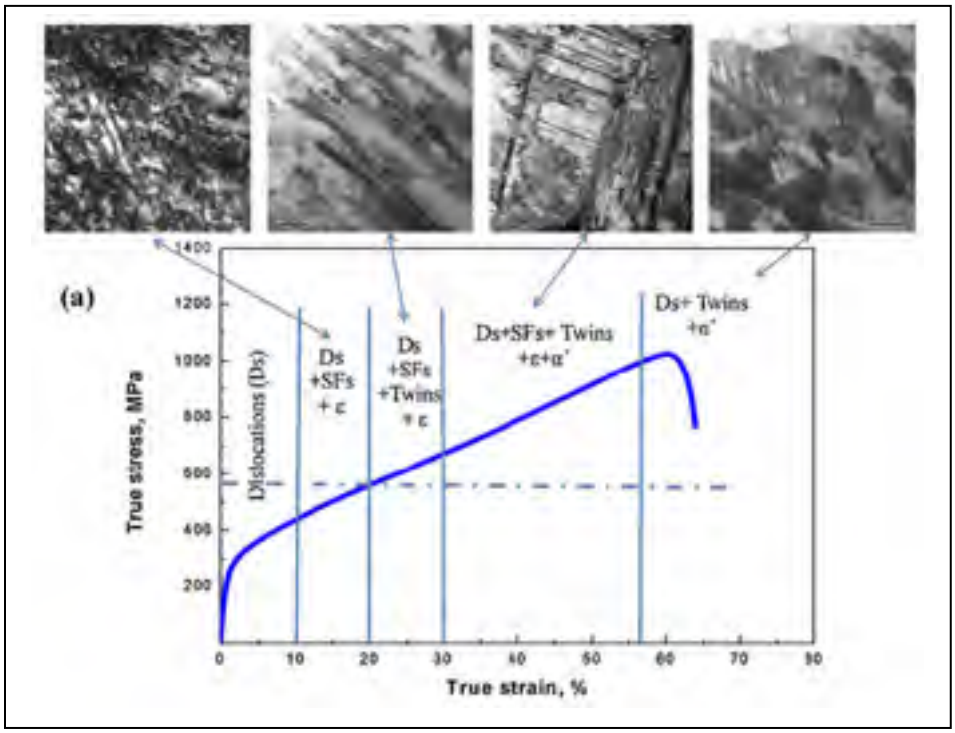


Figure 1.12 Mécanismes de déformations observés lors d'un essai de traction sur un alliage 304 à température ambiante [Shen *et al.* - 2012] avec SFs pour les fautes d'empilement, ε et α' pour les martensites ε et α' et Twins pour les macles

Considérant que l'austénite et la martensite ne possèdent pas les mêmes caractéristiques mécaniques, les comportements en traction uniaxiale seront aussi influencés par la transformation de phase. La Figure 1.13 présente les résultats de tractions axiales obtenues par Park et al. [Park *et al.* - 2011] sur un acier 304L pour différentes températures et une vitesse de déformation de $1{,}6.10^{-4}$ s^{-1}.

Le comportement de l'alliage 304L à température ambiante est typique d'un essai de traction conventionnel avec un domaine élastique puis une étape d'écrouissage plastique en amont de la rupture. Cependant, la formation de martensite α' est fortement probable au sein de l'alliage 304L à température ambiante mais celle-ci sera principalement induite par la déformation. De ce fait, la transformation martensitique prend par à la déformation plastique en augmentant le taux d'écrouissage et aucune étape de durcissement secondaire n'est visible.

Lorsque la déformation est réalisée à basse température, une seconde étape d'écrouissage intervient vers 10% de déformation permettant d'augmenter considérablement la résistance à

la traction. Cette sensibilité à la température est directement liée à la formation de martensite lors de la déformation. En effet, en baissant la température, l'énergie nécessaire pour induire la transformation de phase diminue et une fraction plus importante de martensite α' sera générée. Néanmoins, dans ce cas, la martensite α' ne sera pas uniquement induite par la déformation plastique. Elle pourra aussi être assistée par la contrainte, permettant ainsi de créer une seconde étape d'écrouissage d'autant plus importante que la température est basse. Il est à noter qu'une légère baisse de la contrainte est observable une fois la limite élastique dépassée. Ce phénomène "d'adoucissement" est causé par la formation de la phase ε, déjà reporté par Olson [Olson - 1984], pour les matériaux de faibles EFE [Datta *et al.* - 2009]. Une baisse d'élongation est cependant à noter lorsque les températures utilisées deviennent très basses (< -120 °C).

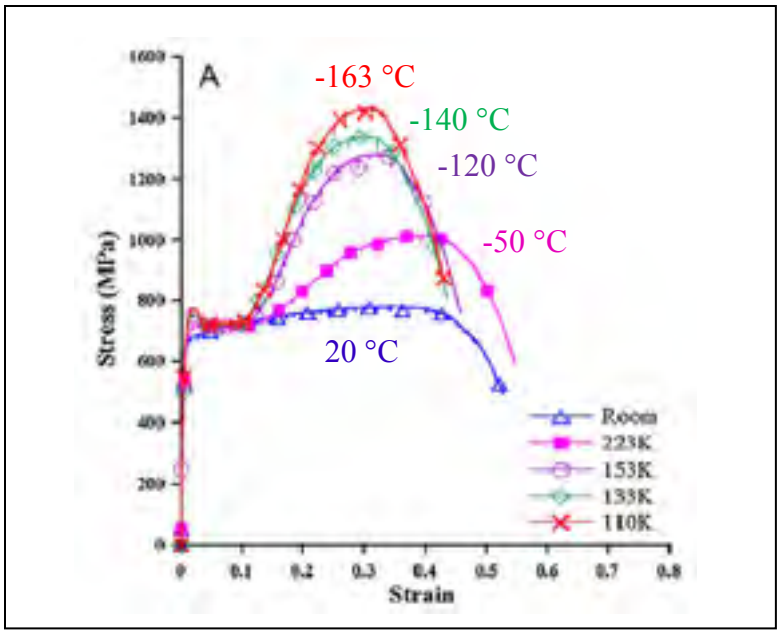


Figure 1.13 Courbes de traction uniaxiale réalisées sur un acier 304L à température ambiante et sous conditions cryogéniques [Park *et al.* - 2011]

Une différence de limite élastique peut être observée entre le matériau de la Figure 1.12 et ceux de la Figure 1.13, ~300 MPa versus ~650 MPa. Ceci est fort probablement dû au fait que le matériau ayant une limite d'élasticité plus faible est à un état restauré avec une

microstructure recristallisée tandis que ceux de plus hautes limites d'élasticité soient écrouis par le procédé de mise en forme (tréfilage).

Le comportement des aciers austénitiques métastables peut alors se résumer en traçant l'évolution de la résistance à la traction et de l'allongement à rupture en fonction de la température de sollicitation (Figure 1.14). Globalement, une baisse de température n'induit presque aucune variation de la limite élastique mais permet une nette amélioration de la résistance à la traction. L'allongement à rupture atteint un maximum entre M_s et M_{d30}, influencé par la formation de martensite. Ce phénomène est expliqué en partie par la sélection de variant intervenant durant la transformation de phase. Si la température est proche de M_{d30}, les variants formés seront principalement ceux préférablement orientés pour accommoder la déformation [Nishiyama - 1978], résultant en une augmentation de l'allongement. Au contraire, si la température est proche de M_s, la transformation induite thermiquement favorisera un plus grand nombre de variants. Ces derniers ne seront donc pas forcément orientés de manière privilégiée pour la déformation et seront donc plus difficile à déformer, entraînant une diminution de l'allongement à rupture. Tsuchida et al. [Tsuchida *et al.* - 2011] proposent que ce phénomène soit attribué au retardement de l'apparition de la striction grâce à un fort taux d'écrouissage par la formation continue de martensite α'.

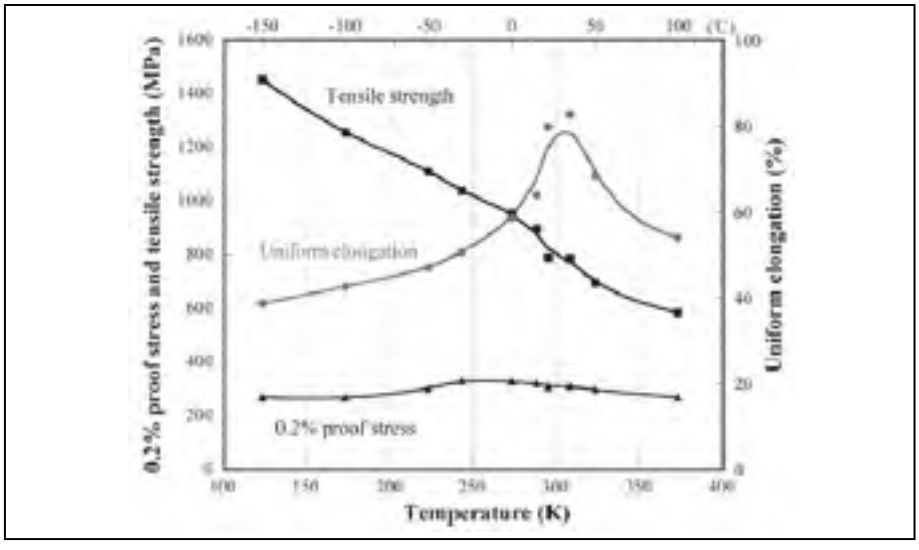


Figure 1.14 Évolution de la résistance à la traction, de l'allongement à rupture et de la limite élastique en fonction de la température de sollicitation [Tsuchida *et al.* - 2011]

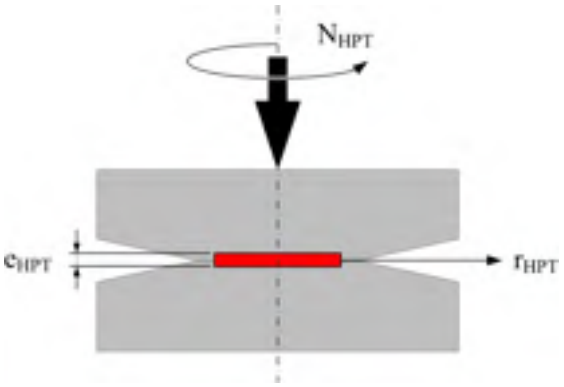
Les aciers inoxydables austénitiques, étant sensibles à la température de déformation du point de vue des mécanismes activés, sont donc des matériaux particulièrement adaptés pour procéder à des essais de déformation à température cryogénique. En plus de présenter une bonne ductilité sous conditions cryogéniques, les différents types de défauts d'accommodation formés sous déformation plastique associés à la transformation martensitique forment une combinaison de processus intéressant à étudier lorsque l'on cherche à produire un affinement structural sous déformations plastiques sévères.

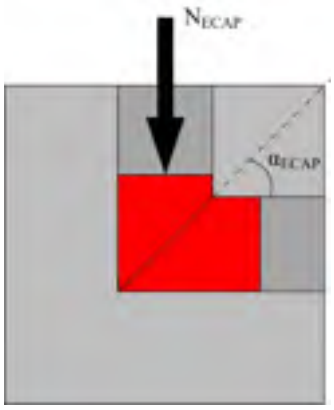
1.2 Déformation plastique sévère et affinement des structures

1.2.1 Introduction aux déformations plastiques sévères

Les techniques de déformations plastiques sévères définissent les méthodes d'écrouissage intensif visant à subdiviser et affiner la structure initiale à gros grains par l'intermédiaire de déformations et pressions hydrostatiques particulièrement élevées. Une définition pouvant être trouvée dans la littérature décrit les techniques de déformation plastique sévère comme: *"Toutes méthodes de formage des métaux réalisées sous une importante pression hydrostatique pouvant être utilisées afin d'appliquer un fort taux de déformation dans les pièces massives sans variation du volume global de l'échantillon et ayant la faculté de produire un affinement exceptionnel de la taille de grain"*, [Valiev *et al.* - 2006].

Les premiers travaux traitant de ce sujet [Bridgman - 1935] s'intéressent à l'époque aux comportements des matériaux polymorphiques sollicités sous d'importants taux de déformation. La méthode de déformation utilisée consistait à appliquer une forte pression hydrostatique et un effort de cisaillement par le biais d'un bras de levier. C'est par la suite que le nom "High Pressure Torsion" (HPT) fut adopté par la communauté scientifique [Edalati et Horita - 2016]. De nos jours, un éventail considérable de techniques de déformation plastique sévère ont vu le jour, les procédés ECAP (Equal Channel Angular Pressing) et HPT étant de loin les plus populaires. La Figure 1.15 présente une représentation de ces deux procédés, une liste plus détaillée de différents traitements de déformation plastique sévère peut être trouvée dans les travaux de Estrin et Vinogradov [Estrin et Vinogradov - 2013].





HPT — ECAP

***H**igh **P**ression **T**orsion* — ***E**qual **C**hannel **A**ngular **P**ressing*

Figure 1.15 Représentations schématiques des procédés HPT et ECAP. L'échantillon traité y est représenté en rouge

C'est au début des années 90 que les thématiques de recherches portant sur les déformations plastiques sévères se sont orientées vers l'étude de l'affinement microstructural. Les premières observations témoignant de l'évidence d'un affinement extrême peuvent être attribuées à Valiev, Krasilnikov et Tsenev [Valiev, Krasilnikov et Tsenev - 1991], détaillant le comportement d'alliages d'aluminium après déformation plastique sévère. La Figure 1.16 montre une structure nanostructurée typique obtenue après HPT. Les pièces déformées massivement sont alors définies par des: *"Matériaux massifs possédant une microstructure relativement homogène et équiaxe avec une taille de grain moyenne inférieure à ~1 µm et possédant une majorité de joints de grains de fortes désorientations"*, [Valiev *et al.* - 2006].

Ce qui différencie les structures ultrafines obtenues après déformation plastique sévère de celles créées par des procédés plus "classiques" (tréfilage, laminage …) réside dans la nature des joints de grains générés. En effet, une particularité des structures ultrafines générées par déformation plastique sévère réside dans le fait que les joints de grains sont de fortes désorientations (> 15°) [Mishin *et al.* - 1996] conférant aux matériaux traités de nouvelles propriétés (diffusion, corrosion, conductivité électrique, superplasticité …), particulièrement au niveau de la résistance mécanique [Meyers, Mishra et Benson - 2006]. Malheureusement, l'augmentation de la résistance mécanique est, dans la grande majorité des cas, accompagnée

d'une réduction drastique de la ductilité, la quantité de dislocations accumulée étant considérable au sein de la matrice hyper-déformée.

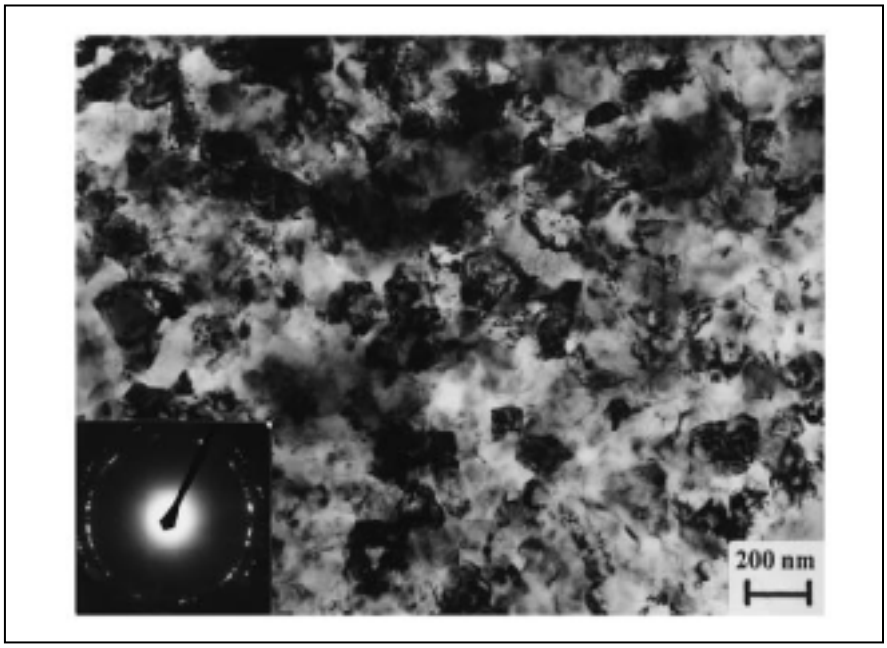


Figure 1.16 Structure typique d'un cuivre déformé par HPT observé au microscope électronique à transmission [Valiev, Islamgaliev et Alexandrov - 2000]

Afin de remédier à cet inconvénient, plusieurs techniques ont été utilisées pour obtenir un bon compromis résistance/ductilité. Ce concept est caractéristique des aciers TWIP (Twinning Induced Plasticity) [Grässel *et al.* - 2000] et/ou TRIP (Transformation Induced Plasticity) [Bouaziz, Allain et Scott - 2008 ; Barbier, Gey, Allain, *et al.* - 2009] qui accommodent la déformation différemment en fonction du taux de déformation appliqué. Les aciers TWIP, généralement fortement alliés en manganèse, accommoderont la déformation plastique par mouvement des dislocations et par maclage. Les aciers TRIP, quant à eux, privilégieront une transformation de phase pour accommoder la déformation. Ces deux types de mécanismes de déformation peuvent être rencontrés dans les aciers inoxydables austénitiques.

Une autre approche consiste à créer des structures contenant des nano-macles afin d'obtenir une bonne résistance mécanique couplée à une relativement bonne ductilité [Lu *et al.* - 2009 ;

You, Lu et Lu - 2011 ; Yi *et al.* - 2015]. Une autre approche consiste à générer des structures bimodales [Wang *et al.* - 2002 ; Grosdidier, Ji et Launois - 2007 ; Yang, Hodgson et Wen - 2010] afin d'augmenter la résistance par la présence de grains extrêmement petits assistés par de plus gros grains permettant une meilleure accommodation de la déformation plastique et donc une meilleure ductilité.

Un affinement extrême de la microstructure peut être obtenu si le taux de déformation est suffisamment important. Cependant, la réduction de la taille de grain atteint une limite, ou une taille stabilisée, après un certain taux de déformation [Pippan *et al.* - 2006]. Les raisons de cette saturation restent encore en discussion et deux théories sont avancées pour expliquer ce phénomène. La première propose que lorsque la taille de grain est drastiquement réduite, la microstructure accommode la déformation croissante par un équilibre entre génération et annihilation des dislocations. La génération de nouvelles dislocations et l'augmentation du nombre de dislocations deviennent impossibles, restreintes par le volume du grain, et aucun affinement additionnel ne peut alors être obtenu. La seconde théorie propose que l'application de déformation sévère est, dans la grande majorité des cas, associée à une augmentation de la température de la pièce déformée. De ce fait, une restauration ou une recristallisation dynamique peut avoir lieu, limitant la taille de grain.

1.2.2 L'affinement structural assisté par cryogénie

L'utilisation de température cryogénique lors de fortes déformations trouve donc son utilité dans la suppression de la restauration dynamique sous déformation plastique sévère. L'enjeu principal reste cependant la stabilité des microstructures ainsi générées. De nombreux travaux reportent la création de microstructures ultrafines dans le cuivre pur par déformation plastique sévère à température cryogénique. Ce dernier ayant une faible EFE (~41 mJ/m²), une restauration et une recristallisation statiques sont induites lorsque l'échantillon est stocké à une température supérieure à celle du traitement – et ce même à température ambiante [Konkova *et al.* - 2010a ; Konkova *et al.* - 2010b]. De la même manière, en traitant un alliage Al-Mg par ECAP, Chatterjee et al. [Chatterjee *et al.* - 2012] ont constaté une réduction de la dureté après déformation à température cryogénique. Edalati et al. [Edalati *et al.* - 2014] ont

observé que plusieurs matériaux purs "modèles" ayant des températures de fusion basses ou modérées présentent, en effet, une dureté plus importante lorsqu'ils sont déformés par HPT à température cryogénique, mais sont sujets à un adoucissement et/ou la formation de structures grossières lorsqu'ils sont par la suite stockés à température ambiante. Le cas du cuivre est présenté en Figure 1.17a. Cet adoucissement de la dureté est aussi observé lorsque les échantillons sont déformés à température ambiante en fonction du taux de déformation (Figure 1.17b). Les matériaux à hauts points de fusion, quant à eux, montrent un affinement et une stabilité plus importante lorsqu'ils sont déformés sous conditions cryogéniques, d'autant plus si ces matériaux sont alliés [Edalati et Horita - 2011]. Ainsi, l'affinement structural induit dans les aciers inoxydables sera théoriquement stable considérant que ces derniers ont un haut point de fusion et sont hautement alliés.

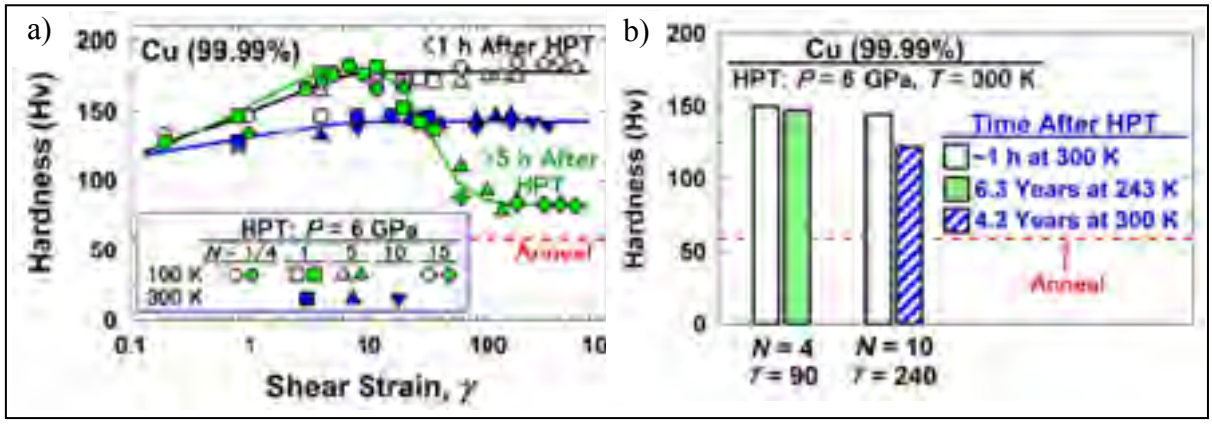


Figure 1.17 a) Variations de dureté d'un cuivre pur déformé à température ambiante et sous condition cryogénique en fonction du taux de déformation et du temps de conditionnement à température ambiante et b) variations de dureté d'un cuivre pur suite à une longue période de conditionnement à température ambiante [Edalati *et al.* - 2014]

Ces techniques d'hyper-déformation restent cependant difficiles à implanter en industrie pour plusieurs raisons. L'énergie requise pour déformer massivement les pièces s'avère souvent colossale rendant les dispositifs difficiles à concevoir. Les géométries d'échantillons pouvant être déformées se limitent souvent à des barres (cylindriques ou rectangulaires) ou de fins disques de faibles diamètres. De plus, les étapes de post-traitement des pièces achevées par déformation plastique sévère restent difficiles à contrôler [Azushima *et al.* - 2008 ; Estrin et

Vinogradov - 2013] et représentent un point essentiel pour permettre d'adapter ces techniques dans des démarches de production. C'est pourquoi certaines solutions visent à traiter seulement la surface, parfois sévèrement, pour augmenter les propriétés des pièces mécaniques.

1.2.3 Les traitements de déformation plastique sévère de surface

Avant d'aborder les techniques de déformation plastique sévère de surface, une première partie introduira les objectifs des traitements de surface mécaniques. Le développement se focalise essentiellement sur les traitements de surface mécaniques ayant en commun le matage de surface.

1.2.3.1 Les traitements de surface mécaniques

La surface représente la plupart du temps la partie la plus critique des pièces mécaniques. Cette zone particulière est généralement soumise aux contraintes les plus élevées, à des concentrations de contraintes inhérentes à l'aspect de surface, à du frottement, et est directement exposée à l'atmosphère environnante. Les traitements de surface, contrairement aux procédés de déformation massifs, visent alors à modifier les propriétés de surface tout en conservant les caractéristiques à cœur, notamment la ductilité, afin d'améliorer l'intégrité des pièces mécaniques. Les changements de surface peuvent être induits par contact mécanique direct (impact, usinage, friction) ou par méthode indirecte sous forme d'impulsions ayant l'effet d'ondes de choc (laser, électron). Les principaux traitements utilisés sont le galetage (brunissage par galet – *"deep rolling"*), le brunissage par câbles (*"wire burnishing"*) et le martelage (*"hammer peening"*). Un schéma représentatif des deux grands groupes de traitements et un classement de ces derniers est proposé en Figure 1.18. Le brunissage à galet consiste à faire frotter un outil à roulement le long de la surface à une vitesse v avec une force F. Dans le cas du brunissage par câbles, une roue munie d'une multitude de câbles est mise en rotation afin que ces derniers viennent impacter la surface un grand nombre de fois. Dans le cas du martelage, les impacts sont réalisés par un "marteau" visant à percuter la

surface des pièces de manière périodique avec une grande quantité d'énergie, à l'instar d'un puit de chute.

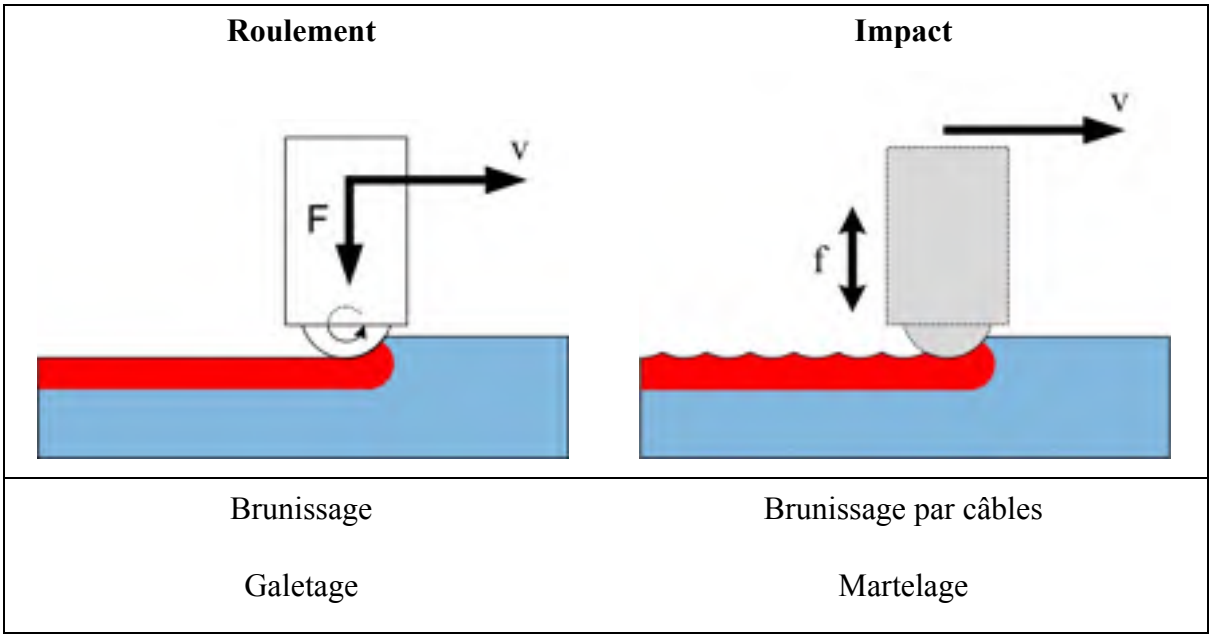


Figure 1.18 Schéma représentatif des deux grands types de traitement de surface

Ces méthodes ont pour objectifs communs le durcissement et la mise en compression de la surface traitée. En effet, lorsque l'un de ces traitements est utilisé, l'énergie de déformation est appliquée de manière superficielle. Des gradients de microstructure et de propriété seront donc générés de la surface vers le cœur [Scholtes et Voehringer - 2001]. La Figure 1.19 propose une comparaison des distributions de duretés observées sur des échantillons de 304/304L traités suivant les trois types de traitements abordés. Les duretés données entre parenthèses sont les duretés initiales des échantillons traités.

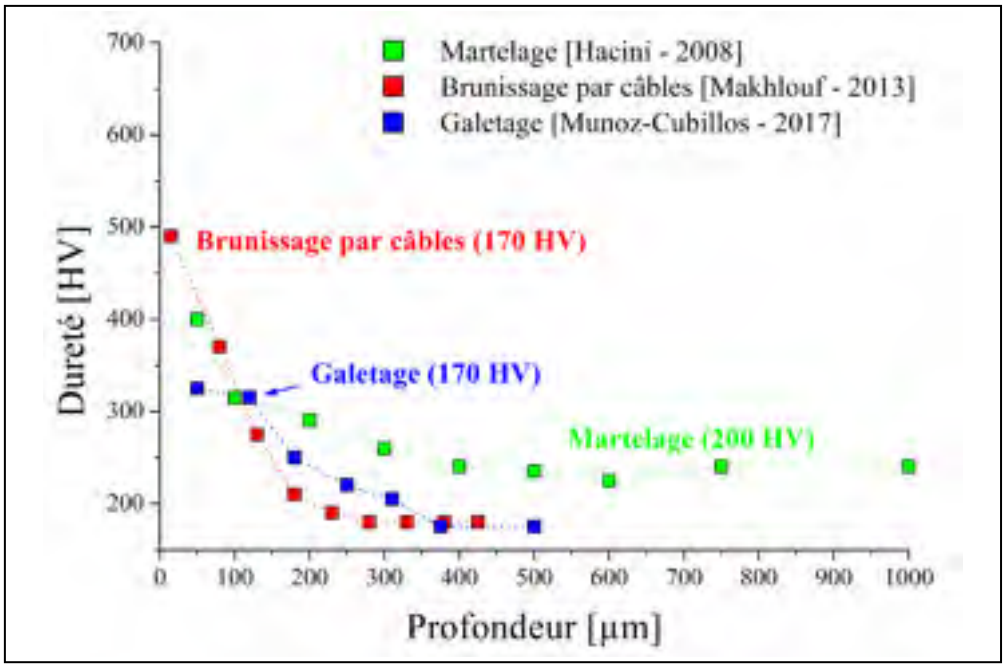


Figure 1.19 Distributions des duretés mesurées après différents traitements de surface mécaniques. Les références dont sont tirés les gradients de dureté sont données en légende. Les duretés annotées entre parenthèses sont les duretés initiales des matériaux traités

La dureté maximale est localisée en surface et l'épaisseur des couches affectées varie en fonction du traitement utilisé. En effet, les conditions d'utilisation de la pièce et le traitement sélectionné sont intrinsèquement liés. Un martelage périodique visera à transmettre une grande quantité d'énergie selon une fréquence d'impact faible affectant une épaisseur bien plus importante que les deux autres traitements. Même après un millimètre de profondeur, la dureté initiale du matériau (200 HV) n'est pas atteinte après un traitement de martelage.

Lorsque les traitements de surface sont utilisés de manière intensive ou sévère, le taux de déformation imparti en surface sera tel qu'un processus d'affinement sera alors possible. Des traitements dérivés de ceux présentés auparavant ont donc été conçus afin de générer des nanostructures de surface. Parmi ces derniers figurent notamment le martelage ultrasonique (Ultrasonic Nanocrystal Surface Modification – USNM) ou le galetage répétitif (Surface Mechanical Rolling Treatment – SMRT). Le but des traitements de nanostructuration de surface est de localiser la déformation plastique en extrême surface, même si cela doit durcir des profondeurs moins importantes que les traitements conventionnels. La dureté de surface

se trouve alors considérablement augmentée allant jusqu'à 710 HV dans le cas d'un alliage 304 traité par martelage ultrasonique [Ye, Telang, *et al.* - 2014]. La Figure 1.20 propose un exemple de microstructure affinée obtenue par galetage répétitif [Huang *et al.* - 2015]. En sous-couche (Figure 1.20b) une densité importante de dislocation est observée. A une profondeur moins importante (Figure 1.20c), l'activité des dislocations est accompagnée par un maclage important de la matrice austénitique. Finalement, au plus près de la surface (Figure 1.20g), l'affinement structural aboutit à la formation d'une nanostructure de forme equiaxe ayant une taille de grain moyenne de 30 nm.

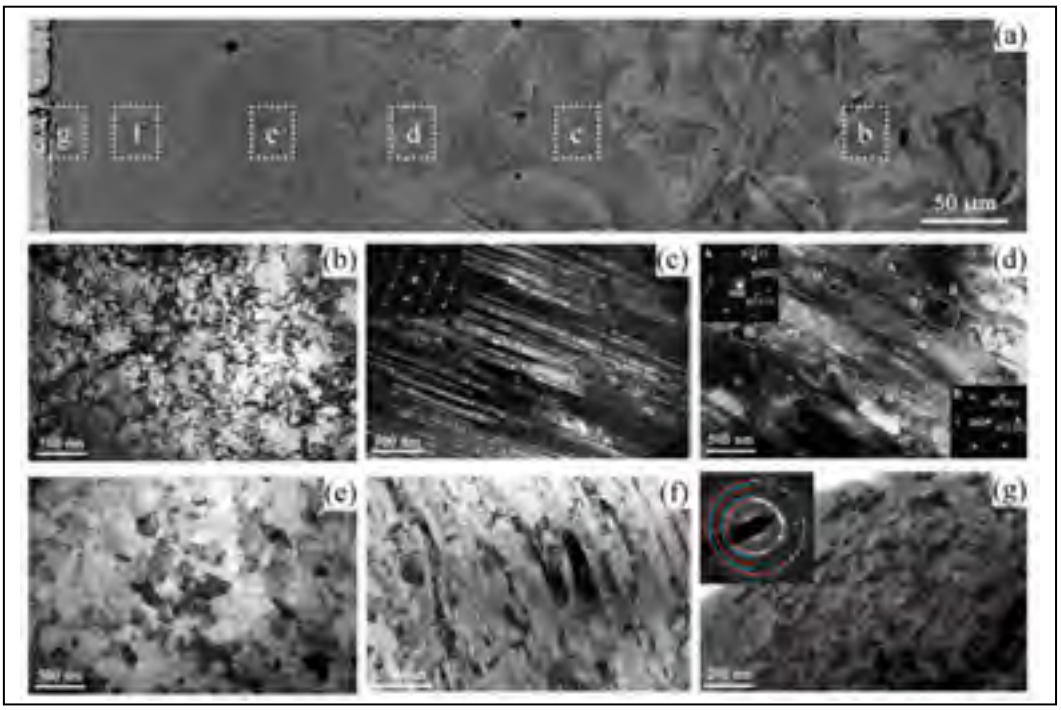


Figure 1.20 Exemple de l'affinement structural observé sur une éprouvette en 316L traitée par galetage répétitif [Huang *et al.* - 2015].La surface traitée se trouve à gauche de la Figure 1.20a et les zones notées annotées dans cette figure correspondent aux vues de détails données en dessous

En plus de l'effet bénéfique du durcissement et de la mise en compression de la surface, la nanostructuration de surface permet une nouvelle approche pour la création de pièces à gradients de propriétés et de microstructures.

1.2.3.2 Le grenaillage de précontrainte

Parmi les traitements de surface mécanique, le grenaillage de précontrainte est probablement l'un des plus étudié et répandu, que ce soit dans des démarches académiques ou industrielles. Tout comme les traitements de surface présentés auparavant, le grenaillage de précontrainte peut être utilisé de manière classique, visant le durcissement et la mise en compression de la surface [Schulze - 2002], mais également de manière sévère, il permet aussi de générer des nanostructures de surface. Un court paragraphe lui est attribué de part ses caractéristiques très proches du grenaillage ultrasonique et dans le but d'introduire les enjeux d'un tel traitement.

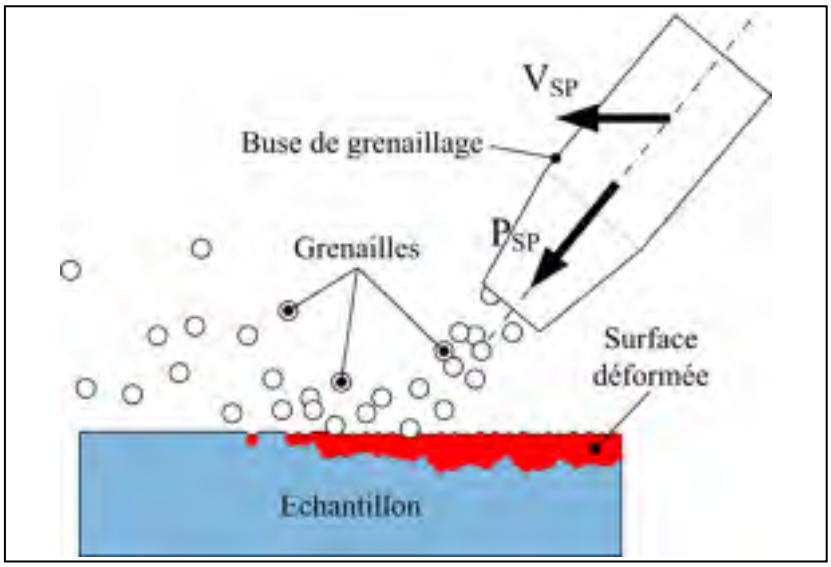


Figure 1.21 Schéma du traitement de grenaillage de précontrainte traditionnel.

Le grenaillage traditionnel de précontrainte consiste à projeter des particules appelées medias ou grenailles à la surface de la pièce traitée (Figure 1.21). De part la multitude d'impacts réalisés à la surface de la pièce, une déformation hétérogène est induite en sous-couche. Les caractéristiques de la couche affectée sont directement liées aux paramètres de traitement. Ces derniers sont particulièrement nombreux dans le cas du grenaillage et sont généralement regroupés en deux catégories: i) les paramètres liés aux billes utilisées (nature, taille, débit,

distance de travail, inclinaison de projection…) et ceux inhérents à la cible à traiter (nature, géométrie …).

Une des caractéristiques particulièrement recherchée est la mise en compression de la surface reflétée par un gradient de contraintes résiduelles en profondeur (une description physique des contraintes résiduelles est donnée au Chapitre II). La présence de contraintes résiduelles de compression permet de retarder l'amorce de fissure et de ralentir la propagation de fissure lors de test de fatigue. La durée de vie des pièces traitées peut alors être sensiblement augmentée comparée à une pièce exempte de traitement de surface [Delosrios *et al.* - 1995 ; Champaigne - 2001].

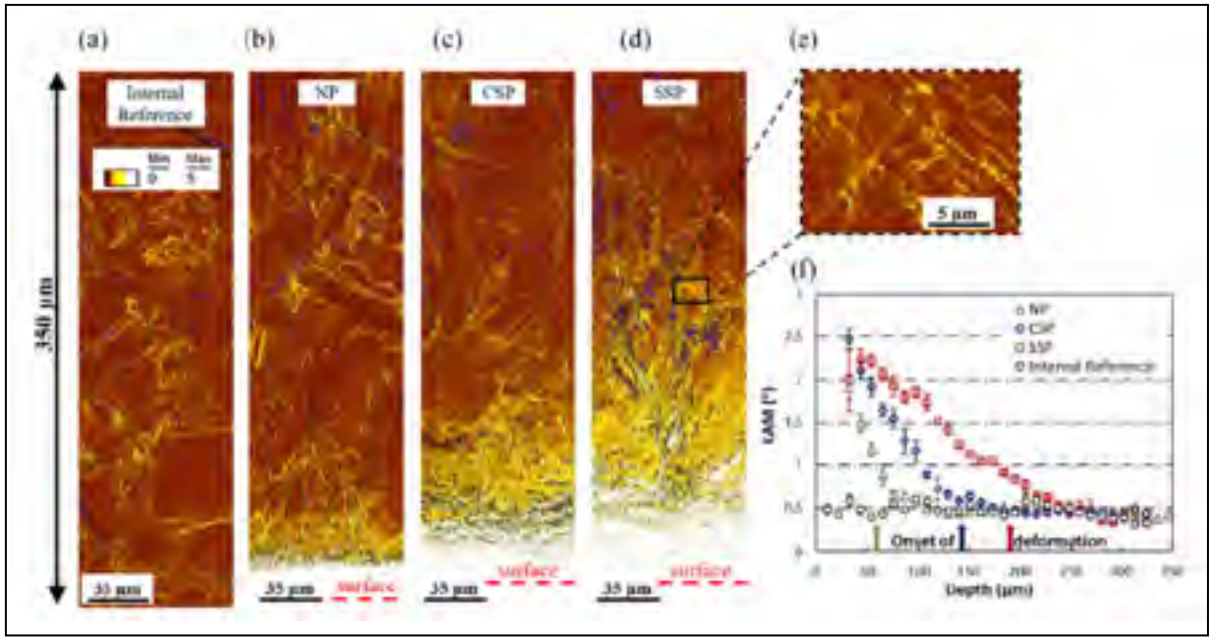


Figure 1.22 Comparaison des microstructures de sous-couche obtenues avant (NP) et après traitement de grenaillage conventionnel (CSP) et de grenaillage sévère (SSP) sur un alliage 316L. Une cartographie de référence réalisée à cœur est donnée en Figure 1.22a et les distributions des désorientations locales (KAM) associées aux différentes cartographies d'orientation sont données par les auteurs en Figure 1.22f [Bagherifard *et al.* - 2016]

Lorsque le grenaillage est utilisé de manière sévère, une nanostructure peut être obtenue en extrême surface (le processus d'affinement sera abordé en détail dans la partie consacrée au grenaillage ultrasonique). Afin d'augmenter l'énergie de traitement, la vitesse des billes et la durée du traitement (souvent reportée comme un taux de recouvrement) sont augmentées par

rapport au traitement conventionnel. La Figure 1.22 expose une comparaison des microstructures de sous-couche avant obtenues avant (NP) et après traitement de grenaillage conventionnel (CSP) et de grenaillage sévère (SSP) sur un alliage 316L, réalisées par Bagherifard et al. [Bagherifard *et al.* - 2016]. Figure 1.22a donne une cartographie d'orientation de référence réalisée à cœur. Il apparaît clairement que la zone voisine à la surface traitée est extensivement déformée et ne peut être indexée par EBSD à cause du taux de déformation très élevé. Cette zone non indexée peut être associée à la couche contenant une structure ultrafine, les auteurs rapportent une taille de grain inférieure à 100 nm sur les 25 premiers micromètres. Aux vues des distributions des désorientations locales (Figure 1.22f), le traitement de grenaillage sévère permet d'affecter une couche plus épaisse (~250 µm) que le traitement conventionnel. Plus le traitement sera sévère, plus l'épaisseur de la couche nanostructurée sera importante [Unal et Varol - 2015]. Néanmoins, Todaka et al. [Todaka *et al.* - 2007] ont proposé que le taux de déformation n'était pas le seul critère à considérer dans la formation de nanostructure par grenaillage et que la vitesse de déformation ainsi que l'utilisation d'impacts multidirectionnels étaient aussi des facteurs nécessaires.

1.2.4 Le grenaillage ultrasonique

Le traitement de grenaillage ultrasonique est un traitement de surface mécanique, dérivé du grenaillage de précontrainte. Les deux traitements partagent comme objectif la mise en compression superficielle par déformation mécanique. La différence majeure entre les deux traitements réside dans la mise en mouvement des medias de traitement (Figure 1.23). Dans le cas du grenaillage ultrasonique les billes sont mises en mouvement par le biais d'une surface vibrante tandis qu'elles sont projetées par air comprimé (ou par roue à palettes) lors d'un traitement conventionnel. La littérature nomme souvent le grenaillage ultrasonique par le terme "Surface Mechanical Attrition Treatment" (SMAT) qui peut être traduit par "traitement d'attrition mécanique de surface".

La particularité du traitement de grenaillage ultrasonique est que les billes, insérées dans une chambre confinée, auront des trajectoires d'impacts plus aléatoires à la surface de la pièce traitée. Cette caractéristique permet de solliciter la surface d'une manière plus complexe et

d'activer un nombre plus important de systèmes de déformation (comparé à une projection de billes uniaxiale) et ainsi de rendre l'affinement structural plus efficace [Azadmanjiri *et al.* - 2015].

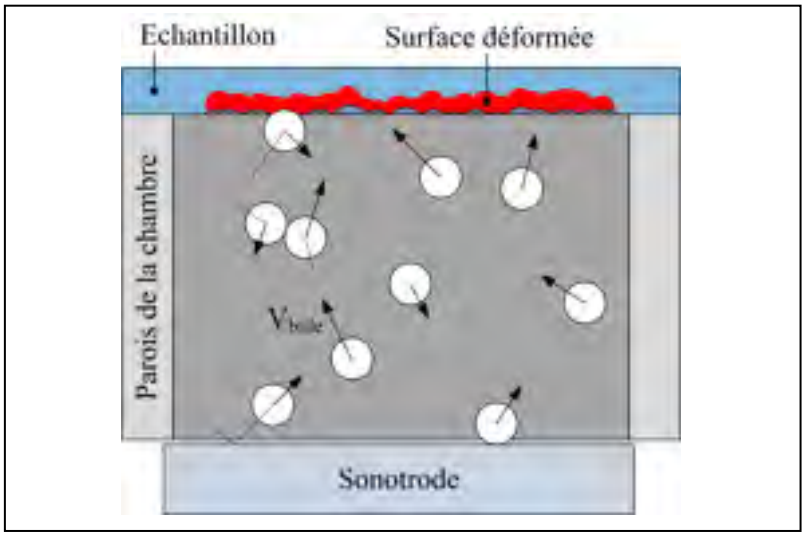


Figure 1.23 Schéma du traitement de grenaillage ultrasonique

Deux méthodes de mise en mouvement des billes peuvent être trouvées dans la littérature:

- Par le biais d'un plateau mobile entraîné par un excentrique en rotation. Dans ce cas les billes utilisées sont généralement de gros diamètre (> 6 mm) et la fréquence de rotation basse (~ 50 Hz). Ce traitement sera dénommé "traitement d'attrition de surface" dans la suite du document. Ce traitement sera par la suite dénommé SMAT-L pour "Low"
- A l'aide d'une surface vibrante alimentée par un générateur de fréquence. La gamme de vibration est alors située dans le domaine ultrasonique (généralement 20 kHz) et les billes de plus petits diamètres (< 3 mm). Le terme "grenaillage ultrasonique" fera référence à ce traitement dans la suite du document. Ce traitement sera par la suite appelé SMAT-H pour "High"

Une comparaison des deux méthodes peut être trouvée dans les travaux de Chen et al. [Chen *et al.* - 2011], la principale différence étant les vitesses de déformation mises en jeu. Pour cette étude, le choix s'est porté sur la variante ultrasonique du procédé pour obtenir des vitesses de déformation très élevées en surface ($\sim 10^4$ s^{-1}) afin de former, potentiellement, une nanostructure de surface. Ainsi, les discussions qui suivront se concentreront essentiellement sur la variante ultrasonique du procédé. Avant d'aborder les modifications apportées par le traitement de grenaillage ultrasonique d'un point de vue global, la partie qui suit décrit les aspects microstructuraux liés à une déformation plastique sévère de surface, en particulier les mécanismes d'affinement microstructuraux.

1.2.4.1 Nanostructuration de surface induite par le grenaillage ultrasonique

A l'instar des procédés de déformation plastique sévère, l'affinement structural par attrition de surface consiste à insérer une quantité importante de discontinuités afin de subdiviser progressivement la microstructure initiale, généralement à gros grains, par une accumulation et une interaction d'interfaces de fortes désorientations [Lu et Hansen - 2009]. A ce jour, le processus d'affinement structural par attrition de surface a été intensivement étudié sur différents matériaux purs ou alliés. Nous nous cantonnerons ici aux structures cubiques, néanmoins une description du comportement des structures hexagonales peut être trouvée dans les travaux menés par Zhu et al. [Zhu *et al.* - 2004] sur le titane-α, Zhang, Han et Lu [Zhang, Han et Lu - 2008] sur le zirconium pur, Wu et al. [Wu *et al.* - 2005] sur le cobalt ou encore Sun et al. [Sun *et al.* - 2007] portant sur un alliage de magnésium (AZ91D). Les mécanismes d'affinement observés lors du traitement de grenaillage ultrasonique sont souvent corrélés à l'EFE du matériau afin de pouvoir comparer les métaux sur une "échelle" commune. Les matériaux de hautes EFE accommoderont principalement la déformation par mouvement et interactions de dislocations tandis que les matériaux de faibles EFE privilégieront le maclage mécanique. De plus, en étudiant les mécanismes rencontrés à différentes profondeurs, en d'autres termes pour différents taux de déformation, il est possible de décrire les mécanismes d'affinement microstructuraux. Le paragraphe suivant s'attache à

décrire les mécanismes d'accommodation fins observés au microscope à transmission pour des échantillons de différentes EFE traités par grenaillage ultrasonique.

La caractérisation des mécanismes de déformation/affinement sur les structures de fortes EFE (≥ 200 mJ/m²) s'est principalement portée sur le fer pur [Tao *et al.* - 2002]. Les défauts et structures de déformation observés après traitement de grenaillage ultrasonique sont typiquement des organisations de dislocations induites par déformation, à savoir, i) des murs denses de dislocations (MDD ou "Dense Dislocation Wall" – DDW dans la Figure 1.24) et ii) des cellules de dislocations (CD ou "Dislocation Tangle" – DT dans la Figure 1.24). La Figure 1.24 résume schématiquement le processus d'affinement par activité des dislocations.

Les mécanismes peuvent être considérés comme les mécanismes élémentaires de l'affinement structural. Des MDD se forment sur les plans de fortes densités (ceux de la famille {110} dans le cas du fer pur) par une accumulation de dislocations. Les interfaces ainsi créées sont de faibles désorientations inférieures à 1°. Les CD sont elles caractérisées par une forte concentration de dislocations enchevêtrées de manière aléatoire.

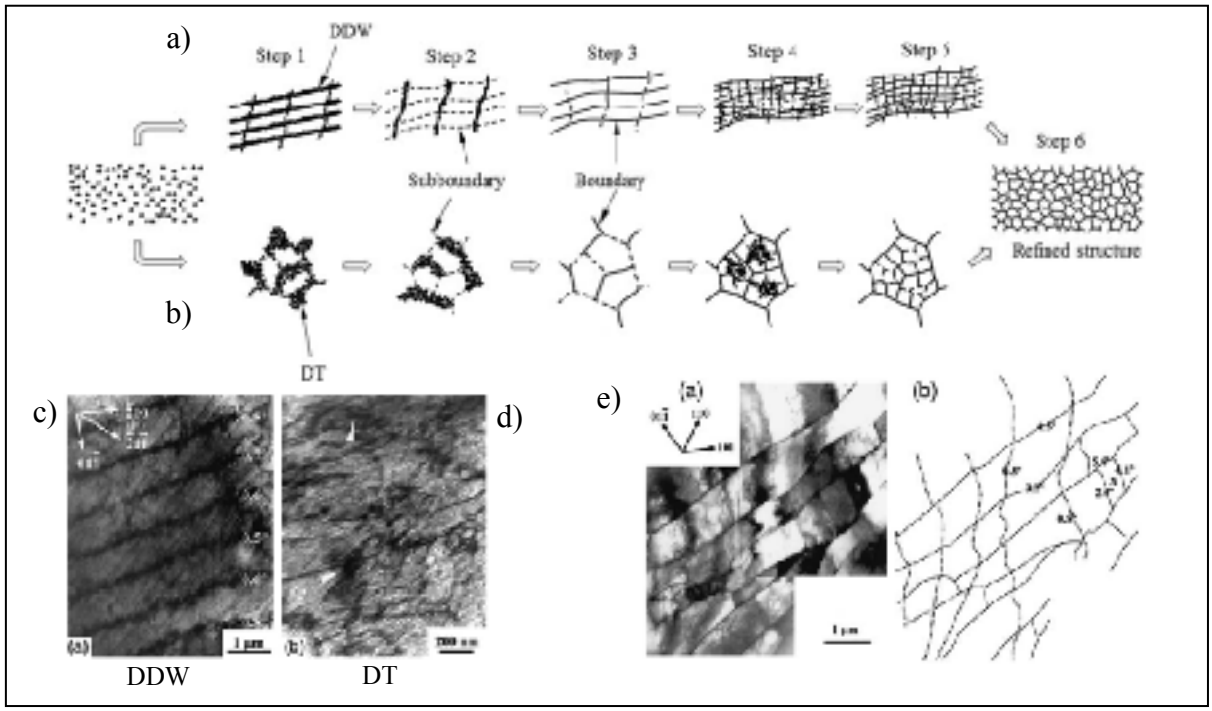


Figure 1.24 Schéma de l'affinement structural par activité des dislocations (a, b) [Azadmanjiri *et al.* - 2015] et images électroniques associées (c, d, e) [Tao *et al.* - 2002] avec la formation a, c, e) de murs denses de dislocations et b, d) de cellules de dislocations

Au fur et à mesure que le taux de déformation augmente, la désorientation des interfaces augmentera par une accumulation continue de dislocations. Les structures de faibles désorientations (<5°) deviendront des joints de grains de fortes désorientations par un taux de déformation croissant. Ultimement, lorsque la structure sera considérablement déformée, une nanostructure de fortes désorientations se présentera sous forme de grains équiaxes fortement affinés.

Les matériaux de faibles EFE (< 80 mJ/m²), quant à eux, privilégieront principalement le maclage comme méthode d'accommodation à la déformation. Quatre différents mécanismes indépendants ont été identifiés lors de la déformation des matériaux de faible EFE: i) une fragmentation des macles, ii) la formation de macles, iii) l'intersection de macles et iv) les bandes de cisaillement (Figure 1.25).

Les microstructures privilégiant le maclage comme mécanisme de déformation présenteront typiquement une alternance macle/matrice au sein des grains déformés. La structure s'affinera par (i) une accumulation et organisation des dislocations au sein de la structure, générant une sous-structure de taille comparable à l'épaisseur macle/matrice. En fonction de l'orientation cristalline, un deuxième système de maclage peut être activé dans les grains déformés entrainant une fragmentation des macles. Si l'énergie de déformation n'est pas suffisante pour traverser les interfaces de fortes désorientations créées par les premières macles, de nombreuses macles vont se formées au sein des premières selon un deuxième système de déformation (ii). Au contraire, si l'énergie est suffisante pour traverser les premières interfaces de fortes désorientations induites par les joints de macles, un affinement structural a lieu par intersection de plusieurs systèmes de maclage (iii). La microstructure est alors caractérisée par la présence de nombreux blocs rhomboédriques [Tao *et al.* - 2003]. En se rapprochant de la surface, de plus en plus d'interactions entre les différents systèmes de maclage sont observées puisque l'énergie de déformation augmente. L'accumulation de dislocations aux joints de macles permet alors l'obtention d'une structure de plus en plus affinée. En extrême surface, l'espace séparant les différentes macles peut être réduit à l'échelle du nanomètre générant ainsi une nanostructure superficielle [Tao et Lu - 2009].

En observant ces mécanismes par EBSD dans un alliage 316L, Bahl et al. [Bahl *et al.* - 2017] ont souligné l'importance des bandes de cisaillement (iv) dans le processus d'affinement à

température ambiante lors du grenaillage ultrasonique. Due à la vitesse de déformation élevée induite par le traitement, une recristallisation dynamique incluant la formation de macle prend place, subdivisant ainsi la structure d'origine. Une nanostructure peut alors être générée en augmentant la densité de dislocation aux interfaces, augmentant la désorientation de proche en proche.

La transformation de phase martensitique induite par déformation peut également jouer un rôle considérable dans le processus d'affinement. En étudiant le comportement d'un alliage 304 soumis au traitement de grenaillage ultrasonique, Chen et al. [Chen *et al.* - 2011] ont montré que l'obtention d'une couche affinée submicrométrique est possible grâce à la transformation de phase martensitique.

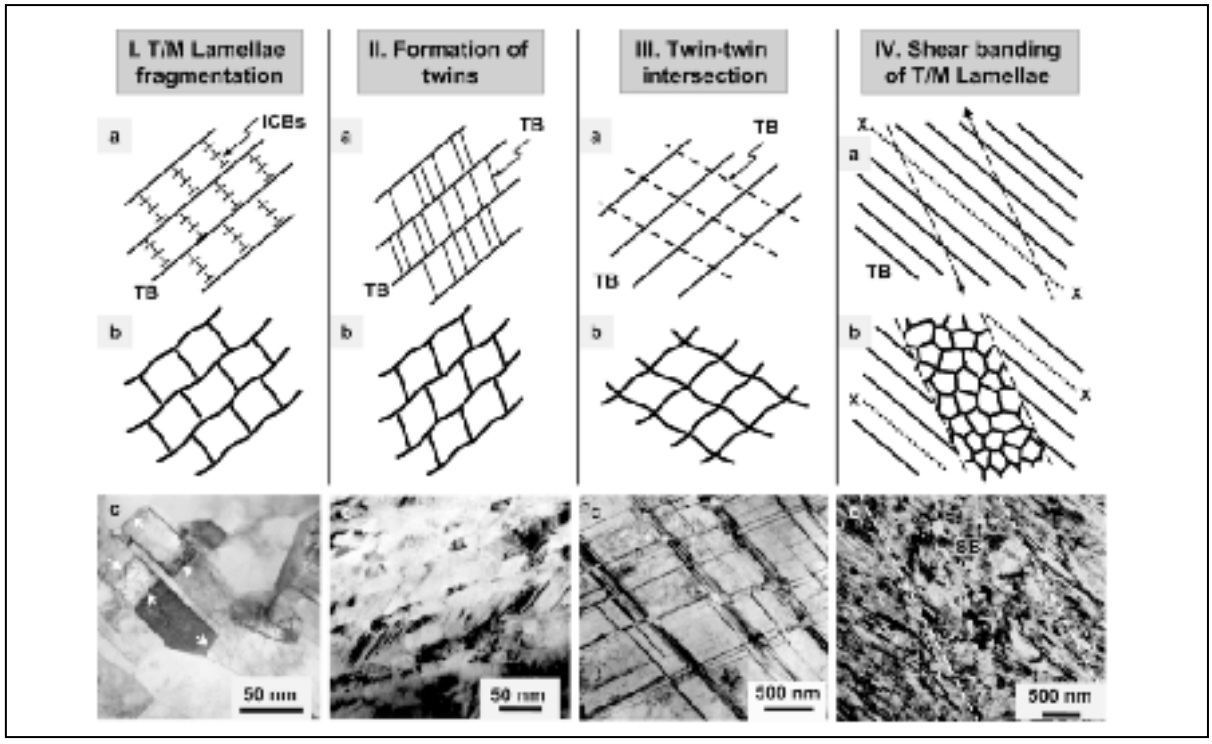


Figure 1.25 Schéma de l'affinement structural par maclage pour les matériaux de faibles EFE avec une schématisation a) des processus d'affinement, b) des structures affinées obtenues ainsi que c) les images électroniques associées.La colonne I correspond à un cuivre pur traité par SMAT, la II à un cuivre déformé par galetage, la III à un alliage 304 traité par SMAT et la IV à un cuivre pur déformé dynamiquement à température cryogénique [Tao et Lu - 2009]

1.2.4.2 Distribution de la déformation dans le cas des aciers inoxydables austénitiques

Le traitement de grenaillage ultrasonique est un procédé englobant un nombre important de paramètres de traitement (nature, géométrie et nombre de billes, géométrie et nature de la chambre et de l'échantillon, paramètres acoustiques de vibration, …). D'un point de vue purement physique, l'énergie de déformation transmise au matériau durant le traitement dépend de l'interaction des billes et de la surface du matériau. Afin de permettre une déformation la plus efficace possible, il est nécessaire de pouvoir maximiser la vitesse des billes au sein de la chambre de traitement.

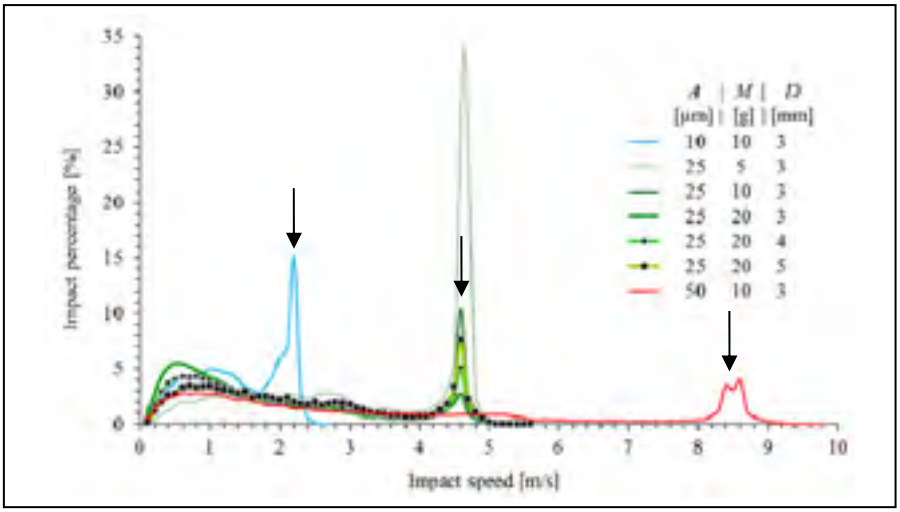


Figure 1.26 Distribution des vitesses des billes en fonction des paramètres de grenaillage ultrasonique avec A l'amplitude de vibration, M la masse de billes insérée et D le diamètre des billes [Badreddine *et al.* - 2014]

Un modèle numérique basé sur le comportement des gaz granulaires a été proposé par Badreddine et al. [Badreddine *et al.* - 2014] afin d'avoir accès aux trajectoires, vitesses et interactions des billes au sein de la chambre de traitement. Il en ressort que les impacts générés à la surface de l'échantillon ne représentent que ~20 % de la totalité des impacts, la majorité des interactions étant réalisée entre les billes et la chambre (~40 %) et les billes entre elles (~30 %), le reste étant les impacts délivrés à la surface de la sonotrode (~ 10%).

Toutes les interactions autres que celles réalisées entre l'échantillon et les billes représentent des pertes d'énergie, réduisant l'effort de déformation appliqué en surface. Sur la même thématique, Rousseau et al. [Rousseau *et al.* - 2015] ont montré qu'une quantité plus importante de billes insérée augmente le nombre d'impacts sur la surface mais diminue la vitesse des billes au sein de la chambre. La Figure 1.26 présente l'influence des paramètres de traitement, notamment la masse insérée M, sur la distribution des vitesses des billes. Il en ressort que pour une même masse insérée de 10 g et un diamètre de bille identique de 3 mm, augmenter l'amplitude de vibration permet, en effet, d'accroitre la vitesse des billes mais pour un nombre limité d'entre elles (flèches en Figure 1.26). De plus, augmenter la masse de bille insérée pour une même amplitude étalera la distribution des vitesses sur des valeurs plus faibles (courbes vertes en Figure 1.26). Ainsi, insérer une masse de bille de 5 g pour une amplitude de 25 µm permet à 35 % des billes d'avoir une vitesse de 4,6 $m.s^{-1}$. Ces interactions influent directement sur les propriétés mécaniques conférées aux pièces traitées. Ce sujet sera à nouveau abordé dans le paragraphe dédié aux modifications des caractéristiques mécaniques induites par le traitement grenaillage ultrasonique.

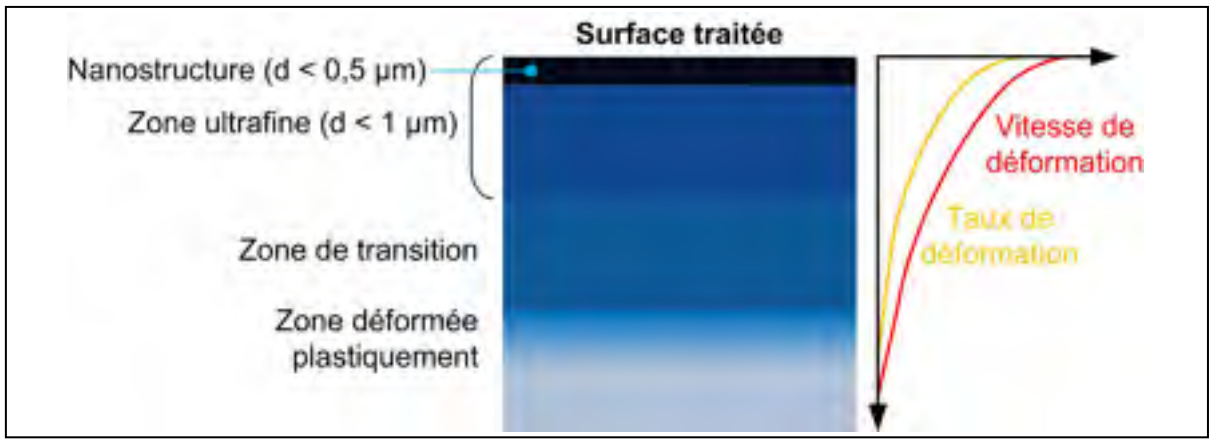


Figure 1.27 Coupe schématique des différentes couches déformées induites par traitement de grenaillage ultrasonique

Un schéma d'une coupe transverse typique obtenue après traitement de grenaillage est présenté en Figure 1.27. Considérant que l'énergie de traitement est appliquée en surface, une structure graduelle sera générée en sous-couche. L'affinement structural étant de plus en plus

poussé en se rapprochant de la surface, les différentes couches seront caractérisées par leurs tailles de grains. Ces dernières sont regroupées par épaisseur conventionnellement décrites par:

- Une couche affinée en surface contenant une microstructure ultrafine ($d_{grain} < 1$ µm) caractérisée par des joints de grains à fortes désorientations. Si les conditions de traitement et la nature du matériau le permettent, une nanostructure ($d_{grain} < 100$ nm) peut être générée en surface sur une dizaine de microns.
- Une couche de transition où la microstructure initiale est difficilement discernable. Les grains initiaux sont ici fragmentés en plus petits domaines dont la désorientation s'accroît avec le taux de déformation.
- Une couche déformée plastiquement où l'aspect des grains est peu modifié mais au sein desquels l'activité des dislocations et/ou d'autres mécanismes de déformation sont activés (maclage, transformation de phase …)

L'épaisseur de ces différentes couches sera fonction de la distribution du taux de déformation transmis par la vitesse et la trajectoire d'impact des billes. Une estimation quantitative de ces épaisseurs a été proposée par Samih et al. [Samih *et al.* - 2013] en se basant sur i) la taille des grains, ii) les densités de dislocations géométriquement nécessaires estimées par EBSD ainsi que iii) le taux d'indexation obtenus sur les cartographies EBSD. Les résultats obtenus (Figure 1.28) ont illustré l'effet de deux des principaux paramètres du procédé, à savoir l'amplitude de vibration et la durée du traitement. En augmentant le temps et/ou l'amplitude de traitement, le taux de déformation imparti permet d'obtenir des couches plus épaisses. Par ailleurs, augmenter l'amplitude de vibration affecte particulièrement l'épaisseur de la couche affinée.

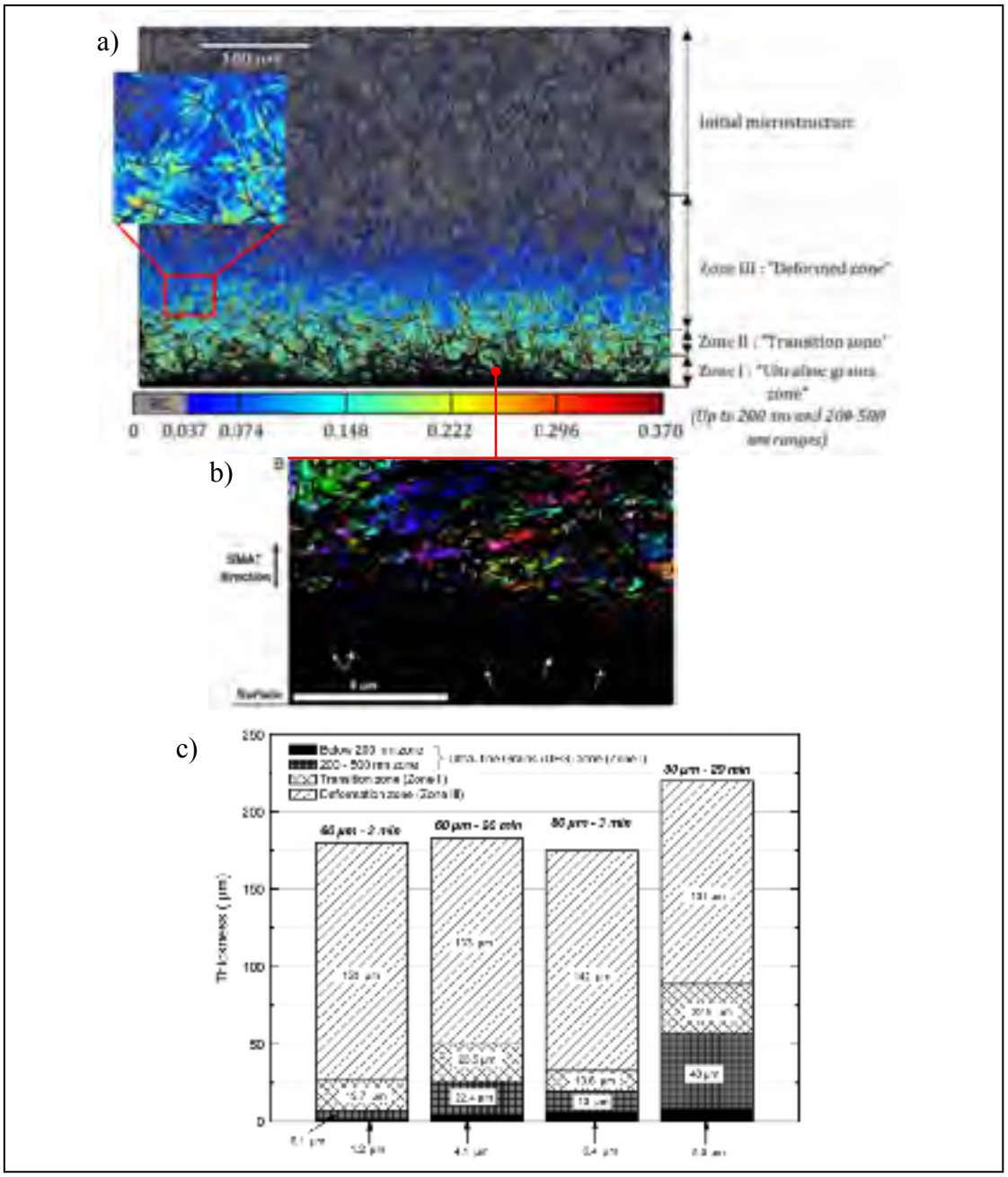


Figure 1.28 Distribution de la déformation en sous-couche et estimation des épaisseurs des couches conventionnelles après traitement de grenaillage ultrasonique sur un alliage 316L [Samih *et al.* - 2013] montrant a) la distribution des dislocations géométriquement nécessaires (GND) obtenue par post-traitement de la cartographie d'orientation EBSD, b) vue de détail de l'extrême surface montrant le faible taux d'indexation dû aux fortes déformation plastiques et c) épaisseurs des différentes couches caractéristiques obtenues par grenaillage ultrasonique selon les paramètres de traitement et basé sur les GND.

Le gradient de déformation reparti en sous-couche est aussi reflété par la dureté en fonction de la profondeur. La Figure 1.29 propose des filiations de dureté obtenues sur un acier inoxydable 304 (Figure 1.29a) et une nuance 316L (Figure 1.29b) mettant en avant l'effet du temps de traitement et de l'amplitude de vibration, respectivement. Malgré le fait que l'auteur ne le mentionne pas dans ses travaux, il est intéressant de noter que le maximum de dureté n'est pas localisé à la surface de l'alliage 304 (Figure 1.29a) mais à une profondeur de 80 µm lorsque traité pour des durées de traitement allant jusque 180 min. Seul l'échantillon traité durant 300 min présente un maximum de dureté en surface (Figure 1.29a, [Sun - 2013]). Prolonger la durée de traitement augmente le taux de déformation appliqué au matériau et augmente la dureté globale de sous-couche mais il est à noter que la durée de traitement n'influe que légèrement sur l'épaisseur de la couche durcie. Afin d'affecter une plus grande profondeur, il est nécessaire de recourir à des amplitudes de vibration plus élevées (Figure 1.29b, [Roland *et al.* - 2007]). En effet, augmenter l'amplitude de vibration est le moyen le plus efficace d'accroître la vitesse des billes. En considérant que l'épaisseur de la couche durcie dépend de l'énergie cinétique des billes, le matériau pourra être déformé plus en profondeur.

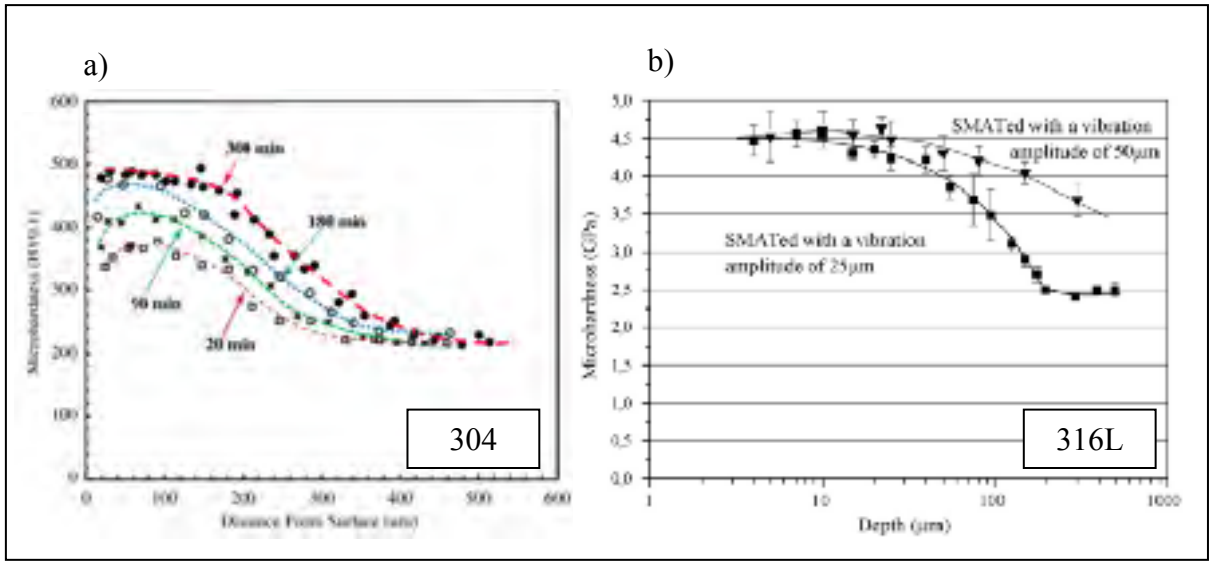


Figure 1.29 Profils de dureté obtenus après traitement de grenaillage ultrasonique en fonction de a) la durée de traitement sur un alliage 304 [Sun - 2013] et b) de l'amplitude de traitement sur un alliage 316L [Roland *et al.* - 2007]

Un autre paramètre influant sur le comportement des microstructures est la vitesse de déformation. En utilisant les deux types de grenaillages présentés lors de l'introduction au traitement, SMAT-L (Low) (traitement d'attrition de surface) et SMAT-H (High) (grenaillage ultrasonique), Chen et al. [Chen *et al.* - 2011] ont étudié l'effet de la vitesse de déformation sur les microstructures de déformation de l'alliage 304. Il en ressort qu'une vitesse de déformation élevée, 10^4-10^5 s^{-1} (SMAT-H), est nécessaire pour la formation de nano-macles au voisinage de la surface. Une vitesse de déformation plus faible, 10-10^2 s^{-1} (SMAT-L), semble entrainer une accommodation de la déformation par mouvement et interaction des dislocations. De tels comportements influent directement sur la quantité de martensite générée lors du traitement [Olson et Cohen - 1972]. La Figure 1.30 présente les distributions de phases obtenues dans les deux cas. Le fait le plus marquant est que le traitement à plus faible vitesse de déformation permet la création d'une couche presque entièrement martensitique en surface. Comparativement, le traitement plus sévère présente une quantité relativement faible de martensite en surface. Les auteurs expliquent ce phénomène par la concentration extrêmement élevée de nano-macles au sein de la structure et par la vitesse de déformation très élevée, limitant la formation de martensite par un échauffement adiabatique localisé [Talonen *et al.* - 2005].

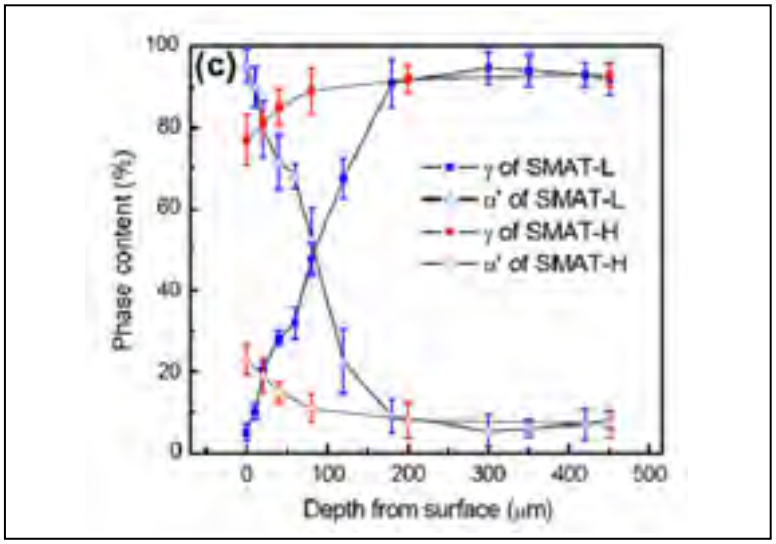


Figure 1.30 Distributions de phases obtenues en sous-couche d'un alliage 304 suivant différentes vitesses de déformation [Chen *et al.* - 2011]

1.2.4.3 Nanostructuration de surface assistée par cryogénie

Tout comme les procédés mettant en jeu des taux et vitesses de déformation élevés, un échauffement de surface accompagne généralement les traitements de surface mécanique. Dans le cas du grenaillage conventionnel, Sato et al. [Sato *et al.* - 2015] ont mesuré une variation de 80 °C au cours du traitement et Rouquette et al. [Rouquette *et al.* - 2009] ont estimé, par une modèle thermomécanique, qu'une augmentation de ~120 °C est possible selon les paramètres de grenaillage exacts utilisés.

Par analogie, tous les traitements de surface mécaniques à caractère sévère pourront induire un échauffement de surface impactant notamment l'efficacité de l'affinement structural. Des procédés assistés par cryogénie ont donc été développés pour annihiler la hausse de température lors de la déformation, à titre d'exemple, le brunissage ou galetage cryogénique [Li, Tao et Lu - 2008 ; Pu *et al.* - 2011], le choc laser [Ye, Suslov, *et al.* - 2014] ou encore le martelage [Luo *et al.* - 2015] sous condition cryogénique.

Concernant le traitement de grenaillage ultrasonique en particulier, peu d'études recensent l'impact de la température cryogénique sur les microstructures de déformation. Les recherches effectuées se concentrent majoritairement sur le cuivre et le laiton, représentant des matériaux potentiellement instables une fois conditionnés à température ambiante. Néanmoins, l'utilisation du grenaillage ultrasonique sous condition cryogénique permet de supprimer efficacement la recristallisation dynamique et d'atteindre des tailles de structures plus fines [Darling *et al.* - 2013], augmentant ainsi la tenue mécanique des pièces traitées [Y. Shen *et al.* - 2015]. Les mêmes observations ont été faites sur un laiton [Cai *et al.* - 2015]. Seule l'étude réalisée par Murdoch et al. [Murdoch *et al.* - 2015] propose l'étude d'un matériau à haut point de fusion, le fer pur. L'utilisation de température cryogénique a permis de générer une structure ultrafine ayant une taille de grain réduite de 45% par rapport au traitement réalisé à température ambiante mais une réduction importante de l'épaisseur de la couche affectée (~60 %) entrainant une détérioration des propriétés mécaniques (Figure 1.31).

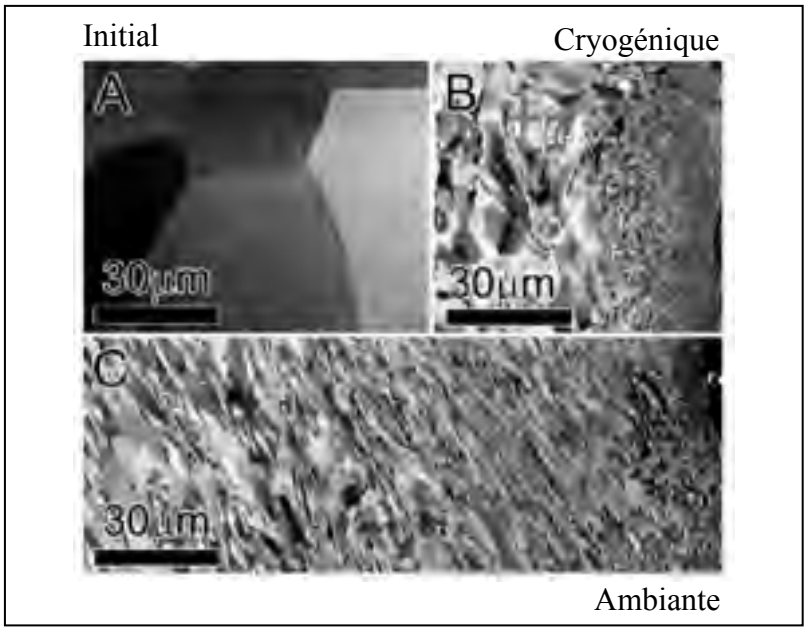


Figure 1.31 Images de l'affinement structural assisté par cryogénie appliqué au fer pur [Murdoch *et al.* - 2015] avec a) la structure initiale sans traitement, b) la microstructure de surface obtenue après traitement cryogénique et c) après déformation à température ambiante. Les surfaces traitées se trouvent à droite de la figure.

Appliquée au cas des aciers inoxydables austénitiques métastables présentant tous les avantages pour augmenter l'efficacité de l'affinement structural (hautement alliés et ayant un haut point de fusion), la transformation martensitique, décuplée sous température cryogénique, permettra un affinement encore plus poussé de la microstructure [Pippan *et al.* - 2006].

1.3 Influence du grenaillage ultrasonique sur les propriétés physico-chimiques et mécaniques

1.3.1 Changement des propriétés physico-chimiques de surface

Par définition, la présence d'une structure ultrafine est associée à un volume de joints de grains très important. Cette caractéristique influe directement sur les propriétés de diffusion chimique étant donné que les joints de grains sont des "courts-circuits" de diffusion. Certains

travaux se sont donc focalisés sur les cinétiques de diffusion en surface de pièces traitées par grenaillage ultrasonique. Le constat global est que la diffusion des éléments d'additions est augmentée par la présence de nombreux joints de grains. Il en résulte une énergie d'activation réduite et des couches de combinaison plus épaisses. Ce constat a notamment été réalisé sur du fer pur par le dépôt de chrome et de zinc par voie électrolytique [Wang *et al.* - 2003 ; Wang, Wang et Lu - 2012], de silicium à l'aide d'un bain de sel [Li *et al.* - 2017] et d'azote en atmosphère gazeuse [Tong *et al.* - 2007 ; Sun *et al.* - 2016]. C'est donc naturellement que le grenaillage ultrasonique a été associé à d'autres traitements thermochimiques afin d'améliorer les propriétés des pièces traitées. Ce couplage de traitements complémentaires entre dans la catégorie dite des traitements duplex. Parmi ces derniers, la nitruration par plasma est un exemple typique de l'amélioration de la diffusion de l'azote. Des couches nitrurées plus épaisses ont donc été observées sur des aciers inoxydables austénitiques de type 304 [Balusamy *et al.* - 2013 ; Gatey *et al.* - 2016] et 321 [Lin *et al.* - 2006]. Néanmoins, Chemkhi et al. [Chemkhi *et al.* - 2013] ont observé sur un alliage 316L que la couche nitrurée pouvait être réduite en épaisseur à cause de la présence d'oxyde en surface. Des problèmes de pollution de surface sont aussi susceptibles d'affecter les cinétiques de diffusion [Samih *et al.* - 2014].

Bien d'autres combinaisons de traitement incluant le traitement de grenaillage ultrasonique ont été étudiées comme, à titre d'exemples, le grenaillage ultrasonique associé à un dépôt électrolytique pulsé [Blonde *et al.* - 2010], à un processus de co-laminage pour la création de structures composites [Waltz *et al.* - 2009], à la métallisation de surface par mécanosynthèse [Sun *et al.* - 2008 ; Zhang *et al.* - 2013] ou encore à un laminage à chaud [Chen *et al.* - 2014].

1.3.2 Amélioration de la tenue mécanique par nanostructuration de surface

Le but premier recherché d'un point de vue mécanique est l'augmentation de la résistance mécanique par l'affinement de la taille de grain en surface. En effet, la présence d'une couche de surface nanostructurée, aussi fine soit elle, permet une augmentation considérable des propriétés de résistance mécanique. Dans le cas d'aciers inoxydables austénitiques

métastables de type 304 et 316L, la taille de grain moyenne atteinte en surface peut être de l'ordre de 10~40 nm [Zhang *et al.* - 2003 ; Bahl *et al.* - 2017].

Afin de caractériser l'influence de la couche affinée, Chen et al. [Chen *et al.* - 2005] ont sollicité une micro-éprouvette de 316L et de 15 µm d'épaisseur préalablement nanostructurée par grenaillage ultrasonique en traction. Il est ressort que, par rapport aux caractéristiques mécaniques de l'alliage initial ayant une taille de grain moyenne de 20 µm, l'éprouvette affinée (d_{grain} ~ 40 nm) présentait une limite élastique de 1450 MPa (contre 250 MPa initialement) et une résistance à la traction de 1550 MPa (contre 630 MPa). En contre partie, une réduction drastique de l'allongement a été constatée diminuant à 3,4 % (contre 55 %).

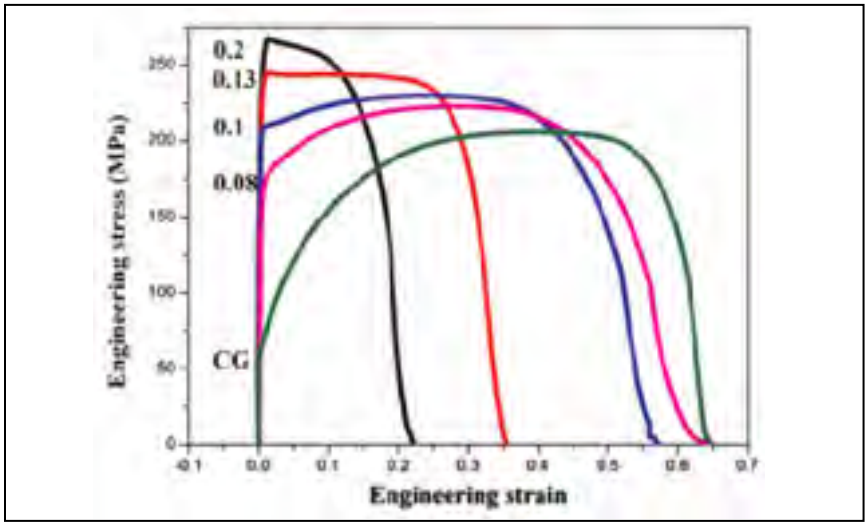


Figure 1.32 Courbes de traction obtenues sur du cuivre pur ayant différentes fractions de volume déformés par grenaillage ultrasonique cryogénique. Les annotations à gauche des courbes précisent les fractions considérées (CG = Coarse Grains ou gros grains initiaux) [Yang *et al.* - 2015]

Pour un cas plus pratique, Yang et al. (Yang *et al.* - 2015) ont traité des éprouvettes de cuivre pur ayant différents diamètres avec les mêmes paramètres de grenaillage cryogénique afin de connaître l'influence de la fraction déformée sur le comportement mécanique (Figure 1.32). Les fractions déformées sont indiquées à gauche des courbes de traction, l'annotation "CG" signifiant "Coarse Grains" ou grains recristallisés. De manière logique, plus la fraction affectée par le traitement est importante, plus la charge maximale est haute et la ductilité

faible. Ainsi, si une grande résistance à la rupture est recherchée, une fraction affectée/durcie la plus grande possible sera privilégiée.

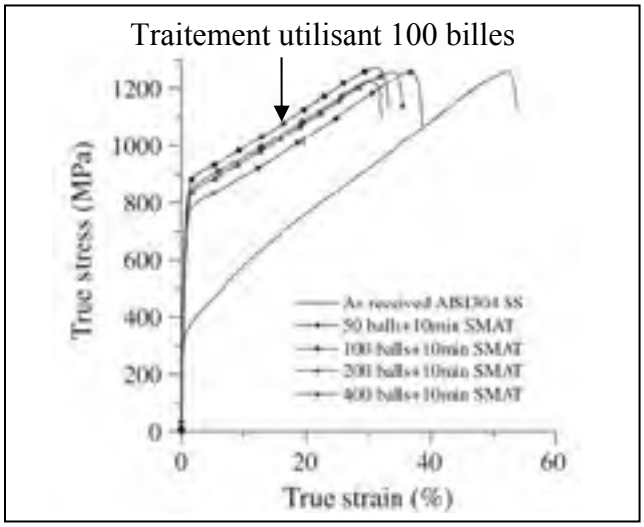


Figure 1.33 Courbes de tractions obtenues en fonction de la durée de traitement et du nombre de billes insérées sur un alliage 304 [Chan *et al.* - 2010]

Il existe donc des paramètres qu'il est essentiel de considérer pour améliorer de manière optimale les propriétés mécaniques des pièces traitées. Comme il a été abordé auparavant, l'énergie de traitement et l'épaisseur de la couche affectée sont directement liées aux paramètres de traitement. Le nombre de billes de traitement est un paramètre crucial à considérer pour optimiser la cinétique de ces dernières. Il est proposé ici d'étudier l'influence du nombre de billes de traitement insérées sur les propriétés mécaniques qui en résultent (Figure 1.33).Chan et al. [Chan *et al.* - 2010] ont réalisé des essais de traction sur des éprouvettes traitées par grenaillage ultrasonique avec une même durée de traitement de 10 min et choisissant la quantité de billes comme variables d'étude. Il en ressort qu'augmenter le nombre de billes ne permet pas d'obtenir de meilleures caractéristiques mécaniques. Sur une plage allant de 50 à 400 billes insérées, un traitement utilisant 100 billes a donné les meilleures propriétés mécaniques.

1.3.3 Résistance sous charges cycliques

La surface des pièces mécaniques est une zone particulière soumise à de multiples contraintes comme l'effort maximal (flexion, torsion), de potentiel variations de rugosité représentant des sites de concentration de contraintes, du frottement ou encore l'atmosphère ambiante. L'amorce des fissures sera donc privilégiée en surface des pièces mécaniques, les traitements de surface visent donc aussi à améliorer les propriétés de fatigue des surfaces déformées. La littérature rapporte peu de travaux concernant directement le grenaillage ultrasonique, des observations portant sur le grenaillage de précontrainte conventionnel seront donc utilisées ici.

Le grenaillage, conventionnel comme ultrasonique, est généralement retenu comme étant un traitement de surface bénéfique pour retarder l'amorce et la propagation des fissures sous charges cycliques. Trois facteurs sont à prendre en compte pour caractériser la tenue en fatigue des pièces grenaillées: i) la rugosité de surface induite par les impacts de bille, ii) la présence d'une couche affinée en surface et iii) la création d'un gradient de contrainte résiduelle de compression le long de la couche affectée.

En traitant des aciers faiblement alliés, Bagherifard et al. [Bagherifard *et al.* - 2012] ont proposé une comparaison entre un grenaillage de précontrainte conventionnel et sa déclinaison de déformation sévère se rapprochant le plus du traitement de grenaillage ultrasonique (Figure 1.34a). Il en ressort que plus le traitement de grenaillage est énergétique, plus la limite d'endurance est augmentée; le traitement de grenaillage sévère ayant présenté la plus forte résistance à la fatigue (+ 246%) comparé au matériau initial. Un mécanisme intéressant observé entre un traitement conventionnel et sévère est que le premier présentait un ou deux site d'amorçage tandis que le traitement sévère a entrainé de multiples sites d'amorçage. Cet effet a été associé à la forte rugosité induite par le traitement de grenaillage sévère générant de nombreux sites de concentration de contraintes potentiels et donc de sites d'amorçages. Par contre, les fissures amorcées ne se sont pas nécessairement propagées en des fissures longues. À partir de ces résultats, les mêmes auteurs ont tenté de réduire la rugosité de surface afin d'améliorer à nouveau la tenue en fatigue des pièces grenaillées [Bagherifard et Guagliano - 2012] (Figure 1.34b). Un grenaillage répété, consistant dans un

premier temps à grenailler sévèrement la surface puis une seconde fois avec des medias de plus petite taille, permet une amélioration des propriétés de fatigue dans le domaine pluricyclique par une conservation de la couche affinée et une diminution de la rugosité. Néanmoins, une rectification de la surface après grenaillage sévère permet d'atteindre la meilleure limite d'endurance malgré un enlèvement significatif de la couche affinée contenant les zones ayant les microstructures les plus fines.

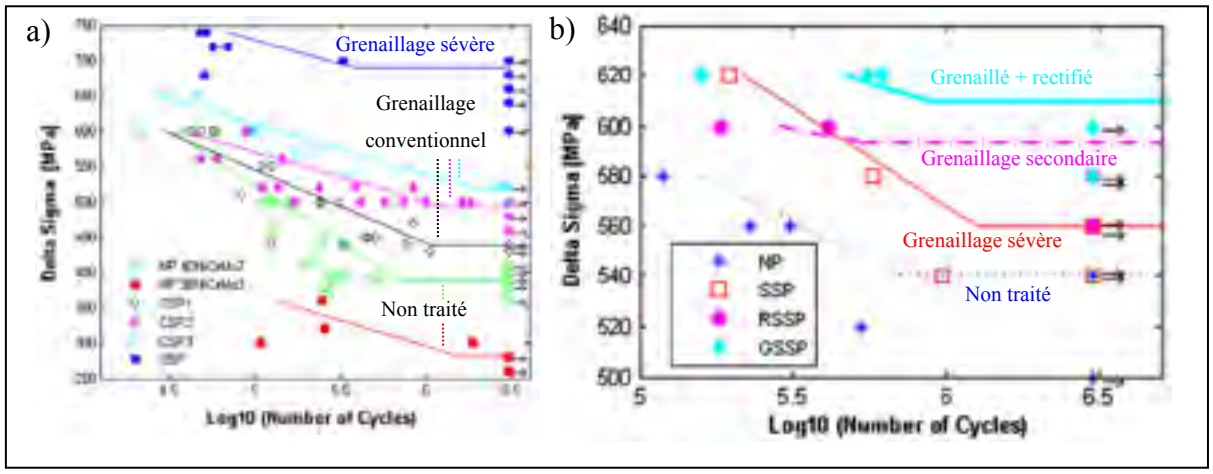


Figure 1.34 Courbes de Wöhler d'aciers faiblement alliés (NP) traités par grenaillage conventionnel (CSP), grenaillage sévère (SSP), grenaillage répété (RSSP) et grenaillé sévèrement puis rectifié (GSSP) [Bagherifard *et al.* - 2012 ; Bagherifard et Guagliano - 2012]

D'autre part, les contraintes résiduelles de compression induites par le traitement de grenaillage sont aussi responsables de l'amélioration des performances en fatigue des pièces traitées. Ces dernières se superposent au chargement appliqué et permettent de retarder la propagation des fissures, elles ont cependant moins d'effet sur l'amorçage d'après McClung [McClung - 2007]. En étudiant un acier inoxydable martensitique AISI 4340 traité par grenaillage conventionnel, Torres et Voorwald [Torres et Voorwald - 2002] rapportent qu'une relaxation des contraintes résiduelles de compression prend place durant le chargement cyclique. Lors d'un chargement en flexion rotative, plus la charge appliquée est importante, plus la relaxation des contraintes résiduelles de compression est importante. De plus, un faible chargement aura tendance à relaxer majoritairement les contraintes résiduelles en profondeur tandis que sous fortes sollicitations, les contraintes résiduelles de surface et de

sous-couche sont presque entièrement relaxées après 10^3 cycles. Les auteurs reportent aussi que le gradient de contraintes résiduelles de compression permet de repousser le site d'amorçage en profondeur et une corrélation a été obtenue entre la profondeur du site d'amorçage et la durée de vie en fatigue mesurée: plus le site est situé en profondeur, plus la durée de vie est améliorée [Torres et Voorwald - 2002 ; Masaki, Ochi et Matsumura - 2004].

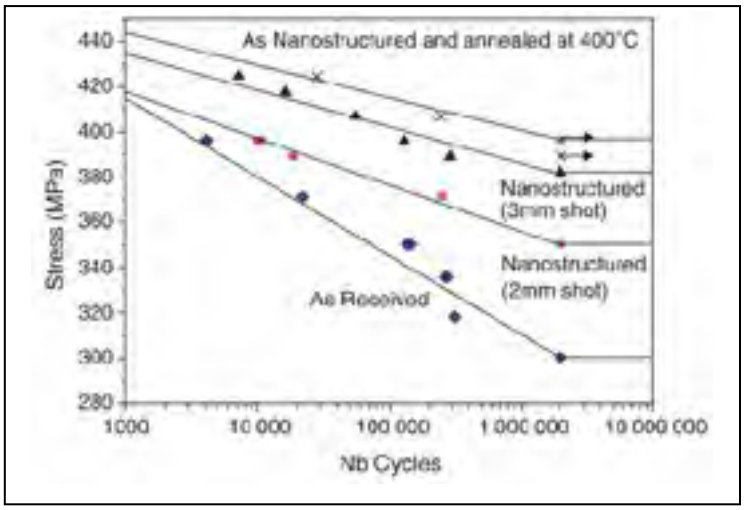


Figure 1.35 Courbe de Wölher d'un alliage 316L traité par grenaillage ultrasonique [Roland *et al.* - 2006]

Concernant le grenaillage ultrasonique, Roland et al. [Roland *et al.* - 2006] ont montré une amélioration de la tenue en fatigue d'un acier 316L dans les domaines oligocyclique et polycyclique sous un chargement en traction/compression alterné R = -1 (Figure 1.35). La limite d'endurance est passée de 300 MPa pour le matériau non traité à 380 MPa pour celui traité par grenaillage ultrasonique (+ 21 %). Les mêmes tendances ont été obtenues en fatigue par flexion rotative sur un acier à haute limite d'élasticité [Watanabe *et al.* - 2003] et par flexion pure sur des alliages 316L et 310LN [Uusitalo *et al.* - 2009]. Dans cette dernière étude, les deux nuances métastables ont présenté de la martensite α' après le traitement de surface et la fraction a augmenté après sollicitations cycliques. Néanmoins, aucune corrélation n'a été observée entre la quantité de martensite α' et la tenue en fatigue. La martensite α' est souvent reportée pour être bénéfique durant la propagation de fissure car sa formation entraîne la création de contraintes de compression en fond de fissure, retardant la

propagation. Néanmoins, la martensite α' peut aussi être préjudiciable à la tenue en fatigue en accélérant la propagation des fissures [Topic, Tait et Allen - 2007]. Le rôle précis de la martensite α' en termes de tenue en fatigue reste encore sujet à discussion.

1.4 Conclusion partielle

Dans ce chapitre ont été présentées les notions nécessaires à la compréhension des développements scientifiques qui suivront. La littérature exposée s'est principalement concentrée sur les mécanismes de déformation et les modifications, tant structurales que mécaniques, apportées par le traitement de grenaillage ultrasonique sur des aciers inoxydables austénitiques. Il en ressort que le comportement des aciers inoxydables austénitiques peut devenir complexe, impliquant divers mécanismes d'accommodation pouvant intervenir simultanément selon les vitesses et les taux de déformation considérés. Ajoutée à cela, la déformation superficielle induite par le traitement de grenaillage ultrasonique générera un gradient de propriétés en profondeur. Les microstructures de déformations observées en fonction de la profondeur impliqueront donc de multiples mécanismes de déformation. Les modifications apportées par le traitement de grenaillage ultrasonique permettent une augmentation des propriétés mécaniques par une action complémentaire d'un affinement structural, la création de fortes contraintes résiduelles de compression et une transformation de phase martensitique.

Les études présentées par la suite s'inscrivent dans une démarche de caractérisation des microstructures austénitiques sujettes à des déformations plastiques sévères sous conditions cryogéniques. Au regard de la littérature présentée auparavant, l'association retenue entre aciers inoxydables, déformation plastique sévère et température cryogénique se justifie par trois points majeurs. Premièrement, les aciers inoxydables ont un potentiel d'écrouissage et une ductilité bien plus importante que les autres nuances d'aciers inoxydables et ne présentent pas de transition ductile/fragile significative sous conditions cryogéniques. Deuxièmement, ils possèdent aussi tous les avantages pour la formation de structures ultrafines stables de par leurs fortes teneurs en éléments d'additions et le haut point de fusion du fer. Finalement, les nuances austénitiques métastables présenteront une transformation de phase martensitique

facilitée sous conditions cryogéniques permettant un affinement plus important de la microstructure.

Finalement, le traitement de grenaillage ultrasonique associé à des températures de déformation cryogéniques reste très peu étudié, voir totalement nouveau en termes de fatigue mécanique. Cette association novatrice sera donc détaillée en profondeur dans les chapitres concernant les résultats et cette étude vise à donner les premiers éléments d'informations quant à l'influence des microstructures de déformation générées sous températures cryogéniques notamment sur la tenue en fatigue.

CHAPITRE 2

DISPOSITIFS DE GRENAILLAGE ET METHODES DE CARACTERISATION

Ce chapitre détail les moyens mis en jeu afin de réaliser cette étude. La première partie sera consacrée à la description du traitement de grenaillage ultrasonique spécialement conçu afin de permettre des traitements sous températures cryogéniques. La seconde partie donnera les méthodes de caractérisation microstructurale et mécanique utilisées ainsi que les protocoles qui s'y rattachent.

2.1 Le traitement de grenaillage ultrasonique

Le grenaillage ultrasonique est un traitement de surface mécanique dérivé du traitement de grenaillage de précontrainte traditionnel. Les modifications structurales induites par ce type de traitement ont été présentées au chapitre précédent et la partie suivante vise à décrire les aspects techniques du procédé et les solutions technologiques apportées pour permettre un traitement sous conditions cryogéniques.

Dans son ensemble, le traitement de grenaillage ultrasonique est composé de deux grandes parties: i) un générateur de fréquence et ii) une colonne acoustique. Le générateur a pour but de délivrer un signal sinusoïdal haute fréquence à des intensités variables. Le signal passe ensuite par une étape de conversion à l'aide d'un convertisseur piézo-électrique qui le transforme en une onde sinusoïdale mécanique. Suite à des phases d'amplifications, opérées par un booster et un pré-booster, l'amplitude des vibrations est augmentée et transmise à une sonotrode. Cette dernière est une pièce faite d'un alliage de titane (TA6V) monobloc usinée spécialement pour rentrer en résonance dans une certaine gamme de fréquence avoisinant 20 kHz. L'énergie finale obtenue par la sonotrode est alors directement transmise aux billes de traitement insérées au préalable dans la chambre.

La Figure 2.1 propose une vue d'ensemble du montage fabriqué. Une interface numérique pilote l'amplitude des vibrations émises par le générateur et délivrées à la sonotrode après amplification. Un rack volumineux, disposé dans la partie inférieure et nommé "contrôle du moteur" sur la Figure 2.1, sert ici de commande de puissance pour le moteur électrique

rotatif. Pour les besoins de l'étude, des chambres de traitement ont spécialement été conçues afin de permettre le traitement cryogénique d'échantillons plats, utilisés pour les études microstructurales, et d'éprouvettes cylindriques employées pour les essais de traction uniaxiale et de fatigue.

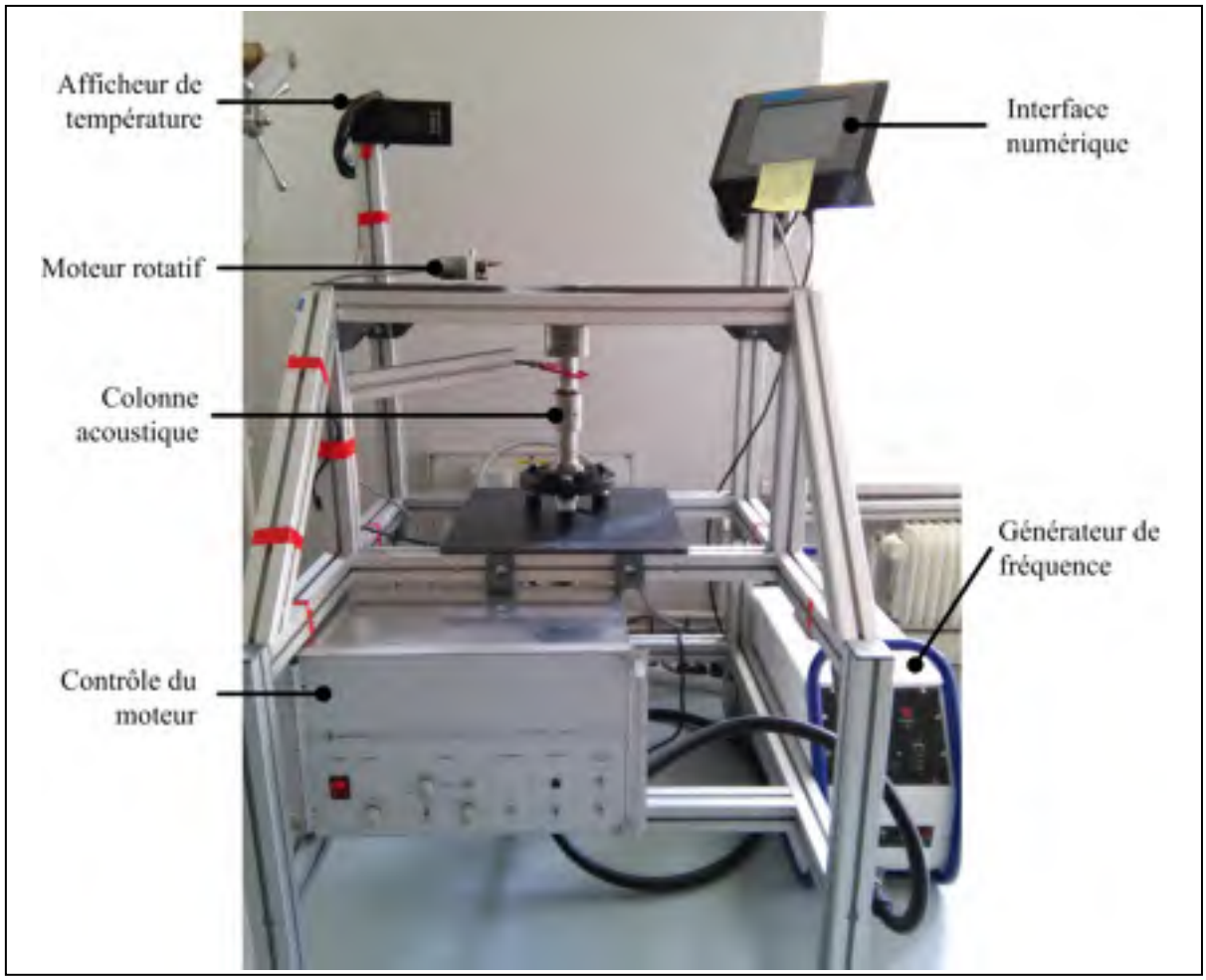


Figure 2.1 Photographie d'une vue d'ensemble du dispositif de grenaillage ultrasonique

2.1.1 Traitement des échantillons plats

Les caractérisations structurales des microstructures après traitement de grenaillage ont été faites sur des échantillons plats ayant un diamètre de 30 mm et une épaisseur de 10 mm débités par découpe au jet d'eau dans des plaques laminées à chaud. Le dispositif de

traitement a été adapté aux échantillons plats (Vue globale en Figure 2.2). La chambre de traitement, de forme cylindrique, a été pensée en deux parties pour permettre une adaptation rapide des parties inférieures et supérieures. La partie inférieure permet de respecter le jeu de fonctionnement entre la chambre et la sonotrode et de coupler une partie supérieure par un centrage court. La partie supérieure joue le rôle de porte échantillon et peut se présenter sous la forme d'un réservoir monobloc endossant le rôle de refroidisseur si un traitement cryogénique est visé.

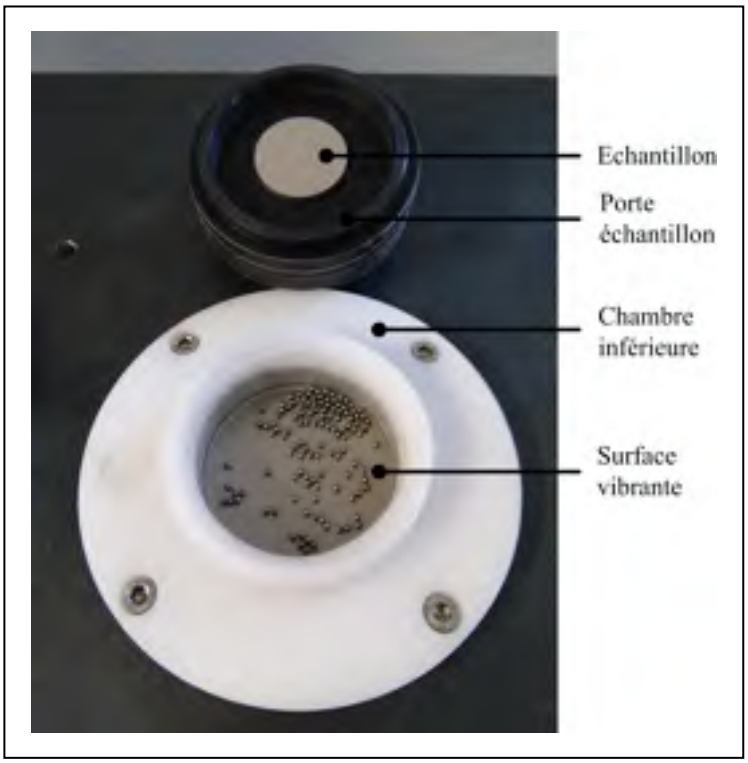


Figure 2.2 Photographie d'une vue globale du dispositif de grenaillage ultrasonique destiné au traitement d'échantillons plats

2.1.2 Traitement d'éprouvettes cylindriques

Sur le même principe, une chambre permettant des traitements d'éprouvettes cylindriques, dédiée aux essais de traction et de fatigue, ont été réalisés. Une vue globale du dispositif est présentée en Figure 2.3. L'éprouvette est insérée dans la chambre de traitement de sorte que

toute la section utile ainsi que les congés d'arrêtes des têtes soit grenaillées. Les têtes d'éprouvettes sont munies de chapeaux de cuivre ayant deux fonctions: i) le refroidissement l'éprouvette et ii) la transmission d'un mouvement de rotation durant le traitement afin de pouvoir traiter toute la section utile. Le refroidissement a été réalisé par un remplissage continu du réservoir circulaire en aluminium pour que les chapeaux baignent partiellement dans l'azote liquide. La rotation est elle assurée par un moteur électrique tournant à 100 tr/min.

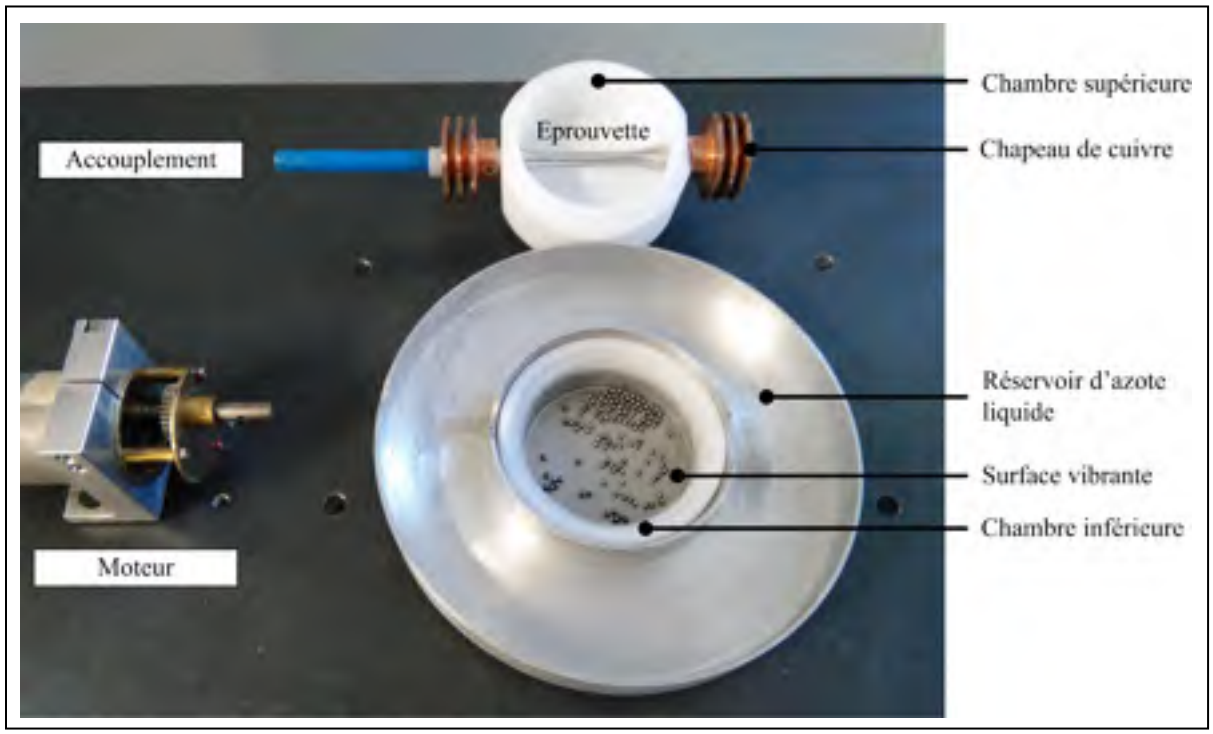


Figure 2.3 Photographie d'une vue globale du dispositif de grenaillage destiné aux éprouvettes cylindriques

La géométrie des éprouvettes de fatigue ne pouvant être modifiée, il est impossible d'enregistrer la température pour chaque traitement, néanmoins, une éprouvette dédiée à la mesure de température a été percée jusqu'à son centre afin d'y insérer un thermocouple. Il a été décidé de refroidir chaque éprouvette pendant 5 min avant le déclanchement du traitement suite aux résultats obtenus avec l'éprouvette test.

2.1.3 Traitements cryogéniques

Pour réaliser les traitements sous température cryogénique, les échantillons sont refroidis directement par conduction thermique à l'aide d'azote liquide. Il a été décidé d'utiliser deux matériaux afin d'obtenir deux rampes de refroidissement et donc deux températures de traitement stabilisées différentes: i) un polymère dur (polyoxyméthylène ou POM) et ii) un acier inoxydable 304L (bien meilleur conducteur thermique).

Afin de vérifier la température de traitement, un thermocouple T a été placé à 2 mm sous la surface déformée et associé à une carte d'acquisition afin de pouvoir enregistrer l'évolution de la température en fonction du temps. Un profil de température type, obtenu lors d'un traitement de 20 min à -130 °C, est présenté Figure 2.4. Dans un premier temps l'échantillon est refroidi pour atteindre la température la plus basse possible (≈ -180 °C pour le réservoir en acier inoxydable). Après déclenchement du traitement, on observe une hausse rapide de la température due à l'échauffement produit par le traitement de grenaillage. La température met alors environ 4 minutes à se stabiliser. Les températures stabilisées et utilisées pour nommer les échantillons sont respectivement de -80 °C et -130 °C avec les portes échantillons en polymère et en acier inoxydable pour les échantillons plats. Une température de -100 °C a été utilisée pour les éprouvettes cylindriques. Seules les variations de température d'un traitement réalisé à -130 °C sont présentées pour ne pas surcharger le graphique. Lorsque d'autres températures de traitement sont utilisées, -80 °C ou -100 °C, les pentes de refroidissement initiales restent les mêmes et seules les températures de stabilisation atteintes varient.

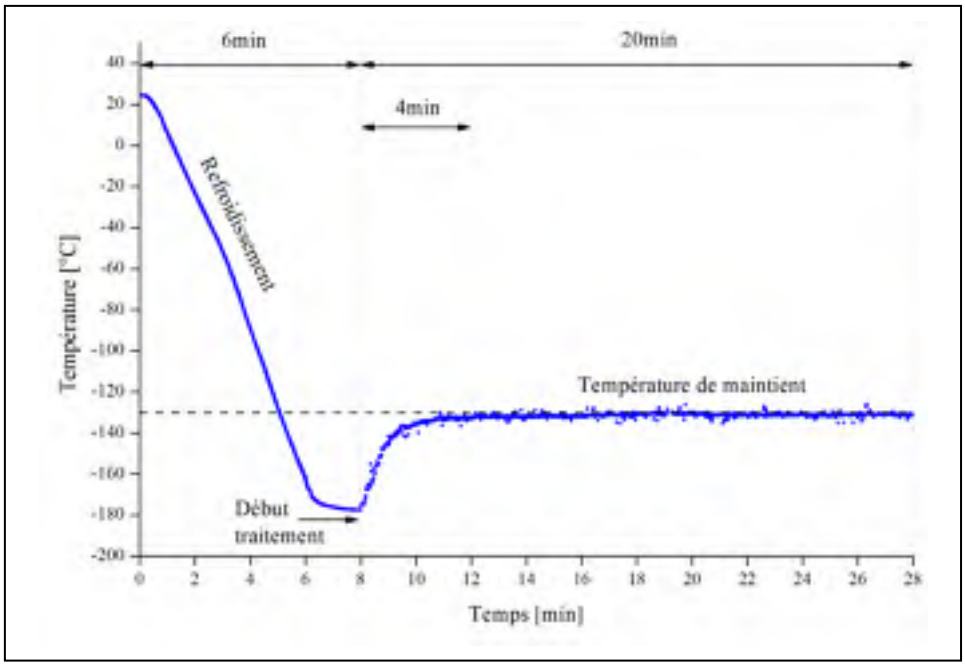


Figure 2.4 Exemple d'une mesure de température lors d'un traitement de 20 min à -130 °C utilisant un réservoir en acier inoxydable 304L

2.1.4 Paramètres de traitement utilisés

Tableau 2.1 Listes des paramètres de grenaillage utilisés

Distance de traitement [mm]	Amplitude de vibration [µm]	Température [°C]	Durée de traitement [min]
Échantillons plats			
20	40 ou 60	25 (ambiante), -80 ou -130	3 ou 20
Éprouvettes cylindriques			
30	60	25 ou -100	20
Caractéristiques des billes			
Nature	Diamètre [mm]	Masse insérée [g]	Nombre
100C6	2	4,1	~120

Pour documenter les effets des paramètres de traitement, des couplages de paramètres ont été réalisés incluant le temps de traitement (3 ou 20 min), l'amplitude de vibration (40 ou 60 µm) et la température (25, -80 ou -130 °C) sur des échantillons plats. Concernant les éprouvettes cylindriques, seule la température a été sélectionnée comme variable d'étude (25 ou -100 °C) en utilisant une amplitude de vibration de 60 µm et une durée de traitement de 20 min. Il est important de noter que le traitement des éprouvettes cylindriques a nécessité une modification de la distance de traitement qui passe de 20 mm (pour les échantillons plats) à 30 mm. Les différentes valeurs des paramètres sont présentées dans le Tableau 2.1. Ce tableau résume les paramètres variables des différents traitements réalisés; des billes de diamètre 2 mm en aciers 100C6 ont été utilisées. Une masse de 4,1 g (équivalent à ~120 billes) a été insérée avant chaque traitement.

2.2 Méthodes de caractérisation structurales

Cette section détaille les méthodes d'analyses utilisées pour l'observation des microstructures. Ces dernières ont été observées au microscope à balayage afin d'obtenir des informations morphologiques de la microstructure mais aussi analysées sous rayons X pour obtenir les compositions de surface après déformation.

2.2.1 Imagerie électronique

Le microscope à balayage électronique (MEB) est basé sur les interactions électron-matière. Son principe consiste à balayer une surface avec un faisceau d'électrons mis en mouvement par une tension d'accélération et dirigé par une série de bobines magnétiques. Il est alors possible d'obtenir des images hautes résolutions des surfaces observées avec une profondeur de champ supérieure au microscope optique, limité par les longueurs d'onde du domaine du visible. Ce type d'analyses se révèle très utile pour observer des microstructures pouvant être parfois très fines mais aussi obtenir différentes informations selon le type de rayonnement utilisé.

2.2.1.1 Interaction électrons-matière

Lorsqu'un faisceau d'électrons rentre en contact avec la surface du matériau observé, il interagit avec un volume de matière appelé "poire d'interaction". La taille de ce volume dépend de la composition du matériau et de l'énergie du faisceau. En pénétrant la matière, les électrons du faisceau vont alors entrer en contact avec ceux de la matière. La Figure 2.5 expose les différentes radiations émises lors d'une interaction électrons-matière.

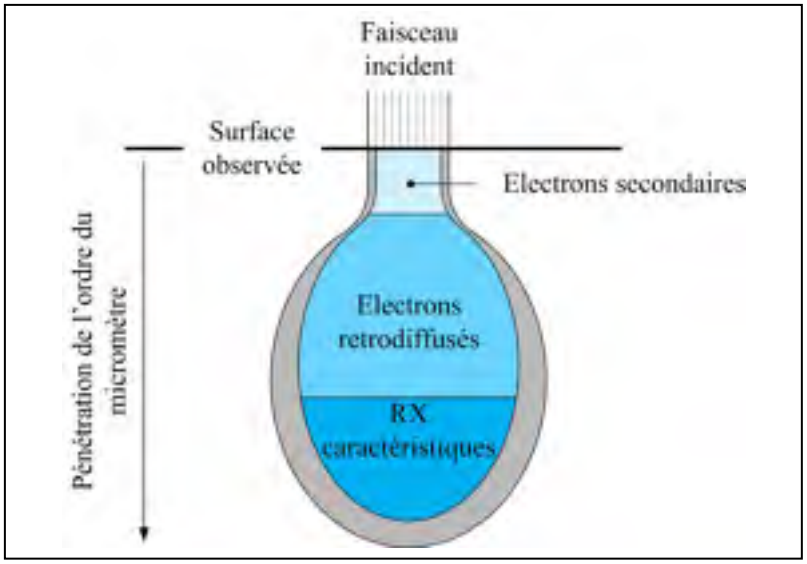


Figure 2.5 Poire d'interaction formée lors d'une interaction faisceau matière(RX: rayons X)

- L'information de surface est reflétée par **les électrons secondaires**. Ces derniers, de faible énergie, ne pénètrent que superficiellement l'échantillon et sont très utiles pour observer les variations de relief de la surface analysée.
- **Les électrons rétrodiffusés** sont produits en sous-couche. Ils permettent l'obtention d'un contraste chimique ou cristallin selon les caractéristiques de la microstructure étudiée.
- **Les rayons X caractéristiques** sont produits plus profondément que les électrons rétrodiffusés. Ils sont utilisés pour les analyses chimiques, notamment par les techniques d'analyses dispersives en énergie (EDS) ou en longueur d'onde (WDS).

Afin de réaliser les observations électroniques, deux microscopes à balayage ont été utilisés. Le premier est un Jeol 6490 équipé d'un filament tungstène employé uniquement pour les observations nécessitant un grandissement faible ou modéré (x200 – x2000). Lorsqu'une résolution supérieure était nécessaire, un microscope à balayage Zeiss Supra 40 possédant un canon à émission de champ a été utilisé. Il permet des analyses à fort grossissement permettant d'observer les structures et défauts de déformations très fins, de l'ordre de la centaine de nanomètre.

2.2.1.2 La cartographie d'orientation EBSD

La cartographie d'orientation par EBSD (Electron Back Scattering Diffraction) est une technique utilisant la diffraction des électrons rétrodiffusés pour obtenir l'orientation cristalline de chaque grain composant la microstructure. Cette technique permet d'avoir accès à de nombreuses informations, impossibles à obtenir avec des observations classiques sous électrons secondaires ou rétrodiffusés, comme la texture locale, des analyses d'état de déformation à l'échelle du grain ou encore les relations d'orientations de phases étant impliquées dans des transformations allotropiques. Si l'échantillon est polyphasé il est aussi possible d'obtenir une répartition spatiale des différentes phases à condition que celles-ci soient de structures cristallines différentes.

Lorsque le faisceau incident interagit avec le grain dont on souhaite connaître l'orientation, les électrons rétrodiffusés vont diffracter en deux cônes pour chaque plan réflecteur selon la loi de Bragg (Figure 2.6). Les intersections de ces cônes avec l'écran du détecteur forment alors des bandes (plus précisément des hyperboles assimilées à des bandes). L'image des bandes de tous les plans réflecteurs est appelée diagramme de Kikuchi. Ce diagramme est ensuite indexé de manière cohérente en fonction des angles entre les plans diffractants et des axes de zone pour obtenir l'orientation de la maille, connaissant au préalable sa structure cristalline.

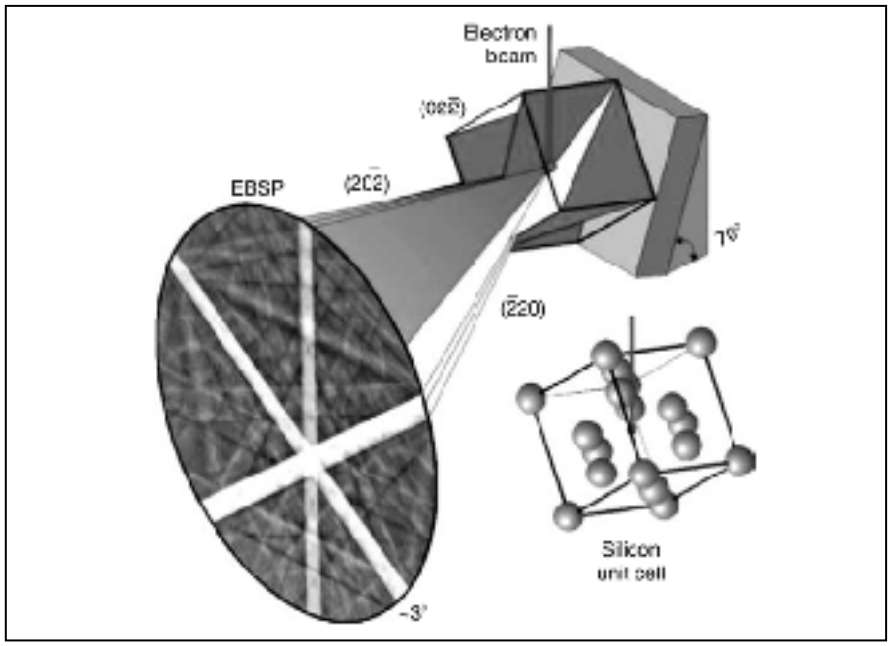


Figure 2.6 Principe de l'imagerie d'orientation EBSD
[Maitland et Sitzman - 2007]

Dans la pratique, l'échantillon dont la surface a été préalablement polie est placé dans la chambre du MEB de sorte à ce que le faisceau incident et la normale à la surface forment un angle de 70°. La gamme de polissage utilisée peut être trouvée dans le Tableau 2.2. Après optimisation des paramètres d'acquisition, le faisceau balaye la surface de l'échantillon pour récupérer les diagrammes de chaque point sur un détecteur phosphorescent. Par la suite, un logiciel dédié détermine l'orientation de chaque point mesuré et reconstitue la surface d'acquisition. Considérant le volume d'interaction d'où proviennent les électrons rétrodiffusés (Figure 2.5), une des limitations de cette méthode d'observation sera la résolution spatiale minimale atteignable, généralement estimée à 40-50 nm. Ajoutées à cela, les distorsions élastiques présentes au sein d'un réseau déformé diminueront la qualité des clichés de diffractions, rendant l'indexation difficile [Wright, Nowell et Field - 2011]. Cette dernière remarque sera à prendre en considération pour les surfaces sévèrement déformées, observées dans cette étude.

Tableau 2.2 Paramètres de polissage utilisés afin de préparer les échantillons pour les acquisitions EBSD

Grain	Durée [min]	Force [N]
Feuilles abrasives aux carbures de silicium		
320 500 1200 2000	Polissage manuel	
Suspensions diamantées		
9 µm 3 µm 1 µm Suspension de silice colloïdale (OP-S)	10 15	10

Dans le cadre de cette étude les deux MEB cités auparavant, à savoir un Jeol 6490 et un Zeiss Supra 40, ont été utilisés pour réaliser les cartographies d'orientation. Le choix du microscope repose ici aussi sur la résolution pouvant être atteinte par ces équipements. Le microscope à balayage Jeol 6490 a essentiellement été utilisé pour des acquisitions rapides à faibles grandissements, typiquement de l'ordre de x250 avec un pas de 1 µm. Le microscope à balayage Zeiss Supra 40, quant à lui, a été privilégié pour les analyses fines à forts grandissements, x1500 avec un pas $\leq$ 100 nm. Dans les deux cas, 9 bandes ont été utilisées pour indexer les clichés de diffraction lors des acquisitions. Par la suite, les cartographies ont été analysées à l'aide du logiciel HKL Channel 5 de Oxford Instruments.

2.2.2 Diffraction des rayons X

La Diffraction des Rayons X (DRX) est basée sur l'interaction d'un faisceau électromagnétique de faible longueur d'onde avec le/les élément(s) atomique(s) composant la matière. A la différence de la technique EBSD qui permet des analyses d'extrême surface, le faisceau de rayons X incident interagit avec un volume de matière. L'interaction du faisceau

et de la matière observée est décrite par la loi de Bragg reliant la longueur d'onde λ du faisceau incident, l'angle entre le faisceau incident et la normale à la surface de l'échantillon θ_{hkl}, et la distance interréticulaire d_{hkl} des plans diffractants (Équation 2.1).

$$\lambda = 2.d_{hkl}.\sin\theta_{hkl} \tag{2.1}$$

Lorsque cette loi est respectée, un pic d'intensité est enregistré par un détecteur placé à un angle $2\theta_{hkl}$. En connaissant le paramètre de maille de la famille de plan considérée ainsi que la longueur d'onde utilisée, on peut alors définir les positions théoriques des plans de la/les phase(s) considérée(s).

Trois sources de rayons X ont été utilisées en fonction de la machine et de l'observation désirée. D'une part; le dispositif de DRX dédié aux mesures des contraintes résiduelles a nécessité une source de chrome et de manganèse (méthode de mesure détaillée par la suite) afin de pouvoir mesurer les contraintes résiduelles dans la martensite et l'austénite. D'autre part, les quantifications de phases ont été réalisées avec une source de cobalt lorsque une longue campagne de mesure été nécessaire, la machine étant équipée d'une détecteur plan, et avec une source de chrome pour les mesures plus précises.

$$\frac{I}{I_0} = e^{-\frac{\mu}{\rho}.\rho.x} \tag{2.2}$$

En connaissant la composition chimique des alliages et la nature de la source de rayons X, il est possible d'estimer la profondeur de pénétration *x* du faisceau incident (Équation 2.2). La Figure 2.7 représente l'intensité de rayonnement en fonction de la profondeur de pénétration pour les trois sources sélectionnées dans cette étude sur l'alliage 304L. Pour ce calcul, une masse volumique ρ de 7,789 g/cm^3 a été utilisée pour l'alliage 304L et des coefficients d'absorption massique μ/ρ égaux à 80,3 m²/g pour une source de manganèse, 112,9 m²/g pour une source de chrome et 126,8 m²/g pour une source de cobalt. Aucune norme n'a été trouvée quant au rapport des intensités à utiliser pour définir la profondeur de pénétration. Un critère égal à $I/I_0 = 50\%$ a alors été sectionné (comme proposé par Prevey [Prevey - 1986]) donnant

des profondeurs de pénétrations des rayons X de 5,8 µm pour une source de cobalt, 7,7 µm pour une source de chrome et 9,6 µm pour une source de manganèse. L'information obtenue par DRX ne provient donc pas seulement de la surface mais aussi de la première dizaine de micromètres sous la surface de mesure.

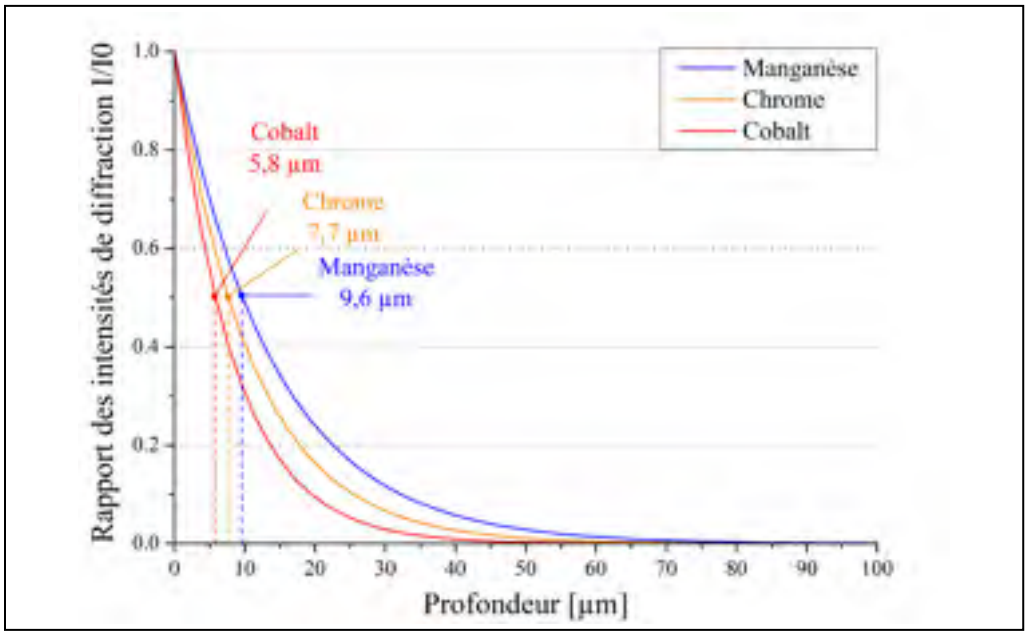


Figure 2.7 Intensité de diffraction en fonction de la profondeur de pénétration selon différentes natures de sources RX. Les calculs ont été appliqués à un alliage 304L

2.2.2.1 Mesure de quantité de phase

Dans le cas de matériaux polyphasés, la méthode de DRX permet de déterminer la quantité et le nombre de phases en présence dans la plupart des cas d'études. Si, dans le volume diffractant, une phase est présente en grande quantité, ses pics de diffractions seront intenses. A l'inverse, si la phase est présente en faible proportion, les pics associés seront de faibles intensités. En d'autres termes, les intensités des pics seront proportionnelles à la fraction des phases en présence dans le volume diffractant. Ainsi, en se basant sur les intensités relatives des pics de diffraction sélectionnés, il est possible de calculer les fractions volumiques relatives de chaque phase présente dans le volume diffractant. La formule donnée en

Équation (2.3) définie l'intensité d'un pic de diffraction pour un matériau monophasé sans texture particulière.

$$I = \frac{K.R}{2\mu} \tag{2.3}$$

On peut calculer les valeurs de *K* et *R* à partir des équations (2.4) et (2.5).

$$K = \left(\frac{I_0.\bar{e}^4}{m^2.c^4}\right).\left(\frac{\lambda^3.\mathrm{A}}{32.\pi.r_{debye}}\right) \tag{2.4}$$

$$R = \frac{1}{v^2}.|F|^2.P.\left(\frac{1+cos^2 2\theta_{hkl}}{sin^2\,\theta_{hkl}\,.cos\,\theta_{hkl}}\right).e^{-2M} \tag{2.5}$$

I_0 l'intensité de diffraction d'un pic, $\bar{e}$ la charge d'un électron, m la masse d'un électron, c la vitesse de la lumière, λ la longueur d'onde incidente, A l'aire du faisceau incident, r_{debye} le rayon du cercle de Debye, v le volume d'une cellule, F le facteur de structure, P la multiplicité, Lp le coefficient de Lorentz-polarisation comprenant l'expression incluant θ_{hkl} l'angle de diffraction et e^{-2M} le facteur thermique [Cullity - 1956].

On constate alors que la constante K sera propre à l'acquisition, reflétant l'influence des paramètres "machine" et doit être prise en compte par une calibration machine. La valeur R sera, quant à elle, fonction des caractéristiques de la phase et donc de la maille cristalline étudiée. Dans le cas de la transformation martensitique, la composition entre la phase mère et la phase héritée reste la même (transformation displacive), la valeur du coefficient d'absorption ½μ restera donc constante. Par différenciation, la fraction de chaque phase peut être calculée au travers de leurs intensités relatives.

La formule (2.6) permet l'utilisation de n pics durant la mesure afin d'obtenir la fraction de la phase i pour un matériau contenant m phases. L'utilisation de plusieurs pics permet d'augmenter la précision de la quantification, notamment lorsque des pics de différentes phases sont très proches, voir aux mêmes angles de diffraction. Elle permet aussi de corriger

en partie les effets de texture qui peuvent fausser les relations de proportionnalité entre les pics d'une même phase et donc la quantification qui en découle.

$$V_i = \frac{\frac{1}{n_i}\sum_{j=1}^{n}\frac{I_i^j}{R_i^j}}{\sum_{i=1}^{m}\sum_{j=1}^{n}\frac{1}{n_i}\cdot\frac{I_i^j}{R_i^j}} \tag{2.6}$$

Les mesures de quantification de phase ont été réalisées sur un goniomètre D8 Advance de Brucker couplé à un détecteur plan Photonic Science et une anode de cobalt. Afin de s'affranchir des potentiels effets de texture cristallographique, une rotation continue sur l'axe φ (azimute) et une sommation sur 3 positions (10°/25°/40°) de l'axe ψ (déclinaison) ont été appliquées aux échantillons durant l'analyse. Le Tableau 2.3 résume les positions de pics utilisés pour les quantifications de phase ainsi que les intensités de diffraction des familles de plans diffractants pour une source Co-K_α. Ces valeurs sont à associer au diffractogramme présenté Figure 2.8 donnant l'exemple d'une répartition 64 % de phase γ, 6 % de phase ε et 30 % de phase α'.

Tableau 2.3 Positions et intensités des pics de diffractions utilisés pour la quantification de phase.

Plan			2θ	Intensité	Intensité relative
h	**k**	**l**	**[°]**	**[%]**	**[%]**
Austénite γ					
1	**1**	**1**	51,06	100	74.3
Martensite ε					
1	**0**	**0**	48,07	25	16.9
0	**0**	**2**	51,25	28	18.6
1	**0**	**1**	54,92	100	67.3
Martensite α'					
0	**1**	**1**	52,21	100	100

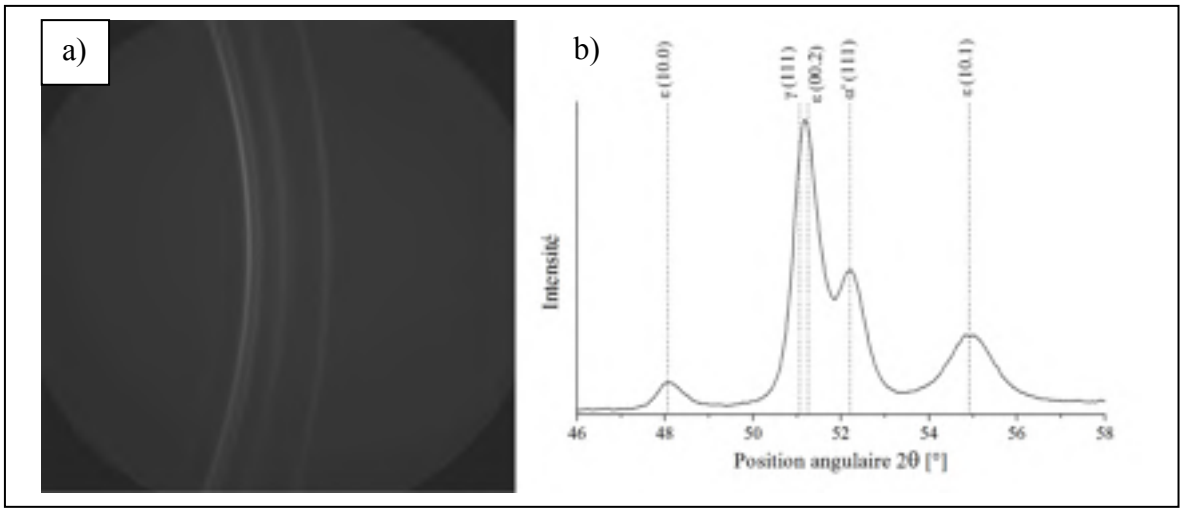


Figure 2.8 Exemple d'une mesure par DRX obtenu a) sur le détecteur plan et b) après intégration des diffractogrammes

Après acquisition et sommation des différents diffractogrammes, les quantités de phase ont été calculées à l'aide du logiciel de post-traitement Maud [Lutterotti *et al.* - 2007]. Une calibration a été effectuée sur une plaque de corindon (Al_2O_3) afin de réduire au maximum les erreurs provenant de l'équipement.

2.3 Caractérisation du comportement mécanique

En plus des études microstructurales, des essais mécaniques ont été réalisées afin de définir les caractéristiques des surfaces grenaillées. Les gradients de propriétés ont été essentiellement analysés en termes de rugosité, de dureté et par mesure des contraintes résiduelles. Le comportement mécanique a, lui, été détaillé par des essais de traction uniaxiale et de fatigue mécanique par flexion rotative.

2.3.1 Mesures de la rugosité de surface

La rugosité définie les variations de topographies présentent à la surface d'une pièce où d'un échantillon. Le critère de rugosité retenu est la rugosité moyenne quadratique R_q (2.7) plus sensible à la variation de hauteur que la rugosité moyenne R_a.

$$R_q = \sqrt{\frac{1}{L}\int_0^L Z^2(x)dx} \quad (2.7)$$

avec L la longueur du profil, x la position le long du profil et Z(x) la hauteur associée.

Les profils ont été réalisés à l'aide d'un rugosimètre à palpeur Mitutoyo SJ-400 en utilisant 5 échantillons de 2,5 mm (profil de 12,5 mm), des filtres de longueur d'onde courte λ_c et λ_l de respectivement 0,008 mm et 2,5 mm et pour une vitesse d'avancé du palpeur de 1 mm.s^{-1}.

2.3.2 Mesures de microdureté

La dureté d'un matériau définit sa résistance à la pénétration d'un indenteur sous charge. De manière conventionnelle et souvent lors de traitement de surface, la dureté est utilisée sous forme de filiation à charge constante sur une section transverse pour mesurer les gradients de propriétés, de la surface traitée jusqu'au cœur du matériau. Plus la profondeur de pénétration sera faible pour une charge donnée, plus le matériau sera considéré dur. Dans le cadre de cette étude, les mesures de microdureté utilisées ont été de types Vickers. La méthode d'indentation Vickers utilise un pénétrateur pyramidal à base carrée en diamant et de demi-angle au sommet θ_{HV} égal à 68° (Figure 2.9). Une fois l'indentation réalisée, la dureté du matériau est déterminée à partir de la taille des diagonales selon la formule (2.8):

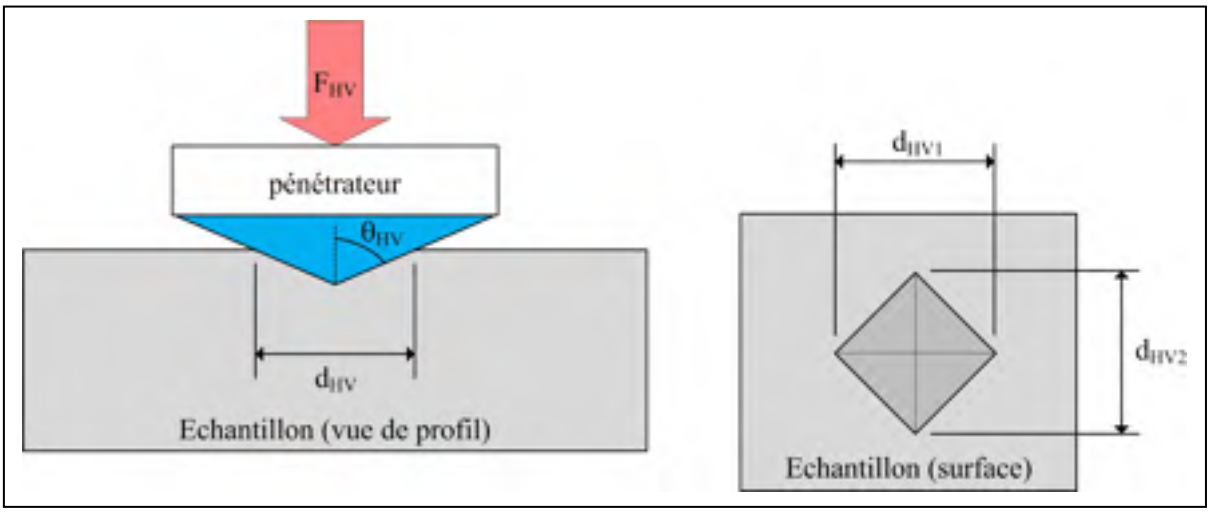


Figure 2.9 Schéma de la mesure de dureté par indentation Vickers

$$HV = 0{,}189.\frac{F_{HV}}{d_{HV}} \tag{2.8}$$

avec HV la dureté mesurée, F_{HV} la force appliquée et d_{HV} la longueur moyenne des diagonales calculée à partir de d_{HV1} et d_{HV2}.

Un autre moyen d'utiliser les mesures de dureté est d'indenter directement la surface traitée à l'aide de charges croissantes. Il est alors possible de calculer la profondeur d'indentation en fonction de la charge selon la formule (2.9):

$$h_{HV} = \frac{d_{HV}}{2\sqrt{2}.\tan\theta_{HV}} \tag{2.9}$$

avec h_{HV} la profondeur d'indentation, d_{HV} la longueur des diagonales et θ_{HV} le demi-angle d'indentation égale à 68° dans le cas d'un indenteur type Vickers. La dureté qui en découle est mesurée classiquement à l'aide de l'emprunte réalisée et de la formule 1.1. Ce type de mesure de dureté permet, entre autre, d'obtenir les caractéristiques superficielles du matériau traité en liant la profondeur d'indentation à la dureté mesurée.

2.3.3 Mesure de contraintes résiduelles

Les contraintes résiduelles sont des contraintes internes à la microstructure du matériau. Celles-ci sont générées lors de la plupart des opérations réalisées sur une pièce mécanique que ce soient des déformations plastiques (forgeage, emboutissage, laminage), des gradients de température importants (trempe, soudage) ou encore l'insertion d'éléments chimiques (nitruration, carburation). Ces dernières sont auto-équilibrées, c'est-à-dire que la résultante de ces contraintes ainsi que la somme de leurs moments sont nulles. En d'autres termes, les zones soumises à des contraintes résiduelles de compression seront équilibrées par d'autres zones en tension au sein du matériau.

La diffraction des rayons X est une méthode non destructive couramment utilisée pour la mesure des contraintes résiduelles. De manière théorique, ce type de mesure s'appuie sur la

variation du paramètre de maille comme jauge de déformation. De part cette variation de distance interréticulaire, un décalage de position de pic $d\theta_{hkl}$ est alors mesurable et, par différenciation de la loi de Brag (Eq. (2.1), il est possible de relier la variation de la position de pic $2\theta_{hkl}$ à la déformation normale aux plans (hkl) diffractant utilisés pour la mesure. La relation de l'Équation (2.10) est alors obtenue:

$$\varepsilon_{hkl} = -\cot\theta_{hkl}.d\theta_{hkl} \tag{2.10}$$

La déformation est ensuite liée aux contraintes résiduelles par la loi de Hooke en utilisant les équations des milieux continus dans l'hypothèse d'un milieu isotrope et homogène et en supposant mesurer les variations de d_{hkl} pour différents angles ψ. Ainsi, quand les quatre conditions présentées ci-dessous sont vérifiées, il est possible de résoudre l'équation (2.11) et obtenir la valeur de la déformation moyenne $\varepsilon_{hkl}^{\phi\psi}$ suivant une direction définie par ψ et ϕ [Noyan et Cohen - 1987], cette relation est couramment dénommée "méthode des sin²" et s'exprime comme suit:

- L'état de contrainte est supposé biaxiale ($\sigma_3 = 0$), ce qui est valable lors de mesures superficielles (surface libre).
- Le matériau est homogène, continu et isotrope.
- Les déformations sont de nature élastiques.
- L'état de déformation est homogène au sein du volume diffractant.

$$\varepsilon_{hkl}^{\phi\psi} = \frac{1+v}{E}.\sigma_\phi.\sin^2\psi - \frac{v}{\mathrm{E}}.(\sigma_\mathrm{I} + \sigma_\mathrm{II}) = \frac{1}{2}\mathrm{S}_{2_{\mathrm{hkl}}}.\sigma_\phi.\sin^2\psi + \mathrm{S}_{1_{\mathrm{hkl}}}.(\sigma_\mathrm{I} + \sigma_{II}) \tag{2.11}$$

Dans la pratique, la variation des $\varepsilon_{hkl}^{\phi\psi}$ est mesurées selon différentes valeurs d'angle ψ. Ces variations sont ensuite tracées en fonction des $\sin^2\psi$. Le résultat obtenu décrit alors une droite de pente $\frac{1}{2}\mathrm{S}_{2_{\mathrm{hkl}}}.\sigma_\phi$ et d'ordonnée à l'origine $\mathrm{S}_{1_{\mathrm{hkl}}}.(\sigma_\mathrm{I} + \sigma_{II})$ permettant d'obtenir la valeur des contraintes résiduelles par régression linéaire.

Tableau 2.4 Paramètres utilisés pour la mesure des contraintes résiduelles par DRX

	Austénite γ	**Martensite α'**
Source de rayons X	Mn	Cr
Plan	{311}	{211}
Position angulaire 2θ [°]	152	156
Tension [kV]	20	21
Intensité [mA]	3	3
Exposition [s]	0.30 à 1	
Nombre de position ψ	9	
ψ oscillation [°]	± 1	
ψ angle [°]	± 30	

Les mesures de contraintes résiduelles ont été réalisées sur un appareil PROTO iXRD construit à cet effet. Afin de pouvoir mesurer les contraintes dans la martensite et l'austénite, deux natures de tubes ont été utilisées à savoir une source de manganèse pour l'austénite et de chrome pour la martensite. Les paramètres d'acquisition sont résumés dans le Tableau 2.4.
Les gradients de contrainte résiduelle ont été obtenus par enlèvements électrolytiques successifs de matière à l'aide d'une solution A3 (5% d'acide perchlorique, 60% de méthanol et 35% de butoxyethanol). La relaxation des contraintes due aux enlèvements de matière a été prise en compte selon la méthode de Moore et Evans [Moore et Evans - 1956]. Ce type de correction est adapté lorsque la poche d'enlèvement est bien plus grande que la profondeur de la couche affectée. Dans le cas de cette étude, des poches de 5x5 mm² ont été utilisées pour mesurer les gradients des contraintes résiduelles. L'épaisseur des couches affectées, dépendant des conditions de traitement, étant de l'ordre de 500 µm.

2.3.4 Essai de traction

Les études de comportement mécanique ont été réalisées, entre autres, par des essais de traction. Les dimensions des éprouvettes utilisées sont présentées en Figure 2.10. Cette

géométrie d'éprouvette est spécialement conçue pour des essais de fatigue en flexion rotative, cependant, les mêmes dimensions d'éprouvettes ont été utilisées pour réaliser les essais de traction.

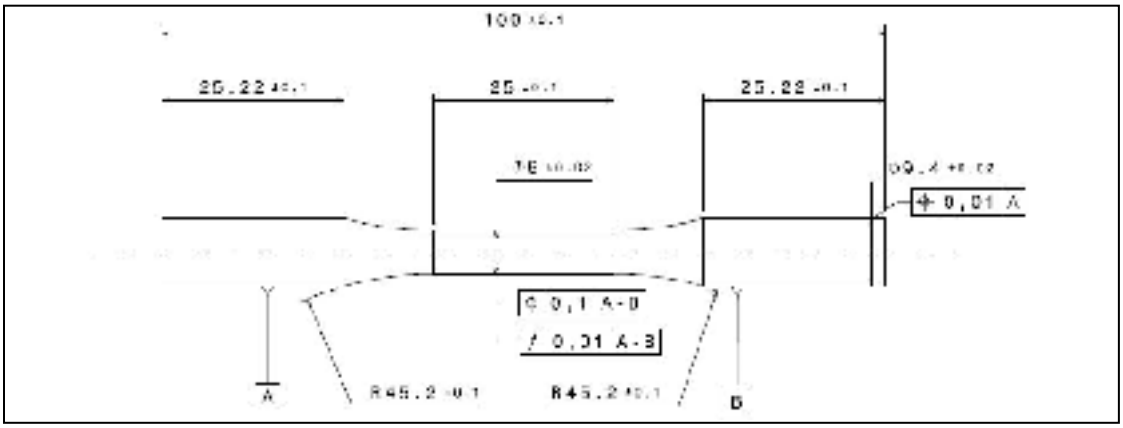


Figure 2.10 Plan côté des éprouvettes utilisées pour la caractérisation du comportement mécanique.

Les essais de traction permettent de définir les caractéristiques mécaniques macroscopiques des éprouvettes produites. Ils ont été réalisés sur un bâti MTS 810, sous charge uniaxiale monotone et pour une vitesse de déformation quasi-statique de 10^{-3} s^{-1}. La déformation a été calculée à partir des données de déplacement mesurées par un extensomètre MTS ayant un allongement maximum de 50% et de longueur utile de 25,4 mm (1 pouce).

2.3.5 Essais de fatigue en flexion rotative

Pour les besoins de l'étude, des essais de flexion rotative ont été réalisés sur une machine Instron de type R.R. Moore. La flexion rotative est particulièrement adaptée pour les traitements de surface considérant que la charge maximale est elle aussi appliquée en surface (Figure 2.11). Au cours des essais l'éprouvette est sollicitée à charge/contrainte constante selon un rapport $R = \sigma_{min}/\sigma_{max} = -1$. Afin d'estimer la limite d'endurance des éprouvettes produites, la méthode nommée "step" a été utilisée [ASTM 91A - 1963], adaptée lorsque peu d'éprouvettes sont disponibles. Elle consiste à solliciter l'échantillon à 70 % de la limite de

fatigue estimée jusqu'à un nombre de cycle fixé, ici 10^6 cycles. Si l'éprouvette ne rompt pas après avoir subie le nombre de cycle voulu, la charge est augmentée d'environ 5 % de la limite de fatigue estimée. L'opération est réitérée jusqu'à ce que l'éprouvette casse.

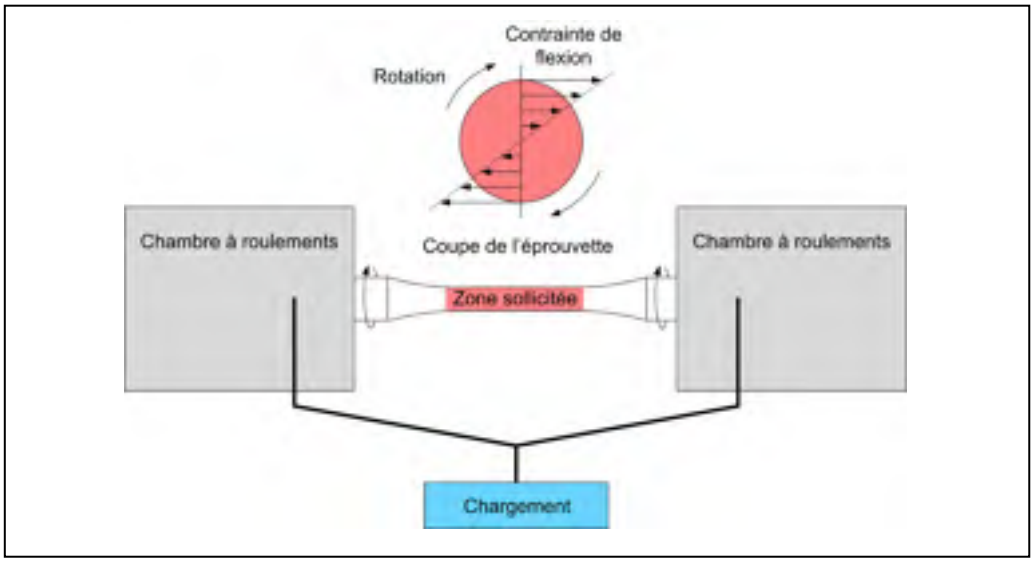


Figure 2.11 Schéma représentatif d'un essai de fatigue en flexion rotative

CHAPITRE 3

MODIFICATIONS STRUCTURALES APPORTEES PAR LE TRAITEMENT DE GRENAILLAGE ULTRASONIQUE SUR DIFFERENTS ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES

Ce chapitre a pour objectif de caractériser la modification des mécanismes de durcissement intervenant lors de déformations plastiques sur des aciers inoxydables sous condition cryogénique en considérant la stabilité de la phase austénitique. Les aciers inoxydables austénitiques peuvent présenter des comportements complexes en déformation selon leurs compositions, le taux et la vitesse de déformation ainsi que la température. Une baisse de la température de traitement facilitera le maclage de l'austénite et une transformation de phase martensitique interviendra probablement au sein des microstructures métastables. L'EFE sera aussi diminuée à basse température rendant la transformation de l'austénite en martensite ε possible par une accumulation de fautes d'empilement. Afin de détailler l'implication de ces différents mécanismes de durcissement, ce chapitre sera structuré en deux parties distinctes.

La première partie de chapitre concerne la caractérisation des microstructures de déformation générées sous différentes températures pour deux stabilités de matrices austénitiques. Les alliages sélectionnés sont les alliages 310S (très stable) et 304L (métastable). Ils seront traités par grenaillage ultrasonique avec pour seule variable d'étude la température: ambiante ou cryogénique (-130 °C). Les modifications microstructurales seront détaillées par des filiations de dureté et appuyées par des observations au microscope électronique couplées à des cartographies d'orientations EBSD.

La seconde partie portera sur les mécanismes fins de transformation de phase martensitique au sein de l'alliage métastable 304L. Les gradients de phases seront analysés par DRX puis mis en relation avec les structures de transition observées par imagerie d'orientation et obtenues à température ambiante et sous condition cryogénique. Les séquences de transformation, les relations d'orientation et les distributions de variants générées seront alors abordées pour décrire précisément la nature de la transformation de phase martensitique induite par grenaillage ultrasonique.

3.1 Influence de la température sur les mécanismes de durcissement d'aciers austénitiques ayant différentes stabilités

La première partie de ce chapitre est consacrée à décrire l'influence de la température de traitement sur les mécanismes de durcissement générés par le traitement de grenaillage ultrasonique. Étant donné que le traitement de grenaillage génère un gradient de déformation en profondeur, la section est scindée en deux: la caractérisation i) des microstructures de sous-couche (de ~10 à 500 µm) et ii) d'extrême surface (première dizaine de micron). Cette partie sera conclue par une interprétation et une discussion des résultats obtenus.

3.1.1 Paramètres de traitement

Les compositions chimiques des deux nuances d'aciers utilisées ainsi que leurs températures caractéristiques figurent dans le Tableau 3.1. Les températures Ms et Md30 ont été calculées en utilisant respectivement les formules de Pickering [Pickering - 1978] et de Angel [Angel - 1954]. La valeur de Ms obtenue pour l'alliage 310S étant inférieure au zéro absolu (< 0 K), cette valeur ne figure pas dans le Tableau 3.1, néanmoins elle reflète la haute stabilité de l'alliage sélectionné vis-à-vis de la transformation martensitique. Au regard de ces températures, l'austénite devrait rester relativement stable au cours de déformations à basse température pour l'alliage 310S (M_{d30} = -169 °C) tandis que la transformation martensitique devrait intervenir dans l'alliage 304L (M_{d30} = 21 °C).

Les microstructures initiales consistent en des grains de formes équiaxes ayant respectivement des tailles moyennes de 80 ± 14 µm et 30 ± 8 µm pour l'alliage 310S et l'alliage 304L; la différence de taille de grain entre les deux matériaux ne sera pas considérée comme un paramètre de l'étude. Les duretés initiales des alliages 310S et 304L s'élèvent respectivement à 170 ± 5 HV et 210 ± 5 HV. Cette différence de dureté peut s'expliquer par la différence de taille de grain des deux matériaux.

Préalablement au traitement, les échantillons ont été polis jusqu'à l'obtention d'une finition poli-miroir (voir CHAPITRE 2). Les différentes conditions de traitement sont détaillées dans le Tableau 3.2 et seule la température a été choisie comme variable pour cette étude. Les

paramètres de grenaillage utilisés ici représentent la condition de traitement la plus sévère de cette étude.

Tableau 3.1 Compositions et températures caractéristiques des alliages 304L et 310S

	Éléments [$\%_{mass.}$]									Ms [°C]	Md30 [°C]
	C	**Cr**	**Ni**	**Mn**	**Si**	**N**	**P**	**S**	**Fe**		
304L	0,03	18,1	8,0	1,5	0,4	0,07	0,03	0,002	Bal.	-127	21
310S	0,04	24,6	19,2	1,5	0,4	0,02	0,03	0,002	Bal.	-	-169

Tableau 3.2 Paramètres de grenaillage ultrasonique

Paramètres liés aux billes de traitement					
Nature		**Diamètre [mm]**		**Poids [g]**	
100C6		2		4,1	
Conditions de traitement					
Distance de traitement [mm]	**Fréquence de vibration [kHz]**	**Amplitude [µm]**	**Temps [min]**	**Températures [°C]**	**Désignations**
20	20	60	20	25 -130	TAmb TCryo

3.1.2 Modifications des microstructures de sous-couches

3.1.2.1 Durcissement et zones affectées

Les sections transverses observées par MEB sous électrons rétrodiffusés après traitement de grenaillage ultrasonique sont données en Figure 3.1. Chaque échantillon présente une surface fortement déformée clairement différente de la microstructure grossière initiale que l'on retrouve en profondeur. Comme la déformation est appliquée localement en surface, des

gradients de modification microstructurale sont induits: les gros grains initiaux sont déformés (couche déformée plastiquement) et subissent un processus d'affinement (couche de transition) totalement achevé au voisinage de la surface (couche affinée). Les flèches verticales présentent en Figure 3.1 estiment les profondeurs auxquelles le passage de la couche de transition à la couche déformée plastiquement intervient pour chacune des conditions de traitement.

Les profondeurs auxquelles les transitions entre le début de la couche déformée plastiquement et la fin de la couche de transition apparaissent comparables pour les traitements réalisés à température ambiante, s'élevant à ~300 µm. Lorsque le traitement est réalisé sous condition cryogénique, les deux alliages présentent des comportements significativement différents. L'épaisseur de la couche affinée est légèrement réduite pour l'alliage 310S (250 µm) tandis que celle de l'alliage 304L est augmentée (400 µm).

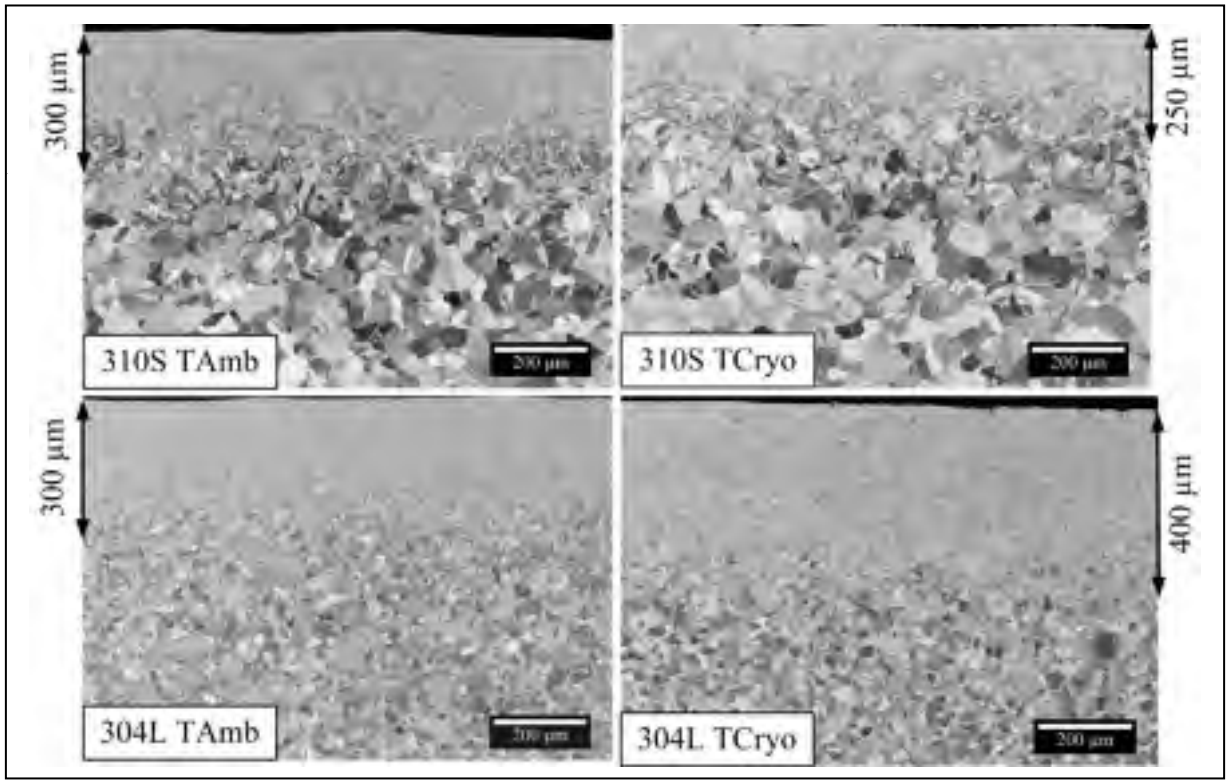


Figure 3.1 Coupes transverses des échantillons obtenus sous différentes conditions de traitement et observées par MEB. Les flèches verticales estiment les profondeurs des couches affinées. Les surfaces traitées sont en haut des différentes sections transverses

Afin d'estimer quantitativement les modifications apportées en sous-couche, des filiations de dureté ont été réalisées de la surface vers le cœur des échantillons, les résultats sont présentés en Figure 3.2. Les droites horizontales indiquent les duretés initiales des deux alliages. La droite verticale correspond à la profondeur à laquelle les acquisitions EBSD ont été réalisées (230 µm), ces observations seront détaillées par la suite. Les deux flèches horizontales matérialisent les variations de profondeur obtenues à une profondeur de 300 µm entre les traitements ambiants et cryogéniques à des duretés équivalentes. Cette profondeur correspond à l'épaisseur des couches de transition obtenue à température ambiante et estimée précédemment par imagerie électronique.

Les tendances observées sont comparables pour les différentes conditions de traitement avec un maximum de dureté en surface puis une diminution graduelle jusqu'à atteindre les valeurs de dureté des microstructures initiales, cependant, la température affecte le durcissement des deux alliages de différentes façons. Les épaisseurs affectées pour l'alliage 310S sont comparables entre la température ambiante et cryogénique mesurant environ 550 µm. Une légère diminution de la couche affectée est à noter pour l'alliage 304L d'autant plus que cette épaisseur diminue lorsque le traitement devient cryogénique, passant de 500 µm à température ambiante à 450 µm sous basse température. A partir d'une profondeur de 170 µm, l'alliage 310S traité cryogéniquement présente une diminution des valeurs de dureté comparé aux valeurs obtenues après un traitement à température ambiante. Comparativement, une forte augmentation de la dureté est visible en sous-couche de l'alliage 304L lorsqu'une température cryogénique est appliquée.

Si l'on compare à présent les variations de dureté obtenues par une baisse de la température de traitement (flèches sur la Figure 3.2) il est clairement visible que la diminution de température entraine une légère diminution de la profondeur à laquelle cette dureté est atteinte pour l'alliage 310S, passant de 300 à 260 µm, tandis qu'une augmentation notable de celle-ci est observable pour l'alliage 304L, passant de 300µm à 380 µm. Le potentiel de durcissement est donc directement lié à la variation de l'épaisseur à laquelle les mécanismes d'affinement peuvent être atteints.

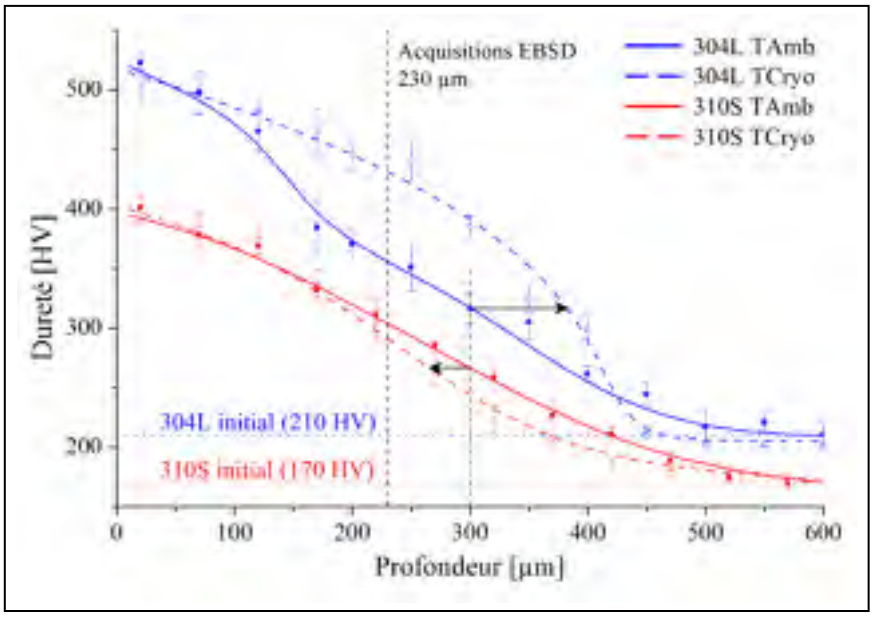


Figure 3.2 Filiations de microdureté réalisées en sous-couche des échantillons déformés pour les différentes conditions de traitement. Les lignes horizontales pointillées représentent les duretés initiales des matériaux

3.1.2.2 Observations des mécanismes de durcissement de sous-couche par imagerie d'orientation EBSD

Afin d'obtenir plus d'informations sur les mécanismes responsables des variations de dureté en sous-couches, des analyses EBSD ont été réalisées sur les sections transverses des deux conditions cryogéniques et à des profondeurs où les différences entre les deux matériaux sont les plus marquées (230 µm). Dans un premier temps le cas de l'alliage 310S sera étudié. La structure austénitique est représentée en contraste de bande avec les plans de macles 60° <111> détectés en rouge en Figure 3.3a. La même région est représentée en coloration d'orientation selon l'axe de Y normal à la surface traitée dans la Figure 3.3b, les grains représentés en bleu ont donc un plan de la famille {111} parallèle à la surface traitée et ces grains sont à même de générer facilement des macles mécaniques.

A cette profondeur, les gros grains austénitiques de la structure de l'alliage 310S contiennent de fortes variations de couleur reflétant les désorientations intragranulaires induites par la déformation plastique. Les grains contiennent aussi de nombreuses macles de fines

épaisseurs induites mécaniquement dont certaines peuvent être vues sur l'image en contraste de bande, cependant, peu d'entre elles ont été indexées de part la résolution d'acquisition sélectionnée (pas de 0,2 µm). Le recours à l'imagerie électronique réalisée par transmission est généralement nécessaire pour obtenir une caractérisation précise des micromacles générées [Barbier, Gey, Bozzolo, *et al.* - 2009].

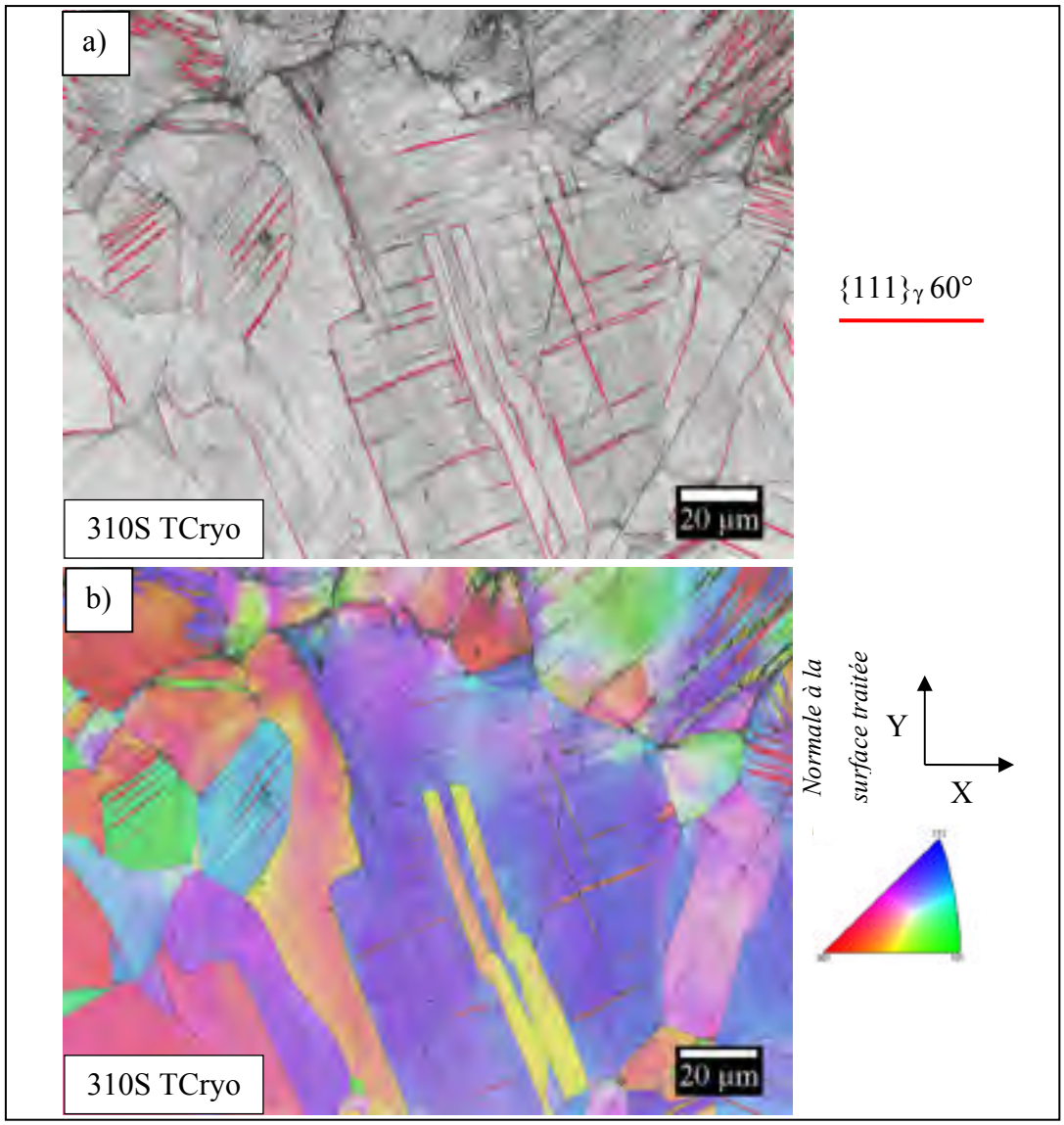


Figure 3.3 Cartographies d'orientation EBSD obtenues à une profondeur de 230 µm pour l'alliage 310Straité sous condition cryogénique avec a) l'austénite représentée en contraste de bande et la relation d'orientation de macle 60° <111> en rouge et b) l'austénite en coloration de figure de pôle inverse selon l'axe Y

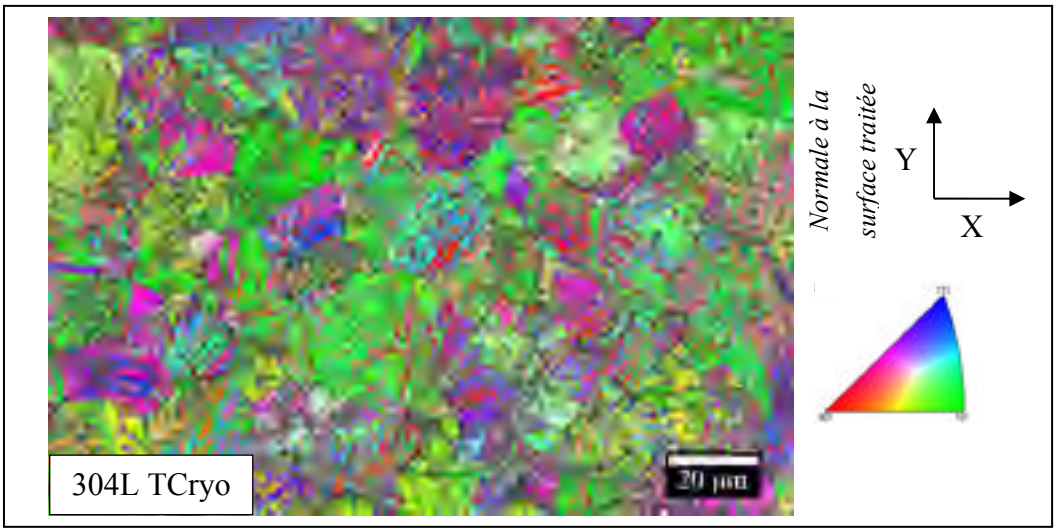


Figure 3.4 Cartographie d'orientation EBSD obtenue à une profondeur de 230 µm pour l'alliage 304L traité sous condition cryogénique avec la martensite α' représentée en coloration de figure de pôle inverse selon l'axe Y

La microstructure de l'alliage 304L traitée sous condition cryogénique et observée à 230 µm de profondeur montre des résultats très différents (Figure 3.4). Sur cette cartographie d'orientation, la martensite α' est représentée en coloration d'orientation selon l'axe Y, normal à la surface traitée, et les quelques domaines austénitiques encore présents sont représentés en contraste de bande. La microstructure observée est composée essentiellement de martensite α' (86 % des points indexés). La morphologie de la structure austénitique initiale est vaguement discernable et de nombreux variants de martensite α' sont présents vu la diversité des couleurs présente dans les anciens grains d'austénite. L'importante augmentation de dureté observée en sous-couche de l'alliage 304L est donc liée à la formation de martensite induite par déformation.

3.1.3 Caractérisation des structures d'extrême surface

3.1.3.1 Estimation du taux de durcissement d'extrême surface par dureté

Des indentations de surface réalisées à charges croissantes ont été réalisées afin de caractériser les modifications d'extrême surface (Figure 3.5). Le principe repose sur

l'indentation directe de la surface traitée en utilisant des charges d'indentation croissantes, il est ainsi possible de relier la dureté mesurée et la profondeur d'indentation. Il est nécessaire de noter que la rugosité peut avoir un rôle important sur la mesure des tailles d'indentations réalisées, surtout aux faibles charges, c'est pourquoi chaque indentation a été réalisée au centre des impacts de billes. Aux plus fortes charges (fortes pénétrations), les duretés mesurées sont comparables aux valeurs obtenues au plus proche de la surface (20 µm) lors des filiations en sections transverses (marqueurs ronds en Figure 3.5). Ces valeurs de dureté s'élevaient respectivement à 400 ± 15 HV et ~520 ± 10 HV pour les alliages 310S et 304L.

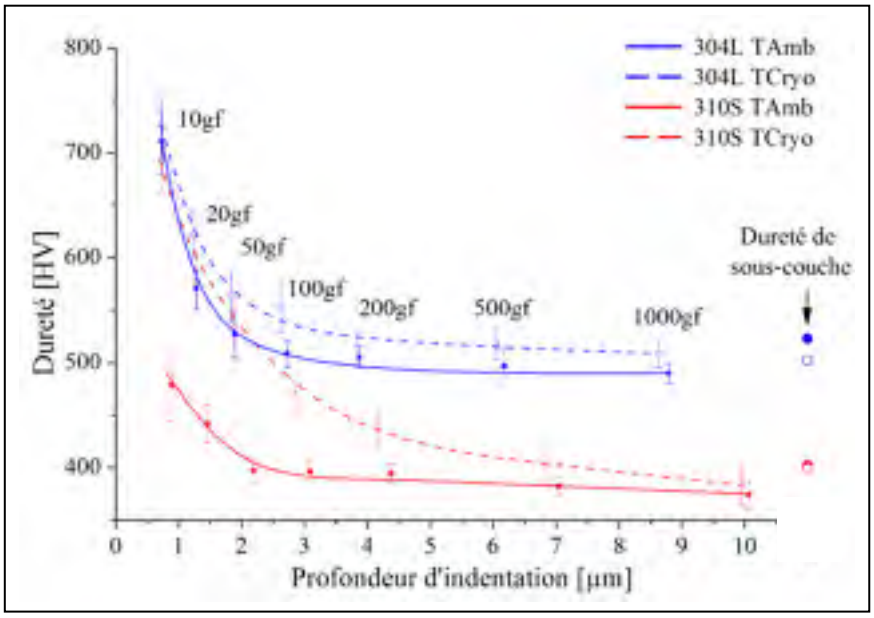


Figure 3.5 Duretés de surface obtenues par charges incrémentales. Les différentes charges appliquées sont exprimées en gramme force (gf)

L'influence de la température de grenaillage est principalement observable aux faibles charges d'indentation, correspondant à l'extrême surface, où un maximum de dureté est mesuré. Pour l'alliage 310S, les valeurs obtenues en cryogénie sont nettement supérieures à celles obtenues à température ambiante étant respectivement de ~700 HV et ~500 HV, et une augmentation considérable de la dureté sous la surface est observable aux plus faibles charges. Un comportement similaire mais de moindre amplitude est observé pour l'alliage 304L.

3.1.3.2 Composition des phases de surface mesurée par DRX

L'extrême surface présentant des conditions de déformation particulièrement sévères (vitesse et taux de déformation les plus élevés), il est légitime de se demander si une transformation martensitique a pu avoir lieu dans l'alliage 310S sous de telles sollicitations. Considérant que la déformation sévère dégrade énormément la qualité des clichés de diffraction EBSD, la composition des phases en surface a été caractérisée par diffraction des rayons X. Les mesures ont toutes été réalisées dans les mêmes conditions, directement sur les surfaces traitées et les différents diffractogrammes sont présentés en Figure 3.6. Les lignes pointillées verticales représentent les positions des pics théoriques pour un rayonnement de chrome K_α. Les pics de la phase ε ont volontairement été tracés afin de matérialiser l'absence de cette phase. Les valeurs annotées à gauche des diffractogrammes représentent les intensités du bruit de fond mesurées pour les différentes conditions de grenaillage.

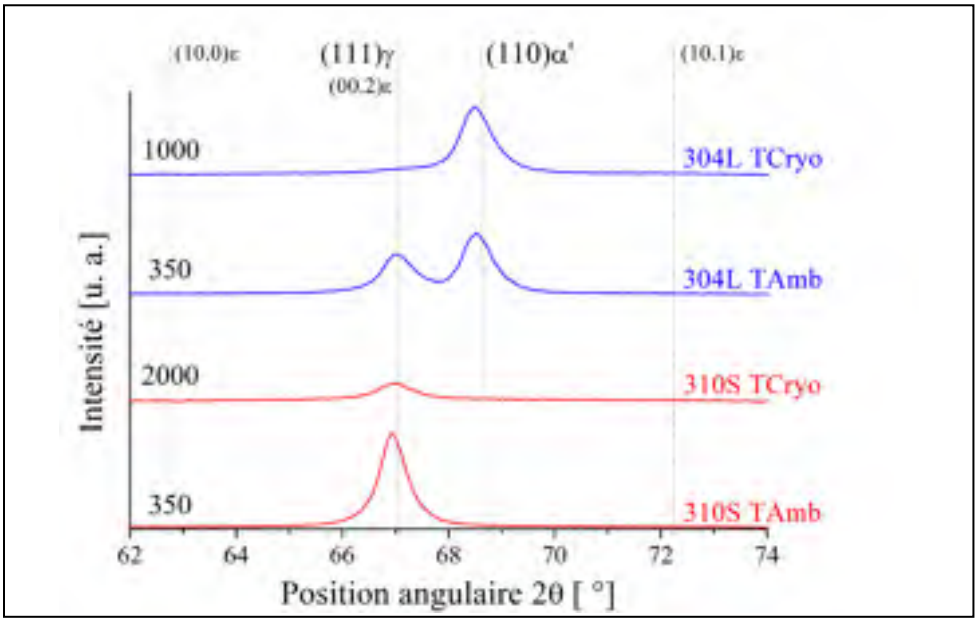


Figure 3.6 Diffractogrammes obtenus en surface des matériaux pour les différentes conditions de traitement. Les positions théoriques des pics de diffraction sont données dans la partie supérieure pour un faisceau incident de chrome et une raie d'émission K_α. Les valeurs présentées à gauche des diffractogrammes représentent les intensités des bruits de fond

Concernant l'intensité du bruit de fond, les traitements réalisés à température ambiante présentent des valeurs identiques tandis que les traitements sous conditions cryogéniques possèdent des intensités de bruits de fond plusieurs fois supérieures à celles-ci. Considérant que le temps d'exposition aux rayons X utilisé (paramètre influant sur le niveau de bruit de fond) était identique pour chaque acquisition, l'augmentation de ce dernier suite aux traitements à température cryogénique provient d'une autre source. Ce phénomène est probablement dû à une contamination de surface par les éléments composant le dispositif. Lors du traitement de grenaillage, un dépôt de titane provenant de la sonotrode et véhiculé par les billes peut intervenir à la surface des échantillons, comme montré par Samih et al. [Samih *et al.* - 2014]. La Figure 3.7 présente un exemple de cette contamination de surface par le titane de la sonotrode pour un cas particulièrement prononcé. Observé sous électrons rétrodiffusés, le titane apparait alors plus sombre que le fer, ceci étant dû à sa plus faible masse atomique.

Si l'on se réfère à présent aux mécanismes de fluorescence donnés par Cullity [Cullity - 1956], il faut que la longueur d'onde de la source utilisée soit supérieure à la longueur d'onde d'absorption du matériau analysé afin d'éviter tout rayonnement de fluorescence. Dans le cas présenté, une source de chrome ($K_{Cr\text{-}K\alpha}$ = 2,29092 Å) a été utilisée sur un échantillon de base fer ($K_{Fe\text{-}Kabs}$ = 1,74934 Å) contaminé en surface par du titane ($K_{Ti\text{-}Kabs}$ = 2,49730 Å). On s'aperçoit dès lors que le titane, possédant une énergie d'absorption élevée, aura tendance à fluorescer et augmenter irrémédiablement le bruit de fond lors de l'acquisition, contrairement au fer. A partir de ce raisonnement, on en conclue que les traitements cryogéniques engendrent une pollution de surface nettement plus importante qu'à température ambiante.

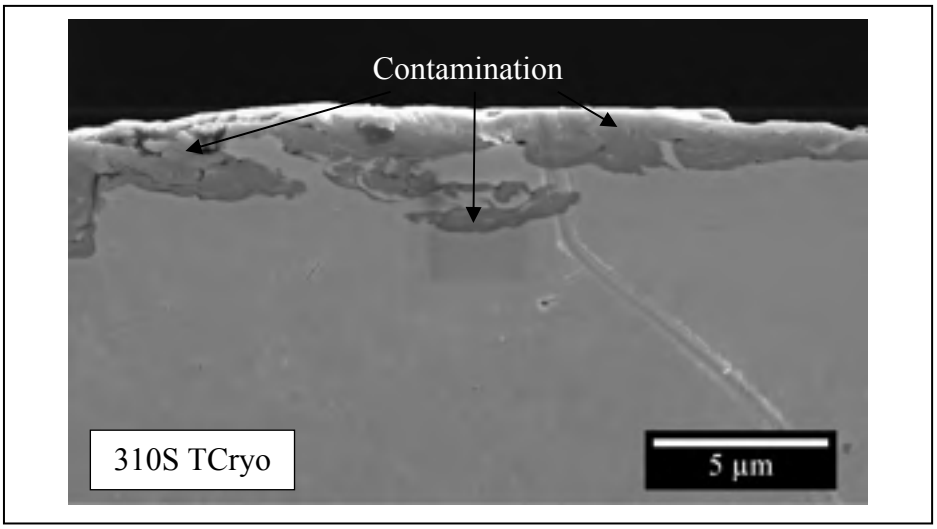


Figure 3.7 Exemple particulièrement sévère de pollution de surface observée par microscope à balayage et sous électrons rétrodiffusés sur l'échantillon 310S traité sous condition cryogénique

La surface traitée se situe vers le haut

Vis-à-vis des quantités de phases mesurées, l'alliage 310S ne présente aucune trace de transformation martensite, que ce soit à température ambiante ou à température cryogénique. L'alliage 304L, quant à lui, présente des pics de martensite α' pour les deux températures de traitement. La transformation martensitique étant facilitée à basse température, sa fraction passe de 42 % à température ambiante à 92 % sous condition cryogénique; cette fraction plus importante de martensite peut expliquer la légère augmentation de dureté sous charges incrémentales observée en Figure 3.5. De plus, ces mesures permettent de confirmer qu'aucun durcissement par transformation de phase ne se produit en extrême surface de l'alliage 310S.

3.1.3.3 Efficacité de l'affinement d'extrême surface observée par imagerie électronique

Des micrographies obtenues par MEB à fort grossissement ont donc été réalisées afin d'obtenir plus de détails sur la morphologie des microstructures au voisinage de la surface, ces dernières sont présentées en Figure 3.8.

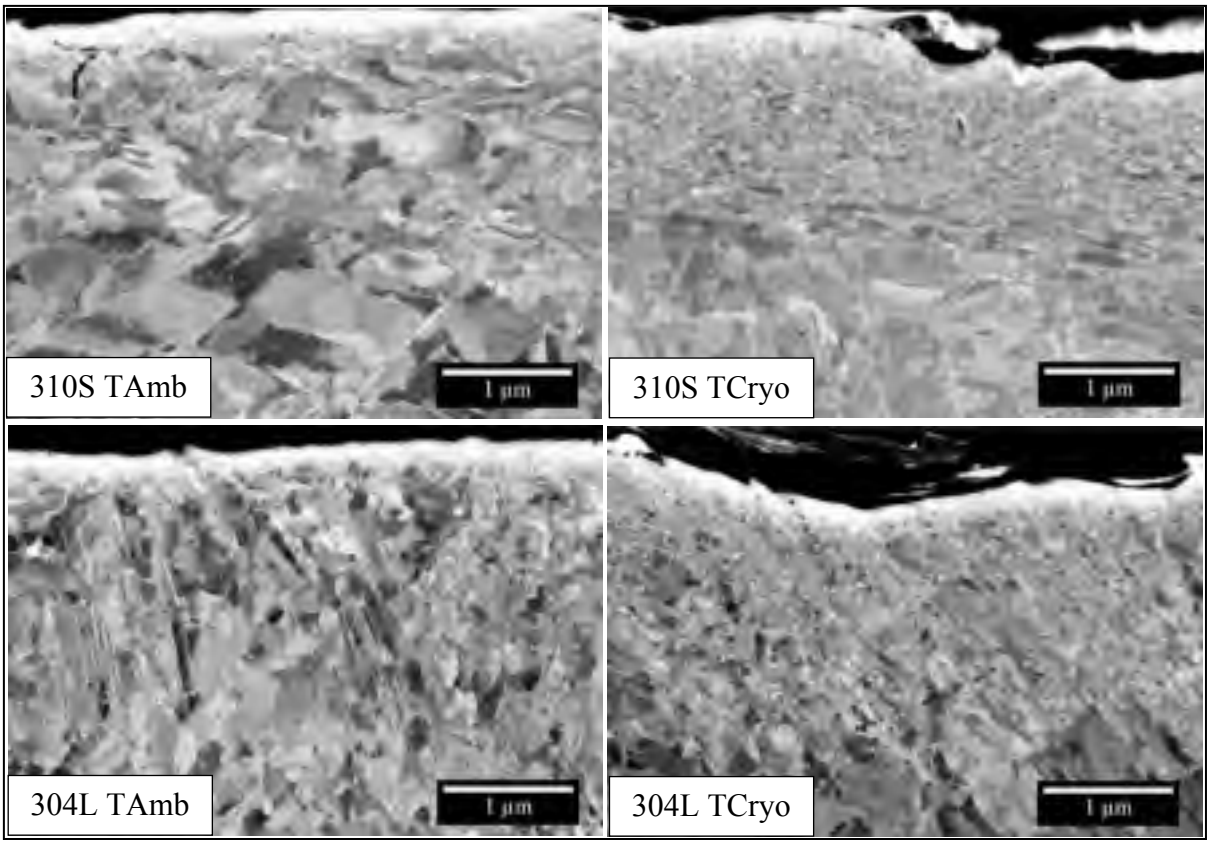


Figure 3.8 Extrêmes surfaces des différents échantillons observées par microscope à balayage sous électrons rétrodiffusés et à fort grandissement.Les surfaces traitées se situent vers le haut de chaque section transverse

Les échantillons traités sous conditions cryogéniques présentent tous deux des microstructures plus affinées qu'à température ambiante, la taille de grain moyenne sur le premier micron y est inférieure à 100 nm. L'augmentation notable de dureté en extrême surface de l'alliage 310S peut être associée à un affinement de surface plus efficace comparée à la condition ambiante.

3.1.4 Discussion sur l'efficacité du traitement de grenaillage ultrasonique sous condition cryogénique

Les observations présentées précédemment ont permis d'affirmer que l'utilisation d'une température cryogénique lors d'un traitement de grenaillage ultrasonique implique une modification des capacités de durcissement des matériaux sélectionnés, directement liée aux

stabilités de ces derniers. Globalement, et en accord avec la littérature [Lu et Lu - 2004], les microstructures de déformation observées en sections transverses par MEB (Figure 3.1) présentent des gradients de microstructure, ce qui est typique des traitements de surfaces mécaniques et particulièrement du grenaillage ultrasonique. Ces mêmes clichés ont permis de constater que les profondeurs auxquelles le passage de la couche de transition à celle déformée plastiquement variaient selon l'alliage considéré et la température de traitement, impactant directement le taux de durcissement atteignable pour une même énergie de traitement (Figure 3.2).

Concernant l'alliage 310S traité sous condition cryogénique, une baisse de dureté de sous-couche a été mesurée par rapport à l'échantillon traité à température ambiante. Ces résultats indiquent que, lorsque la température de traitement est diminuée dans le domaine cryogénique, il devient plus difficile de durcir l'alliage 310S en profondeur. Ce phénomène peut s'expliquer par les variations des propriétés mécaniques associées aux variations de la température de déformation. Les limites élastiques mesurées par Horiuchi et al [Horiuchi *et al.* - 1982] sur différents aciers inoxydables austénitiques montrent en effet que la limite élastique de l'alliage 310S passe de 380 MPa à 580 MPa (+ 53 %) lorsque le matériau est sollicité respectivement à température ambiante et sous -130 °C. Ainsi, la baisse de température rend l'austénite plus difficile à déformer plastiquement et limite ainsi la zone écrouie et le niveau de dureté atteint.

Cependant, la baisse de la température de traitement n'affecte par l'extrême surface de l'alliage 310S de la même façon. Les mesures de microdureté de surface réalisées sous charges incrémentales (Figure 3.5) révèlent que la baisse de température de traitement induit une hausse considérable de la dureté d'extrême surface malgré l'absence de martensite, confirmée par DRX (Figure 3.6). Cette hausse de dureté peut cependant s'expliquer par la taille de grain drastiquement réduite en extrême surface, inférieure à 100 nm (Figure 3.8). L'obtention de cette taille de grain sous condition cryogénique est possible en partie par la suppression de la restauration/recristallisation dynamique durant les déformations plastiques sévères de surface. De plus, une baisse de la température induira une baisse de l'EFE ce qui aura pour effet de faciliter le maclage et de former des macles plus fines [Zhang, Tao et Lu - 2009], rendant ainsi l'affinement structural plus efficace.

Comparativement, l'utilisation d'une température de traitement cryogénique sur l'alliage 304L implique des mécanismes de durcissement additionnels en comparaison à l'alliage 310S. En effet, la différence principale entre ces deux alliages réside dans la possibilité de déclencher une transformation martensitique au sein de l'alliage 304L métastable. Ainsi, la baisse de durcissement par écrouissage induite sous condition cryogénique est compensée ici par une diminution de l'énergie nécessaire à l'activation de la transformation martensitique, comme cela a pu être constaté par EBSD (Figure 3.4). À des profondeurs identiques, l'effort nécessaire pour déclencher la transformation sera diminué sous basse température et la martensite α' pourra être formée plus en profondeur, augmentant l'épaisseur de la couche de transition ainsi que la dureté correspondante par la présence de nombreux variants de martensite α' représentant autant d'interfaces de fortes désorientations.

La transformation de phase martensitique est aussi impliquée dans la capacité de durcissement d'extrême surface. Bien que la transformation ait été déclenchée à température ambiante (M_{d30}= 21 °C, Figure 3.6), la fraction de cette dernière est nettement augmentée par la baisse de température (M_s = -127 °C). Cependant, l'augmentation de la dureté d'extrême surface n'est que légèrement augmentée par la baisse de température. En élaborant des échantillons de 304L composés soit de martensite et d'austénite, soit d'austénite maclée mécaniquement par déformation dynamique, Yi et al. [Yi *et al.* - 2015] ont mesuré que les tenues mécaniques des deux types d'échantillons étaient comparables. Il est donc envisageable dans cette étude que la fraction de macle induite à température ambiante et le fort taux de martensite généré sous température cryogénique possèdent des propriétés mécaniques et donc des duretés comparables.

Une dernière hypothèse pourrait être formulée quant à l'implication de la pollution superficielle de titane induite par le traitement sur le durcissement de surface. En effet, par l'intermédiaire d'un processus de mécanosynthèse réalisé par les impacts de billes [Sun *et al.* - 2008 ; Zhang *et al.* - 2013], un nouveau composé chimique possédant les éléments de pollution en solution solide pourrait être formé et durcir ainsi la surface. Néanmoins, la pollution constatée par imagerie au MEB se révèle être sous la forme de "platelets" se déposant à la surface des échantillons traités et aucune miscibilité chimique n'a été constatée. De plus, il est juste de penser que les mesures de dureté de surface ont pu être réalisées sur

des éléments de pollution en titane. Cependant, la dureté atteinte sur un alliage TA6V sévèrement déformé par ECAP est de l'ordre de 320 HV [Saitova *et al.* - 2009], ce qui est bien en dessous des duretés de surface mesurées. Ainsi, le titane incrusté à la surface des échantillons traités n'est pas responsable des augmentations de dureté constatées en extrême surface.

L'utilisation de température cryogénique lors d'un traitement de grenaillage ultrasonique permet donc une augmentation considérable du potentiel de durcissement d'extrême surface de l'alliage 310S par une limitation de la restauration dynamique et par une baisse de l'EFE facilitant le maclage et la production de macles plus fines, rendant l'affinement structural plus efficace. La baisse de dureté de sous-couche observée au sein de cet alliage est complètement compensée dans l'alliage 304L par la formation de martensite α' en profondeur, rendue possible par une baisse de l'énergie d'activation de la transformation martensitique lorsque la déformation est réalisée proche de la température M_s.

3.2 Analyses fines des mécanismes de la transformation martensitique activée par déformation dans l'alliage 304L

Le paragraphe précédent a mis en avant le potentiel du grenaillage cryogénique sur le durcissement de sous-couche d'un acier austénitique métastable, comme l'alliage 304L. La dureté de sous-couche peut être considérablement augmentée à basse température par l'activation facilitée de la transformation de phase martensitique. La partie suivante présente les mécanismes et les séquences de transformation observés pour les deux différentes températures sur l'acier inoxydable 304L (TAmb et TCryo). Dans un premier temps une analyse de phase à l'échelle macroscopique réalisée par DRX sera présentée, puis, les mécanismes microstructuraux fins de transformation seront détaillés, notamment la sélection de variant. Ce paragraphe sera conclu par une discussion des résultats présentés.

3.2.1 Effet de la température sur les mécanismes de transformation

Les fractions de phases en présence ont été étudiées par DRX afin de déduire de manière globale les mécanismes de transformation martensitique le long des profondeurs affectées.

Des enlèvements de matière successifs ont été réalisés par électro polissage avec une solution d'acide perchlorique afin de ne pas induire de martensite par polissage mécanique. Les épaisseurs enlevées ont été contrôlées à l'aide d'un comparateur attaché à une tour de translation. Les deux échantillons étudiés lors du paragraphe précédent, l'alliage 304L TAmb et l'alliage 304L TCryo, ont été utilisés pour mesurer les distributions de phases. Les évolutions des fractions de phases en fonction de la profondeur, obtenues selon la méthode présentée au en section 2.2.2.1, sont présentées en Figure 3.9. La martensite ε est représentée par des hexagones rouges et la martensite α' par des carrés bleus. Il est important de noter les différences d'échelles entre les deux natures de martensites. Les filiations de dureté, présentées auparavant en Figure 3.2, sont données à titre indicatif sous formes de lignes pointillées afin d'alimenter l'interprétation des résultats.

Si l'on confronte les distributions de phases obtenues par DRX et les profils de dureté présentés au paragraphe précédent, une nette différence est observable entre les deux conditions de traitement. Dans le cas du traitement réalisé à température ambiante, l'épaisseur à laquelle la martensite α' est détectable est faible (200 μm) et inférieure à la couche durcie (500 μm). Ceci indique que la formation de martensite α' est principalement responsable du durcissement en proche surface alors que l'écrouissage de l'austénite sera le mécanisme de durcissement dominant en sous-couche de l'échantillon traité à température ambiante. Comparativement, l'échantillon traité sous température cryogénique présente une épaisseur de couche transformée équivalente à la couche durcie et une couche entièrement martensitique est générée sur les premiers 170 μm. Une autre différence entre les deux conditions de température réside dans la présence de faibles quantités de martensite ε en sous-couche de l'échantillon traité sous condition cryogénique.

Ces résultats indiquent que lorsque la température de traitement est diminuée, un changement des mécanismes de transformation intervient, notamment en sous-couche, influant directement sur le taux de durcissement.

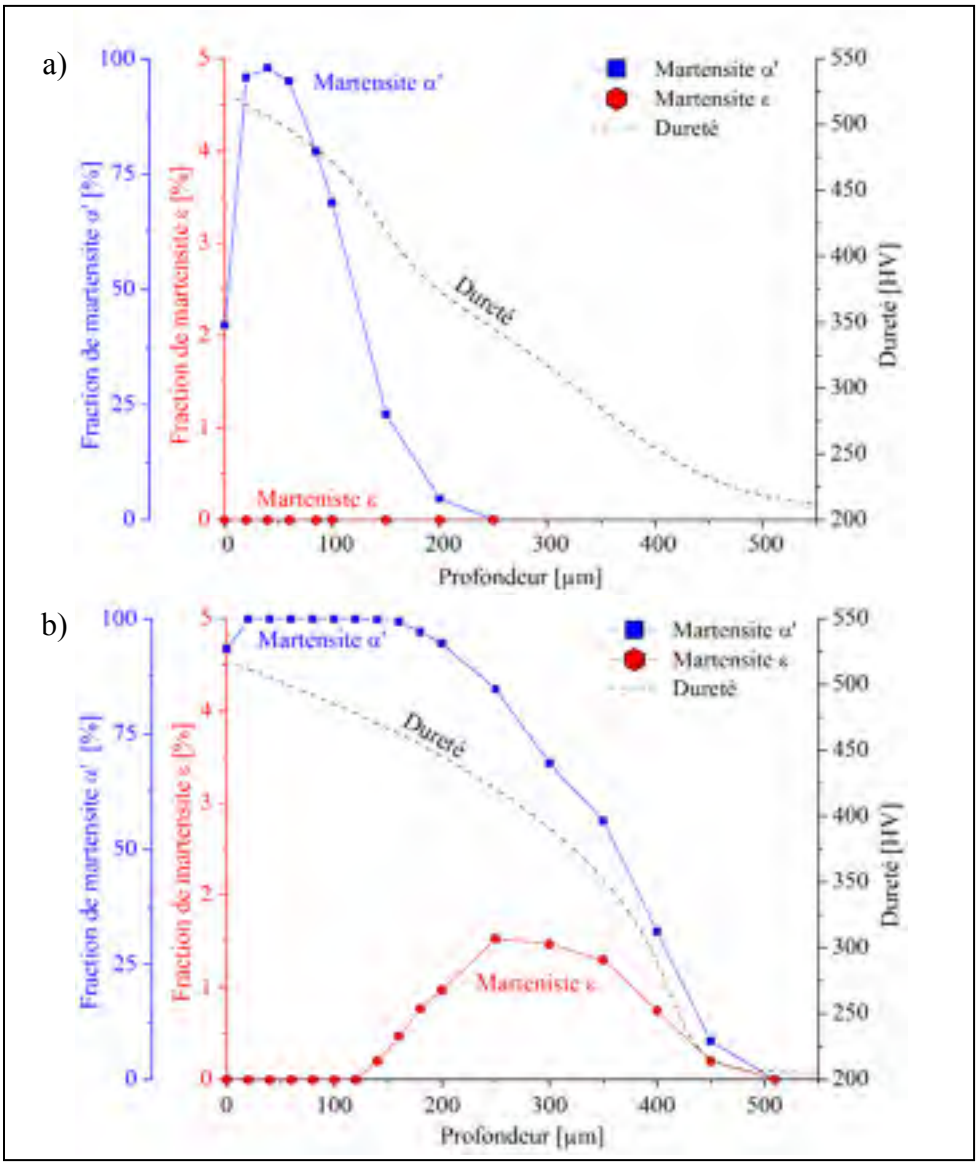


Figure 3.9 Distributions des phases martensitiques en fonction de la profondeur pour l'alliage 304L traité a) à température ambiante et b) sous condition cryogénique avec une amplitude de 60 µm et une durée de 20 min. La martensite ε est représentée par des hexagones rouges et la martensite α' par des carrés bleus. Les courbes en pointillés reprennent les résultats de dureté donnés en Figure 3.2 pour les mêmes conditions de traitement. L'erreur de mesure est de l'ordre de ± 2%

3.2.2 Description de la transformation martensitique par analyses EBSD

Afin de clarifier les mécanismes de transformation responsables des variations de dureté constatées, des analyses EBSD ont été conduites. Pour ce faire, une structure austénitique partiellement transformée est nécessaire afin de relier l'orientation et la nature des phases intervenant dans la transformation. Les acquisitions ont donc été réalisées en sous-couche, là où le taux de martensite α' est faible (6 % à TAmb et 20 % à TCryo). Des échantillons traités avec une amplitude plus faible qu'au paragraphe précédent (40 µm) mais selon la même durée (20 min) ont été utilisés afin de limiter l'influence de la déformation sur la qualité des clichés de diffraction EBSD des cartes d'orientations. L'acquisition a été réalisée à une profondeur de 120 µm pour l'échantillon traité à température ambiante alors qu'une profondeur de 250 µm a été nécessaire pour l'échantillon grenaillé cryogéniquement. L'austénite y est représentée en contraste de bande, la martensite α' en bleu, la martensite ε en rouge et les relations d'orientation de macle {111} 60° en jaune.

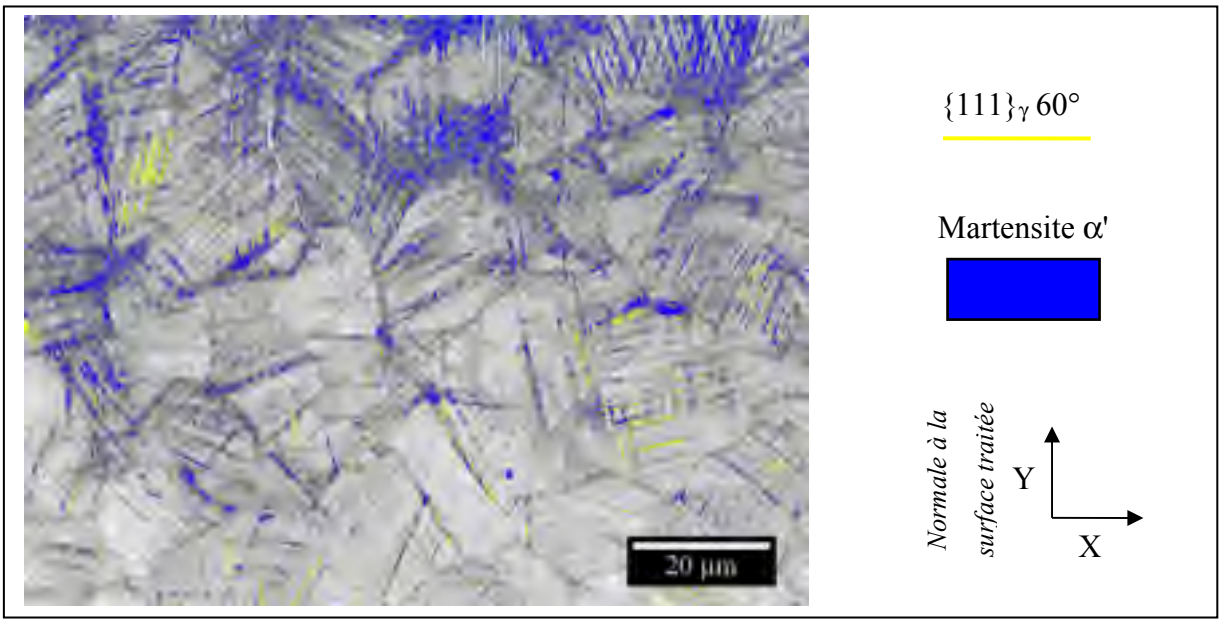


Figure 3.10 Cartographie d'orientation EBSD réalisée à une profondeur de 120 µm en sous-couche de l'échantillon 304L traité avec une amplitude de 40 µm durant 20 min à température ambiante. L'austénite est représentée en contraste de bande, les relations d'orientation de macle {111}γ 60° en jaune et la martensite α' en bleu. La zone entourée représente un grain observé à plus fort grandissement et est proposée en Figure 3.11

L'échantillon traité à température ambiante présente de nombreuses bandes de déformation très fines, traversant les grains de part en part (Figure 3.10). Leurs quantités et espacements varient d'un grain à l'autre probablement à cause de l'orientation de ces derniers vis-à-vis de la direction principale de la charge appliquée. Ces bandes peuvent être associées à des macles mécaniques compte tenu des relations de macle indexées et précisées en jaune. La martensite α', représentée en bleu, est principalement localisée au voisinage des macles représentées en jaune. Ajouté à cela, les grains possédant moins de macles de déformation présentent aussi des quantités plus faibles de martensite α'. De manière cohérente avec les résultats DRX, aucune trace de martensite ε n'a été détectée lors de l'acquisition sur l'échantillon traité à température ambiante

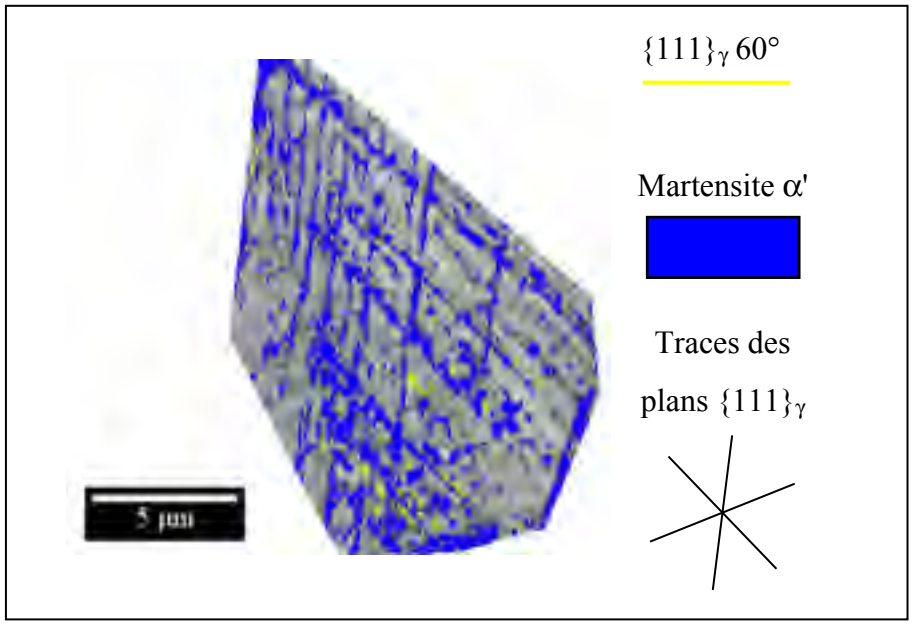


Figure 3.11 Cartographie d'orientation EBSD à fort grandissement d'un grain sélectionné sur la carte présentée en Figure 3.10 L'austénite est représentée en contraste de bande, les relations d'orientation de macle {111}γ 60° en jaune et la martensite α' en bleu.

Considérant la faible épaisseur des macles observées sur la mesure EBSD de la Figure 3.10, elles n'ont pas pu être bien caractérisées pour la valeur de pas d'acquisition utilisé (0,1 µm). Une carte plus précise a été réalisée avec un pas d'acquisition plus faible (0.05 µm) sur un grain particulièrement maclé, indiqué par la zone entourée en Figure 3.10, le résultat est

présenté en Figure 3.11. Les traces des plans {111} de l'austénite sont indiquées dans le coin inférieur droit de la figure montrant clairement que la martensite germe sur les plans denses de l'austénite et croit le long des macles formées, indiquant une transformation martensitique induite par déformation plastique.

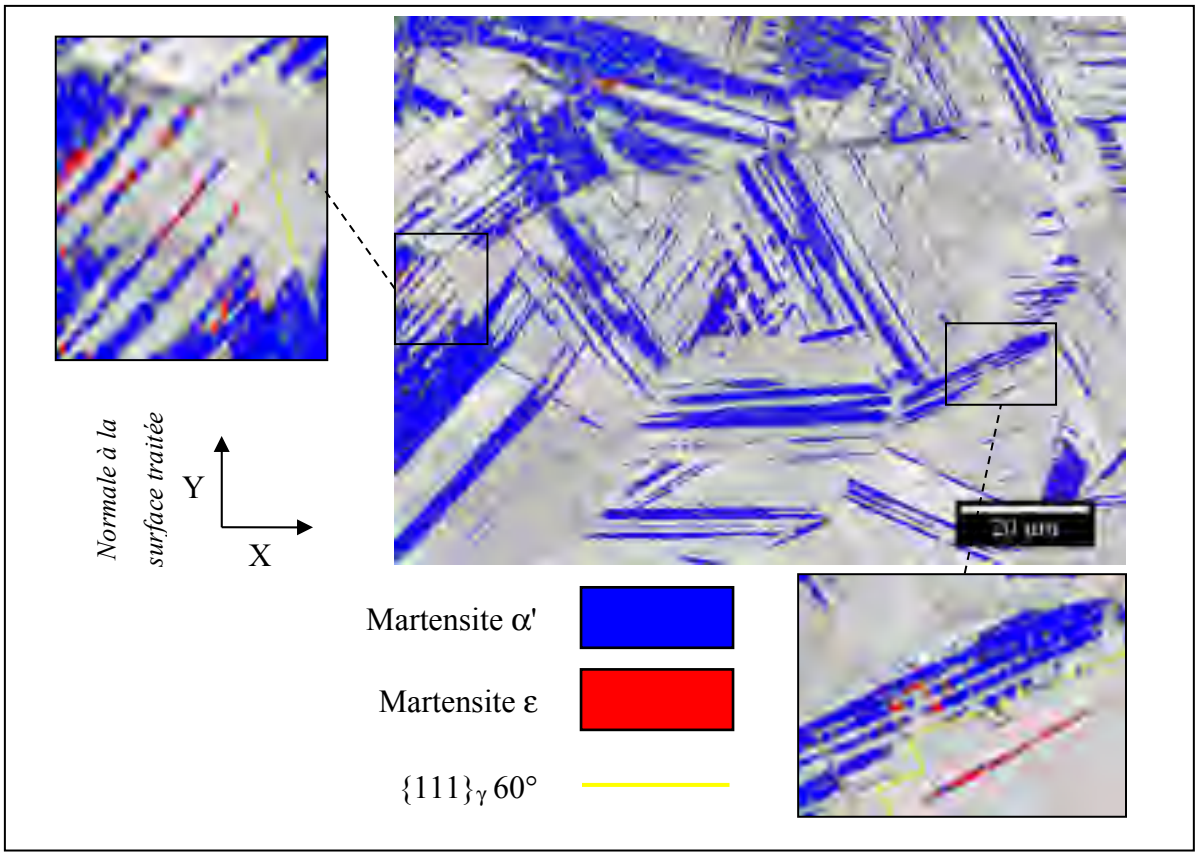


Figure 3.12 Cartographie d'orientation EBSD réalisée à une profondeur de 250 µm en sous-couche de l'échantillon 304L traité avec une amplitude de 40 µm durant 20 min à TCryo. Les agrandissements représentent des zones où la présence de martensite α' au sein des bandes de martensite ε est particulièrement visible. L'austénite est représentée en contraste de bande, les relations d'orientation de macle $\{111\}_\gamma$ 60° en jaune, la martensite ε en rouge et la martensite α' en bleu

Sur l'échantillon traité sous condition cryogénique, les mécanismes observés diffèrent nettement de ceux décrits à température ambiante. La différence majeure est la présence de martensite ε dans des bandes rectilignes de martensite α' (Figure 3.12). Ces bandes sont plus larges qu'à température ambiante (plusieurs micromètres contre quelques dizaines de

nanomètres) et contiennent une structure composée d'une alternance entre martensite ε et martensite α'. La détection de la martensite ε dans la zone faiblement transformée est en accord avec les observations DRX vues en Figure 3.9 sur un échantillon traité avec d'autres paramètres mais toujours sous condition cryogénique et indique qu'à cette profondeur, la transformation martensitique est assistée par la contrainte.

3.2.2.1 Relations d'orientation mesurées par EBSD lors de la transformation de phase martensitique

Pour aller plus loin, les relations d'orientations liant les phases impliquées dans la transformation martensitique ont été étudiées. La phase mère austénitique et les phases martensitiques héritées après transformation ont été analysées en termes de relations d'orientation. Une description précise des relations d'orientation liant les différentes phases impliquées dans la transformation martensitique peut être trouvée au CHAPITRE 1. Un rappel sous forme de schéma est tout de même donné en Figure 3.13.

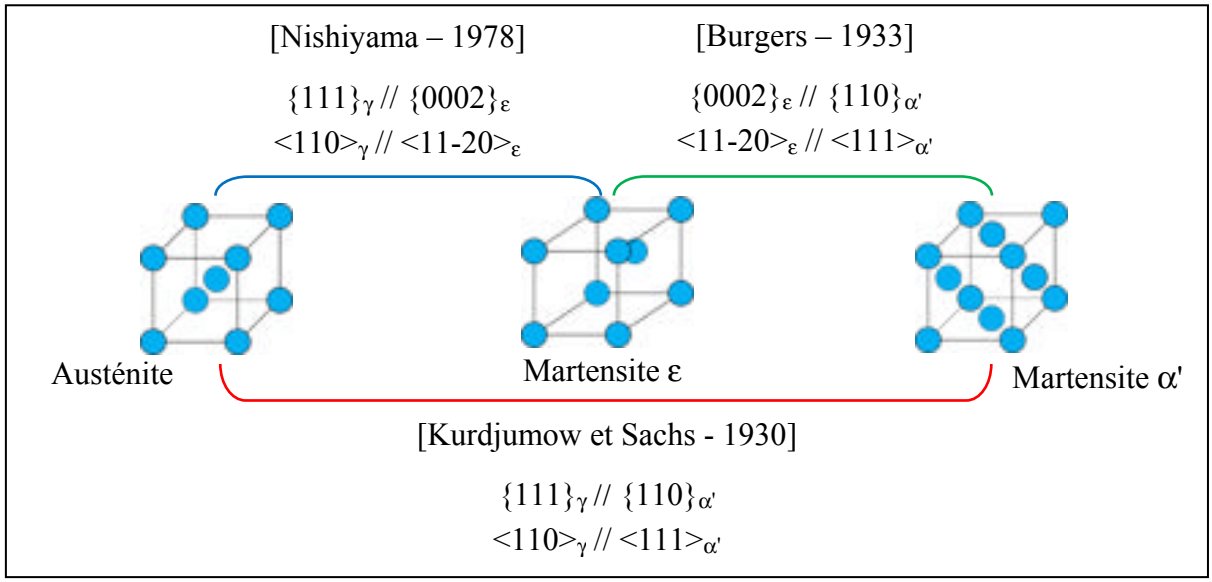


Figure 3.13 Détails des relations d'orientation liants l'austénite, la martensite ε et α'

La Figure 3.14 présente les distributions des déviations angulaires entre l'austénite et la martensite α' pour l'échantillon traité à température ambiante (Figure 3.14a) et entre

l'austénite et les deux natures de martensites pour celui traité sous condition cryogénique (Figure 3.14b). Étant donné que la martensite ε n'a pas été indexée dans l'échantillon traité à température ambiante, le graphique associé ne présente qu'une seule distribution entre l'austénite et la martensite α'.

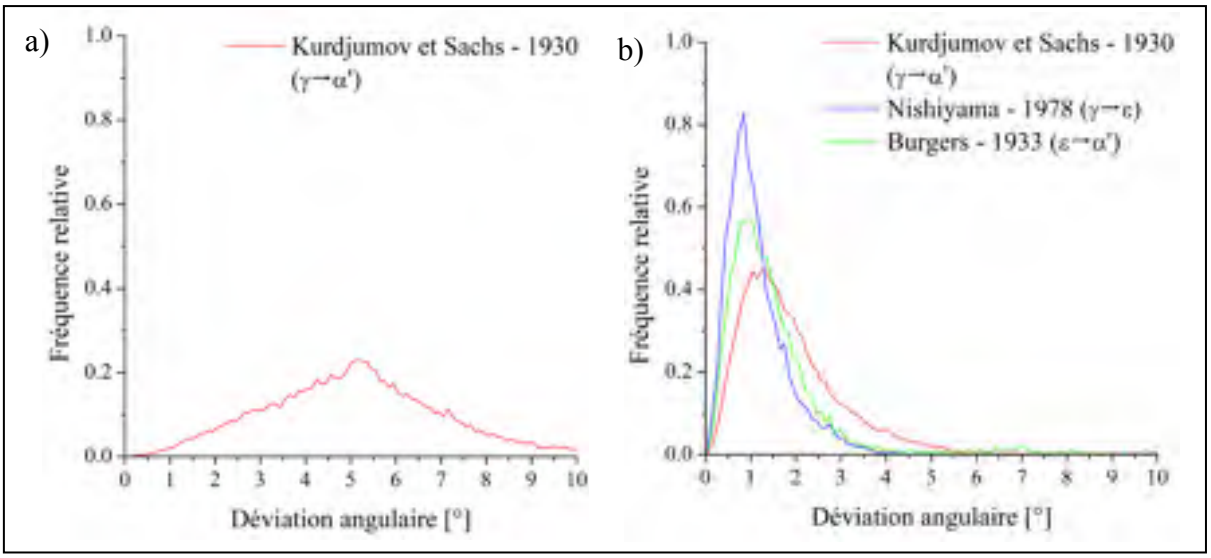


Figure 3.14 Distributions des déviations angulaires relatives aux différentes relations d'orientation entre les phases γ, ε et α' pour a) la condition de température ambiante et b) la condition cryogénique

La déviation angulaire de la relation de K-S obtenue à température ambiante est étalée avec une déviation angulaire systématique de 5°, suggérant que la martensite α' et l'austénite sont fortement déformées. Concernant l'échantillon traité à température cryogénique, les distributions des différentes relations d'orientations présentent des déviations angulaires très faibles de l'ordre du degré. Les relations d'orientation données en Figure 3.13 décrivent donc fidèlement les relations d'orientation observées.

Ces résultats peuvent s'expliquer par la nature même de la transformation martensitique observée. En effet, lorsque la transformation martensitique se produit à température ambiante, la germination de la martensite se fera à l'aide des défauts générés par la déformation plastique. Ainsi, la martensite α' germant sur des zones déformées dans l'austénite mère, elle ne croira pas strictement selon la relation de K-S avec la matière

environnante. Comparativement, les martensites formées à basse température due à l'augmentation de l'énergie d'activation chimique seront générées par une sollicitation bien plus faible qu'à température ambiante, généralement considérée comme inférieur à la limite élastique, impliquant une variation plus faible des relations d'orientation liants les phases. Ces observations appuient le fait que la transformation de phase martensitique est induite par la déformation plastique à température ambiante et assistée par la contrainte lorsque la température de traitement devient cryogénique.

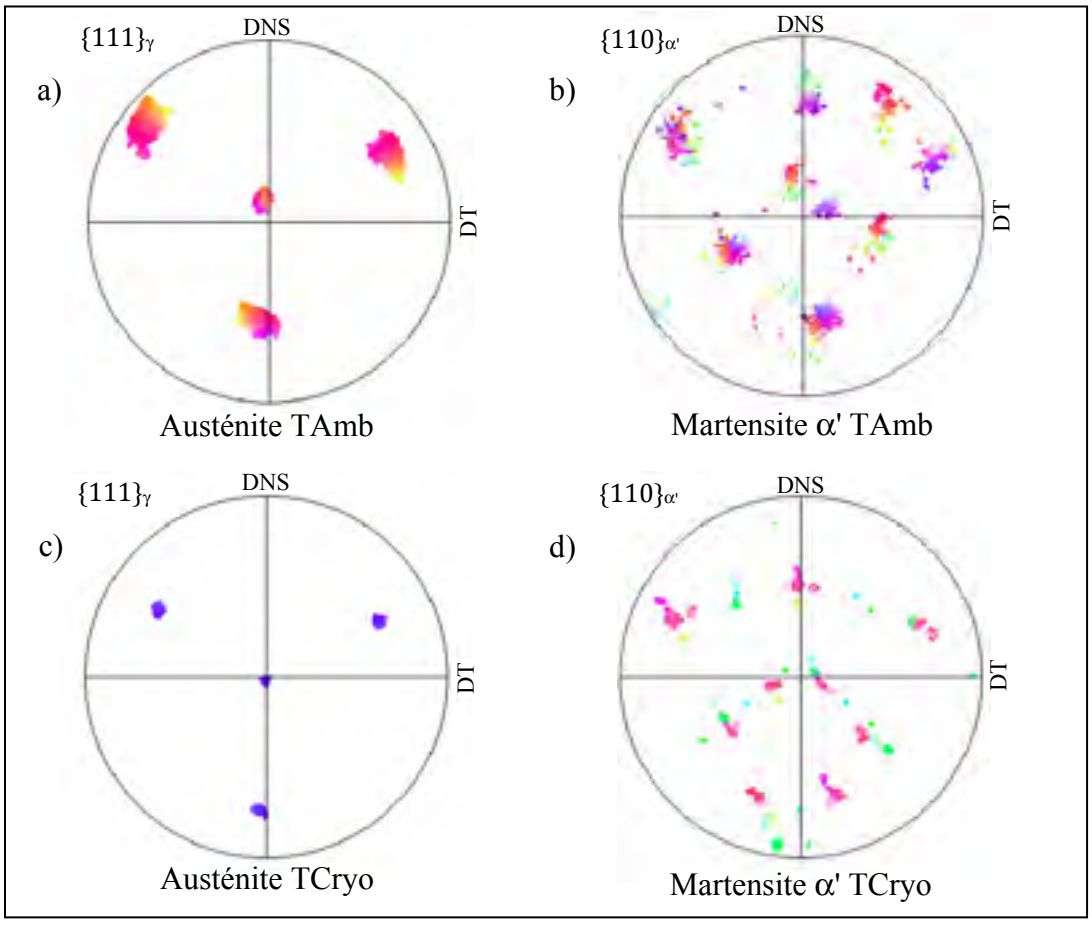


Figure 3.15 Comparaison entre des FDPs {111} de l'austénite et {110} martensite α' obtenues en sous-couche des échantillons de 304L traités à température ambiante et sous condition cryogénique pour des orientations cristallines comparables. Les axes sur les FDPs représentent la Direction Normale à la Surface traitée (DNS) et la Direction Transverse (DT)

Pour illustrer cela, les Figures De Pôles (FDPs) des plans {111} de l'austénite (Figure 3.15a et c) et celles des plans {110} de la martensite α' (Figure 3.15b et d) sont données ci-dessous pour des orientations cristallines comparables et pour les échantillons traités à température ambiante et sous condition cryogénique. S'il est possible de réaliser une quantification des variants produits sous température cryogénique par étude des FDPs (ANNEXE I), il est impossible de le faire pour l'échantillon déformé à température ambiante. En effet, cette méthode est fortement sensible aux désorientations intragranulaires causées par la déformation plastique, comme en témoigne l'étalement des pôles, et il devient délicat d'associer les pôles des différents variants à ceux de l'austénite. De plus, cette méthode présente l'inconvénient d'être très locale car réalisée à l'échelle d'un grain à la fois. Une méthode d'analyse statistique basée sur la reconstruction des microstructures obtenues par EBSD a donc été utilisée.

3.2.2.2 Approche statistique de la sélection de variant par reconstruction de microstructure

La méthode statistique utilisée est basée sur la reconstruction des microstructures austénitiques et considère les fractions surfaciques des variants pour la quantification de ces derniers. Les cartes utilisées sont les mêmes que celles présentées précédemment pour les observations structurales (Figure 3.16a). Les microstructures austénitiques reconstruites sont données en Figure 3.16b selon une coloration aléatoire afin de distinguer les différentes zones associées aux variants. Les variants utilisés dans cette analyse sont représentés en Figure 3.16c, toujours selon une coloration aléatoire. Pour l'analyse statistique, 12 355 et 14 523 variants ont respectivement été considérés pour les cartes acquises sur l'échantillon traité à température ambiante et celui déformé cryogéniquement.

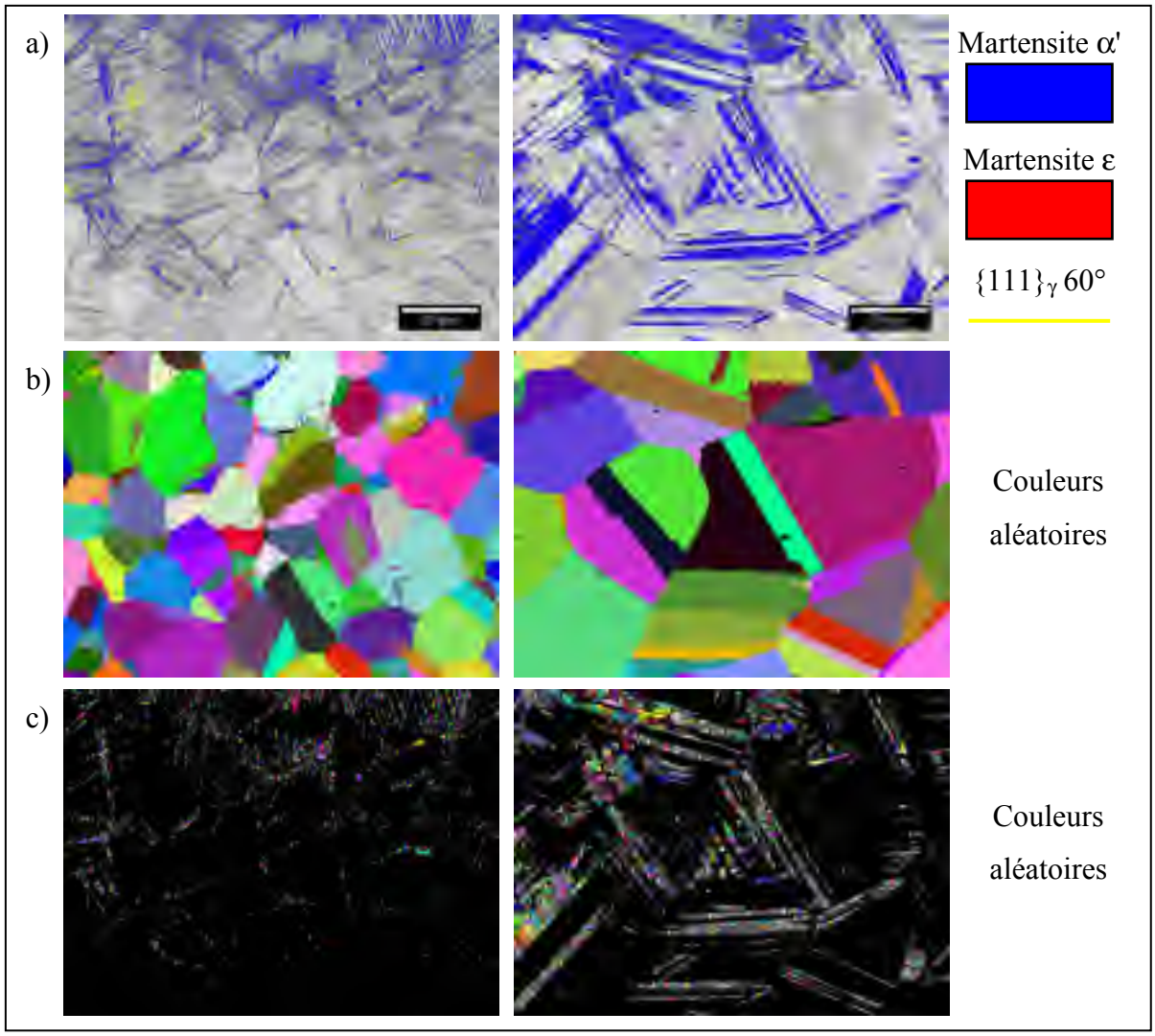


Figure 3.16 Résumé des différentes étapes d'analyses pour l'approche statistique de la sélection de variant avec a) les cartes EBSD utilisées pour l'analyse, b) les microstructures reconstruites à l'aide du logiciel MERENGUE 2 [Germain *et al.* - 2012] et c) les différents variants analysés par le logiciel DECRYPT [Liu *et al.* - 2017].Les légendes sont données à droite des cartographies d'orientation EBSD

Les résultats obtenus suite à cette analyse sont regroupés en Figure 3.17 pour les deux catégories d'échantillon. L'analyse permet d'obtenir les proportions moyennes des systèmes $\{111\}_\gamma$ les plus activés dans l'austénite en considérant tous les grains parents de l'acquisition (Figure 3.17a et b). Pour chaque système de déformation $\{111\}_\gamma$, la moyenne des variants activés sur les six possibles est également donnée (Figure 3.17b et d). Les colonnes de

couleur sont associées aux fractions moyennes obtenues en considérant la surface de chaque système tandis que les colonnes noires donnent les proportions moyennes des variants par rapports à la surface totale représentée par ces derniers.

Considérant que l'élément de symétrie sélectionné par le logiciel est fixé par le premier pixel indexé du grain considéré, le système [111] du grain A ne sera pas forcement celui du grain B. Il a ainsi été choisi de classer les systèmes de déformation et les variants selon leurs proportions surfaciques de manière croissante. Les systèmes en abscisse ne correspondent donc pas à des systèmes liés à des orientations particulières $(111)_{\gamma}$, $(1\text{-}11)_{\gamma}$, … mais aux systèmes les plus activés pour chaque grain parent. Les graphiques donnant les proportions moyennes des variants suivent la même logique en représentant ceux les plus activés au sein des systèmes les plus activés.

La répartition des systèmes de transformation pour l'échantillon grenaillé à température ambiante (Figure 3.17a) montre que les quatre systèmes ont pu être indexés dans la zone d'observation sélectionnée. Le système majoritaire représente 64 % des variants produits, le second 24 % et les deux restants 12 % au cumulé. Les réparations des variants de chaque système (Figure 3.17b) montrent qu'un variant sur les six est plus activé que les autres et le variant principale du système le plus activé représente à lui seul 37 % de tous les variants produits.

Si l'on s'intéresse à présent aux résultats obtenus après traitement à température cryogénique, on remarque que seulement trois des quatre systèmes de transformations ont été indexés au sein des grains considérés et qu'un système est largement plus représenté que les trois autres avec une fraction de 85 %, les deux autres représentant la différence de 15 %. De manière rigoureuse, le quatrième système représente 0,05 % des variants et ne sera donc pas considéré ici aux vues des proportions des autres systèmes. Vis-à-vis des fractions de variants, les variants majoritaires représentent une moyenne de ~42% et les seconds ~26%, le reste des variants représentant 32 % de la fraction totale par système.

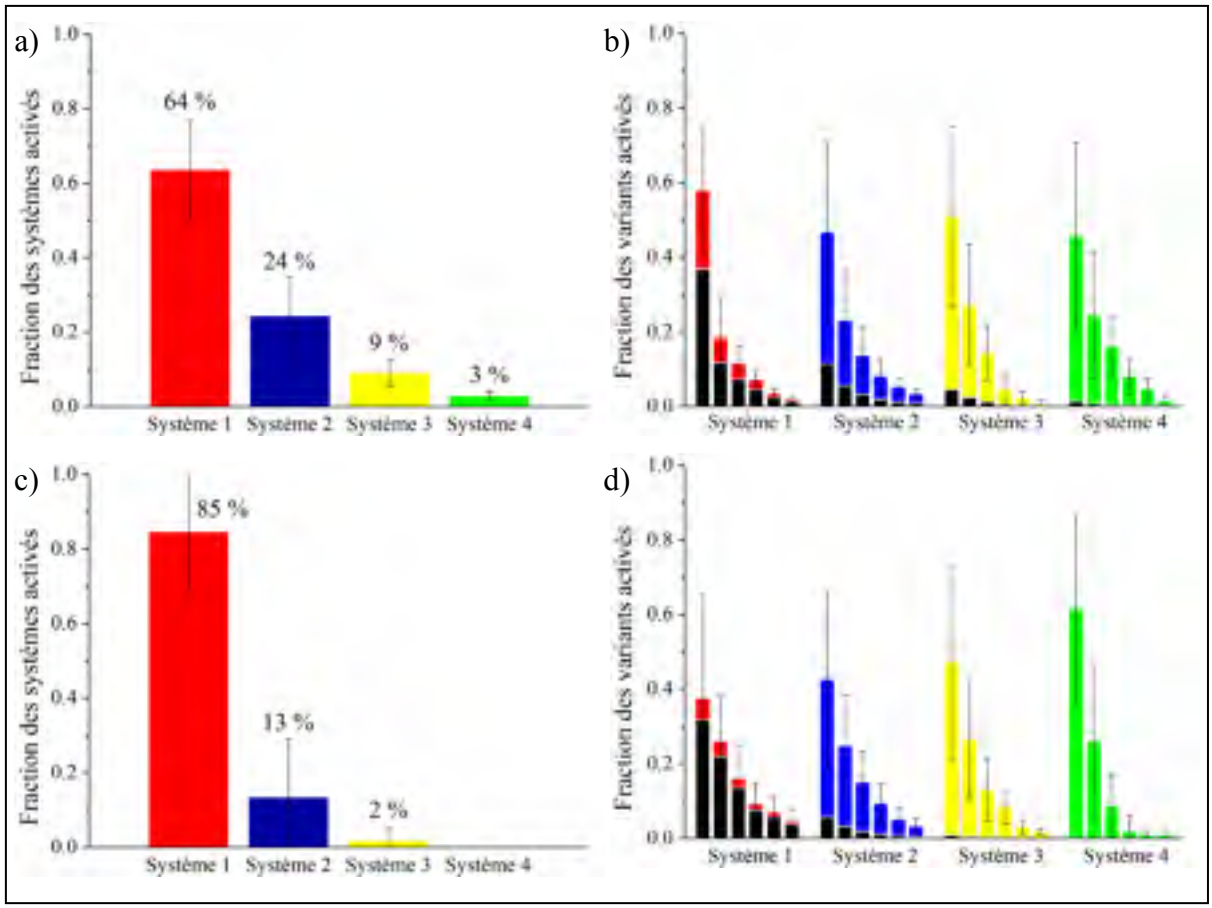


Figure 3.17 Fractions des systèmes (a, c) et des variants (b, d) les plus activés en profondeur des échantillons traités à température ambiante (a, b) et cryogénique (c, d). Pour les distributions de variants, les barres de couleurs représentent les fractions calculées pour chaque système et les barres noires les fractions calculées sur la surface totale des variants. Les barres d'erreurs représentent l'écart type des calculs

D'après les histogrammes en couleur (Figure 3.17b et d), lorsque le traitement est réalisé à température ambiante, le variant majoritaire (parmi les six possibles) est largement plus représenté que les autres au sein de chaque système. Lorsque la déformation est appliquée sous condition cryogénique, le variant principal est moins prépondérant, représentant une fraction environ deux fois moins importante qu'à température ambiante (excepté pour le système 4 représentant 0.05 %).

Ces nouvelles informations appuient les natures de transformations martensitiques de sous-couche observées jusqu'à présent avec une transformation induite par la déformation à température ambiante nécessitant plusieurs systèmes de déformation pour la déclencher,

aboutissant à la production d'un variant majoritaire nettement plus représenté que les autres, et assistée par la contrainte sous condition cryogénique où la transformation est facilitée par la baisse de température et donc moins dépendante des systèmes de déformation, formant des variants majoritaires moins prépondérants.

3.2.3 Discussion sur de l'effet de la température de traitement sur la nature de la transformation martensitique

Aux travers des différents résultats présentés dans cette section, il apparait clairement que les mécanismes de transformation martensitique sont influencés par la baisse de la température de traitement, impactant directement le durcissement de l'alliage 304L. La discussion qui suit propose d'élucider les mécanismes de transformation permettant de produire de la martensite α' en profondeur.

En comparant les fractions de phases avec la dureté le long des couches affectées (Figure 3.9), on s'aperçoit que la martensite α' joue un rôle de durcissement sur une épaisseur plus importante sous condition cryogénique qu'à température ambiante. Les quantifications de phases réalisées sur l'échantillon traité à température ambiante révèlent que la martensite est présente sur 200 ± 25 µm de profondeur. Au vu de la faible EFE, environ 18 $mJ.m^{-2}$ [Schramm et Reed - 1975] et de la température caractéristique Md30 = 21 °C du matériau considéré, cela associé à l'acquisitions EBSD réalisée en sous-couche (Figure 3.10), il est fort probable que la transformation de phase martensitique soit stimulée principalement par la création et l'interaction de macles sur les premières centaines de micromètres. Étant donné que la vitesse et le taux de déformation diminuent en s'éloignant de la surface, l'activité des dislocations sera alors majoritairement responsable du durcissement de la matrice austénitique entre 200 et 500 µm. Dès lors, ce résultat important indique que la transformation de phase martensitique et l'écrouissage de l'austénite sont deux mécanismes de durcissement complémentaires de l'alliage 304L à température ambiante tandis que la transformation de phase martensitique est responsable de l'efficacité de durcissement observée en sous-couche de l'échantillon traité cryogéniquement.

Ce phénomène s'explique par la modification des mécanismes de transformation de phase influencée par la baisse de température de traitement, comme en témoigne la présence de la

martensite ε en sous-couche de l'échantillon déformé à basse température; cette dernière étant facilitée par une baisse additionnelle de l'EFE. La distribution de martensite ε en sous-couche de l'échantillon traité à basse température peut se justifier par deux points. D'une part, la martensite ε, reportée comme étant une phase de transition, se transforme par la suite en martensite α' sous une charge croissante. Cette dernière est donc présente dans les régions partiellement transformées, là où le taux de déformation est relativement faible. D'autre part, la présence de martensite ε en profondeur montre qu'une transformation assistée par la contrainte est possible, ce qui est en accord avec la température de transformation spontanée estimée pour l'alliage 304L (M_s = -129 °C) équivalente à celle sélectionnée pour le traitement. La transformation martensite observée dans l'échantillon traité sous température cryogénique possède donc tous les attributs d'une transformation assistée par la contrainte tandis que la température utilisée pour déformer le matériau sous température ambiante permet d'activer une transformation martensitique induite par déformation, limitant l'étendue de la profondeur à laquelle la transformation intervient, et de ce fait, la dureté atteinte en profondeur.

La distribution particulière de martensite α' constatée après traitement à température ambiante sera abordée plus en détails au chapitre suivant. Cependant, il est intéressant de constater que la fraction maximale de martensite n'est jamais obtenue directement en surface des échantillons traités (Figure 3.9). Elle se trouve à environ 50 µm de profondeur après traitement à température ambiante et une légère diminution est observée en extrême surface de l'échantillon déformé sous condition cryogénique. En effet, la transformation de phase martensitique, tout comme le maclage, est sensible à la taille de grain de la phase mère austénitique et sa fraction est drastiquement réduite lorsque la taille de grain devient submicrométrique [Y. F. Shen *et al.* - 2015]. D'après les images MEB réalisées en extrême surface (Figure 3.8), la taille de grain moyenne dans cette zone peut être réduite en dessous de 100 nm. L'affinement microstructural généré par le traitement de grenaillage ultrasonique pourrait donc limiter la formation d'une microstructure entièrement martensitique [Y. F. Shen *et al.* - 2015]. Ajouté à cela, les conditions de déformation sévère peuvent entrainer une réversion de la phase martensitique vers l'austénite (α' → γ) lorsque la déformation équivalente devient de l'ordre de 30 [Mine, Horita et Murakami - 2009]. Ainsi, il est possible

de former une couche entièrement martensitique sur les premiers 170 µm sous la surface de l'échantillon à basse température mais les conditions particulières de déformation et l'affinement poussé de la microstructure d'extrême surface limitent la fraction de martensite α' atteignable.

3.3 Conclusion partielle

Le but de ce chapitre était de caractériser l'influence de la température de traitement sur les microstructures de déformation induites par grenaillage ultrasonique. Pour ce faire, deux nuances d'aciers inoxydables austénitiques de stabilités différentes ont été traitées à température ambiante et à sous condition cryogénique.

Au sein de la première partie, nous avons montré que l'intérêt d'une baisse de la température de traitement induit une modification du potentiel de durcissement selon la stabilité de l'alliage traité. Dans le cas de l'alliage 310S très stable, un traitement cryogénique réduit sensiblement la dureté de sous-couche par rapport à un traitement réalisé à température ambiante. Cependant, un durcissement notable peut être réalisé en extrême surface grâce à un affinement par maclage plus efficace. Concernant, l'alliage métastable 304L, le durcissement d'extrême surface n'est pas impacté par un traitement cryogénique. L'avantage d'un tel traitement réside dans l'amélioration du durcissement de sous-couche grâce à une transformation de phase martensitique facilitée et donc plus efficace sous basse température. Un traitement cryogénique sera donc visé pour améliorer le durcissement d'extrême surface d'aciers inoxydables stables tandis qu'il trouvera son utilité dans le durcissement en profondeur des nuances métastables. La pollution de surface constatée sur tous les échantillons, notamment ceux traités sous condition cryogénique, n'a pas été associée aux variations de durcissement d'extrême surface.

Au sein de la seconde partie, il a été mis en avant que les modifications de durcissement étaient directement liées à la présence de martensite α'. En effet, la baisse de température induit une modification des mécanismes de transformation permettant de produire de la martensite α' plus facilement en sous couche par une transformation $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$ assistée par la contrainte.

Ajouté à cela, une sélection de variant intervient lors de la transformation de phase martensitique induite par déformation. Une analyse statistique basée sur des moyens de reconstruction de microstructure a permis de montrer que les répartitions des variants produits lors de la transformation diffèrent selon la température de traitement. La microstructure obtenue après traitement à température ambiante présentait plus de systèmes de transformation aux seins des grains de la microstructure avec un variant majoritairement représenté. Comparativement, la microstructure obtenue sous condition cryogénique possédait un seul système de transformation très largement représenté avec une proportion des variants majoritaires moins importante. Ces résultats ont été associés à la nature de la transformation martensitique; induite par la déformation à température ambiante et assistée par la contrainte sous condition cryogénique.

CHAPITRE 4

INFLUENCE DES PARAMETRES DE TRAITEMENT SUR LES MICROSTRUCTURES DE DEFORMATION D'ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES METASTABLES

A présent que les mécanismes de durcissement et de transformation ont été détaillés, ce chapitre a pour objectif de lier les propriétés des microstructures de déformation induites par le traitement de grenaillage ultrasonique aux paramètres des traitements. Pour ce faire, des couplages de paramètres ont été sélectionnés et des études systématiques de caractérisation ont été réalisées sur les échantillons obtenus pour chaque condition de traitement. Les modifications seront abordées en termes de changements microstructuraux (distribution de martensite α') et de propriétés mécaniques (rugosité, dureté, contraintes résiduelles).

La première partie sera consacrée à la description du comportement de l'alliage métastable 304L introduit au chapitre précédent. Les modifications induites par le traitement seront abordées tant d'un point de vue de l'extrême surface que de la sous-couche. La martensite α' sera utilisée comme marqueur de la déformation afin de caractériser les microstructures de déformation induites par le grenaillage ultrasonique. Les aspects de surface (rugosité, dureté) seront aussi confrontés aux fractions de phases mesurées par DRX.

La deuxième partie abordera l'étude des paramètres avec la stabilité de l'austénite comme variable d'étude supplémentaire. Ainsi, les observations faites sur l'alliage 304L seront comparées à celles effectuées sur l'alliage 316L, alliage plus stable vis-à-vis de la transformation martensitique.

4.1 Influences des paramètres de traitement thermomécaniques sur les modifications microstructurales

Cette partie a pour but d'analyser et d'interpréter l'influence des paramètres de grenaillage ultrasonique sur les microstructures de déformations. Pour ce faire, l'alliage 304L présenté au chapitre précédent a été sélectionné afin d'incorporer l'effet de la transformation de phase martensitique aux mécanismes d'accommodation à la déformation. Les observations seront menées en termes de dureté, d'analyse de phases par acquisitions EBSD et de mesures de

contraintes résiduelles. Ce chapitre sera conclu par une interprétation et une discussion des résultats seront présentées.

4.1.1 Paramètres de traitement

Les échantillons 304L utilisés dans cette première partie sont identiques à ceux du Chapitre III, avec un diamètre de 30 mm et une épaisseur de 10 mm. Préalablement au grenaillage, les surfaces des échantillons ont été polies jusqu'à une finition poli-miroir. Des croisements de paramètre de traitement ont été utilisés avec pour variables d'étude l'amplitude de vibration (40µm et 60µm), le temps de traitement (3min et 20min) et la température de traitement (TAmb, -80 °C et -130 °C). A noter que, dorénavant, la désignation "TCryo" sera remplacée par les notations -80° et -130 ° afin de différencier les deux températures. Les échantillons seront désignés par l'amplitude, le temps et la température de traitement, comme présenté Figure 4.1

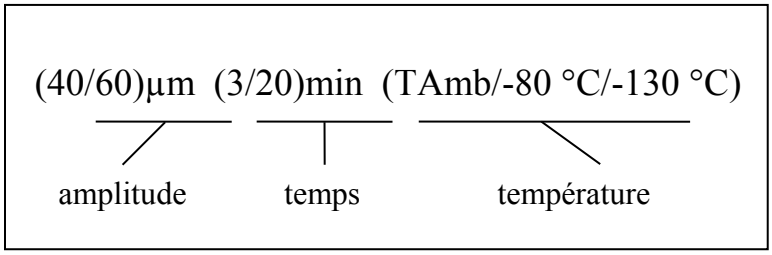


Figure 4.1 Exemple de désignation des échantillons d'analyses structurales

4.1.2 Effet des paramètres de grenaillage sur la rugosité de surface

Comme tout traitement de surface mécanique, le traitement de grenaillage modifie l'état de surface initial (Figure 1.1). La Figure 4.2 présente des macrographies de la surface poli-miroir obtenues préalablement au traitement ainsi qu'un exemple de surface obtenue après traitement.

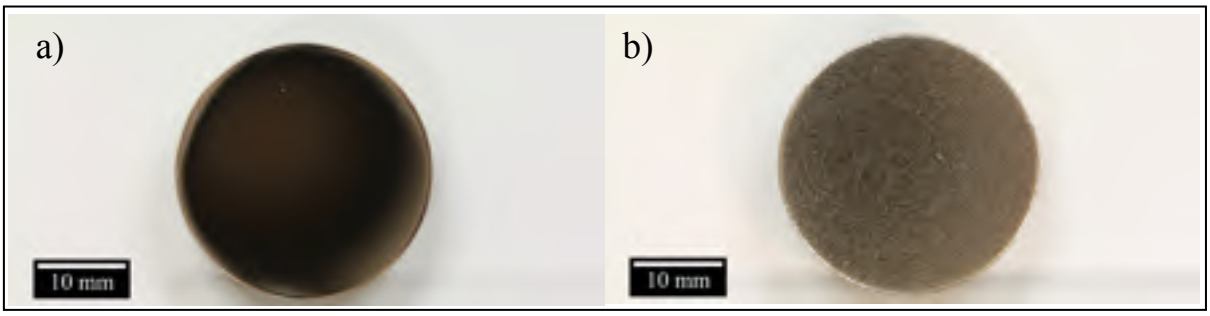


Figure 4.2 Micrographies de l'état de surface des échantillons a) avant et b) après traitement de grenaillage ultrasonique

Observées à plus fort grandissement au microscope optique confocal (Figure 4.3), les surfaces déformées sont caractérisées par une alternance de pics et de creux, générés par les impacts répétés des billes. La colonne de gauche expose les surfaces obtenues avec une amplitude de 40µm et celle de droite une amplitude 60µm. Les surfaces des échantillons traités durant 3 min à température ambiante sont présentées en première ligne, la durée de traitement augmente à 20 min pour la seconde et la dernière ligne représente les surfaces après un traitement de 20 min à -130 °C. Les annotations dans les coins inférieurs droits mentionnent les paramètres de traitements présentés.

Toutes les surfaces présentées en Figure 4.3 sont entièrement recouvertes d'impacts indiquant que le taux de recouvrement atteint est supérieur ou égal à 100 %. Globalement, les aspérités observées sous une amplitude de 40 µm (colonne de gauche) sont moins marquées que celles induites par une amplitude de 60 µm (colonne de droite). Cette observation est valable pour toutes les surfaces présentées ici.

En augmentant le temps de traitement de 3 min à 20 min à température ambiante, la surface obtenue sous une amplitude de 40 µm devient visiblement moins marquée (Figure 4.3c). Cette observation est cependant plus difficile à faire sur la surface obtenue avec une amplitude de 60µm (Figure 4.3d). Finalement, en diminuant la température de traitement, les surfaces obtenues aux deux amplitudes deviennent clairement moins rugueuses avec des empreintes d'impacts beaucoup moins marquées (Figure 4.3e et f).

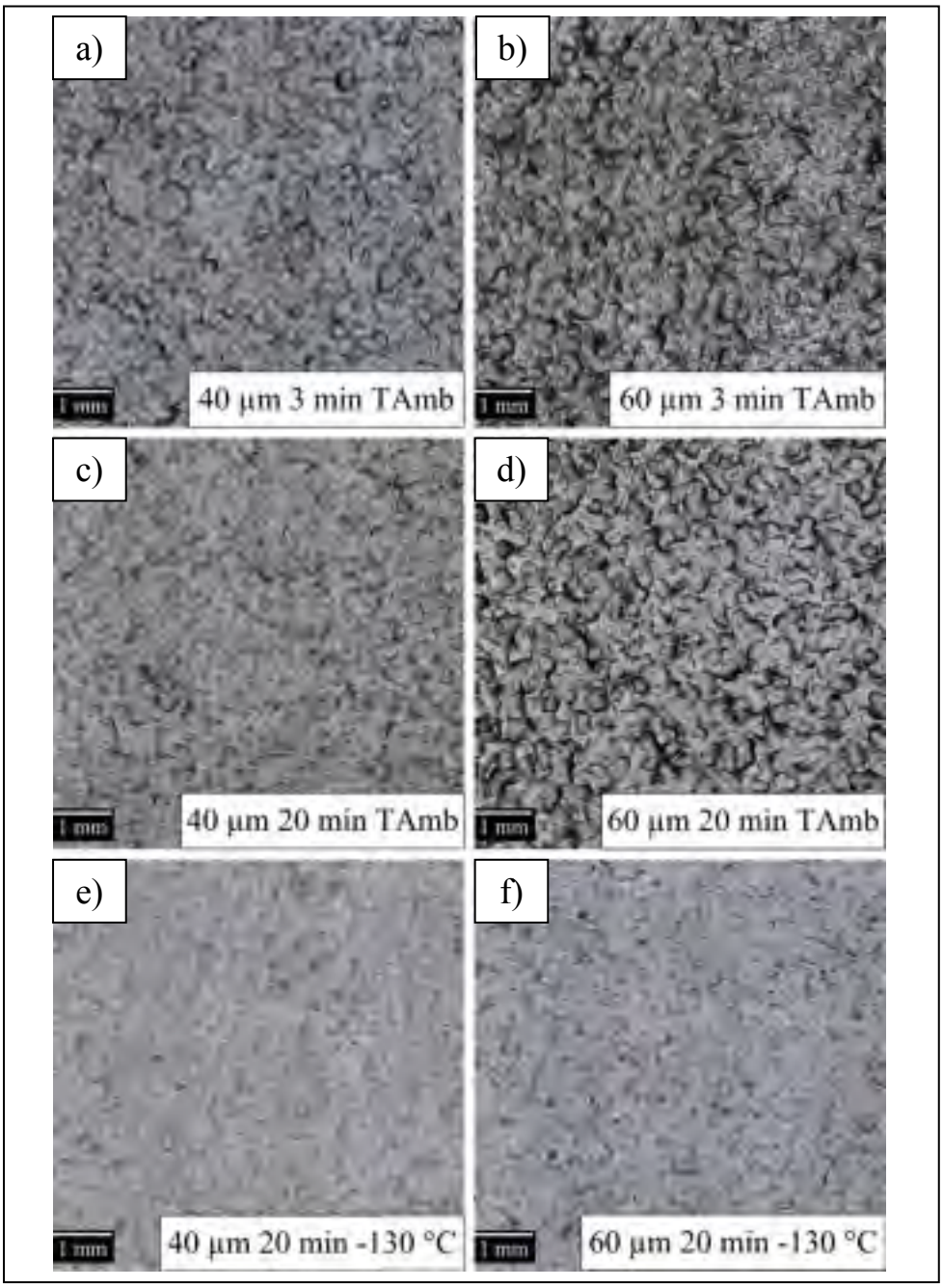


Figure 4.3 Observation par imagerie optique confocale des surfaces obtenues pour les échantillons 304L a) 40 µm 3 min TAmb, b) 60 µm 3 min TAmb, c) 40 µm 20 min TAmb, d) 60 µm 20 min TAmb, 40 µm 20 min -130 °C et f) 60 µm 20 min -130 °C

Dans le but de quantifier ces variations de rugosité, l'ensemble des rugosités de surface R_q mesurées par profilomètre est résumé en Figure 4.4, les traitements réalisés à température

ambiante sont présentés en rouge, à -80 °C en gris et à -130 °C en blanc. Les étiquettes au-dessus des colonnes représentent les variations de rugosité en pourcentage comparées aux traitements réalisés à température ambiante correspondants.

Comme il a pu être observé par imagerie optique, une augmentation de l'amplitude de traitement est associée à une rugosité plus importante. Pour une durée équivalente de 20 min, augmenter l'amplitude de 40 µm à 60 µm accroit la rugosité de +36 % et +19 % à température ambiante et sous une température de -130 °C. Ainsi, en conférant une vitesse plus importante aux billes de traitement par une modification de l'amplitude de vibration, les aspérités d'impact seront plus marquées ce qui est reflété directement par une hausse de la rugosité. La légère augmentation observée sous une amplitude de 60 µm à température ambiante peut être synonyme d'une saturation lorsqu'un équilibre dynamique est atteint entre la création et l'écrasement des cratères générés [Dai *et al.* - 2004].

Comparativement, la durée de traitement tend à avoir l'effet inverse et une prolongation de la durée de traitement présente globalement une diminution de la rugosité. A température ambiante, passer d'un temps de traitement de 3 min à 20 min diminue la rugosité de -13 % pour une amplitude de 40 µm mais une légère augmentation de +8 % est à noter pour l'amplitude de 60 µm. La baisse de rugosité est encore plus marquée avec des diminutions de -24% et -30%, respectivement pour une amplitude de 40 µm et 60µm.

L'effet le plus notoire est celui de la température. En diminuant la température dans le domaine cryogénique, une baisse de la rugosité est visible, et ce, pour toutes les combinaisons de traitements étudiées. Cette observation est particulièrement vraie pour le traitement le plus sévère (60µm 20min) avec une réduction de -44 % en passant de la température ambiante à -130° C. Cependant la rugosité la plus faible a été produite en utilisant une amplitude "modérée", un temps de traitement de 20 min et la température la plus basse de -130 °C. En associant ces trois critères, une rugosité de surface minimum R_q = 1,48 µm a été atteinte.

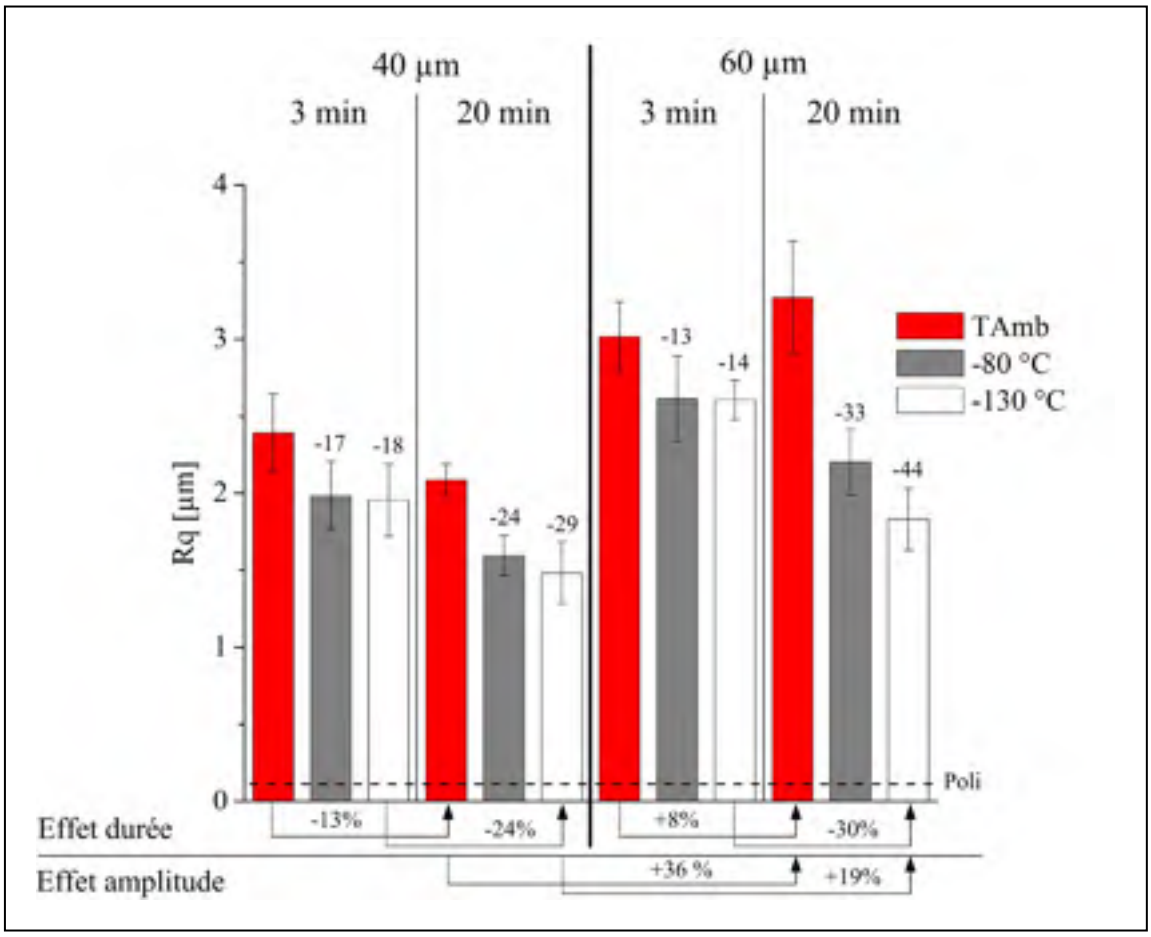


Figure 4.4 Rugosité de surface R_q mesurée sur le 304L pour les différentes conditions de traitement.Les étiquettes au-dessus des colonnes représentent les variations de rugosité en pourcentage comparées au traitement à température ambiante associé

4.1.3 Rôle des paramètres de traitement sur les modifications de sous-couche

Des images MEB réalisées par microscopie à balayage en coupe transverse sont présentées en Figure 4.5 pour deux conditions de traitement. Les images sont typiques d'un gradient de déformation induit par traitement de surface mécanique. A ce grandissement, la couche ultrafine n'est pas observable, néanmoins, une différence marquée peur être observée entre les couches affinées (contenant des marques de déformations) et celles déformées plastiquement. Les lignes verticales pointillées estiment la transition entre les deux couches précédemment citées. Cette transition intervient à une profondeur de 150 ± 50 µm pour l'échantillon traité à température ambiante et ~250 ± 50 µm pour la condition cryogénique.

Comme il a été vu au chapitre précédent, l'utilisation d'une température cryogénique permet d'augmenter la profondeur à laquelle le passage entre la couche de transition et celle déformée plastiquement intervient.

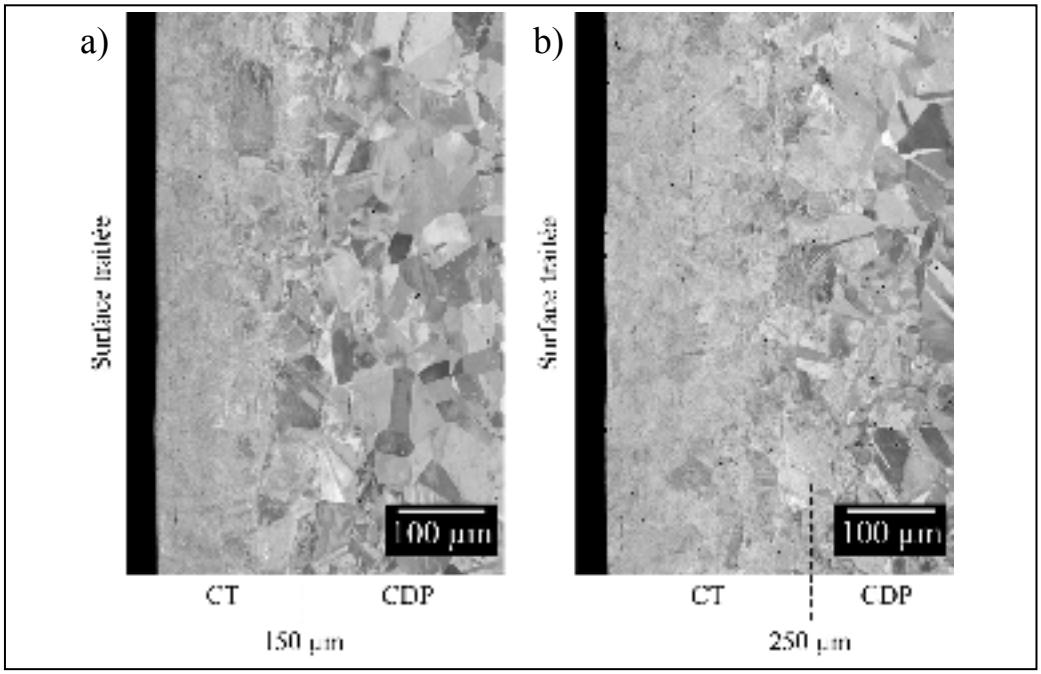


Figure 4.5 Images réalisées au MEB par électrons rétrodiffusés des échantillons 304L en coupe transverse et traités avec une amplitude de 40 µm à a) température ambiante et b) à -80 °C. CT: couche de transition, CDP: couche déformée plastiquement

Afin de pouvoir comparer l'ensemble des conditions de traitement, des filiations de dureté ont été réalisées en profondeur sur les sections transverses. L'ensemble des résultats est résumé en Figure 4.6. Les échantillons produits à température ambiante sont représentés en rouge, à -80 °C en gris et à -130 °C en blanc. Les lignes horizontales pointillées définissent la dureté initiale, mesurée à cœur, et égale à 220 HV. Les pourcentages précisés au-dessus des colonnes mentionnent les variations de dureté observées entre la condition ambiante et les conditions cryogéniques associées.

Toutes les conditions décrivent des tendances similaires avec un maximum de dureté en surface puis une diminution graduelle jusqu'à atteindre la valeur initiale en profondeur. Augmenter l'énergie de traitement par une hausse de l'amplitude ou de la durée aboutit à une

profondeur affectée plus importante. Comparativement, l'utilisation de températures cryogéniques permet une augmentation globale de la dureté, notamment en sous-couche.

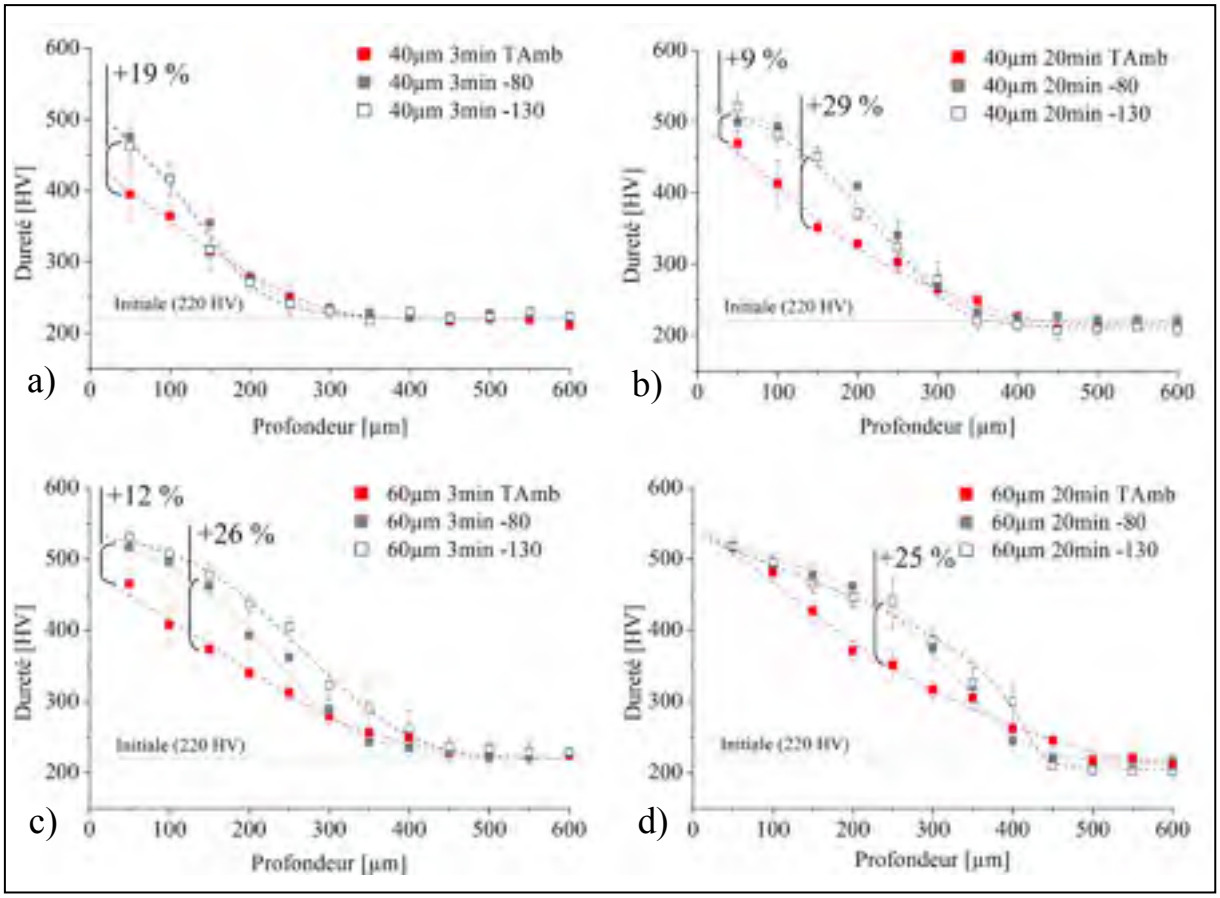


Figure 4.6 Profils de dureté obtenus sur l'alliage 304L pour les traitements a) 40 µm 3 min, b) 40 µm 20 min, c) 60 µm 3 min et d) 60 µm 20 min

Pour les conditions les moins énergétiques (40µm 3min), l'augmentation de dureté se localise essentiellement en surface avec une hausse de +19 % (Figure 4.6a). Lorsque le temps de traitement est augmenté à 20 min (Figure 4.6b), la variation de surface devient moins importante (+9 %) mais un durcissement de sous-couche notable est observable (+29 %) comparé à la dureté obtenue à température ambiante. Lorsqu'une amplitude de 60 µm est employée, les effets de la température se retrouvent plus marqués. Après 3 min de traitement (Figure 4.6c), un durcissement de surface (+ 12 %) et de sous-couche (+26 %) sont observables, contrairement aux échantillons 40µm 3min. Lorsque le traitement est prolongé

(Figure 4.6d), la dureté de surface sature à une valeur de 525 HV tandis qu'un durcissement en profondeur est toujours observable (+25 %). Il est intéressant de noter que le durcissement de sous-couche intervient plus profondément lorsque le temps de traitement passe de 3 min à 20 min.

4.1.3.1 Distributions de martensite α' estimées par EBSD

Comme il a été montré au chapitre précédent, le durcissement de sous-couche observé pour les échantillons traités à basse température est possible grâce à la formation de martensite. Afin de connaitre l'importance du rôle de la martensite α', les gradients de phases formés le long des couches affectées ont été estimés à l'aide d'acquisitions EBSD. Dans le but de pouvoir observer toutes les conditions de traitement, un faible grandissement (x250) associé à un faible pas (1µm) ont été utilisés pour limiter le temps d'acquisition (~ 1h). Considérant la taille très faible de la martensite ε, seule l'austénite γ et la martensite α' ont été sélectionnées pour les acquisitions. Deux cas d'étude ont été choisis pour décrire la méthode utilisée: le 60 µm 20min TAmb et le 60µm 20min -130 °C.

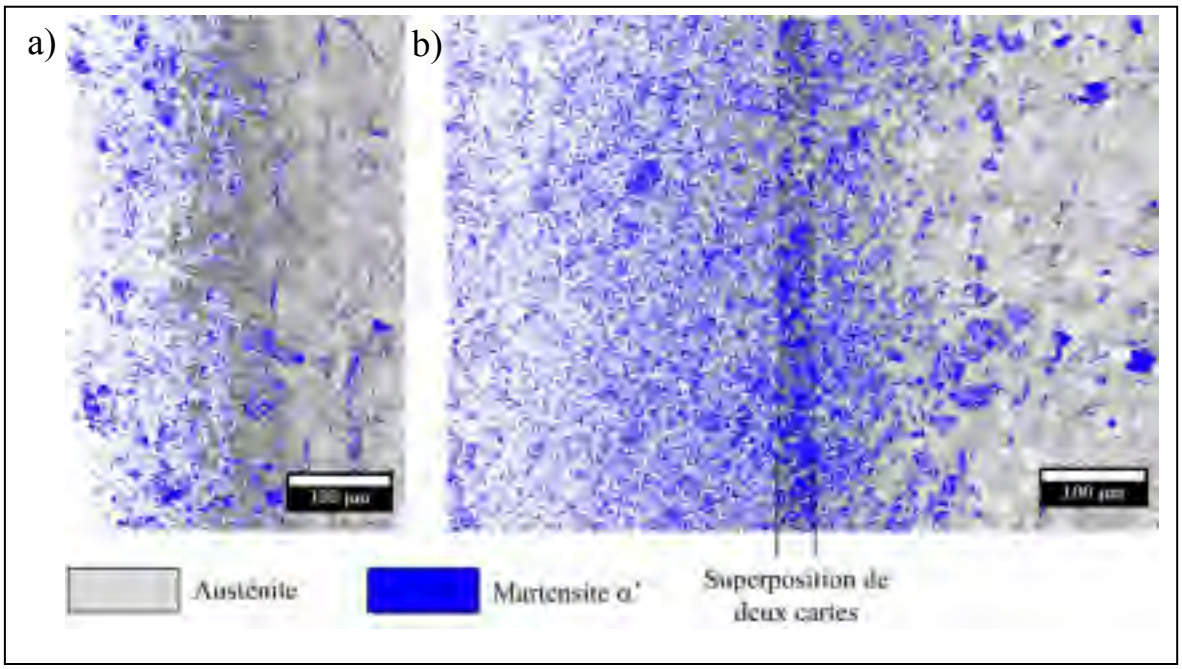


Figure 4.7 Distributions des phases en sous-couches des échantillons 304L a) 60µm 20min TAmb et b) 60µm 20min -130 °C observées par cartographie d'orientation

La Figure 4.7 présente les cartes acquises pour ces deux échantillons. L'austénite y est représentée en contraste de bande et la martensite α' en couleur bleue. Les points non-indexés ont volontairement été rendus visibles en blanc afin de faciliter le développement de la méthode de quantification qui suivra. A partir de ces cartes, les quantités de phases ont été déduites à l'aide d'un code informatique Python (ANNEXE II) consistant à récupérer la position et reconnaître la couleur des pixels et d'obtenir la distribution spatiale de chaque phase. Si le pixel est bleu il sera considéré comme de la martensite, rouge de l'austénite (colorée pour le traitement d'image) et, si aucune de ces deux couleurs n'est reconnue, le point sera considéré comme non-indexé. Finalement, les différents éléments sont comptés et moyennés sur chaque ligne verticale (512 pixels) afin de reconstituer les gradients de phases et le taux d'indexation en profondeur. Seule une suppression des pixels isolés a été réalisée avant le post-traitement des cartes EBSD.

Les quantifications "brutes" obtenues par EBSD pour ces échantillons sont présentées en Figure 4.8. Ces deux échantillons sont utilisés afin de pouvoir confronter les quantifications EBSD à celles réalisées par DRX et présentées au chapitre précédent. La martensite est représentée par des marqueurs bleus, le taux d'indexation par les marqueurs blancs et les quantifications DRX par les marqueurs noirs. Une partie des cartes utilisées pour les quantifications EBSD (réduites en largeur) sont présentées en-dessous des graphiques correspondants afin de faciliter leur lecture. Le code couleur de ces dernières est le même que celui des cartes présentées en Figure 4.7.

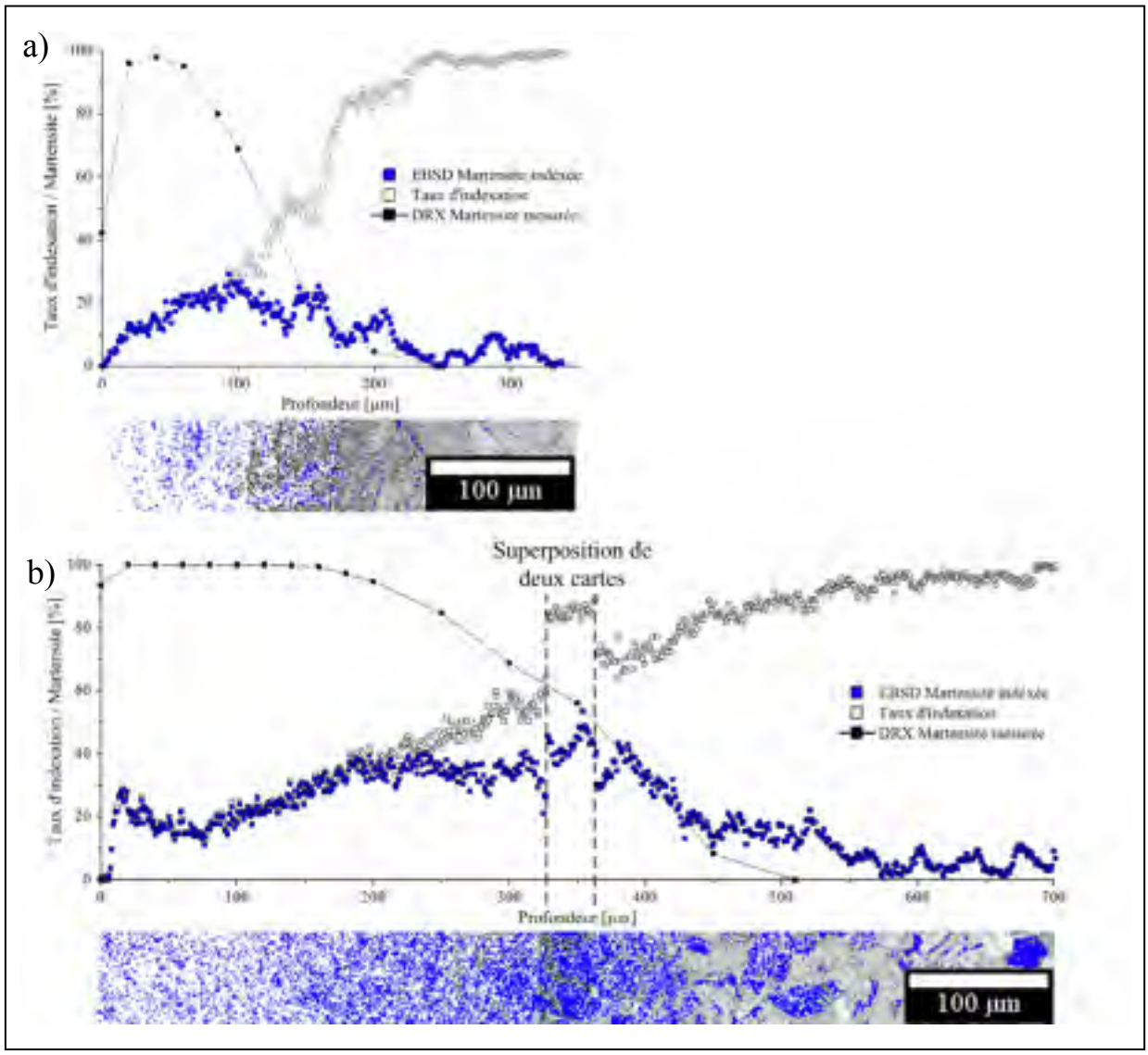


Figure 4.8 Comparaison entre les quantifications DRX et les données EBSD brutes pour les acquisitions réalisées sur les échantillons 304L a) 60 µm 20 min TAmb et b) 60 µm 20 min -130 °C. Une partie des cartes utilisées pour les quantifications sont présentées afin de faciliter la lecture des graphiques correspondant

Globalement, le taux d'indexation, et donc la présence de martensite qui en ressort, est proche de zéro sur les premiers microns puis croit progressivement pour atteindre 100 % en profondeur. Ces tendances peuvent s'expliquer par deux points: i) sur les premières dizaines de micromètres, la déformation sévère appliquée par le traitement de surface influe sur la qualité des clichés de diffraction EBSD et ii) les nombreux variants fins de martensite générés lors de la transformation induisent une superposition des clichés de diffraction

EBSD. Ces deux facteurs représentent des critères défavorables influant énormément sur le taux d'indexation.
Il est dès lors flagrant que les fractions de martensite mesurées par EBSD ne représentent en aucun cas les proportions mesurées par DRX. Deux approches ont donc été abordées afin de remédier à ce problème :

- Considérant que la présence des nombreux variants est la cause principale de la dégradation du taux d'indexation, les points non-indexés seront alors tous considérés comme de la martensite et additionnés à la quantité mesurée ($\%_{add}$ – Équation 4.1).

$$\%_{add} = \%_{mesuré} + (100 - \%_{index}) \quad (4.1)$$

- Considérant que les variants et la déformation sont responsables de la dégradation du taux d'indexation, la quantité de phase mesurée sera alors normalisée par le taux d'indexation ($\%_{norm}$ – Équation 4.2).

$$\%_{norm} = \frac{\%_{mesuré}}{\%_{index}} \times 100 \quad (4.2)$$

avec $\%_{mesuré}$ la fraction de phase mesurée par EBSD et $\%i_{ndex}$ le taux d'indexation.

A partir de cette réflexion, la méthode "additionnée" représentera la limite haute tandis que la méthode "normalisée" définira la limite basse des quantités de phase corrigées. La Figure 4.9 compare les gradients obtenus avec ces deux approches par rapport aux gradients mesurés par DRX.

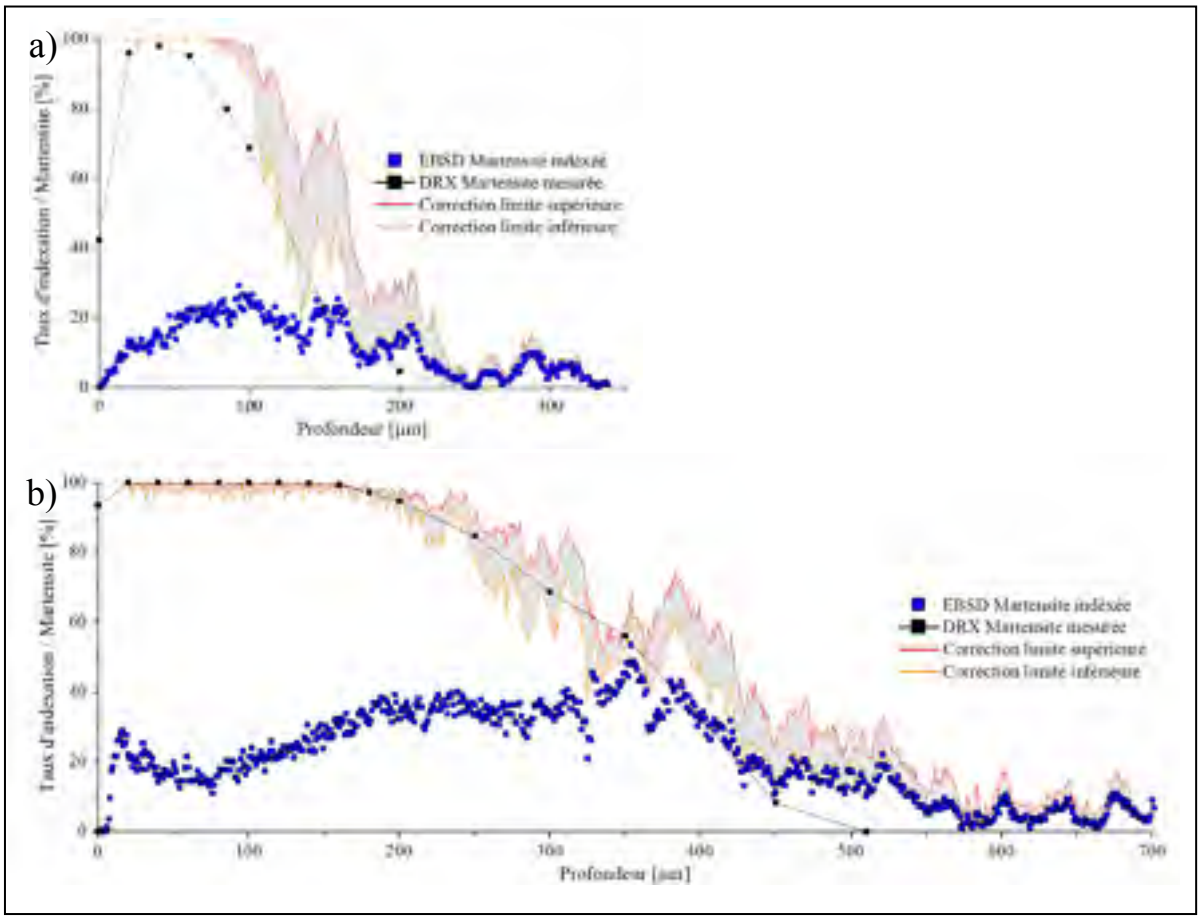


Figure 4.9 Comparaison entre les quantifications de phases DRX et les fractions EBSD corrigées pour les acquisitions réalisées sur les échantillons 304L a) 60 µm 20 min TAmb et b) 60 µm 20 min -130 °C

Après correction, les gradients obtenus deviennent comparables à ceux obtenus par DRX. Les résultats obtenus pour l'échantillon traité à basse température sont particulièrement proches des valeurs mesurées par DRX. Les deux méthodes de corrections décrivent le plateau martensitique sur la même épaisseur et les valeurs DRX sont par la suite contenues entre les limites haute et basse des corrections. La légère surestimation EBSD observée entre 400 et 600 µm peut être attribuée au caractère local de la mesure EBSD (à comparer à l'analyse globale obtenue par DRX) qui ne quantifie les phases que sur une largeur de 512 µm. Concernant l'échantillon grenaillé à température ambiante, les différences entre quantification EBSD et DRX sont plus marquées. Le gradient obtenu par EBSD décrit un plateau sur les 100 premiers micromètres puis les deux méthodes surestiment la fraction de

martensite. La différence observée en surface (0 - 100 µm) est probablement due à la taille de l'austénite résiduelle toujours présente après déformation. Le grandissement (x250) et le pas choisi (1µm) pour réaliser ces cartes ne permettant pas de la mesurer, la taille de ces domaines étant d'environ 1 µm. L'austénite résiduelle de surface sera abordée en détail par la suite. La surestimation observée en sous-couche, elle, est due au caractère local de la mesure EBSD.

A présent, considérant les critères particuliers associés à la surface (haut taux de déformation, présence de nombreux variants, rugosité de surface) et afin de palier à la détérioration du taux d'indexation induit par ceux-ci, il a été décidé de supprimer les valeurs obtenues par EBSD sur les 50 premiers micromètres et de se fier aux quantifications DRX mesurées en surface pour compléter les gradients de phases. Aux vues de la légère surestimation observées sur les gradients corrigés, la méthode normalisée, représentant la limite basse, a été retenue. Les distributions obtenues suivant cette méthode sont présentées en Figure 4.10 pour les différentes conditions de traitement. Les traitements réalisés à température ambiante sont tracés en rouge, à -80 °C en noir et à -130 °C en gris. Les courbes en pointillées représentent les traitements de 3 min et les pleines ceux de 20 min.

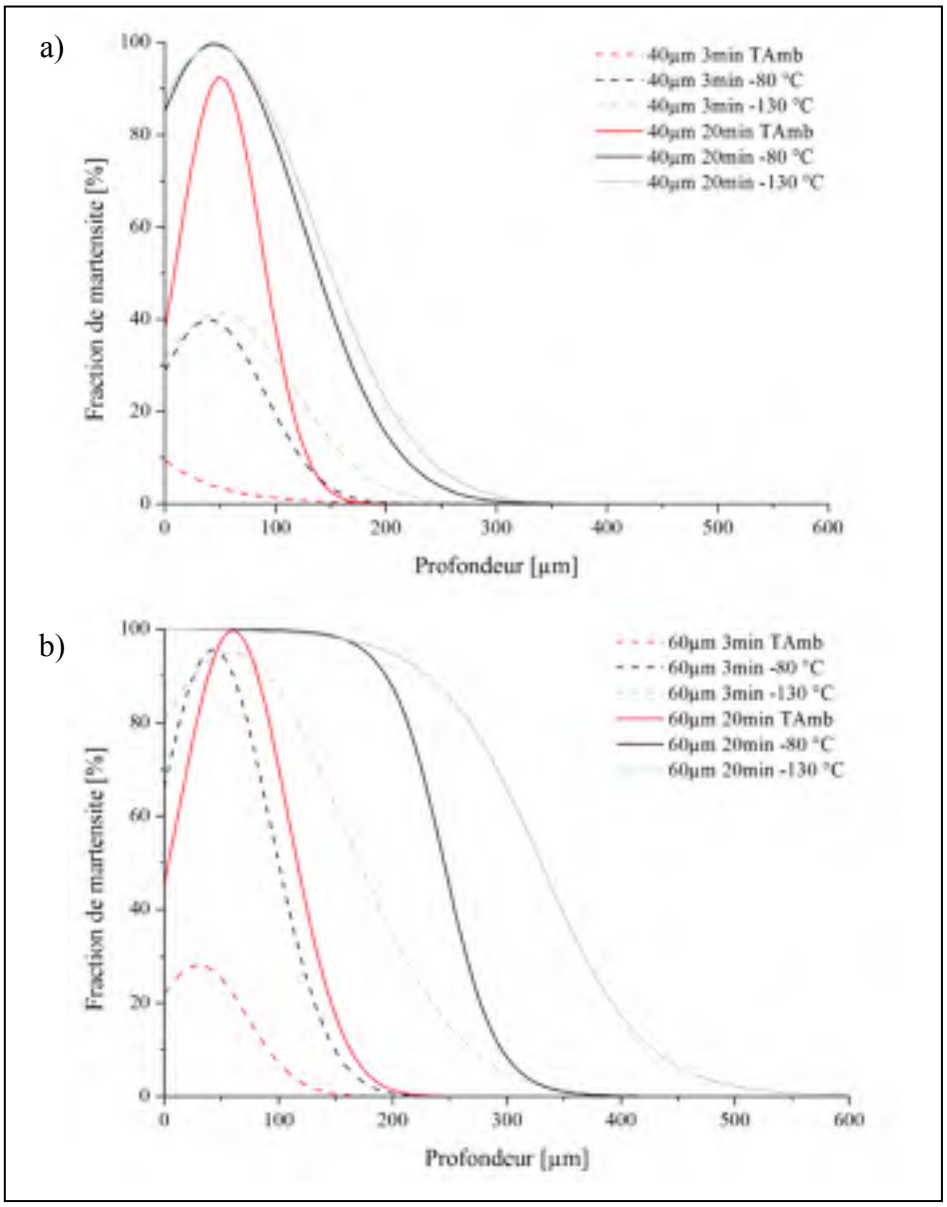


Figure 4.10 Distribution de martensite pour les différentes conditions de traitement réalisées sur l'alliage 304L avec a) une amplitude de 40 µm et b) une amplitude de 60 µm

Globalement, augmenter l'énergie de traitement par une hausse de l'amplitude et/ou de la durée donne lieu à des fractions et des épaisseurs transformées plus importantes. Ajouté à cela, l'utilisation de la température cryogénique permet d'augmenter notablement la fraction de martensite formée. Ainsi, l'échantillon 40µm 3min TAmb ne présente qu'une faible

quantité de martensite en surface tandis que les mêmes échantillons traités sous conditions cryogéniques possèdent un maximum de 40 %.

La principale différence constatée réside dans l'épaisseur des couches transformées après une augmentation de l'amplitude de vibration. Les traitements réalisés durant 20 min sous une amplitude de 40 µm permettent de transformer l'austénite sur une profondeur de 300 µm. Comparativement, l'utilisation d'une amplitude de 60 µm permet d'affecter une couche de 500 µm. Ainsi en diminuant l'énergie nécessaire pour activer la transformation de phase par une baisse de température, il est possible de former de plus grandes fractions de martensite, et ce, plus profondément. Une différence est à constater entre les distributions obtenues à -80 °C et -130 °C signifiant que plus la température est basse, plus la quantité de martensite formée est importante, notamment pour l'amplitude de 60 µm.

Une observation particulièrement intéressante est que, dans la plupart des cas présentés ici, le maximum de martensite est localisé en sous- couche et non directement sous la surface traitée. Cette observation sera abordée en détail dans la partie consacrée à l'interprétation des résultats. Néanmoins, l'extrême surface présente certaine spécificité qu'il est nécessaire de caractériser par des analyses plus précises.

4.1.4 Analyses d'extrêmes surfaces

Afin d'obtenir plus de précision, les fractions de phases réalisées par DRX en surface des échantillons traités, et utilisées pour compléter les gradients EBSD, sont résumées dans la Figure 4.11. Les colonnes sont toutes présentées suivant l'ordre TAmb, -80 °C et -130 °C, comme indiqué sur les résultats des échantillons 40 µm 3 min. De manière logique, on s'aperçoit que plus le traitement est énergétique, plus la quantité de martensite α' formée en surface est importante. La martensite ε est présente en surface des échantillons traités sous températures cryogéniques, excepté pour les conditions les plus sévères (60µm 20min). Aucune condition ne permet d'obtenir une surface entièrement martensitique, même les conditions les plus favorables – une amplitude et un temps de traitement élevé et des températures très basses (60µm 20min -80 °C/-130 °C) – présente une légère quantité d'austénite résiduelle en surface. Les échantillons obtenus avec les paramètres 60µm 20min -

80°C et 60µm 20min -130°C présentent respectivement des fractions de martensite qui s'élèvent à 91,5 % et 93,7 %.

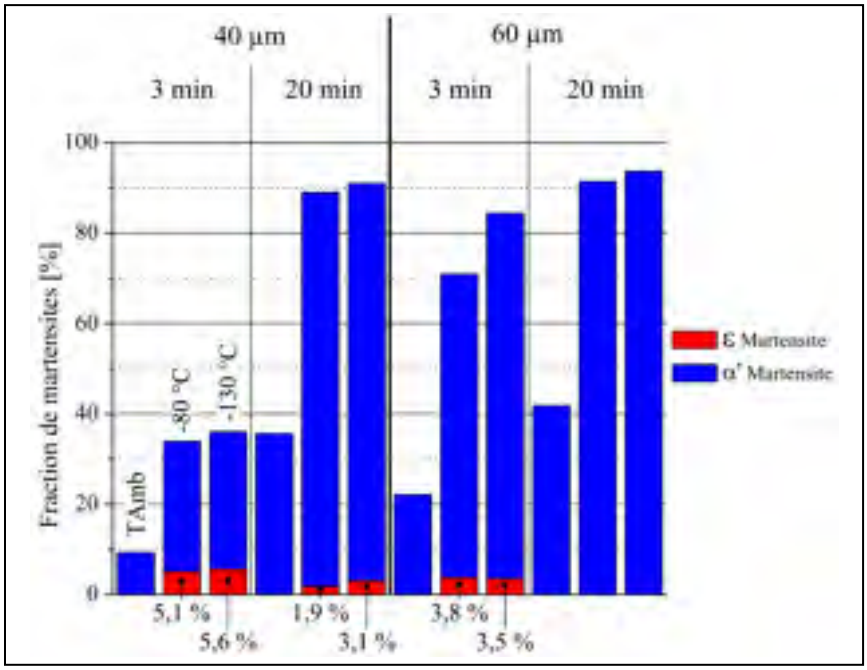


Figure 4.11 Quantifications des phases de surface réalisées par DRX. L'erreur globale estimée pour ces mesures est de ± 2 %

Afin d'avoir plus de détail sur les microstructures localisées directement sous les surfaces traitées, des cartographies d'orientation à fort grossissement ont été réalisées. Ces dernières sont présentées en Figure 4.12 pour les échantillons 40µm 20min TAmb et 40µm 20min -80 °C. La martensite α' y est représentée en coloration d'orientation suivant l'axe Y, l'austénite en blanc et la martensite ε en jaune.

des structures très déformées comparées aux grains recristallisés initiaux. La martensite α' est présente dans des structures sous forme de bandes. A l'aide des orientations obtenues par les domaines d'austénite résiduelle, considérée comme l'orientation initiale de la phase mère, les bandes associées à la martensite α' se forment sur les systèmes de déformations denses {111}, comme le montre les traces des plans fournis en Figure 4.12. La taille de grain atteinte par la martensite α' est de l'ordre du micromètre, le régime nanométrique n'ayant pas était atteint sur l'ensemble de cette profondeur. Des domaines d'austénite résiduelle peuvent être observés en surface des deux échantillons et en sous-couche de l'échantillon traité à température ambiante. De manière cohérente avec les observations précédentes, la martensite ε n'a été indexée que pour l'échantillon traité sous condition cryogénique aux voisinages des domaines d'austénite résiduelle.

4.1.5 Influence de la transformation martensitique sur le gradient des contraintes résiduelles

Les gradients de contraintes résiduelles ont été mesurés par DRX. Afin d'avoir accès aux informations en profondeur, des enlèvements de matière successifs ont été réalisés par voie électrolytique. Considérant la taille des poches d'enlèvement (5x5 mm²), les profils obtenus ont ensuite été corrigés selon la méthode proposée par Moore et Evans [Moore et Evans - 1956] pour prendre en compte la relaxation des contraintes lors des enlèvements de matière. Les Figure 4.13 et Figure 4.14 présentent les gradients obtenus pour les différents échantillons traités respectivement avec des amplitudes de 40µm et 60 µm à température ambiante et à -80 °C.

Le traitement de grenaillage ultrasonique induit de fortes contraintes résiduelles de compression en surface et en sous-couche. Globalement, les tendances observées sont comparables entre les différents traitements. Les gradients décrivent un maximum en sous-couche puis augmentent graduellement pour atteindre les zones de traction, le début des zones en traction étant cohérent avec les profondeurs affectées mesurées par microdureté (Figure 4.6).

La martensite α' a pu être détectée à la surface de chaque échantillon et, comme il a été indiqué par les gradients de phase (Figure 4.10), de l'austénite résiduelle a été mesurée en

extrême surface pour certains d'entre eux. La présence de martensite permet d'atteindre des valeurs de contraintes résiduelles de compression plus importantes que celle de l'austénite (Figure 4.13.a). La valeur de contraintes résiduelles maximum atteinte pour l'austénite étant de -680 MPa contre -900 MPa pour la martensite.

Concernant les traitements réalisés avec une amplitude de 40 µm à température ambiante (Figure 4.13a), un traitement court de 3 min ne permet pas de transformer entièrement la couche présente sous la surface traitée. La couche obtenue après 20 min de traitement est composée essentiellement de martensite sur 100 µm, l'austénite ayant été détectée seulement en extrême surface (Figure 4.13b). Augmenter l'énergie de traitement par une prolongation du grenaillage permet d'augmenter les valeurs de contraintes résiduelles en surface, -520 MPa contre -630 MPa, et en sous-couche, -770 MPa contre -880 MPa, le pic de compression étant localisé à une profondeur de ~50 µm.

Les mêmes observations peuvent être réalisées après l'utilisation d'une amplitude de 60 µm à température ambiante. A l'instar de l'utilisation d'une amplitude plus faible, la couche proche de la surface n'est pas totalement transformée et présente des traces d'austénite après un traitement de 3 min (Figure 4.14a). En prolongeant le traitement, aucune trace d'austénite n'est détectée en surface et seule la martensite est présente sur ~200 µm (Figure 4.14b). Les contraintes résiduelles induites s'étalent et forment un "plateau" sur la première centaine de micromètre. Les contraintes résiduelles sont augmentées en surface (-580 MPa → -790 MPa) et en sous-couche (-820 MPa → -890 MPa) par une prolongation du traitement.

L'intérêt d'une température de traitement plus basse réside dans une transformation de phase martensite facilitée. En effet, seuls les échantillons traités durant 3 min à -80 °C présentent une fraction d'austénite résiduelle en surface qui disparaît en prolongeant le traitement. Comparativement, la présence de martensite permet d'obtenir des contraintes résiduelles supérieures ou équivalentes à celles obtenues à température ambiante. Seul l'échantillon 60µm 20min -80 °C (Figure 4.14.b) présente la particularité d'avoir des contraintes résiduelles plus faibles après un traitement sous condition cryogénique. De manière intéressante, les gradients observés en sous-couche après traitement cryogénique ont tendance à présenter des valeurs inférieures que celles observées à température ambiante et donc atteignent la zone de traction moins profondément.

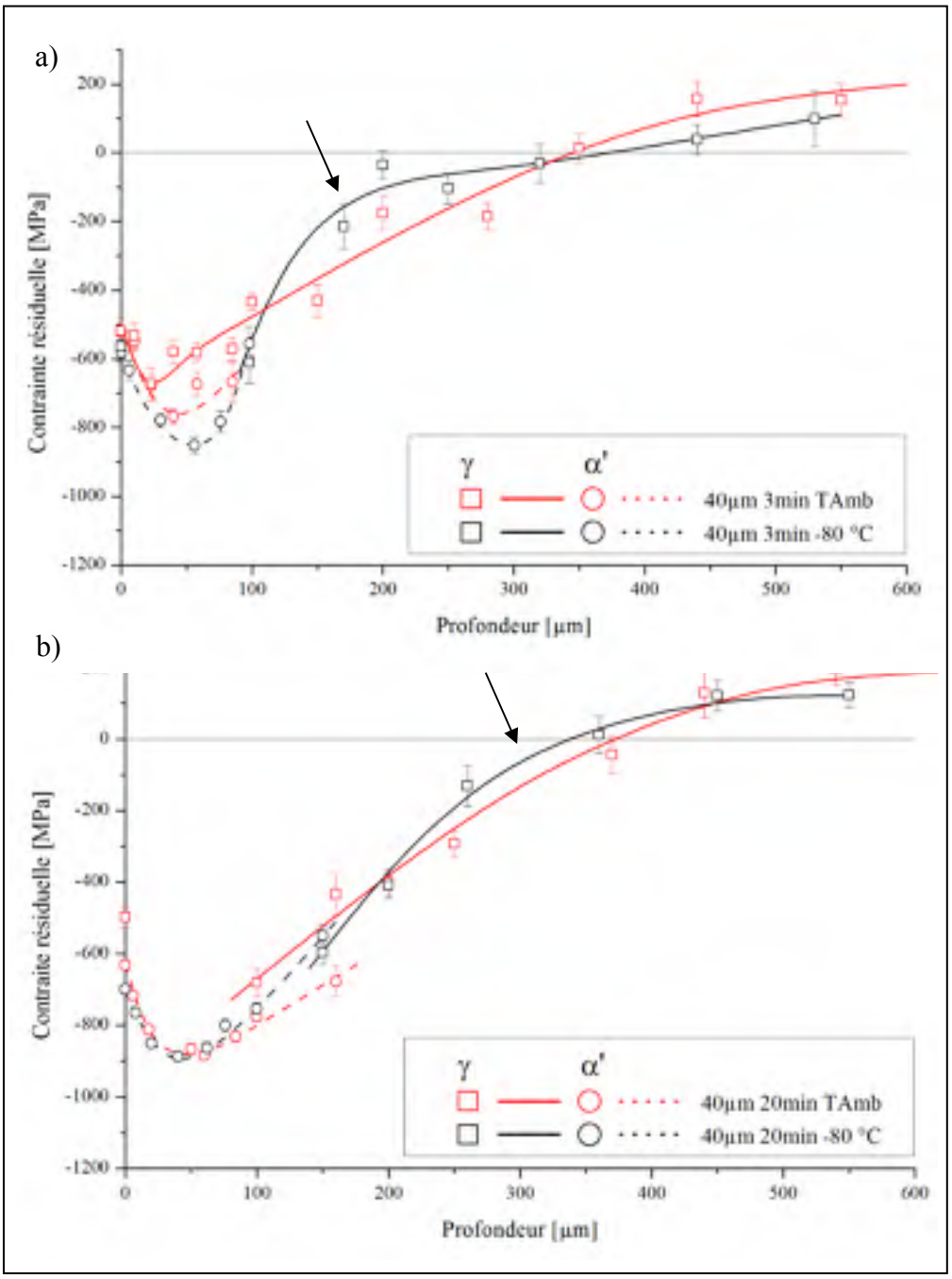


Figure 4.13 Gradients des contraintes résiduelles obtenus pour les échantillons 304L traités avec une amplitude de 40 µm pour des durées de a) 3 min et b) 20 min à TAmb et -80 °C

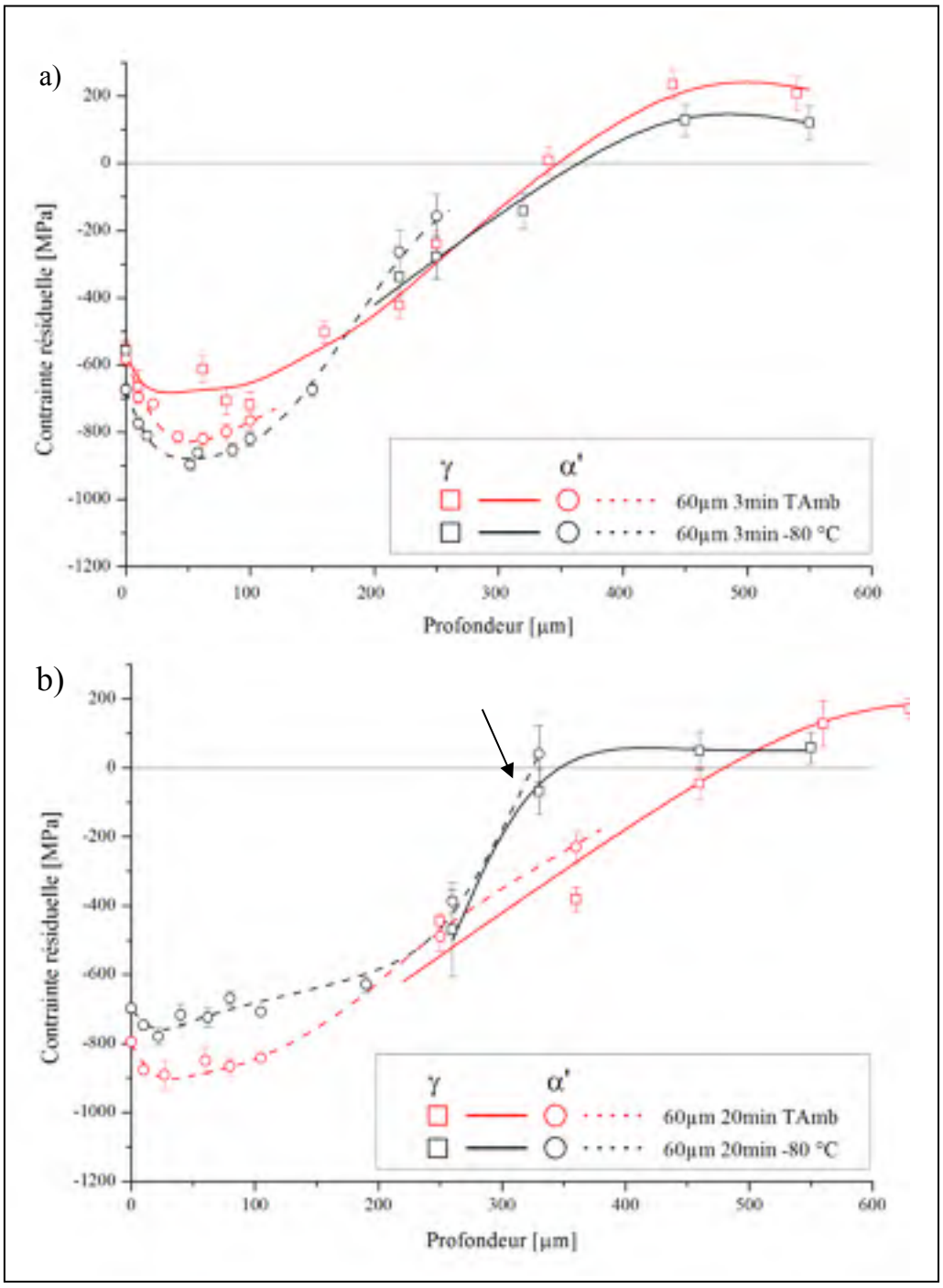


Figure 4.14 Gradients des contraintes résiduelles obtenus pour les échantillons 304L traités avec une amplitude de 60 µm pour des durées de a) 3 min et b) 20 min à TAmb et -80 °C

4.1.6 Discussion sur l'effet des paramètres de traitement sur les microstructures induites par grenaillage ultrasonique

Les observations présentées dans cette première partie ont permis de caractériser les modifications microstructurales induites par les traitements de grenaillage ultrasonique tant au niveau de la sous-couche que de la surface. Les trois paramètres étudiés, à savoir l'amplitude, la durée et la température de traitement, possèdent tous une influence sur les mécanismes contrôlant la déformation plastique le long de la profondeur affectée. La discussion qui suit fait le lien entre les paramètres du procédé et les microstructures de déformations induites à température ambiante et sous conditions cryogéniques en termes de distribution de martensite α', leurs implications dans le durcissement de surface et leurs influences sur les gradients de contrainte résiduelle.

4.1.6.1 Rôles de l'amplitude et du temps de traitement sur le durcissement à température ambiante

Le paramètre de traitement ayant le plus d'effet sur l'épaisseur de la couche durcie est l'amplitude de vibration [Roland *et al.* - 2007 ; Arifvianto *et al.* - 2011]. En effet, l'énergie de déformation transmise à la surface du matériau dépendra majoritairement de la vitesse d'impact des billes, paramètre inhérent à la fréquence de vibration de la sonotrode. Ainsi, augmenter l'amplitude de vibration de 40 µm à 60 µm permet d'obtenir respectivement des épaisseurs de couches affectées de 400 µm et de 500 µm sous une amplitude de 40 µm et de 60 µm, lorsque la durée de traitement est fixée à 20 min.

D'après les résultats de dureté obtenus par filiations et en accord avec la littérature, augmenter la durée de traitement de 3 à 20 min permet d'obtenir des valeurs de dureté plus importantes le long de la couche affectée en augmentant le taux de déformation [Arifvianto *et al.* - 2011 ; Sun - 2013]. En prolongeant le temps de traitement, une augmentation de 50 HV peut être obtenue en surface et il est possible d'augmenter l'épaisseur de la couche affectée d'environ 100 µm, que ce soit sous une amplitude de 40 µm ou de 60 µm.

4.1.6.2 Influence d'une baisse de température sur le durcissement

Comme il a été vu au chapitre précédent, l'implication de la martensite α' le long de la couche affectée dépend aussi de la température de traitement. En comparant les filiations de dureté (Figure 4.6) aux distributions de martensite α' (Figure 4.10), certaines conclusions quant à l'implication de la martensite α' sur le durcissement structural peuvent être faites.
Lors des trois premières minutes de traitement sous une amplitude de 40 µm, l'utilisation de températures cryogéniques permet un durcissement plus efficace localisé principalement en surface avec une amélioration de la dureté de surfacique 19 %. Lorsque le temps et/ou l'amplitude de vibration est augmenté, l'efficacité du durcissement est surtout visible en sous-couche, comme il peut être constaté sur les Figure 4.6b, c et d.
En tenant compte à présent des distributions de martensite α' données en Figure 4.10, il apparaît clairement que la formation de martensite est responsable des variations de dureté constatées. En effet, la martensite α' est présente respectivement jusque 200 ± 25 µm et 300 ± 25 µm pour les traitements utilisant une amplitude de 40 µm et des durée de 3 min et 20 min sous conditions cryogéniques. De manière intéressante, ces profondeurs correspondent à celles ou l'amélioration de dureté est visible par rapport aux traitements réalisés à température ambiante. Le même constat peut être effectué sur les distributions de martensite α' obtenues sous une amplitude de 60 µm. La transformation martensitique étant facilitée par la baisse de température, une fraction plus importante de martensite peut être formée, augmentant ainsi les duretés le long de la couche affectée par rapport aux traitements réalisés à température ambiante. Néanmoins, une diminution de la température de traitement est systématiquement accompagnée par une légère baisse de l'épaisseur de la couche affectée. Ce phénomène sera abordé en détail dans la seconde partie de ce chapitre en comparant différentes stabilités de matrices austénitiques.

4.1.6.3 Effet de l'échauffement de surface

De manière contradictoire avec la littérature, les estimations des gradients de martensite α' obtenues dans la présente étude montrent que dans la majorité des cas présentés, la fraction maximale de martensite α' est localisée en sous-couche et non pas directement sous la

surface traitée (Figure 4.10). Cependant, les travaux portant sur les traitements mécaniques de surface rapportent, pour la plupart, une fraction de martensite maximale en surface ([Kleber et Barroso - 2010] sur du grenaillage de précontrainte conventionnel, [Chen *et al.* - 2011] sur du grenaillage ultrasonique ou [Ye, Telang, *et al.* - 2014] sur du micro-martelage). Un taux de déformation croissant est généralement associé à une fraction de martensite α' plus importante, jusqu'à ce qu'un plateau soit atteint (loi sigmoïdale) [Olson et Cohen - 1975] et augmenter l'énergie de traitement permet la création d'une quantité plus importante de martensite α' et de transformer une épaisseur plus importante (γ → α').

Un premier mécanisme pouvant expliquer les distributions particuliers de cette étude est le fait que les vitesses de déformation soient très élevées en surface et ainsi qu'un échauffement adiabatique important de l'échantillon sollicité puisse intervenir [Pérez-Castellanos et Rusinek - 2012]. Considérant la ductilité et le potentiel d'écrouissage des aciers inoxydables austénitiques, de nombreux travaux reportent ce phénomène d'échauffement lorsqu'ils sont sollicités sous fortes vitesses de déformation [Murr *et al.* - 1982 ; Lee et Lin - 2001]. En utilisant un modèle d'indentation, Chan et al. [Chan *et al.* - 2010] ont calculé que la vitesse de déformation du grenaillage ultrasonique était de l'ordre de 10^4 s^{-1}. Pour cette même vitesse de déformation, des augmentations de température allant jusque 60 °C ont été mesurées, cette valeur étant dépendante du taux de déformation. A l'aide d'un modèle thermomécanique appliqué au traitement de grenaillage conventionnel, Rouquette et al. [Rouquette *et al.* - 2009] ont estimé que la température de surface pouvait localement atteindre des valeurs de ~200 °C. Dans le cadre de cette étude, la température mesurée à 2 mm de la surface, par un thermocouple T, augmente de 15 °C pour une amplitude de 40 µm et 55 °C pour une amplitude de 60 µm pour les traitements réalisés à température ambiante. Le traitement de grenaillage ultrasonique présente donc des conditions favorables pour générer un échauffement de surface. Si l'échauffement dû à la déformation sévère porte la surface à des températures supérieures à M_{d30} (estimée à 21 °C pour l'alliage 304L), la fraction de martensite α' formée se retrouvera diminuée au voisinage de la surface.

Cependant, si l'on se base seulement sur l'échauffement de surface, les fractions de martensite α' obtenues ne peuvent pas être entièrement justifiées. En effet, les fractions de martensite induites à température ambiante se révèlent être plus importantes pour une amplitude de 60

µm que pour celle de 40 µm alors qu'une telle augmentation d'amplitude devrait porter la surface à des températures plus élevées, limitant la transformation de phase. La fraction mesurée par DRX en surface de l'échantillon traité pendant 20 min avec une amplitude de 40 µm s'élève à 36 % et passe à 42 % lorsque l'amplitude est augmentée à 60 µm. Ces valeurs se retrouvent donc être, au final, relativement proches malgré les différences importantes en terme de procédé. Cela peut s'expliquer par le fait que la température des échantillons durant les premières minutes de traitement est environ la même pour les deux conditions d'amplitude, un écart plus important est alors constaté entre les fractions de martensite α' de surface obtenues après 3 min de traitement entre les amplitudes de 40 µm et 60 µm (respectivement à 9 % et 22 %). Pour les traitements plus longs, un équilibre s'effectuera entre échauffement et taux de déformation induit et l'amplitude de 60 µm entrainera un échauffement plus important qui réduira l'efficacité des forts taux de déformation vis-à-vis de la transformation de phase. Des fractions de martensite comparables sont alors obtenues en surface des échantillons après 20 min de traitement. En sous-couche, là où l'échauffement est moindre, la déformation plus importante induite par l'amplitude de 60 µm permet d'obtenir des fractions de martensite α' sensiblement plus élevées.

4.1.6.4 Distributions des contraintes lors du traitement de grenaillage

L'échauffement de surface sous déformation est donc un phénomène pouvant influer les distributions de martensite α' mais ne peut, à nouveau, expliquer entièrement les tendances observées considérant que mêmes les échantillons traités pendant 3 min présentent un maximum de martensite α' en sous-couche. La raison peut être trouvée dans le fait que les contraintes générées lors des impacts ne soient pas maximales en surface mais plus en profondeur.

Le traitement de grenaillage ultrasonique utilise des billes sphériques afin de maximiser les contraintes de compression sous la surface traitée. Les contraintes induites par une interaction bille/plan peuvent être estimées par la théorie de Hertz [Hertz - 1896]. Le modèle décrit par Hertz implique l'interaction de corps purement élastique; ainsi, afin de prendre en compte des critères de plasticité (taille d'indentation plastique par exemple), les équations fournies par Johnson [Johnson - 1985] doivent être utilisées. Pour faciliter le calcul, un

impact ayant une trajectoire perpendiculaire à la surface de traitement a été considéré. Dans un premier temps, les composantes axiale et radiale normalisées peuvent être déterminées par les équations (4.3) et (4.4):

$$\frac{\sigma_r}{p_0} = \frac{\sigma_\theta}{p_0} = -(1+v)\{1 - \frac{z}{d}.\tan^{-1}\left(\frac{d}{z}\right)\} + \frac{1}{2}.(1+\frac{z^2}{d^2})^{-1} \quad (4.3)$$

$$\frac{\sigma_z}{p_0} = -(1+\frac{z^2}{d^2})^{-1} \quad (4.4)$$

avec σ_r et σ_θ les composantes radiales, σ_z la composante axiales, p_0 la pression de contact maximale, ν le coefficient de poisson (0,3), z la profondeur et d le diamètre de l'indentation généré lors de l'impact. Le diamètre de l'indentation d peut être estimé suivant l'Équation (4.5):

$$d = \left(\frac{2.m.V^2.R}{3.\pi.\sigma_e}\right)^{\frac{1}{4}} \quad (4.5)$$

où m et R représentent la masse (33 mg) et le rayon (1 mm) des billes utilisées, V la vitesse incidente de la bille et σ_e la limite élastique du matériau le plus mou, ici l'alliage 304L (350 MPa). Finalement, la contrainte de cisaillement normalisée τ/p_0 peut être exprimée selon l'Équation (4.6).

$$\frac{\tau}{p_0} = \frac{\sigma_z - \sigma_r}{2} \quad (4.6)$$

Considérant les nombreuses interactions au sein de la chambre de traitement influant sur le mouvement des billes, deux vitesses, obtenues par Badreddine et al. [Badreddine *et al.* - 2014] à l'aide d'un modèle numérique pour une amplitude comparable (50 µm), ont été considérées: i) la vitesse normale moyenne de 3,02 m/s et ii) la vitesse normale maximale 9,45 m/s. Les distributions de la contrainte de cisaillement en fonction de la distance à la surface traitée sont présentées sur la Figure 4.15. La particularité de ces gradients est que la

contrainte de cisaillement exercée décrit un maximum en sous couche et non directement en surface. Il est important de préciser que les valeurs de cisaillement sont normées par la pression maximale de contact p_0, ce pourquoi les maximums des efforts de cisaillement soient tous deux égales à -0.31. Les gradients sont caractérisés par une valeur non nulle en surface suivi d'un maximum localisé entre 50 et 100 µm puis d'une diminution graduelle vers zéro. Les valeurs de contrainte sont identiques en surface mais le gradient s'étale en profondeur avec une vitesse d'impact plus importante. De plus, la profondeur à laquelle le maximum est localisé dépend aussi de la vitesse d'impact considérée. Une vitesse de 3,02 m/s induira un maximum à une profondeur de 50 µm et celle de 9,45 m/s à doublera celle-ci (100 µm). Ainsi, plus la vitesse des billes est importante, plus le maximum sera localisé en profondeur.

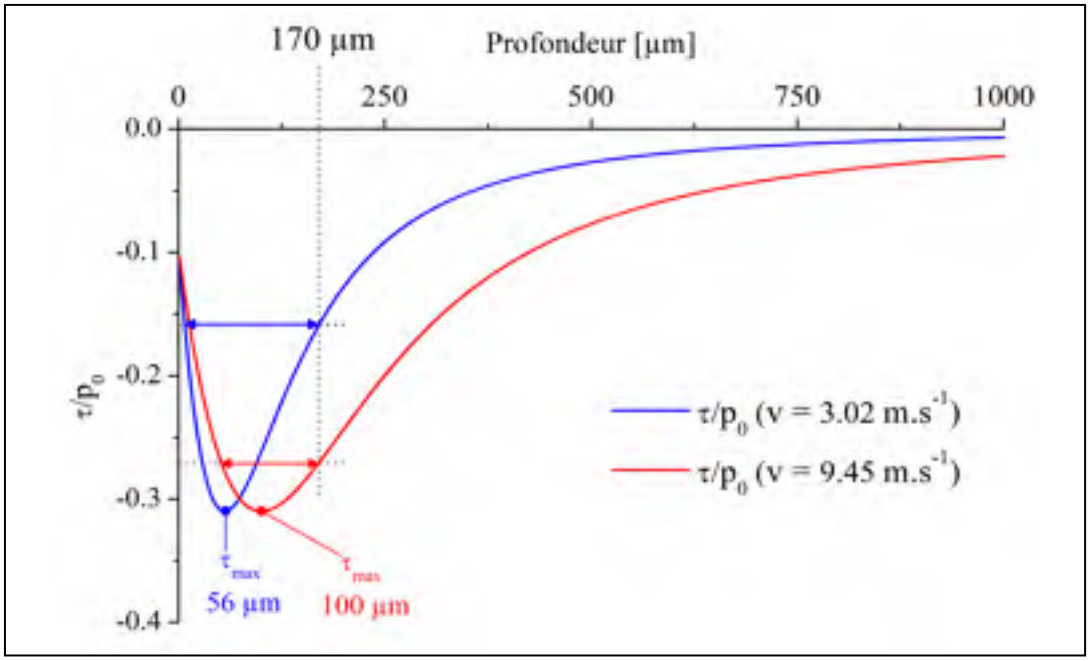


Figure 4.15 Distributions de la contrainte de cisaillement lors d'un contact sphère/plan. Les valeurs de vitesses utilisées sont tirées de [Badreddine *et al.* - 2014] et les flèches horizontales représentent les épaisseurs entièrement transformées en martensite α' pour un critère de profondeur de 170 µm

Les maxima calculés sont comparables à la profondeur à laquelle le maximum de martensite α' est aussi localisé d'après les quantifications faites par DRX (Figure 3.9) et EBSD (Figure

4.10). De plus, si un critère de profondeur de 170 µm est sélectionné, correspondant à la couche entièrement martensitique mesurée par DRX (Figure 3.9b) et estimée par EBSD (Figure 4.10), une couche complètement transformée sera respectivement présente de 7 µm à 170 µm et de 50 µm à 170 µm pour une vitesse d'impact moyenne de 3,02 $m.s^{-1}$ et pour une vitesse normale maximale de 9,45 $m.s^{-1}$ (sans considéré l'effort d'impact car les valeurs sont normées). Il est alors intéressant de noter que la vitesse moyenne décrit assez fidèlement les gradients de martensite analysés tandis que la vitesse normale maximale génèrerait une couche martensitique à partir de 50 µm de profondeur ce qui ne rejoint pas les observations réalisées. Le fait que de l'austénite résiduelle soit théoriquement présente sur les 7 premiers microns corrobore la légère baisse de martensite mesurée en surface par DRX (Figure 3.9b) et la présence d'austénite non transformée observée à fort grandissement par cartographie d'orientation (Figure 4.12b). La transformation de phase martensitique étant provoquée par un effort de cisaillement, il est donc justifié d'associer les distributions de contrainte de cisaillement aux gradients de martensite α' présentés précédemment. Si la température et les efforts de déformation utilisés sont favorables, un plateau entièrement martensite α' pourra alors être créé (comme il peut l'être observé sur les échantillons 60µm 20min traités à des températures de -80 °C et -130 °C).

4.1.6.5 Effet de la température de traitement sur les contraintes résiduelles

Le pic de compression des contraintes résiduelles est localisé en sous-couche ce qui est caractéristique du traitement de grenaillage [Kobayashi, Matsui et Murakami - 1998]. Dans le cas des paramètres choisis, ce pic se trouve au alentour de 50 µm de profondeur, valeur comparable à celles calculées théoriquement par le modèle de Johnson (Équation 4.5).

La martensite, formée au voisinage de la surface, permet l'obtention de contrainte résiduelle de compression plus importante que l'austénite, comme il peut être constaté sur les Figure 4.13a et Figure 4.14a, de part sa limite élastique plus élevée. Cependant, bien que ce résultat ne soit pas entièrement compris, une hypothèse peut tout de même être formulée pour le cas de l'échantillon 60 µm 20 min -80 °C présentant des valeurs de contraintes résiduelles plus faibles qu'à température ambiante. Comme il a été montré au chapitre précédent, la nature des variants générés lors de la transformation de phase martensitique dépend de la température de

traitement. Ainsi, si la déformation est appliquée à température ambiante, les variants générés seront préférentiellement orientés selon la direction principale de la charge, permettant d'écrouir fortement ces derniers. Comparativement, si la température de déformation est diminuée, la force motrice chimique de transformation sera augmentée permettant la formation de variants n'étant pas forcement orientés préférentiellement vis-à-vis de la charge. Ces derniers seront donc plus difficiles à déformer, limitant les valeurs de contraintes résiduelles atteintes.

Un autre phénomène intéressant réside dans le fait que les valeurs de contraintes résiduelles observées en sous-couche ont tendances à être inférieures à celles induites par un traitement à température ambiante (flèches Figure 4.13 et Figure 4.14), effet particulièrement marqué pour l'échantillon 60 µm 20 min -80 °C. Considérant que la mesure des contraintes résiduelles se base sur la variation du paramètre interréticulaire comme jauge de déformation, le mécanisme pouvant expliquer cela est la redistribution des déformations locales lors des séquences de transformation $\gamma \rightarrow \varepsilon$ ou $\varepsilon \rightarrow \alpha'$ à température cryogénique. Comme l'ont montré Li et al. [Li *et al.* - 2014] par des mesures de contraintes résiduelles sous traction in-situ, deux variations du paramètre de maille de l'austénite interviennent lors du chargement en traction réalisée sous condition cryogénique. En effet, sous l'effet d'un chargement en traction, le paramètre de maille de l'austénite augmente et, pour chaque étape de transformation, ce dernier diminue afin d'accommoder localement les contraintes de transformation. Ainsi, une fois la martensite formée en profondeur, la contrainte appliquée par le traitement ne permettra pas de déformer plastiquement la martensite et seule la relaxation élastique influera sur les contraintes résiduelles mesurées, diminuant ainsi les valeurs obtenues.

4.1.6.6 Influence de martensite α' sur la surface grenaillée

Afin de connaître l'influence de la martensite sur les modifications d'extrême surface, notamment d'un point de vue de la dureté et de la rugosité, ces paramètres ont été comparés aux fractions de martensite obtenues par DRX.

La Figure 4.16 présente l'évolution des duretés de surface, obtenues par indentations directes de la surface, en fonction des fractions superficielles de martensite α' mesurées par DRX.

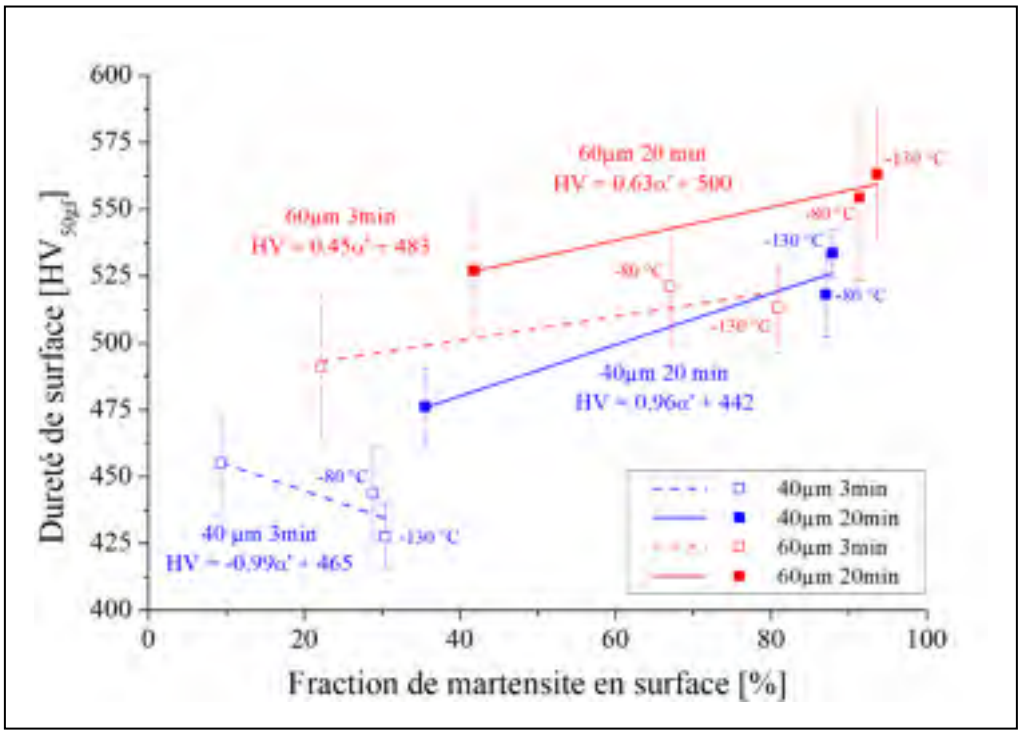


Figure 4.16 Évolutions des duretés de surface en fonction des fractions de martensite α' mesurées par DRX L'erreur de mesure DRX est estimée à ±2 %.

Globalement, il ressort qu'une fraction plus importante de martensite et/ou un traitement plus énergétique entraîne une augmentation de la dureté superficielle. Les marqueurs correspondant aux conditions cryogéniques sont clairement séparés des conditions ambiantes reflétant les fractions de martensite α' plus élevées formées aux basses températures. De plus, les marqueurs des conditions -80 °C et -130 °C sont très proches, excepté peut-être pour la condition 60 µm 3 min. Les marqueurs des traitements réalisés durant 3 min sous une température de -80 °C présentent une dureté plus élevée que ceux grenaillés à -130 °C. Seul l'échantillon 40 µm 3 min présente une baisse de dureté sous conditions cryogéniques par rapport à celle obtenue à température ambiante. Ces observations impliquent, d'une part, que la transformation de phase ne peut expliquer entièrement les évolutions de dureté présentées et, d'autre part, que le taux de déformation induit, dépendant principalement de la durée et de l'amplitude de traitement, est à considéré pour expliquer ces variations.

Les échantillons 40µm 3min sont les seuls à présenter une diminution de la dureté malgré une augmentation de la fraction de martensite de surface. Cette observation peut être

expliquée par les propriétés mécaniques de la martensite formée au sein de l'austénite. Cette dernière possède une dureté plus importante que l'austénite mère impliquant que le taux de déformation induit sera plus faible que celui de l'austénite pour une énergie de traitement équivalente. Ainsi, la quantité plus importante de martensite formée sous condition cryogénique rendra plus difficile la déformation de la surface. L'utilisation d'une amplitude de 60 µm permet de pallier ce problème en offrant des efforts de déformation suffisants pour déformer la martensite, même après 3 min. La dureté plus importante obtenue après 3 min de traitement à -80 °C appuie cette idée, considérant que la fraction de martensite est plus importante après déformation à -130 °C, la dureté obtenue se retrouve légèrement inférieure.

Après un traitement de 20 min, les fractions de martensite de surfaces et les duretés augmentent conjointement pour les deux amplitudes. La pente obtenue pour l'amplitude de 40 µm est supérieure à celle observée pour l'amplitude de 60 µm, avec respectivement des valeurs de 0,96 et 0,63. Les quantités de martensite mesurée pour les différentes conditions de température sont relativement proches. Cependant, la déformation induite pour une amplitude de 60 µm permet d'atteindre des valeurs de dureté plus importante. La phase martensite est généralement reportée comme une phase à caractère fragile, difficile à déformer. C'est le cas des aciers ayant un taux de carbone élevé qui possèdent alors une martensite sursaturée en élément d'addition, la rendant difficile à déformer. Dans le cas de la nuance 304L étudiée ici, le taux de carbone, représentant une fraction massique inférieure à 0,02 %, n'est pas suffisant pour conférer à la martensite un caractère fragile aussi prononcé. Cette dernière se retrouve alors plus apte à l'écrouissage et nécessite d'être déformée pour augmenter sa dureté.

Un des paramètres définissant les aspects de surface est la rugosité. Aux vues des évolutions de dureté, on peut s'attendre à ce que la martensite influence aussi la rugosité des surfaces traitées. La Figure 4.17 compare la quantité de martensite mesurée en surface à la rugosité.

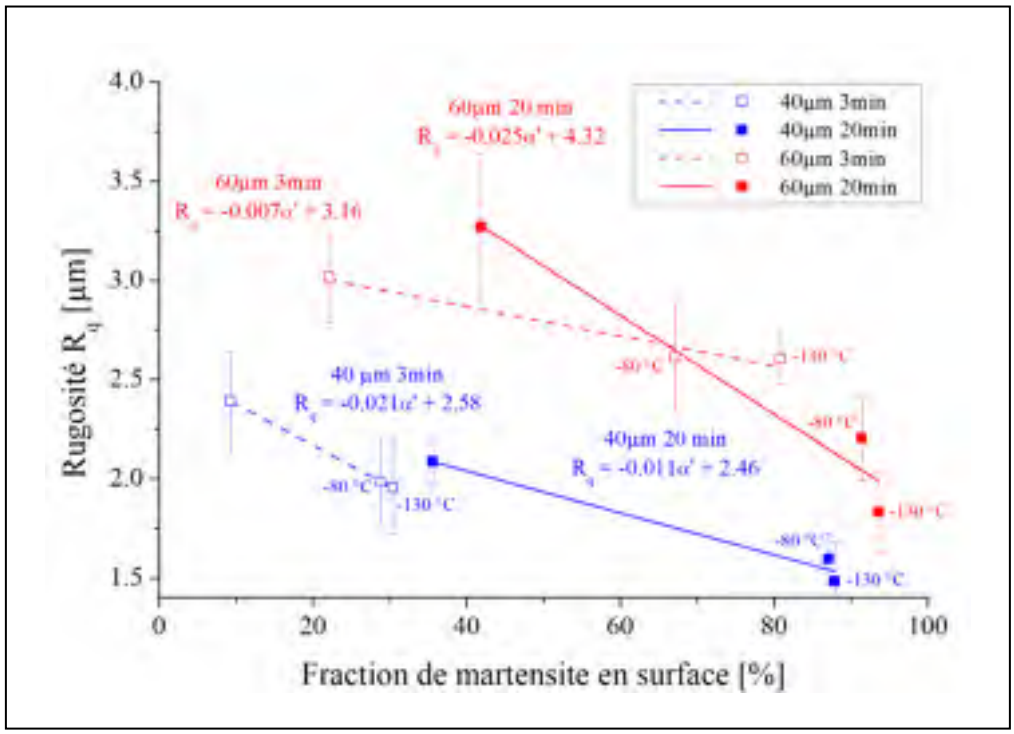


Figure 4.17 Évolutions des rugosités de surface R_q en fonction de la fraction de martensite mesurée par DRX en surface.L'erreur de mesure DRX est estimée à ±2%

Comme il a été observé en Figure 4.4, une baisse de rugosité (R_q) intervient pour toutes les conditions cryogéniques comparées aux conditions ambiantes associées. En comparant les rugosités à la fraction de martensite il devient clair que la martensite joue un rôle prépondérant dans la baisse de rugosité. En effet, plus la fraction de martensite est importante, plus la rugosité de surface est faible. Ainsi, la formation d'une fraction de martensite plus importante en extrême surface des échantillons traités à température ambiante permet d'augmenter la dureté superficielle et ainsi de baisser la rugosité de surface.

4.2 Influence de la stabilité austénitique sur les microstructures de déformations

Cette partie propose d'approfondir les observations microstructurales présentées précédemment changeant la stabilité de l'alliage considéré. Pour ce faire, l'alliage 316L a été sélectionné car il présente une plus grande stabilité vis-à-vis de la transformation de phase martensitique. Le Tableau 4.1 donne les compositions chimiques des alliages 316L et 304L

ainsi que leurs températures caractéristiques M_s et M_{d30}. Pour rappel, les températures Ms et Md30 sont calculées respectivement selon les formules de Pickering [Pickering - 1978] et Angel [Angel - 1954]. Les mêmes paramètres que l'étude précédente ont été utilisés à la différence près que le temps de traitement a été fixé à 20 min.

Tableau 4.1 Compositions et températures caractéristiques des alliages 316L et 304L

	Éléments [$\%_{mass.}$]									Température [°C]	
	C	**Cr**	**Ni**	**Mo**	**Mn**	**Si**	**N**	**P**	**Fe**	**Ms**	**Md30**
316L	0.02	16.6	10.0	2.1	1.3	0.4	0.05	0.03	Balance	-183	8
304L	0.03	18.1	8.0	-	1.5	0.4	0.07	0.03	Balance	-127	21

Comme dans la partie précédente, des analyses de dureté, de distributions de phases et de contraintes résiduelles seront présentées afin d'alimenter la discussion qui clôturera cette section.

4.2.1 Influence de la stabilité austénitique sur la transformation martensitique

4.2.1.1 Fraction de martensites mesurées en surface

Afin d'estimer les distributions de martensite α' en profondeur selon la méthode présentée dans la partie consacrée à l'alliage 304L, une quantification des phases présentes en surface est nécessaire. Les fractions de phases mesurées à cet effet par DRX sont présentées en Figure 4.18 et comparées à celles de l'alliage 304L.

La plus haute stabilité de l'alliage 316L est clairement retranscrite dans les résultats obtenus et cet alliage présente donc des fractions superficielles de martensite moins importantes que l'alliage 304L pour tous les cas d'étude. Comme pour l'alliage 304L, la martensite ε n'a été détectée qu'en surface des conditions cryogéniques déformées sous une amplitude de 40 µm. Sous une amplitude de 60 µm et aux basses températures, les différences entres les deux alliages sont faibles.

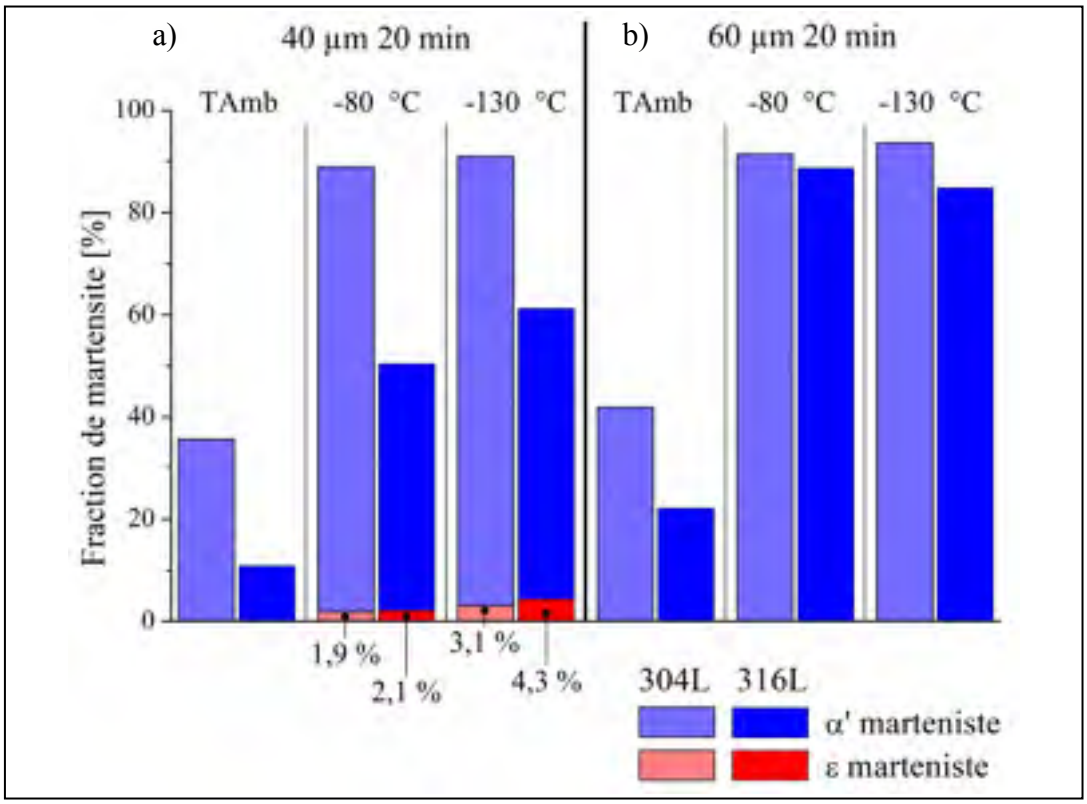


Figure 4.18 Fractions de martensites en surface obtenues par DRX pour les alliages 304L et 316L a) pour amplitude de 40 µm et b) pour une amplitude de 60 µm. L'erreur globale estimée pour ces mesures est de ± 2 %

4.2.1.2 Distributions de martensite α' mesurées en sous-couche

Suite à ces analyses de surface, les distributions de martensite α' ont été estimées le long des profondeurs affectées par la technique basée sur les cartographies d'orientation présentée en première partie de ce chapitre. Les gradients obtenus sont présentés en Figure 4.19 et comparés à ceux mesurés pour l'alliage 304L.

Le traitement réalisé à température ambiante sous une amplitude de 40 µm ne présente qu'une très légère fraction de martensite en surface. Comme il a été observé sur l'alliage 304L, la plupart des distributions présentent un maximum en sous-couche et non directement en surface. Les deux échantillons traités avec une amplitude de 60 µm sous conditions cryogéniques présentent, quant à eux, une couche entièrement martensite sur la première centaine de micromètre.

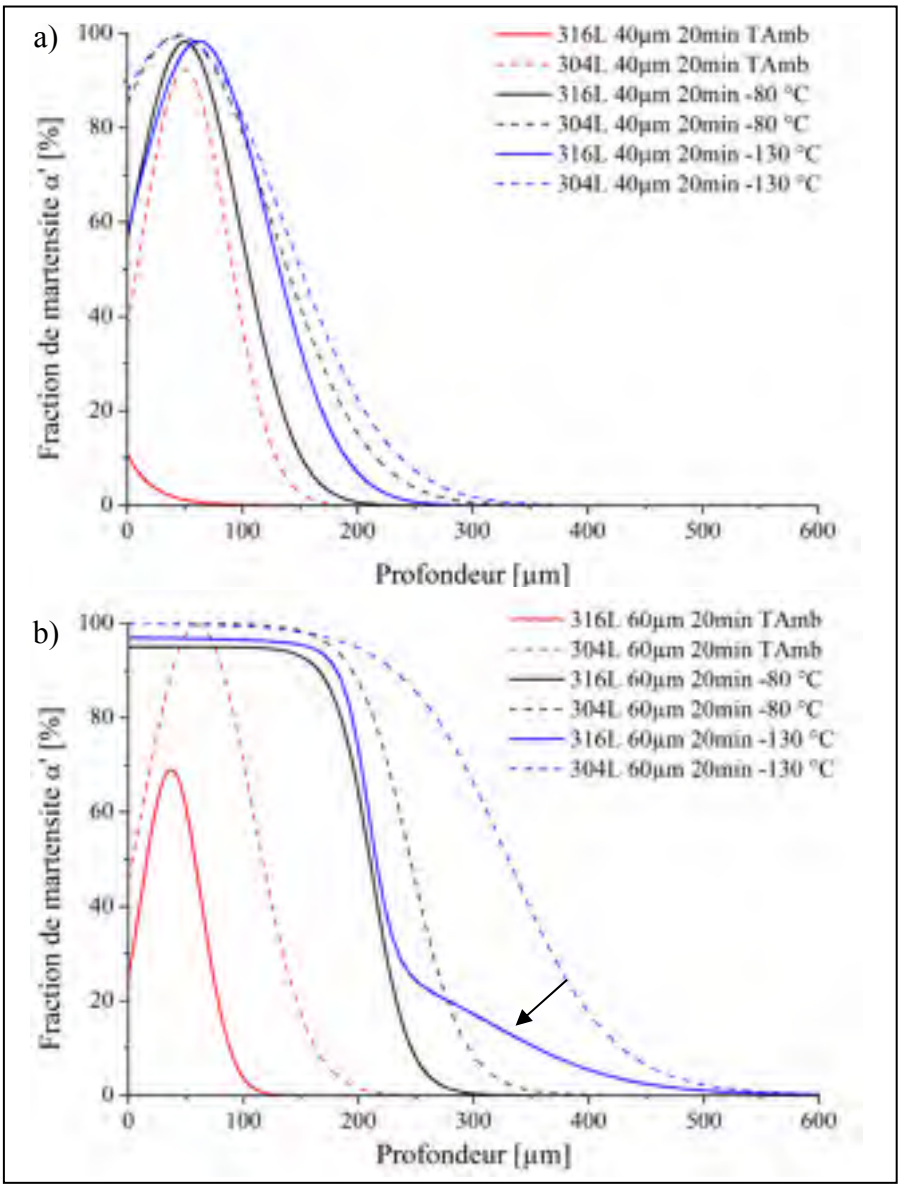


Figure 4.19 Distributions de martensite α' de sous-couche pour une durée de traitement de 20 min et a) une amplitude de 40 µm et b) une amplitude de 60 µm.Les distributions de l'alliage 316L sont représentées pas des droites pleines et celles de l'alliage 304L par des droites pointillés. La flèche indique la présence additionnelle de martensite au sein de l'alliage 316L sous une température de -130 °C

Pour toutes les conditions de traitement, l'alliage 316L présente une fraction martensitique de surface et de sous-couche plus faible que l'alliage 304L. A température ambiante, l'alliage 316L présente des fractions de martensite α' relativement faible par rapport à l'alliage 304L,

notamment pour une amplitude de 40 µm. Sous conditions cryogéniques, les fractions mesurées sur l'alliage 316L, bien qu'inférieures à celles de l'alliage 304L en surface, deviennent comparables en sous-couche. La distribution de sous-couches obtenue avec l'amplitude de 40 µm sur l'alliage 316L se rapproche de l'alliage au 304L à -80 °C et devient même comparable sous une température de -130 °C. Pour l'amplitude de 60 µm, les quantités obtenues sous -80 °C sont proches et comparables pour les deux alliages montrant que les matériaux se comportent de manière équivalente. La distribution de l'alliage 304L obtenue à -130 °C est elle, bien plus importante que celle de l'alliage 316L en sous-couche, indiquant un nouveau mécanisme a eu lieu.

4.2.2 Effet de la transformation de phase sur le durcissement de l'alliage 316L

Les profils de dureté présentés en Figure 4.20 ont été réalisés sur les sections transverses des échantillons de l'alliage 316L traités pendant 20 min. Les tendances globales décrivent un maximum en surface puis décroissent progressivement pour atteindre la dureté initiale en sous-couche. L'épaisseur des couches durcies par le traitement sont comparables avec celles mesurées pour l'alliage 304L (Figure 4.6b et d). Lorsque les échantillons sont traités à température ambiante, augmenter l'amplitude de traitement de 40 µm à 60 µm permet d'atteindre des duretés plus élevées en surface et en sous-couche.

En baissant la température de traitement dans le domaine cryogénique, une augmentation notable de la dureté peut être observée par rapport aux conditions ambiantes correspondantes. Sous une amplitude de 40µm, les surfaces sont considérablement durcies passant de 420 HV à température ambiante à 490 HV pour les deux conditions cryogéniques. Cette différence se retrouve moins prononcée sous amplitude de 60 µm passant de 460 HV à 490 HV.

L'effet de la température de traitement se répercute aussi en sous-couche. Les gradients observés après traitements à -80 °C sont toujours inférieurs que ceux mesurés pour un traitement à -130 °C. Les couches obtenues à -80 °C présentent un durcissement supérieur au voisinage de la surface (jusque 200-250 µm) par rapport aux conditions ambiantes, cependant, les duretés deviennent inférieures au-delà. Ceci montre que dans ces conditions, la température cryogénique a limitée l'écrouissage de l'austénite, étant donné qu'il n'y a pas de martensite α' à ces profondeurs (Figure 4.19). Concernant les traitements réalisés à -130

°C, ils présentent globalement des duretés supérieures à celles obtenues à température ambiante sur toute l'épaisseur affectée pour l'amplitude de 40 µm et une légère baisse est à noter entre 350 µm et 500 µm de profondeur pour l'amplitude de 60 µm.

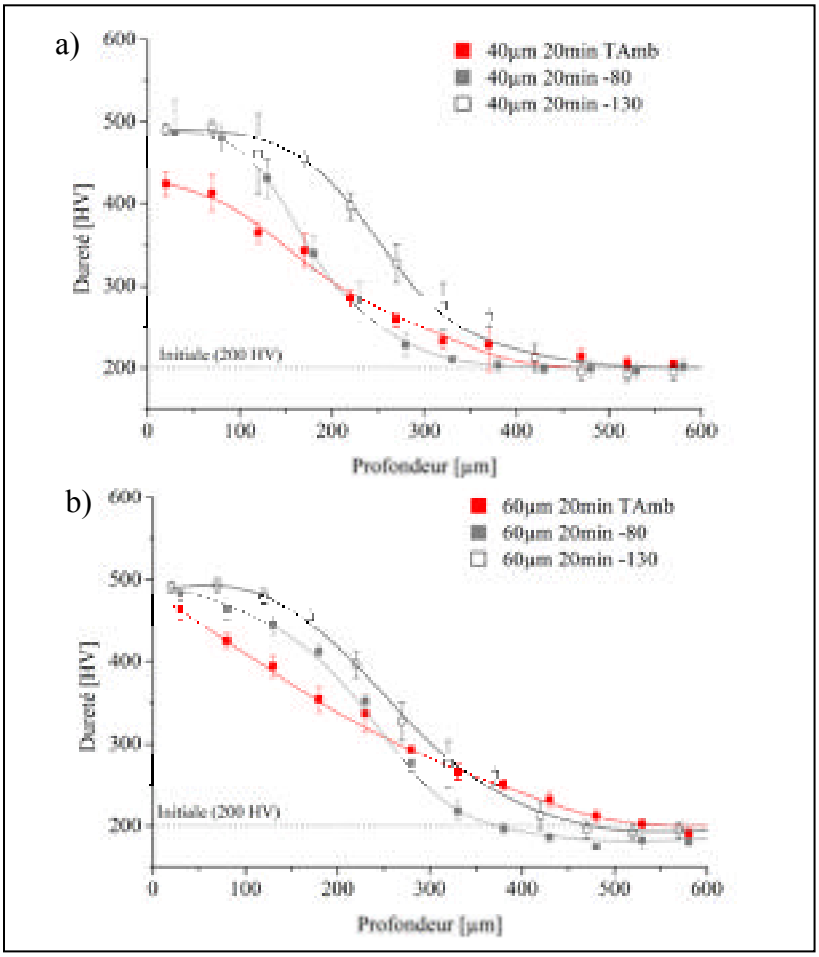


Figure 4.20 Filiations de dureté réalisées en sous-couche de l'alliage 316L pour a) une amplitude de 40 µm et b) une amplitude de 60 µm

4.2.3 Impact de la température de traitement sur les contraintes résiduelles

Les gradients des contraintes résiduelles ont été mesurés pour les différentes conditions de traitement et sont présentés en Figure 4.21. Globalement, comme pour l'alliage 304L, les distributions observées possèdent un maximum de compression en sous-couche puis remontent progressivement pour atteindre la zone de traction.

Pour une amplitude de 40 µm à température ambiante, la faible quantité de martensite α' mesurée par EBSD n'a pas pu être détectée lors de cette mesure. De ce fait, le gradient des contraintes résiduelles observé, mesuré exclusivement au sein de l'austénite, présente des valeurs nettement inférieures aux gradients obtenus sous conditions cryogéniques. De manière intéressante, les contraintes obtenues à -80 °C sont plus importantes que celles mesurées après un traitement réalisé à -130 °C.

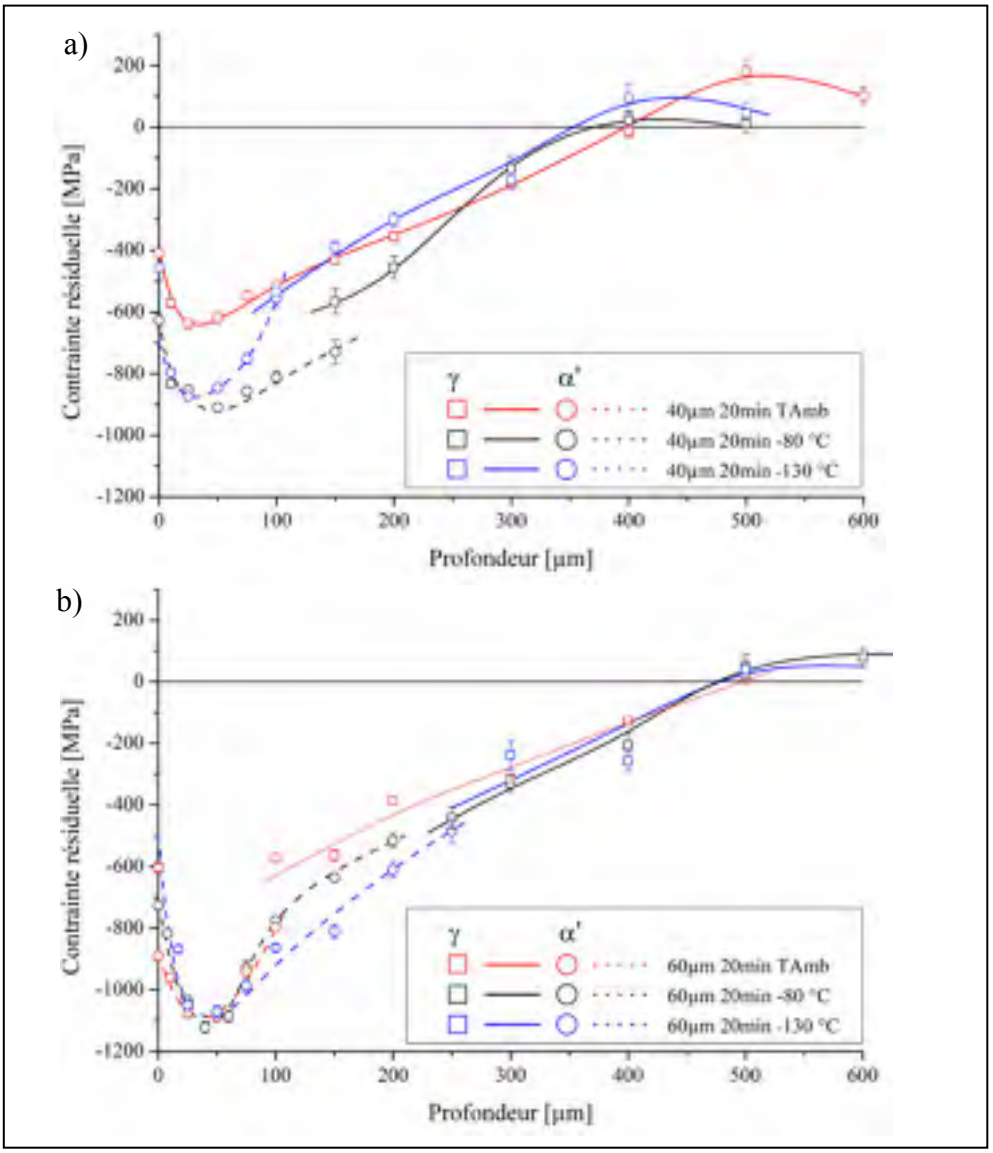


Figure 4.21 Profils des contraintes résiduelles obtenus sur l'alliage 316L pour les trois températures (TAmb, -80 et -130 °C) sous une amplitude de a) 40 µm et b) 60 µm

Concernant l'amplitude de 60 µm, la valeur du pic de compression est identique pour toutes les conditions de températures (-1100 MPa) et est supérieure à celle mesurée pour une amplitude plus faible de 40 µm (-900 MPa). Comparé à l'alliage 304L ayant présenté une valeur de contrainte résiduelle de compression maximale de -900 MPa comparable à celle obtenue avec une amplitude de 40 µm au sein de l'alliage 316L, l'utilisation d'une amplitude de 60 µm permet d'atteindre des pics de compression plus élevés dans l'alliage 316L. La martensite étant formée sur une plus grande épaisseur sous température cryogénique, les fortes contraintes de compression obtenues avec la martensite α' sont prolongées sur une plus grande profondeur. Contrairement à l'amplitude plus faible de 40 µm, les valeurs obtenues à -130 °C sont plus importantes que celles générées à -80 °C.

4.2.4 Discussion sur l'influence de la stabilité austénitique sur le durcissement

Les distributions de martensite α' mesurées pour l'alliage 316L présentent des fractions plus faibles que celles de l'alliage 304L, constat directement relié aux stabilités des deux matériaux. Néanmoins, tout comme pour l'alliage 304L, les quantités de martensite produites dans l'alliage 316L sous conditions cryogéniques sont toujours supérieures à celles obtenues à température ambiante. Une différence majeure est cependant à faire entre les deux alliages. Malgré le fait que les distributions de martensite α' mesurées en profondeur de l'alliage 316L sont proches à -80 °C et -130 °C (Figure 4.19), une différence de dureté importante est observable entre les deux conditions cryogéniques, ce qui contraste avec l'alliage 304L pour lequel les gradients de dureté et de fraction de martensite étaient clairement corrélés.

A -130 °C, une augmentation globale de la dureté est observable sur toute l'épaisseur affectée, par rapport à la condition ambiante. A -80 °C, l'amélioration de la dureté n'est observable qu'au voisinage de la surface et une baisse notable de la dureté est observable à partir d'une profondeur de 200-250 µm comparée aux couches écrouies à température ambiante. L'épaisseur à laquelle cette transition intervient est comparable à celle où la martensite α' n'est plus détectable. L'amélioration observée sous -130 °C est probablement due, à l'instar de l'alliage 304L, à la formation de martensite assistée par la contrainte (flèche Figure 4.19b) par rapport à une température de traitement de -80 °C. Cependant, les fractions produites étant bien plus faibles que celle obtenues pour l'alliage 304L, la présence de

martensite en profondeur permet de limiter la baisse de dureté de sous-couche observée à -80 °C mais pas d'accroitre le taux de durcissement comme ce fut le cas pour l'alliage 304L (Figure 4.6b et d).

Comme il a été mentionné dans la section précédente, l'utilisation de température cryogénique est systématiquement associée avec une légère réduction de l'épaisseur de la couche affectée. Ce phénomène est particulièrement visible sur les filiations de dureté obtenues sur l'alliage 316L traité avec une amplitude de 60 µm durant 20 min (Figure 4.20b). Une compétition entre deux mécanismes peut expliquer ce phénomène. D'une part, la baisse de température entraîne une augmentation des propriétés mécaniques du matériau, comme ce fut le cas pour l'alliage 310S (Chapitre III), rendant l'austénite plus difficile à déformer et donc entrainant une baisse de l'écrouissage (de la dureté). D'autre part, la formation de martensite dépend de la température et de la contrainte vue par le matériau à cette profondeur. La formation de martensite assistée par la contrainte est possible en profondeur seulement si la température est suffisamment basse. Une température de -80° C ne permet pas de former de la martensite assistée en profondeur de l'alliage 316L, baissant notablement la dureté en profondeur. Une baisse additionnelle de la température de traitement jusqu'à -130 °C permet la transformation de phase assistée par la contrainte en sous-couche et limite ainsi la baisse de dureté par rapport au traitement réalisé à température ambiante (Figure 4.19b).

Autre fait intéressant, les valeurs maximales de contraintes résiduelles obtenues sont nettement supérieures à celles mesurées sur l'alliage 304L. Une explication à ce comportement reposerait aussi sur la nature des variants de martensite créés lors de la transformation. Étant donné que les températures M_{d30} et M_S de l'alliage 316L sont nettement plus basses que celles de l'alliage 304L, il est envisageable que la nature des variants soit d'autant plus orientée préférablement pour être déformés, permettant d'atteindre des valeurs de contraintes résiduelles supérieures en augmentant la déformation locale possible. Ainsi, il est possible que la plage de température sélectionnée pour ces traitements soit plus adaptée à la déformation de l'alliage 316L permettant d'atteindre des contraintes résiduelles de compression plus importantes que pour l'alliage 304L.

Ainsi, si un maximum de compression est recherché, l'alliage 316L sera plus adapté à la gamme de température sélectionnée et si un durcissement en profondeur est visé, l'alliage 304L sera utilisé.

4.3 Conclusion partielle

Au cours de ce chapitre, l'influence des paramètres de traitement a été analysée par l'utilisation de différents couples de paramètres – amplitude, durée, température.

Concernant la première partie consacrée à l'alliage 304L, nous avons montré que les paramètres de traitement avaient une influence sur le fini de surface, notamment la température. Une baisse notable de la rugosité de surface a été constatée à chaque fois qu'une température cryogénique a été utilisée. Afin de réduire le plus possible la rugosité de surface, un traitement long couplé à des températures de traitement basses devra être privilégié. Les paramètres de traitement ont aussi une influence sur la dureté atteinte et l'épaisseur de la couche affectée. En effet, en augmentant la durée de traitement et/ou l'amplitude de vibration, un durcissement plus important peut être atteint grâce à un écrouissage important de l'austénite et une transformation de phase martensitique. Ainsi, augmenter l'amplitude de traitement reste le paramètre ayant le plus d'impact sur l'épaisseur de la couche affectée en permettant un écrouissage plus en profondeur. Concernant la température de traitement, il a été mis en avant que l'utilisation de température cryogénique avait principalement un effet en surface des échantillons traités durant 3 min augmentant nettement la dureté superficielle par rapport aux traitements à température ambiante. Lorsque le temps de traitement est prolongé à 20 min, la baisse de température permet d'augmenter la dureté de sous-couche. Cependant, une légère baisse de l'épaisseur de la couche affectée a systématiquement été observée suite à l'utilisation des basses températures par rapport à celle obtenue à température ambiante. La plupart des cas d'étude ont montré que la fraction maximale de martensite α' était située en sous-couche et non directement sous la surface déformée. Ce phénomène a été attribué d'une part à l'échauffement de surface due aux déformations plastiques sévères appliquées lors du traitement mais aussi à la distribution des efforts de cisaillement lors d'une interaction bille/plan.

La deuxième partie consacrée à la comparaison entre les alliages 304L et 316L a montré que le durcissement de la matrice austénitique joue un rôle important en plus de la stabilité de la matrice mère, contrôlée ici par la chimie de l'alliage et la température de traitement. Ainsi, l'utilisation de températures cryogéniques est systématiquement associée à une légère baisse de l'épaisseur durcie. Ce phénomène intervient lorsque le couple température – taux de

déformation appliqué au matériau n'est pas suffisant pour déclencher la transformation de phase martensitique assistée par la contrainte en profondeur. Ainsi, l'augmentation des propriétés mécaniques de l'austénite sous condition cryogénique induis une baisse de la dureté de sous-couche par rapport aux valeurs obtenues à température ambiante. De la même manière, la distribution des contraintes résiduelles est aussi affectée par la chimie des alliages et la température de déformation. La baisse des contraintes résiduelles constatée au sein de l'alliage 304L traité avec une amplitude de 60 µm à -80 °C impliquent que, dans ces conditions, la transformation de phase martensitique limite les valeurs de contraintes résiduelles atteignables. A l'inverse, les échantillons de 316L montrent des valeurs de contraintes résiduelles comparables pour les différentes températures avec des valeurs nettement supérieures à celles de l'alliage 304L indiquant que dans cette gamme d'EFE, les mécanismes sont les mêmes. L'alliage 316L étant plus stable que l'alliage 304L, les variants formés au sein de ce matériau seront préférentiellement orientés vis-à-vis de la charge et seront donc facilement déformable une fois générés. L'alliage 304L, moins stable que l'alliage 316L, produira différents variants n'étant pas systématiquement orientés préférentiellement par rapport à la charge. Les variants produits dans l'alliage 304L étant plus difficiles à déformer à cause de leurs orientations, le taux de déformation induit sera plus faible et une baisse des valeurs des contraintes résiduelles se produira.

Il ressort de ce chapitre que, si un traitement cryogénique est visé sur un acier inoxydable austénitique, le taux de déformation et/ou la gamme de température devront être adaptés pour optimiser l'épaisseur de la couche durcie et le profil des contraintes résiduelles. Une amélioration des propriétés mécaniques étant la plupart du temps associée à une haute dureté, des couches durcies épaisses et des contraintes résiduelles de compression importantes seront visées en privilégiant un traitement de grenaillage ultrasonique utilisant une amplitude importante et un température de traitement adaptée. Il est donc primordial de sélectionner judicieusement la température de traitement en fonction de la stabilité de l'alliage considéré afin de maximiser la fraction de martensite α' tout en minimisant l'influence des températures cryogéniques sur l'épaisseur de la couche durcie et les gradients de contraintes résiduelles.

CHAPITRE 5

CARACTERISATION DES PROPRIETES MECANIQUES INDUITES PAR UN TRAITEMENT DE GRENAILLAGE ULTRASONIQUE

Ce chapitre a pour objectif de faire le lien entre les observations structurales réalisées aux chapitres précédents sur des échantillons plats et les comportements mécaniques qui en découlent. Des éprouvettes cylindriques ont donc été produites et traitées par grenaillage ultrasonique sous deux conditions de température afin de caractériser les modifications de propriétés mécaniques induites par le traitement de grenaillage ultrasonique. De plus, deux catégories de matières seront étudiées, à savoir des aciers ayant subi un recuit complet afin d'obtenir une microstructure recristallisée ainsi que des nuances écrouies, brutes de tréfilage.
Une première partie sera consacrée à des observations microstructurales afin de connaître l'état de déformation des éprouvettes traitées par le traitement de grenaillage ultrasonique avant sollicitations mécaniques. Elle permettra également d'obtenir un point de comparaison entre les structures générées sur les éprouvettes cylindriques et celles générées dans les échantillons plats présentés dans les chapitres précédents.
La deuxième partie portera sur l'effet des gradients de propriétés induits par les traitements de surface. Des essais de traction sous charge monotone et sous sollicitations cycliques par fatigue en flexion rotative seront effectués sur les matériaux bruts et traités. Une dernière section sera ensuite consacrée à des observations post-ruptures afin de déterminer les mécanismes d'endommagement selon le traitement appliqué aux éprouvettes.

5.1 Caractérisations des éprouvettes produites

5.1.1 Élaborations des éprouvettes et paramètres de traitement

Seuls les alliages 304L et 316L ont été étudiés dans ce chapitre. La matière utilisée pour fabriquer les éprouvettes a été extraite de barres cylindriques de diamètre 10 mm et débitée en section de 110 mm de longueur. Bien que la géométrie des éprouvettes réalisées soit destinée aux essais de fatigue, les mêmes dimensions et géométrie d'éprouvette ont été

utilisées pour réaliser les essais de traction. Le plan de détail coté des éprouvettes de fatigue est disponible au CHAPITRE 2 Figure 2.10. Deux catégories de matières ont été employées pour réaliser les éprouvettes cylindriques: i) des éprouvettes ayant subi un traitement thermique de relaxation et ii) des éprouvettes écrouies, brutes de tréfilage, afin de documenter l'effet des propriétés du matériau de base sur les performances en fatigue. Les deux catégories de matières seront par la suite désignées par un "R" pour les éprouvettes recristallisées et par un "E" pour les éprouvettes écrouies.

Avant la mise en forme par usinage, les éprouvettes recristallisées ont subit un recuit complet visant à relaxer l'écrouissage dû au tréfilage. Une température de 950 °C et une durée de 30 min ont été utilisées pour les deux alliages afin d'obtenir une structure entièrement austénitique recristallisée et homogène, changeant ainsi la taille des microstructures et la dureté des échantillons. Les éprouvettes écrouies, quant à elles, ont été produites directement à partir de matières brutes de tréfilage. Le traitement de surface a été réalisé suite à la mise en forme par usinage. La Figure 5.1 récapitule les étapes d'élaboration des éprouvettes de caractérisation mécanique. Les traitements réalisés à température ambiante pour l'alliage 304L donneront respectivement les désignations 304L-R TAmb et 304L-E TAmb pour les éprouvettes recristallisées et écrouies.

Concernant les paramètres de traitement, seule la température a été sélectionnée comme variable d'étude. Les éprouvettes ont donc été grenaillées avec une amplitude de 60 µm, pendant 20 min, à température ambiante (TAmb) et à -100 °C. Il est à noter ici que, en raison de restrictions géométriques, la distance de traitement est de 30 mm, a comparer aux 20 mm utilisés pour les études présentées aux chapitres précédents.

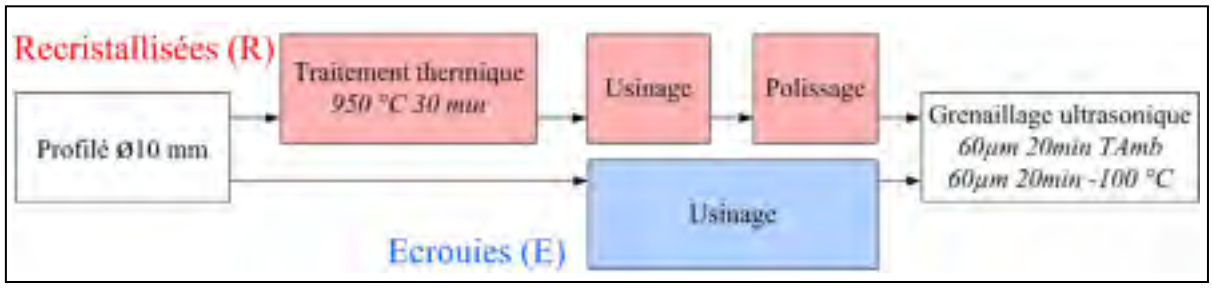


Figure 5.1 Étapes d'élaboration des éprouvettes recristallisées

5.1.2 Microstructures de déformation observées en section transverse

Des analyses EBSD ont été réalisées sur les sections transverses afin de caractériser les microstructures de déformation induites en sous-couche des échantillons traités. La Figure 5.2 présente les acquisitions EBSD des différentes conditions de grenaillage; l'austénite y est représentée en contraste de bande et la martensite α' en bleu.

Des différences de microstructure peuvent être observées entre les états recristallisé et écroui de l'alliage 304L. La microstructure écrouie, brute de tréfilage de l'alliage 304L possède des grains ayant une taille de l'ordre de 10 ± 3 µm. Après traitement thermique, la taille de grain augmente et passe à 40 ± 12 µm. Peu de différences sont observées au sein de l'alliage 316L ayant une taille de grain de 70 ± 15 µm pour les deux conditions.

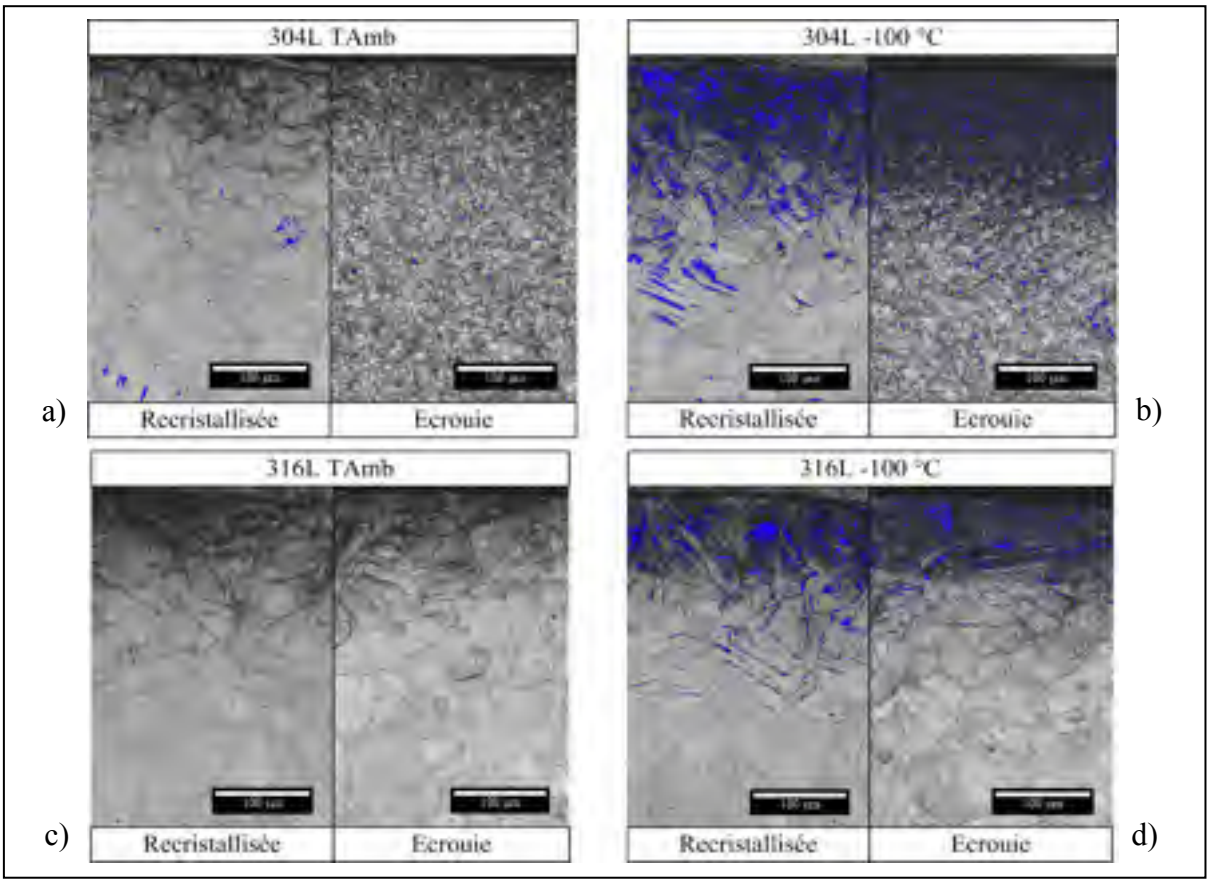


Figure 5.2 Cartographies d'orientation EBSD réalisées sur les sections transverses des alliages 304L et 316L grenaillés a-c) à température ambiante et b-d) sous condition cryogénique. L'austénite est représentée en contraste de bande et la martensite α' en bleu

Comme il a pu être observé sur les échantillons plats au Chapitre 4, une baisse de température entraine une diminution de la contrainte nécessaire au déclenchement de la transformation martensitique. Considérant les stabilités respectives des deux nuances, l'alliage 304L présente logiquement plus de martensite α' et plus profondément que l'alliage 316L sous la surface traitée.

Les microstructures initiales présentées sont comparables avec celles observées sur les échantillons plats, excepté pour l'alliage 304L écroui qui présente une microstructure bien plus fine. Une différence est tout de même à noter concernant le taux de martensite α' produit, visiblement inférieure à ceux produits sur les échantillons plats qui présentaient une couche entièrement martensitique sous la surface traitée. Cette remarque tendrait à montrer que le traitement de grenaillage ultrasonique appliqué aux éprouvettes cylindriques ne permet pas d'atteindre le même taux de durcissement pour des paramètres de traitement équivalents. Cette dernière remarque sera abordée en discussion

5.1.3 Durcissement superficiel des éprouvettes de fatigue

De manière complémentaire avec les observations EBSD, les gradients de déformation induits en sous-couche ont été évalués par filiation de microdureté le long des couches affectées. La Figure 5.3 expose les profils obtenus pour les différentes conditions de traitement et états de la matière et ce, pour les alliages 304L (Figure 5.3a) et 316L (Figure 5.3b). Les barres d'erreurs symbolisent la déviation moyenne calculée sur 5 filiations de dureté. Les éprouvettes recristallisées y sont représentées en lignes pointillées et celles écrouies en traits pleins. Les traitements réalisés à température ambiante sont représentés par des carrés et les traitements réalisés sous conditions cryogéniques par des ronds. Les droites horizontales pointillées représentent les valeurs de dureté initiale. Une différence de dureté initiale s'élevant à 66 % est observable entre les conditions recristallisée et écrouie de l'alliage 304L; elle s'élève à 59 % pour les deux conditions de matière de l'alliage 316L.

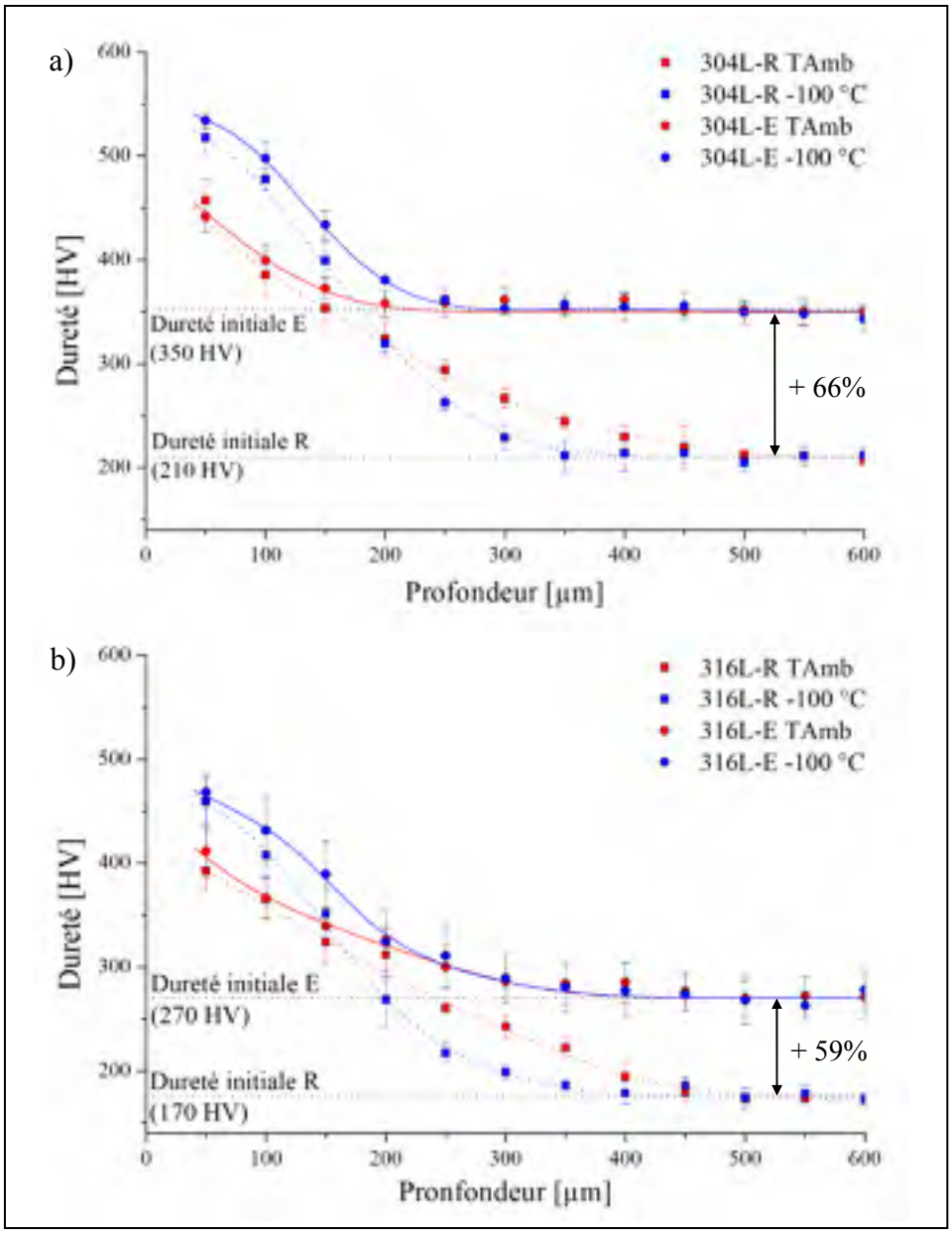


Figure 5.3 Profils de dureté obtenus sur les sections transverses pour les différentes conditions de traitement des alliages a) 304L et b) 316L

Globalement, les tendances observées décrivent toutes un maximum au voisinage de la surface traitée puis décroissent graduellement jusqu'à atteindre les valeurs de dureté initiales. Les mesures réalisées sur les échantillons traités à -100 °C présentent systématiquement une dureté de surface plus élevée que ceux traités à température ambiante grâce à la formation de martensite α' en surface (Figure 5.2). La comparaison entre les deux conditions de matière

montre que des duretés comparables sont obtenues en surface des éprouvettes grenaillées sous les mêmes températures de traitement.
L'épaisseur des couches affectées diffère entre les deux conditions de matière. En effet, les épaisseurs des couches durcies obtenues pour les matières recristallisées sont plus importantes que les conditions écrouies. Elles s'élèvent à ~500 µm pour les matières recristallisées, épaisseurs équivalentes aux échantillons plats, et respectivement à 300 µm et 400 µm pour les alliages 304L et 316L écrouis. La baisse d'épaisseur de couche affectée mesurée sur l'alliage 304L écroui est directement liée à la taille de grain fine de sa microstructure. Comme il a pu être observé précédemment pour les échantillons plats, l'utilisation de température cryogénique sur les matières recristallisées entraine une nette diminution d'épaisseur des couches durcies. Ce phénomène est lié à l'augmentation des caractéristiques mécaniques et aux natures de transformation martensitique induites par la baisse de température. Il est aussi clairement visible que le taux de durcissement atteint en sous couche des éprouvettes est moins élevé que les échantillons plats.

5.1.4 Aspect de surface des éprouvettes traitées

Des observations portant sur les intégrités de surface des éprouvettes ont été réalisées au microscope confocal (Figure 5.4 et Figure 5.5), couplées à des mesures de rugosité par palpeur afin de quantifier les variations de rugosité. Les valeurs données représentent la rugosité moyenne quadratique Rq obtenue sur 4 profils.
Globalement, les états de surfaces et les rugosités suivent les mêmes tendances pour les deux alliages quelque soit l'état de la matière et la température de traitement. Les observations qui suivront seront donc valides pour les deux alliages.

5.1.4.1 État de surface des éprouvettes recristallisées

Les états de surface des éprouvettes recristallisées sont regroupés en Figure 5.4. Malgré une rugosité très faible attestant du polissage des éprouvettes, les traitements réalisés à température ambiante permettent d'effacer totalement les stries d'usinage pour laisser place à un état de surface typique des surfaces grenaillées. La rugosité augmente notablement et

passe de 0,35 µm à 3,5 µm. L'aspect visuel des surfaces obtenues par un traitement à -100 °C présente encore les traces des stries d'usinage mais la rugosité est cependant inférieure à celle obtenue à température ambiante, atteignant une valeur de 2,1 µm, correspondant à une diminution de -40 %.

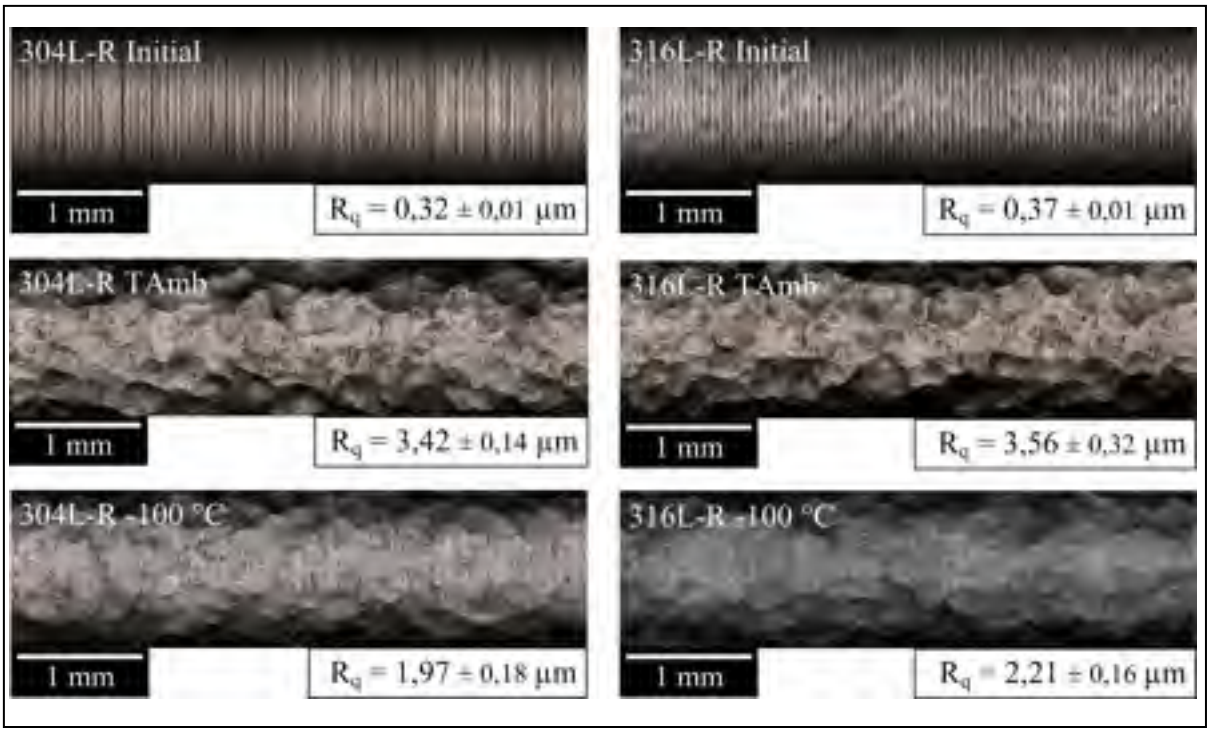


Figure 5.4 Aspects de surface des éprouvettes recristallisées observées au microscope confocal

Comparé aux échantillons plats, les rugosités atteintes sur les éprouvettes recristallisées sont comparables. Traitées à température ambiante, la rugosité de surface présente une variation de +5 % par rapport aux échantillons plats. Sous condition cryogénique, les variations entre les deux types d'échantillons sont respectivement de -10,4 % et +7,6 % pour l'alliage 304L et de -4,4 et -20,2 % pour l'alliage 316L comparées aux valeurs obtenues sur les échantillons plats à -80 °C et -130 °C. La tendance observée au chapitre précédent montrant que plus la température de traitement est basse, plus la rugosité est faible, est donc bien respectée.

5.1.4.2 État de surface des éprouvettes écrouies

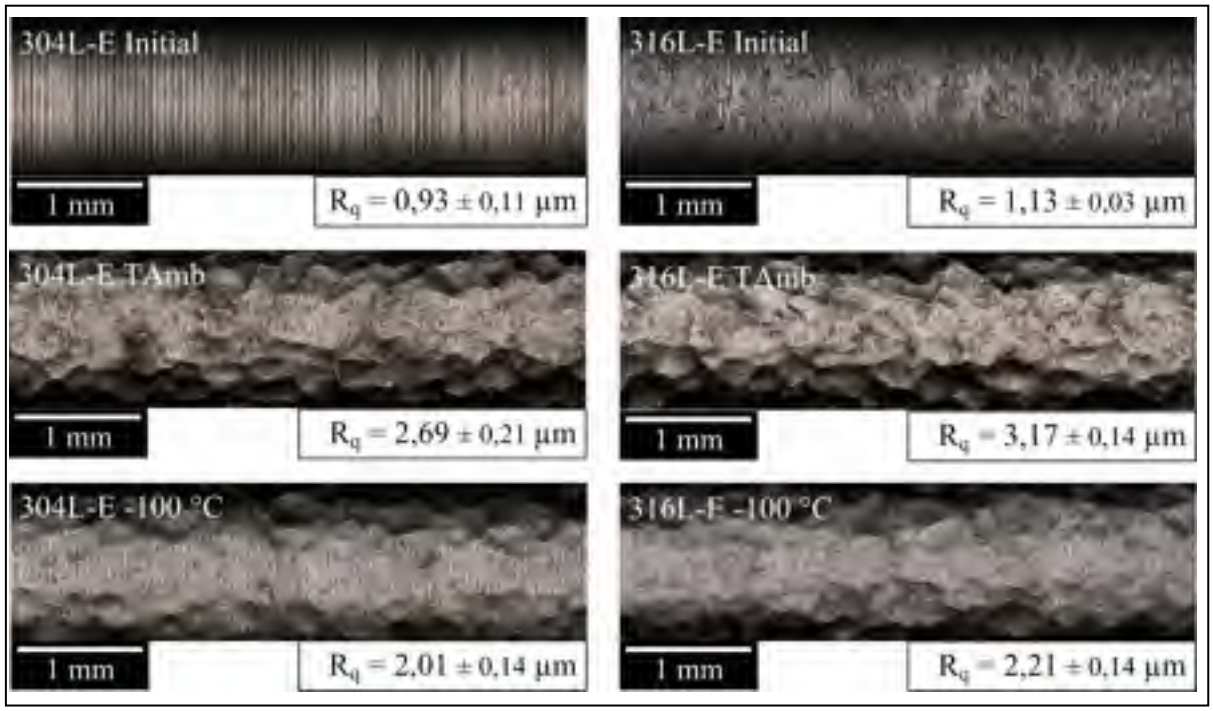


Figure 5.5 Aspects de surface des éprouvettes écrouies observées au microscope confocal

Les aspects de surface des éprouvettes écrouies (Figure 5.5) sont comparables à ceux observés sur les éprouvettes recristallisées. En effet, à l'instar des éprouvettes recristallisées, les éprouvettes écrouies présentent des stries d'usinage à l'état initial, qui disparaissent par un traitement de grenaillage réalisé à température ambiante. La rugosité passe alors de 1 µm à 2,7 – 3,2 µm en raison du traitement de surface mécanique. Suite à un traitement sous condition cryogénique, les stries restent clairement visibles mais la rugosité baisse pour atteindre des rugosités équivalentes à celles obtenues à température ambiante.

Les éprouvettes écrouies n'ayant pas subi d'étape de polissage, la rugosité initiale de ces dernières est plus importante que les éprouvettes recristallisées (1 µm versus 0,3 µm). Cependant, les rugosités atteintes par les éprouvettes écrouies sont sensiblement plus basses après traitement à température ambiante que les éprouvettes partant d'un état recristallisé. Cela montre que dans les conditions cryogéniques, l'état de départ du matériau n'a pas d'influences sur la rugosité de surface.

Comparées aux échantillons plats, les éprouvettes écrouies présentent une variation de rugosité de -17,6 % pour l'alliage 304L et de -7,5 % pour l'alliage 316L lorsque le traitement est réalisé à température ambiante. A température ambiante, les variations sont équivalentes à celles obtenues pour les éprouvettes recristallisées avec une diminution de la rugosité par rapport aux traitements réalisés à -80 °C et une augmentation de celles-ci lorsqu'une température de -130 °C est utilisée.

5.1.5 Mesures des gradients de contraintes résiduelles

La Figure 5.6 expose les contraintes résiduelles obtenues en surface des éprouvettes initiales, exemptes de traitement de surface. Seules les valeurs mesurées dans l'austénite sont données car ces échantillons n'ont pas présenté de transformation martensitique. Les barres pleines correspondent aux mesures réalisées dans le sens axial, celles vides aux mesures faites dans le sens radial. Les éprouvettes recristallisées initiales présentent des contraintes résiduelles de compression dans les sens axiaux et radiaux tandis que des contraintes résiduelles de traction ont été mesurées dans les matières écrouies initiales.

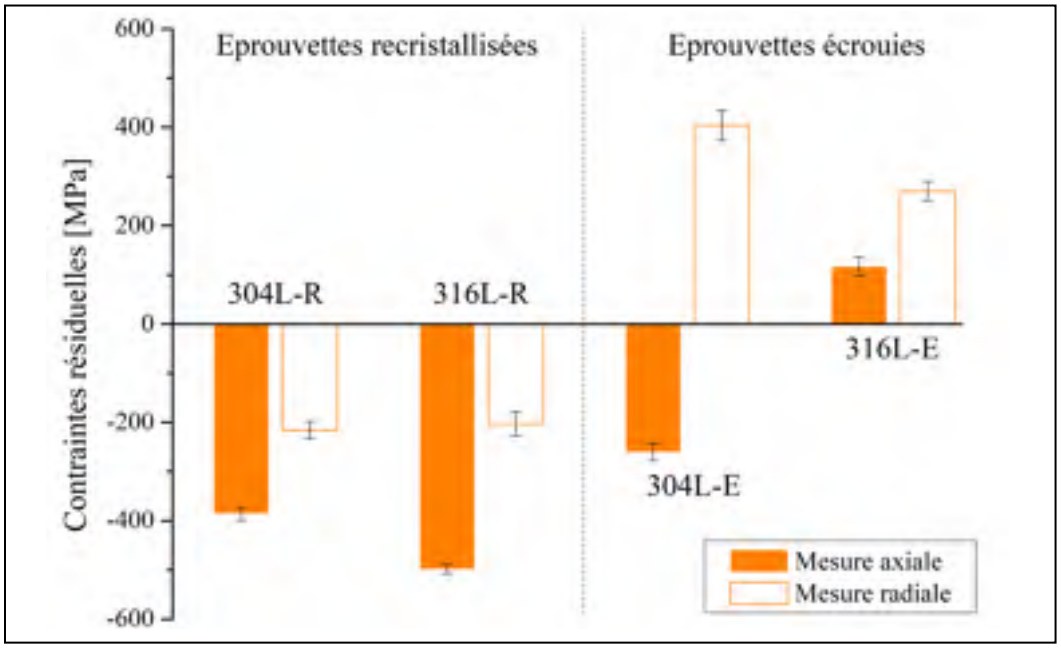


Figure 5.6 Contraintes résiduelles de l'austénite de surface mesurées sur les éprouvettes initiales pour les deux conditions de matières des alliages 304L et 316L

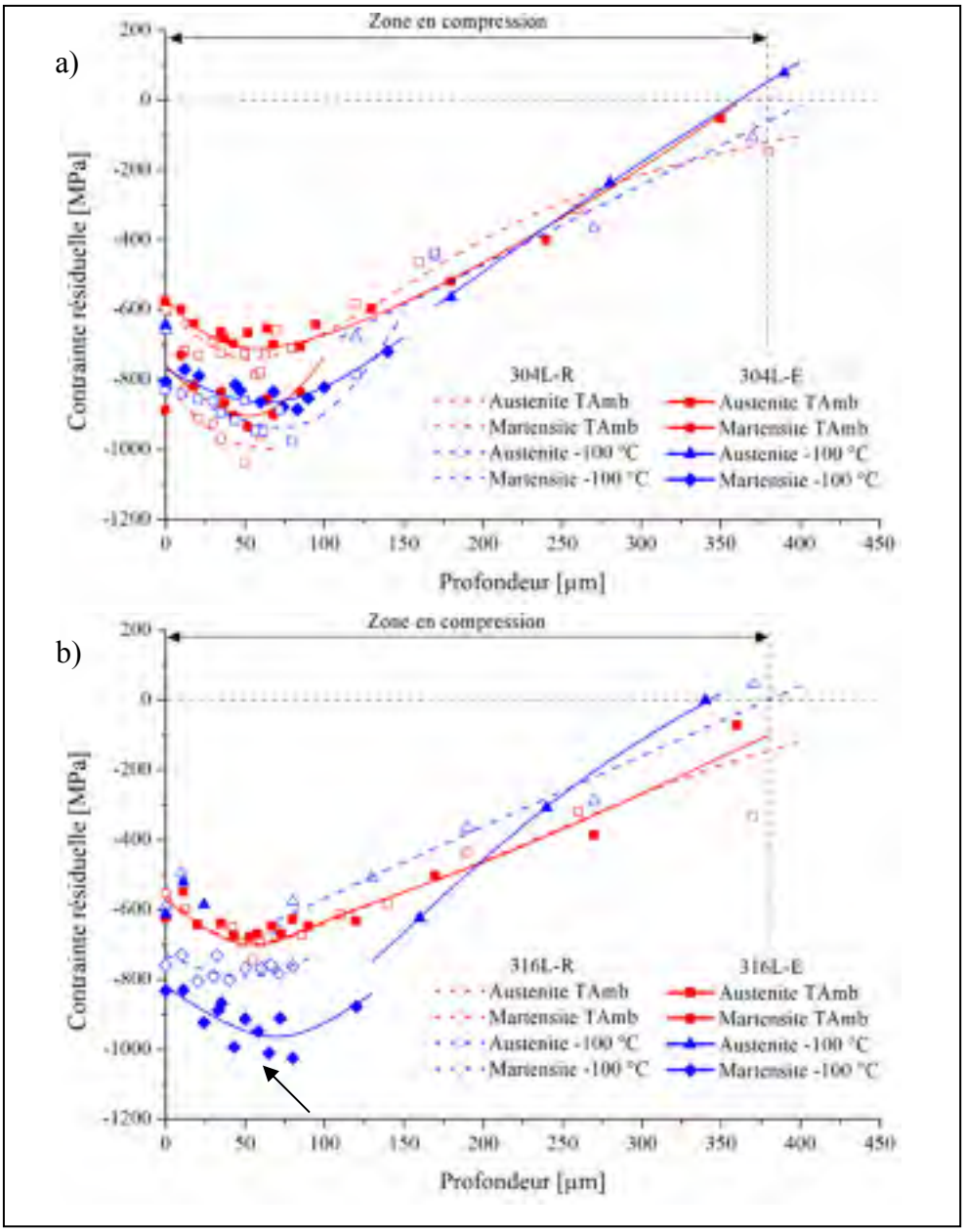


Figure 5.7 Gradients de contraintes résiduelles mesurés sur les alliages a) 304L et b) 316L écrouis et recristallisés pour les différentes conditions de traitement

Les traitements de finition réalisés sur les éprouvettes de fatigue expliquent les résultats obtenus. Les éprouvettes recristallisées ont subi une étape de polissage avant traitement de grenaillage induisant des contraintes de compression dans les sens axial et radial. En revanche, les éprouvettes écrouies ont été déformées par le traitement de grenaillage

directement après usinage, sans étape de polissage. Elles présentent donc des contraintes résiduelles de traction, typiques de l'étape de mise en forme par usinage, qui devront être considérées lors de l'analyse des résultats de fatigue.

Les gradients de contraintes résiduelles ont été mesurés après traitement de grenaillage. La Figure 5.7 expose les résultats obtenus pour les différentes conditions de traitement. Considérant que le comportement en fatigue sous flexion rotative sera principalement affecté par les contraintes résiduelles axiales, ce sont ces dernières qui sont représentées en Figure 5.7. Les traitements réalisés à température ambiante sont représentés en rouge et ceux réalisés sous condition cryogénique en bleu. Les mesures réalisées sur les éprouvettes recristallisées sont représentées par des marqueurs vides, celles réalisées sur les éprouvettes écrouies par des marqueurs pleins.

Les valeurs de contraintes résiduelles maximales atteintes dans les deux matériaux et pour les deux conditions sont d'environ -700 MPa dans l'austénite et -1000 MPa dans la martensite α'. Globalement, les gradients mesurés dans les différents cas sont comparables en termes de valeur et présentent un maximum en sous-couche suivi d'une diminution graduelle des contraintes résiduelles jusqu'a la zone de traction située à environ 350 µm de profondeur. La différence majeure entre ces profils réside dans les valeurs de contraintes résiduelles atteintes par la martensite α' en surface de l'éprouvette de 316L écrouie grenaillée sous condition cryogénique (flèche noire). Le traitement de grenaillage ultrasonique permet donc de convertir les contraintes résiduelles de traction, dues à l'usinage, en des contraintes résiduelles de compression. La similitude des différents gradients de contraintes résiduelles permettra de dissocier plus facilement les autres mécanismes d'endommagement.

Les gradients obtenus sur les éprouvettes sont comparables avec ceux obtenus sur les échantillons plats avec un maximum en sous-couche. Néanmoins, comme il a été vu avec les gradients de dureté, la couche en compression est moins importante que celles des échantillons plats (400 µm versus 500 µm). Les valeurs obtenues sur l'alliage 304L sont comparables entre les deux types d'échantillon ce qui n'est pas le cas de l'alliage 316L ayant montré des contraintes résiduelles de -1200 MPa sous la surface grenaillée de l'alliage.

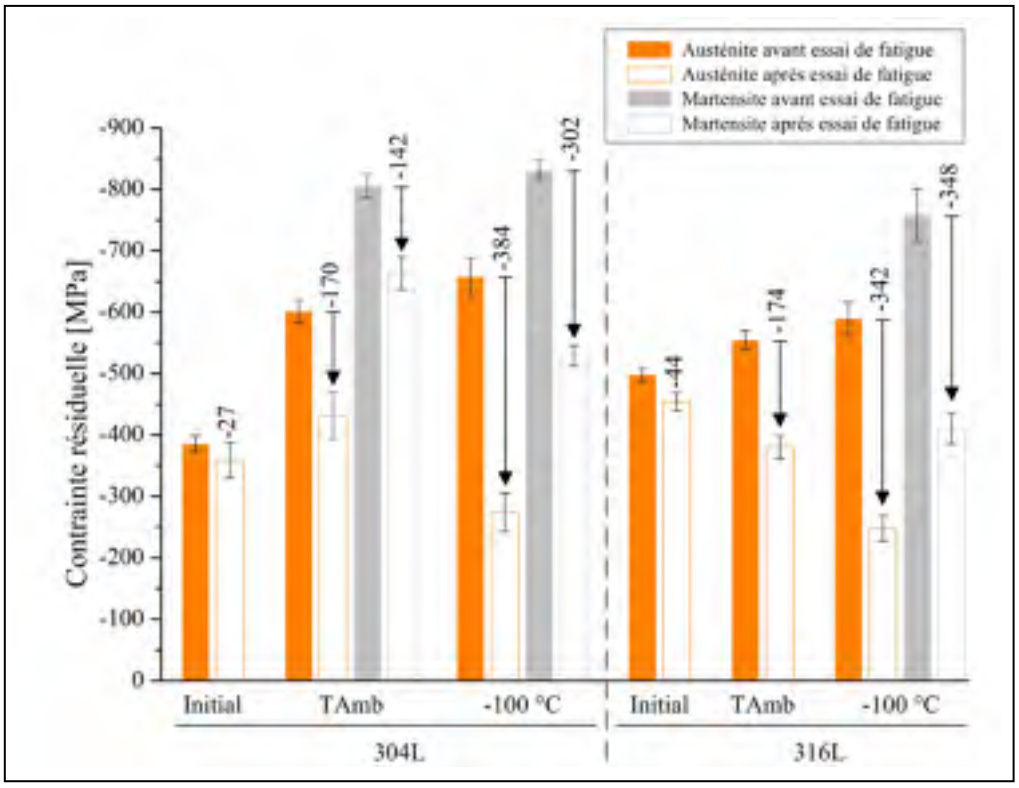


Figure 5.8 Contraintes résiduelles de surface mesurées dans le sens axial avant et après cyclage par test de fatigue pour les éprouvettes recristallisées des alliages 304L et 316L ayant atteint la limite d'endurance sans rompre pour les différentes conditions de traitement

La relaxation des contraintes résiduelles a aussi été considérée en mesurant ces dernières à la surface des éprouvettes sollicitées en fatigue n'ayant pas rompu puis en les comparant aux valeurs mesurées en surface des éprouvettes non cyclées (Figure 5.8). Les éprouvettes initiales ne présentent aucune variation notable du niveau de contraintes résiduelles de surface après cyclage. Cependant, une relaxation significative de ces dernières a bien lieu en surface des éprouvettes grenaillées, particulièrement pour celles traitées sous condition cryogénique qui présentent des variations plus importantes. Ces variations sont équivalentes entre les deux alliages.

5.2 Modifications des propriétés mécaniques par déformation de surface

5.2.1 Résistance mécanique sous traction uniaxiale monotone

Les éprouvettes obtenues par traitement de grenaillage ultrasonique ont été sollicitées en traction pour connaître leurs tenues mécaniques sous charge monotone. Les courbes de traction représentant la contrainte en fonction de la déformation sont données en Figure 5.9 sous forme nominale, les valeurs caractéristiques sont résumées dans le Tableau 5.1.

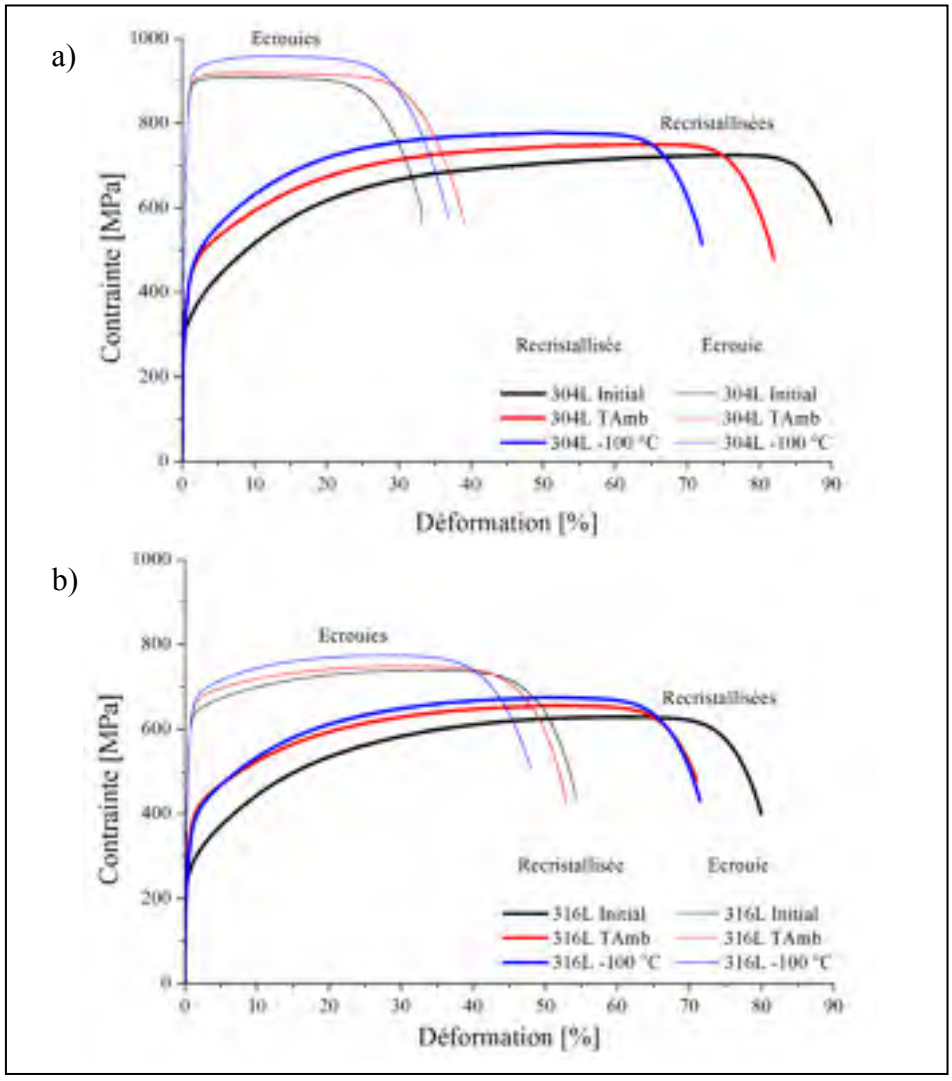


Figure 5.9 Courbes de traction contrainte - déformation
pour les alliages a) 304L et b) 316L

De part leurs structures entièrement austénitiques et le recuit complet qu'ils ont subit, les deux alliages recristallisés présentent des résistances mécaniques moindres mais des ductilités plus importantes que les éprouvettes écrouies. Globalement, l'alliage 304L possède des caractéristiques mécaniques supérieures à l'alliage 316L, particulièrement sous sa forme écrouie ayant une taille de grain nettement plus fine (10 µm).

Tableau 5.1 Résistance à la traction et allongement à rupture obtenus par essais de traction pour les alliages 304L et 316L

	304L-R			**304L-E**		
	Initial	**TAmb**	**-100 °C**	**Initial**	**TAmb**	**-100 °C**
Limite d'élasticité [MPa]	300	450	450	850	850	850
Résistance à la traction [MPa]	680	750	790	910	920	960
Allongement à rupture [%]	90	82	72	33	39	37
	316L-R			**316L-E**		
	Initial	**TAmb**	**-100 °C**	**Initial**	**TAmb**	**-100 °C**
Limite d'élasticité [MPa]	250	400	400	550	630	630
Résistance à la traction [MPa]	630	660	680	740	750	780
Allongement à rupture [%]	80	70	70	54	53	49

Le traitement de grenaillage ultrasonique permet une augmentation nette de la limite d'élasticité pour les deux alliages, la température de traitement influant peu. Concernant l'alliage 304L recristallisé, la limite d'élasticité initiale s'élevant à 300 MPa passe à 450 MPa après traitement de surface (+ 50%). L'alliage 304L écroui dans son état initial possède un seuil de plasticité s'élevant à 850 MPa et ne varie que très peu suite au traitement de surface

(6 %). L'alliage 316L recristallisé, quant à lui, voit sa limite d'élasticité passer de 250 MPa à 400 MPa après traitement de grenaillage ultrasonique (+60 %). Sous sa forme écrouie, la limite d'élasticité passe de 550 MPa à 630 MPa après traitement de grenaillage pour les deux conditions de grenaillage, quelque soit la température de traitement. La résistance à la traction est aussi augmentée par le traitement de grenaillage, la plus grande valeur étant toujours obtenue après un traitement sous condition cryogénique. L'effet d'un traitement à basse température est plus marqué pour l'alliage 304L (+ 6 % pour les deux états de matière) que pour l'alliage 316L (+ 3 % pour les deux états de matière) comparé au traitement à température ambiante.

5.2.2 Comportement en fatigue sous charges cycliques

Le comportement mécanique des éprouvettes en fatigue a été décrit par des essais en flexion rotative. Les résultats des chargements cycliques sont présentés en Figure 5.10 pour les deux alliages et les deux conditions de matières considérées. Les matières recristallisées sont représentées par les marqueurs vides, celles écrouies par les marqueurs pleins. Les marqueurs noirs correspondent aux éprouvettes sans traitement, les rouges à celles traitées à température ambiante et les bleus sous condition cryogénique. Les flèches correspondent aux éprouvettes ayant atteinte la durée de vie limite fixée à 10^6 cycles sans rupture. Les ratios limite élastique / résistance à la traction sont indiqués à gauche des graphiques.

Sous leurs versions recristallisées, les deux alliages présentent des résistances à la fatigue comparable. Les éprouvettes écrouies, présentent quant à elles, des résistances à la fatigue nettement supérieures à celles ayant subies un traitement thermique de recristallisation avec une amélioration de respectivement + 126 % et + 56 % pour les alliages 304L et 316L exempts de traitement. Il est intéressant de noter que l'amélioration de la tenue en fatigue entre les deux états de matière est plus importante pour l'alliage 304L que pour l'alliage 316L. Cette observation peut s'expliquer par le fait que l'alliage 304L écroui présente une microstructure bien plus fine que sa version recristallisée tandis que les tailles de grains des deux versions de l'alliage 316L étaient comparables.

Le traitement de grenaillage ultrasonique permet une amélioration de la durée de vie par rapport aux éprouvettes exemptes de traitement, particulièrement pour les matières recristallisées (+ 30 %) par rapport aux matières écrouies (+ 13 %). Les traitements cryogéniques ne semblent pas permettre une amélioration significative de la tenue en fatigue comparés aux éprouvettes traitées à température ambiante.

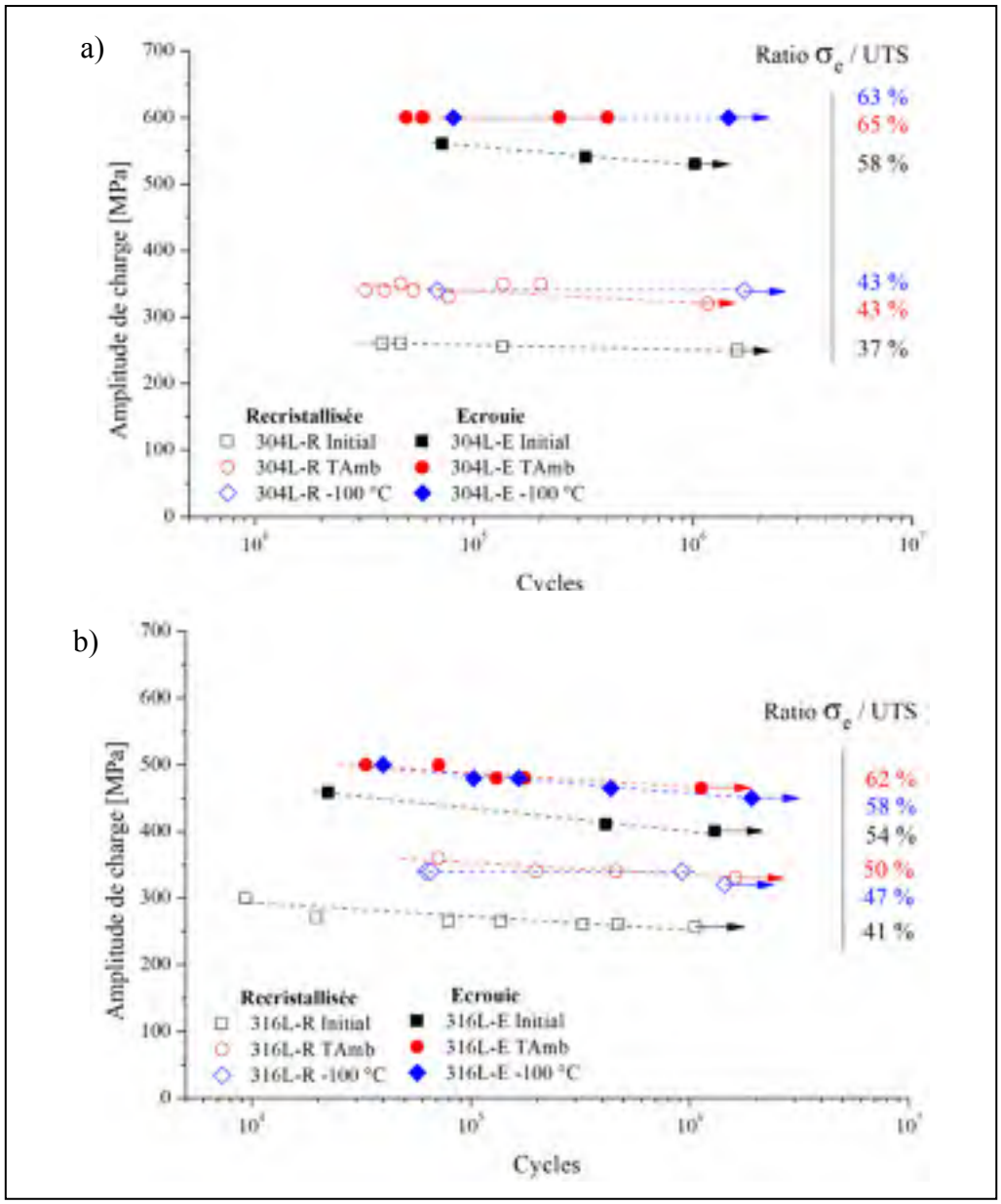


Figure 5.10 Durée de vie en fonction de l'amplitude de chargement pour les éprouvettes des alliages a) 304L et b) 316L à différentes conditions de traitement

Les ratios limite élastique / résistance à la rupture indiquent que les limites d'endurance des matériaux recristallisés s'élèvent à ~ 40 % de l'UTS des éprouvettes non traitées et à ~45 % des éprouvettes grenaillées. Les matériaux écrouis initiaux présentent respectivement un ratio de ~55 % et celui-ci passe à ~60-65 % après traitement de grenaillage.

L'alliage 304L ne présente pas de tendances nettes et son comportement en fatigue semble être influé par une contrainte seuil, s'élevant à ~350 MPa pour les états recristallisés et 600 MPa pour ceux écrouis. Comparativement, des tendances sont visibles pour l'alliage 316L et il est intéressant de noter que, soumises à une amplitude de chargement de 340 MPa après traitement cryogénique, deux éprouvettes recristallisées ont rompu après seulement ~65 000 cycles et une éprouvette a atteint une durée de vie de 920 769 cycles suggérant l'hypothèse de l'existence de défauts critiques qui, s'ils sont absents de l'échantillon, permettent d'augmenter considérablement la durée de vie en fatigue.

A présent que les résultats globaux de fatigue ont été présentés, les échantillons seront désignés individuellement afin de pouvoir identifier les mécanismes d'endommagement pour chacun d'eux. La Figure 5.11 donne la désignation qui sera appliquée incluant dans l'ordre la nature du matériau, la condition de traitement, l'amplitude de charge (MPa) et la durée de vie (N). Considérant la multitude d'échantillons utilisés pour l'étude de fatigue, seuls certains faciès seront présentés par la suite.

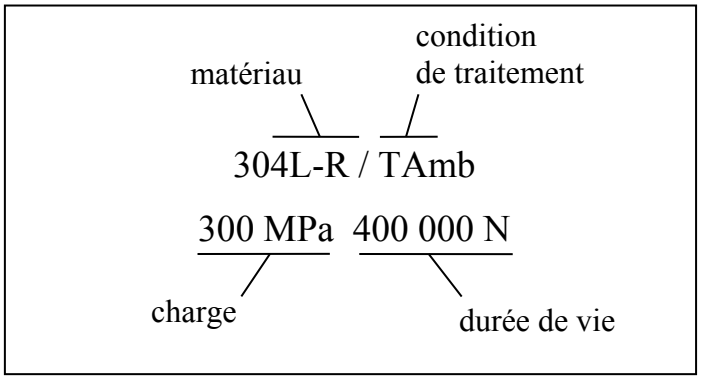


Figure 5.11 Exemple de désignation des éprouvettes de fatigue

5.2.3 Analyse post-rupture

Suite aux caractérisations des faciès de rupture par imagerie confocale, il a été constaté que les caractéristiques observées étaient similaires pour les alliages 304L et 316L. Les analyses qui seront faites seront donc valables pour les deux alliages. L'alliage 316L est pris comme exemple car ayant montré certaines particularités (inclusions, amorce en sous-couche) lors des essais de fatigue.

Trois faciès de rupture obtenus sur des éprouvettes 316L recristallisées traitées à température ambiante et sous condition cryogénique sont présentés en Figure 5.12. Les trois échantillons présentés ici sont respectivement les éprouvettes 316L-R / TAmb 340MPa 460304N, 316L-R / -100 °C 340MPa 920768N et 316L-R / -100 °C 340MPa 65933N. Ces clichés sont associés à des schémas explicatifs pour en faciliter la lecture. La zone indiquée en gris sur les schémas représente des parties n'ayant pas rompu lors de l'essai et nécessitant de séparer les deux parties de l'éprouvette manuellement afin de pouvoir observer les faciès de rupture. En effet, due à la grande ductilité de la phase austénitique, la propagation des fissures a engendré une courbure des éprouvettes stoppant les tests avant la rupture totale des échantillons.

Les faciès de rupture possèdent des zones claires en périphérie des éprouvettes représentant les zones d'amorce principales. Le faciès présenté en Figure 5.12a possède un site d'amorçage semi-circulaire proche de la surface et celui donné en Figure 5.12b un site d'amorçage quasi-circulaire suggérant une amorce sous la surface. Le faciès en Figure 5.12c montre un exemple de sites d'amorçage multiples répartis sur la circonférence de l'éprouvette. Il est à noter que seule l'éprouvette 316L-R / -100 °C 340MPa 920768N a montré une zone d'amorçage quasi-circulaire en sous-couche, toutes les autres ont présenté des sites d'amorçage simples ou multiples localisés proches de la surface.

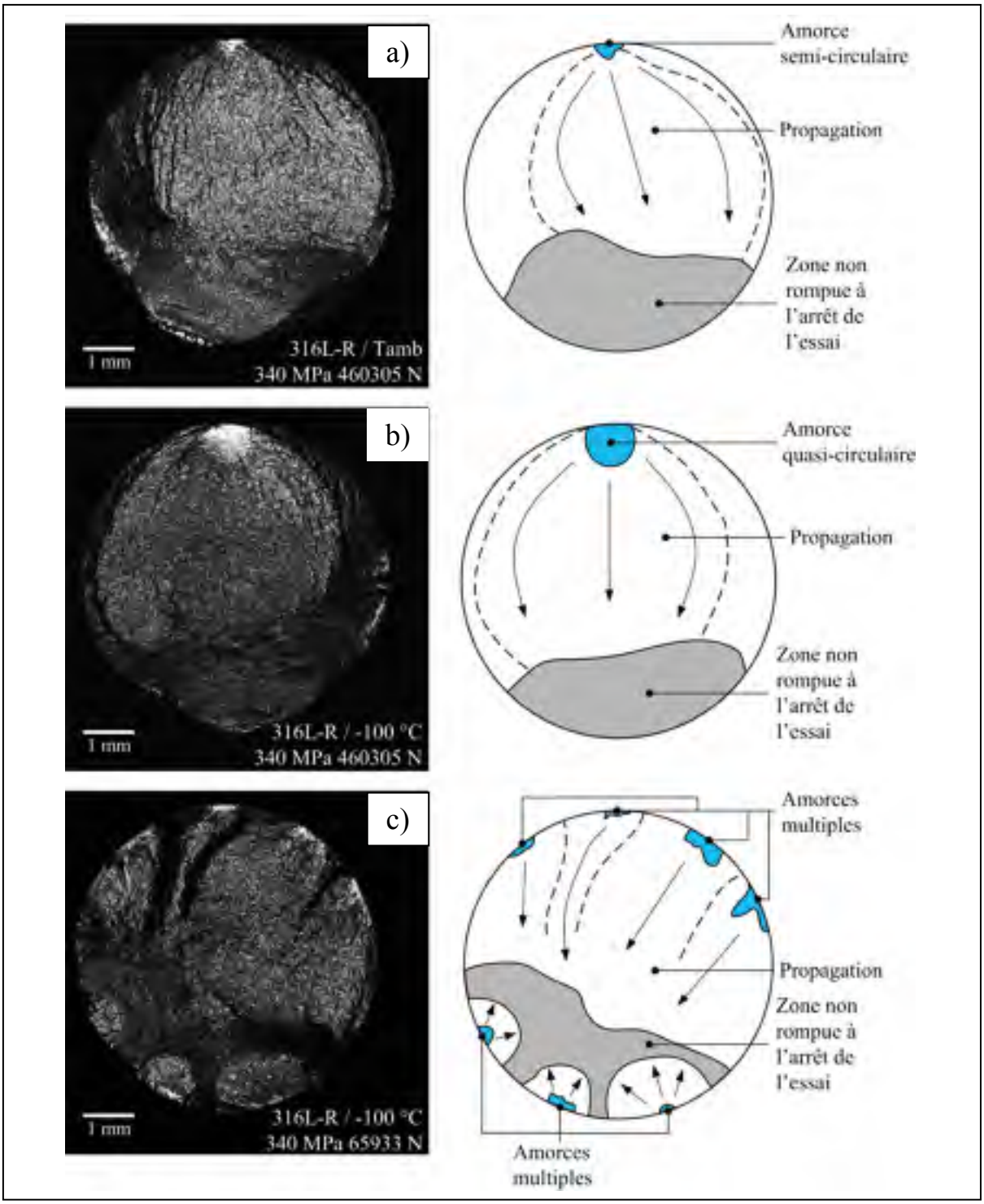


Figure 5.12 Faciès de rupture observés sur des éprouvettes 316L traitées par grenaillage ultrasonique à a) température ambiante, b) sous condition cryogénique avec amorce unique et c) avec amorces multiples

Parmi tous les cas observés, une éprouvette a présenté une inclusion au niveau du site d'amorçage. La Figure 5.13 présente le cas particulier observé sur l'éprouvette de 316L-R / TAmb 340 MPa 460304 N ainsi que les résultats des analyses de composition EDX. Le spectre de l'inclusion présente des pics de calcium, de silicium, d'aluminium, de magnésium et de souffre. Par déduction, il est fortement envisageable que cette particule provienne des plaques réfractaires utilisées dans les fours de fonderie. L'insertion de cette inclusion serait donc survenue lors de l'élaboration matière.

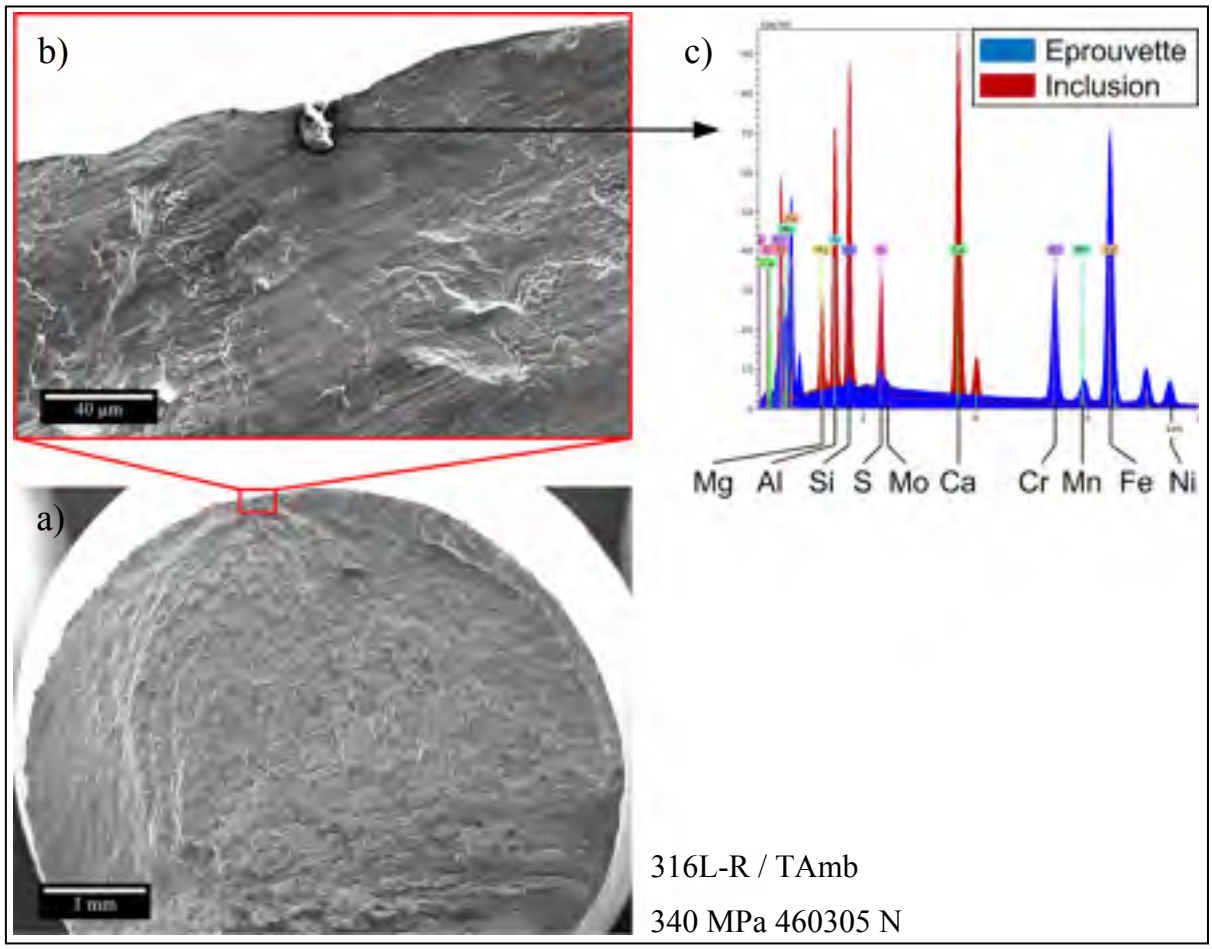


Figure 5.13 Observations au microscope électronique à balayage sous électrons secondaires a) du faciès de rupture et b) de l'inclusion au site d'amorçage de l'éprouvette 316L-R / TAmb 340 MPa 460 305N ainsi que c) la quantification EDX associée à l'éprouvette et à l'inclusion

Dans le cas très particulier de l'éprouvette 316L-R / -100 °C 340MPa 920768N, une observation à fort grossissement dans la zone d'amorçage confirme que le site de germination de la fissure est bien situé en profondeur (

Figure 5.14). Sur ces micrographies, l'on peut voir que l'amorce est intervenue à une profondeur de ~400 µm en dessous de la surface traitée, ce qui correspond à la fin de la zone de compression (Figure 5.7). Il a aussi été vérifié que cette amorce n'était pas due à une inclusion.

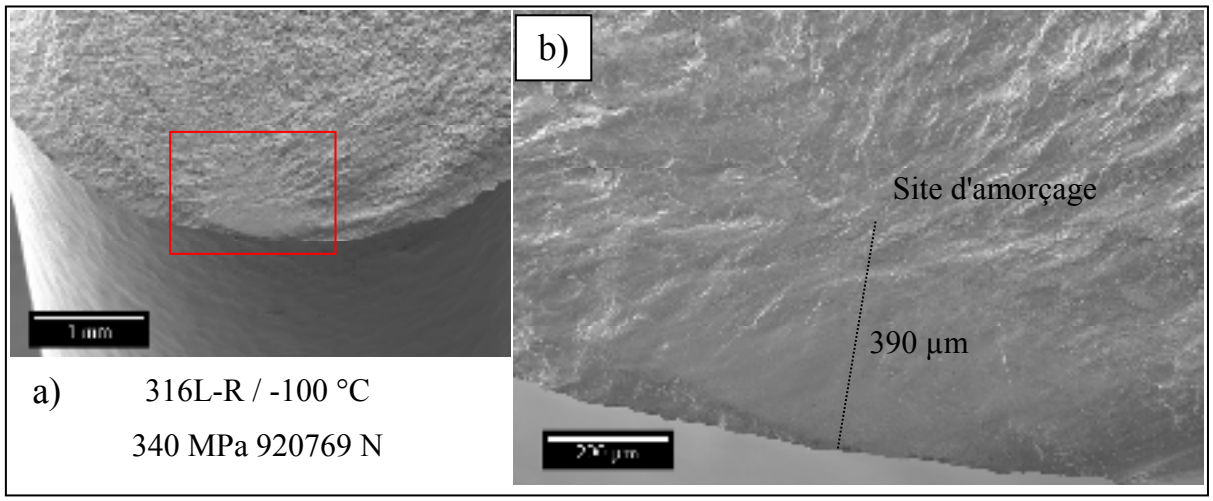


Figure 5.14 Observation par imagerie électronique à balayage sous électrons secondaires a) du faciès de rupture et b) agrandissement du site d'amorçage en profondeur (rectangle rouge) observé sur l'échantillon 316L-R -100 °C / 340 MPa 920769 N

La présence éventuelle de fissures secondaires a été déterminée par ressuage et par analyses optiques des éprouvettes ayant atteint la limite de cyclage (fixée à 10^6 cycles) sans rupture. Aucune fissure secondaire n'a été détectée dans ces échantillons par ces méthodes d'analyses. Cependant, de nombreuses fissures secondaires ont pu être observées dans certains échantillons de 304L ayant rompu au-dessous de la limite d'endurance, le cas de l'éprouvette 304L TAmb / 340 MPa 32014 N est présenté Figure 5.15. Au total, 19 fissures secondaires ont été observées sur cette section allant de 8 à ~400 µm de profondeur. Celles présentées en Figure 5.15 ont la particularité de se propager jusqu'à une profondeur pouvant aller jusque

420 µm mais sans aller plus loin. Il est intéressant de noter que cette profondeur est équivalente à celle de la couche affectée.

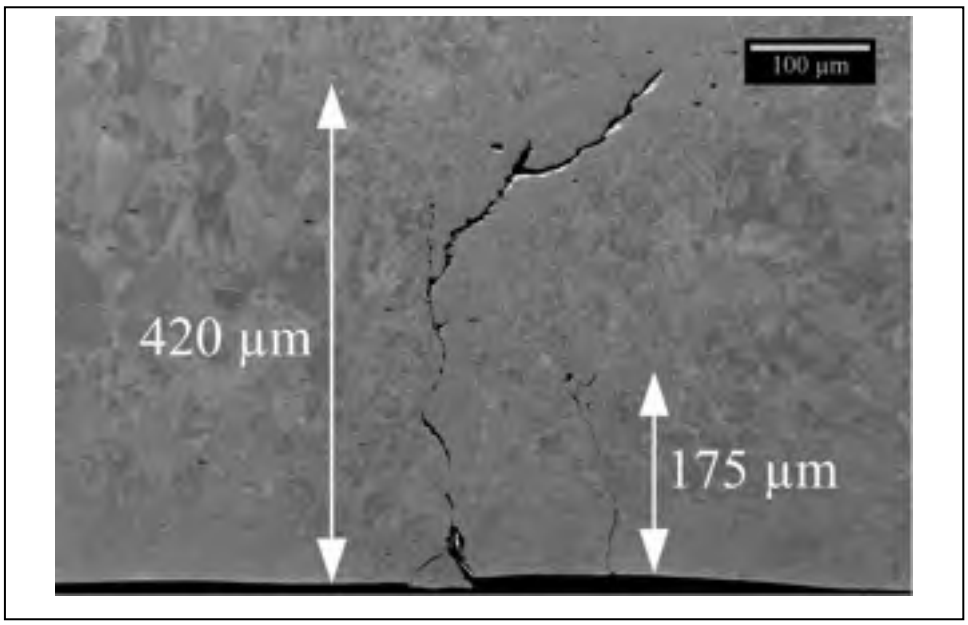


Figure 5.15 Observation par imagerie électronique sous électrons rétrodiffusés de fissures secondaires sur une section transverse de l'éprouvette 304L-R TAmb / 340 MPa 32014 N

5.3 Interprétation des résultats de comportement mécanique

Les résultats présentés dans ce chapitre ont montré que le grenaillage ultrasonique permet d'améliorer les propriétés mécaniques ainsi que la tenue en fatigue des éprouvettes traitées. Il est important de rappeler que pour réaliser ces essais, la distance de traitement est passée de 20 mm à 30 mm. La discussion qui suit propose donc dans un premier temps de donner une explication sur la différence de durcissement de sous-couche observée entre les éprouvettes cylindriques et les échantillons plats et ensuite d'aborder l'influence du traitement de grenaillage ultrasonique sur les modifications de tenue en fatigue.

5.3.1 Comparaison de l'état de déformation entre les échantillons plats et les éprouvettes de fatigue cylindriques

Au cours de la présentation des résultats, il a été vu que le passage d'échantillons plats à des éprouvettes cylindriques influençait principalement le durcissement de sous-couche. Pour expliquer ce phénomène, il est possible de calculer en premier lieu le "temps d'exposition" d'une fibre axiale de l'éprouvette (point bleu de la Figure 5.16). La Figure 5.16 expose les composantes de ce calcul comprenant ω la vitesse de rotation et θ l'angle délimitant l'ouverture d'exposition. L'angle d'ouverture θ a été sélectionné suivant les résultats trouvés dans la littérature.

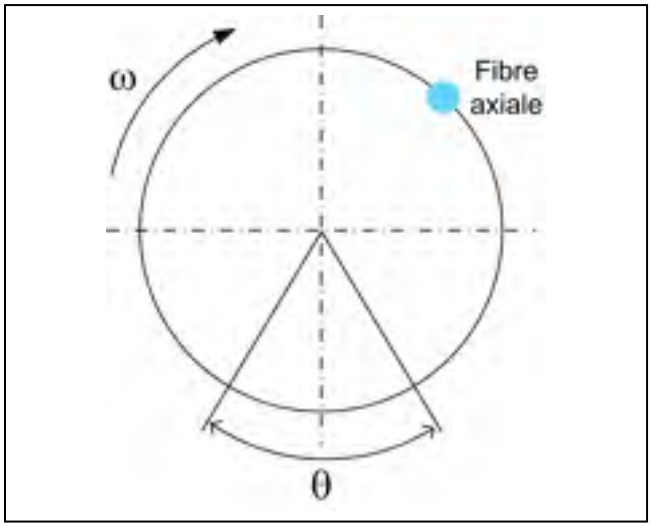


Figure 5.16 Section utile des éprouvettes en vue de coupe présentant les variables pour le calcul du temps d'exposition réel au traitement

En traitant un cylindre (sans mouvement de rotation) par grenaillage ultrasonique, Nougier-Lehon et al. [Nouguier-Lehon *et al.* - 2013] ont estimé les distributions des vitesses d'impact et de la densité d'impact sur la circonférence de l'éprouvette. Ces deux paramètres étant constants pour un angle d'ouverture de 90° face à la surface vibrante, cet angle a été choisi pour réaliser le calcul. Le moteur de rotation entrainant les éprouvettes durant le traitement tourne à 100 tr/min. De part le calcul présenté en Équation (5.1) il est alors possible de calculer l'exposition réel $t_{réel}$ de la surface traitée selon les critères sélectionnés.

$$t_{réel} = \frac{\theta}{\omega} \times t_{traitement} \quad (5.1)$$

En réalisant ce calcul il en ressort que la surface des éprouvettes a subi théoriquement un traitement de 5 min au lieu des 20 min réellement utilisées. Ajouté à cela, une variation de la distance de traitement a dû être utilisée pour traiter les éprouvettes de fatigue. Il est envisageable qu'une variation de 10 mm entre la sonotrode et la surface traitée ne change pas en soi la vitesse potentielle des billes donnée par la sonotrode, cependant, le volume de chambre de traitement additionnel engendré par l'augmentation de la distance de traitement laissera aux billes plus d'espace pour interagir entre elles, dissipant une grande partie de l'énergie de traitement et réduisant le potentiel de durcissement de sous-couche. Il est donc logique qu'un traitement effectué sur des éprouvettes cylindriques donne lieu à un taux de durcissement de sous-couche moins important comparé aux échantillons plats.

5.3.2 Modifications de la tenue en fatigue par traitement de grenaillage ultrasonique

Aux vues des résultats de fatigue (Figure 5.10) les états écrouis permettent d'atteindre de meilleures résistances à la fatigue que les matières recristallisées. Comme les amorces sont en surface et que ces dernières sont durcies par traitement de grenaillage ultrasonique, il est logique que les échantillons traités présentent des meilleures performances. Pourtant, à dureté de surface équivalente (là où les amorces de fissures sont localisées), les résultats impliquent que la dureté au cœur du matériau joue un rôle primordial sur la durée de vie en fatigue.
D'après les rugosités semblables (Figure 5.4 et Figure 5.5) et les gradients de contraintes résiduelles comparables obtenus le long des couches affectées (Figure 5.7), les comportements en fatigue constatés sont fort probablement dus à des mécanismes d'amorçage des fissures et non de propagation (les contraintes résiduelles influant le plus sur la propagation des fissures). Le fait que la grande majorité des amorces soit localisée en surface indique que la forte rugosité induite par le traitement de grenaillage ultrasonique influe comme des concentrateurs de contraintes, pouvant aboutir parfois à des amorces

multiples. La baisse de rugosité induite par la baisse de la rugosité ne permet pas de remédier à ce problème et seule une éprouvette parmi toutes celles testées a montré une amorce en sous-couche (Figure 5.14). Cette amorce était située à une profondeur de 400 µm, épaisseur comparable à la fin zone en compression observée par la mesure des contraintes résiduelles.

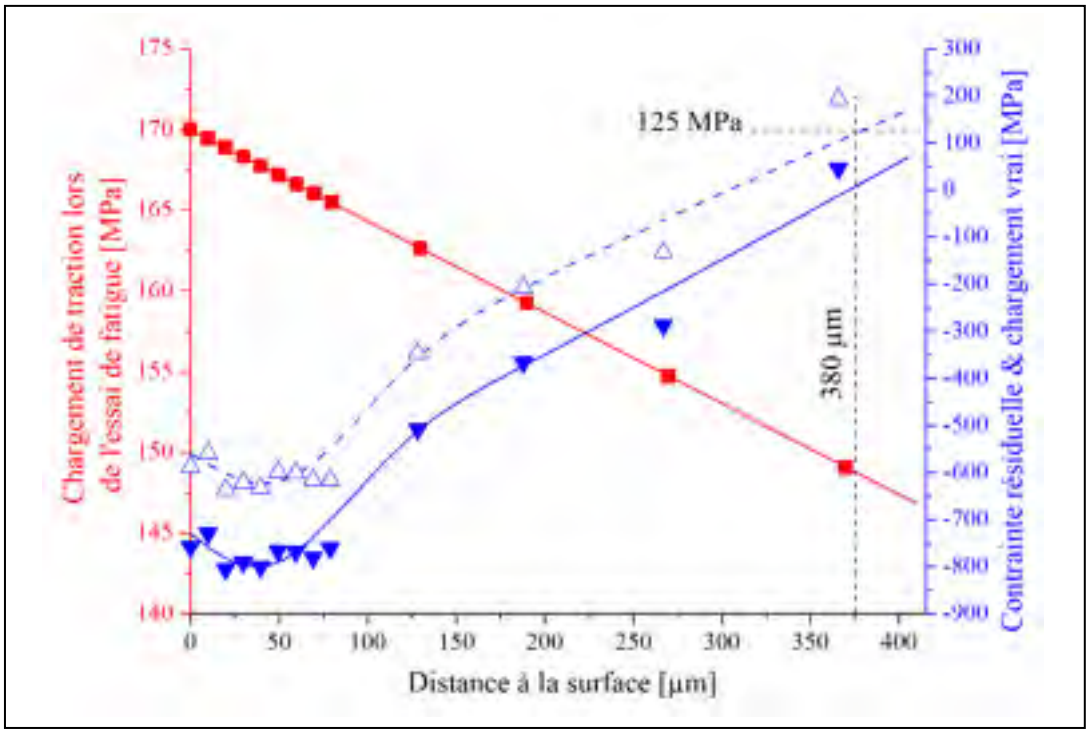


Figure 5.17 Courbes représentant le chargement en traction des sollicitations cycliques (droite rouge), le gradient des contraintes résiduelles mesuré sur l'éprouvette 316L-R -100 °C / 340 MPa 920769 N (courbe bleue pleine) et le chargement "réel" vu par l'éprouvette (courbe bleue pointillée)

Pour le cas de l'éprouvette 316L-R / -100 °C 340MPa 920768N, la Figure 5.17 présente le gradient de contrainte lors du chargement en traction appliqué au cours des sollicitations cycliques en flexion pour une amplitude de 340 MPa ainsi que le chargement "réel" vu par le matériau (somme de la contrainte imposée et des contraintes résiduelles)

A partir d'une profondeur comparable à celle où l'amorce a eu lieu (~380 µm), le matériau commence à être sollicité à une contrainte en traction supérieure à celle de la limite d'endurance de l'alliage 316L initial. L'amorce en sous-couche se produit donc à une contrainte appliquée locale équivalente à la limite d'endurance du traitement. Ainsi, si les

défauts dus à la rugosité sont suffisamment faibles pour ne pas déclencher l'amorce en surface, les contraintes résiduelles de compression permettront de repousser l'amorce en sous-couche, là où la microstructure aura les propriétés du matériau initial. Ce cas particulier semble également suggérer que le critère de performance en fatigue obtenu à partir de surfaces libres (amorçage en surface pour le matériau poli) peut être utilisé pour prédire la performance en fatigue de la microstructure sous la surface des éprouvettes grenaillées (en dessous de la zone affectée par le traitement).

Un autre élément à considérer est la relaxation des contraintes résiduelles de surface induites par les sollicitations périodiques (Figure 5.8). Malgré le fait que ces dernières soient plus relaxées sur les échantillons traités cryogéniquement, aucune variation du comportement en fatigue notable n'a été constatée entre les éprouvettes traitées à température ambiante et sous température cryogénique. Ceci indique qu'une redistribution des efforts peut alors avoir lieu durant le cyclage induit par un adoucissement cyclique de la zone affectée et un durcissement cyclique de la zone à cœur.

5.4 Conclusion partielle

Afin de caractériser les modifications de comportement mécanique induites par le traitement de grenaillage ultrasonique, des éprouvettes de fatigue cylindriques faites d'alliages 304L et 316L et dans deux états de matières (écrouies et recristallisées) ont été traitées à température ambiante et à -100 °C.

Globalement, le traitement de grenaillage ultrasonique permet une nette amélioration des propriétés mécaniques en traction par l'association d'une couche affinée, d'une transformation de phase martensitique et d'un gradient de contraintes résiduelles de compression en sous-couche, notamment lorsque les traitements ont été réalisés sous condition cryogénique favorisant la formation de martensite α'. Concernant le comportement en fatigue mécanique, la présence d'un gradient de contraintes résiduelles de compression est compensée par la création d'une forte rugosité de surface. De part cette rugosité, la grande majorité des éprouvettes sollicitées en fatigue a montré des sites d'amorçage localisés en surface avec, parfois, la présence d'inclusions. De plus, une relaxation des contraintes résiduelles de

surface a été mise en évidence, et ce particulièrement pour les éprouvettes traitées cryogéniquement. Il est fort probable que seules les zones ayant des contraintes résiduelles de compression élevées voient leurs valeurs diminuer pendant l'essai de fatigue. Ainsi, la l'épaisseur de la couche en compression ne devrait pas changer et donc le comportement en fissure courte non plus. Une éprouvette de 316L traitée à -100 °C a présenté la particularité de générer une amorce unique en sous-couche à une profondeur où le matériau n'est plus affecté par le traitement et est sollicité à sa limite d'endurance. Ceci a permit d'atteindre une durée de vie en fatigue bien plus élevée (x14) par rapport à l'éprouvette ayant montré de multiples sites d'amorçage en surface.

Malgré des duretés de surface équivalentes et des couches durcies moins épaisses pour les matières écrouies, ces dernières ont présenté une résistance à la fatigue plus élevée que les éprouvettes recristallisées. Ceci implique que le matériau à cœur joue un rôle dans le comportement en fatigue d'éprouvette grenaillée. Ajouté à cela, les éprouvettes traitées cryogéniquement possédaient des duretés de surface plus importante ainsi que des couches durcies moins épaisses (pour les matières recristallisées) que celles traitées à température ambiante et aucune amélioration n'a été observée sur la tenue en fatigue. Cela pourrait signifier qu'une redistribution des contraintes peut avoir lieu durant les sollicitations cycliques avec un écrouissage du matériau à cœur et un adoucissement en surface.

En conclusion, un traitement de grenaillage ultrasonique réalisé sous condition cryogénique sera adapté pour des pièces sollicitées sous charges monotones mais ne présente pas d'intérêt particulier pour des pièces vouées à être sollicitées sous charges cycliques. De plus, il sera préférable de privilégier un traitement sur des éprouvettes écrouies, brutes de mise en forme, plutôt que sur des matières complètement recristallisées afin d'obtenir des pièces ayant des résistances à la fatigue supérieures.

CONCLUSION

Le sujet de cette recherche portait sur la description des microstructures de déformations induites par grenaillage ultrasonique, notamment sous conditions cryogéniques, au sein d'aciers inoxydables austénitiques ainsi que leurs influences sur les propriétés mécaniques.
Trois grands axes de caractérisation ont été abordés au cours de cette étude:

- Une évaluation de l'efficacité du traitement de grenaillage ultrasonique sous température cryogénique en confrontant deux stabilités de matrices austénitiques: l'alliage 310S hautement stable et l'alliage 304L très sensible à la transformation de phase martensitique.

- Une détermination de l'influence des variables de traitement au travers d'une étude paramétrique comprenant l'amplitude de vibration, la durée de traitement et la température de déformation sur des aciers inoxydables austénitiques métastables de type 304L et 316L.

- Une caractérisation des modifications de propriétés mécaniques induites par le traitement de grenaillage ultrasonique via des essais sous charges monotones uniaxiales et sous charges cycliques appliqués aux nuances 304L et 316L.

<u>Efficacité d'un traitement de grenaillage ultrasonique sous condition cryogénique</u>

Afin de caractériser l'efficacité d'un traitement de grenaillage ultrasonique sous condition cryogénique, deux aciers de stabilités différentes ont été déformés sous température ambiante et comparés aux à ceux déformés sous température cryogénique.
Il en ressort que deux mécanismes rentrent en compétition une fois la température de traitement diminuée. D'une part, une augmentation des propriétés mécaniques induite par la baisse de température de traitement tend à rendre la matrice austénitique plus difficile à

déformer plastiquement. Comparée aux résultats obtenus à température ambiante, la dureté alors atteinte en sous-couche se retrouve diminuée comme il l'a été constaté sur l'alliage 310S très stable. D'autre part, la baisse de température de traitement facilite la transformation de phase martensitique dans les alliages métastables par une augmentation de la force motrice chimique de transformation, comme ce fut le cas au sein de l'alliage 304L. Dans ce cas, une augmentation notable de la dureté de sous-couche est possible par la formation de taux de martensite α' plus important. De part la baisse de température, une transformation martensitique assistée par la contrainte peut être activée en sous-couche permettant un durcissement en profondeur des échantillons traités sous condition cryogénique.

Au sein des deux alliages étudiés, la diminution de la température permet de limiter la restauration dynamique due aux taux et vitesses de déformation importants. Il en résulte la création d'une couche ultrafine possédant une taille de grain nettement plus faible, inférieure à 100 nm en extrême surface, par rapport aux structures obtenues à température ambiante. Cette propriété permet une hausse importante de la dureté d'extrême surface de l'alliage 310S.

Un traitement de grenaillage ultrasonique réalisé sous condition cryogénique sera donc adapté au durcissement de surface d'alliages hautement stables et sera retenu pour un durcissement en profondeur d'alliages métastables ayant des températures de transformation martensitique très basses.

Influences des paramètres de traitement sur les structures austénitiques métastables

Le traitement de grenaillage ultrasonique est un traitement de surface mécanique possédant de nombreux paramètres de traitement. Afin de connaitre l'influence de ces paramètres de traitement sur les microstructures de déformations; l'amplitude de vibration, la durée et la température de traitement ont été sélectionnées comme variable d'étude pour une analyse paramétrique du traitement sur deux aciers inoxydables austénitiques métastables de types 304L et 316L.

Afin de décrire les microstructures induites en fonction des paramètres de traitement, un outil simple de post-traitement de carte EBSD a été utilisés afin de calculer les gradients de composition de phases le long des couches durcies. De manière cohérente, une baisse de température entraîne des fractions de martensite α' plus importantes. L'utilisation de températures cryogéniques permet principalement de renforcer la surface lors des premières minutes de traitement. Il en résulte une baisse de rugosité importante des échantillons traités sous conditions cryogéniques. Si la durée de traitement est prolongée, un durcissement en profondeur notable peut être obtenu grâce à la transformation de phase martensitique facilitée sous basse température. Néanmoins, si la température et/ou le taux de déformation ne sont pas suffisants pour former des fractions de martensite α' suffisantes en sous-couche, une baisse de dureté sera induite. De manière intéressante, les distributions de martensite α' présentent dans certains cas un maximum localisé en profondeur, sous-la surface traitée. Cette tendance a été attribuée aux efforts de cisaillement générés lors d'interactions sphère/plan entre les billes de traitement et la surface de l'échantillon.
En comparant l'alliage 316L à l'alliage 304L, moins stable, il est ressorti que la température de déformation doit être judicieusement sélectionnée en fonction de la stabilité de l'alliage afin de minimiser la baisse de dureté de sous-couche et la réduction d'épaisseur de la couche affectée.

Modifications des propriétés mécaniques par grenaillage ultrasonique cryogénique

Les comportements mécaniques ont été caractérisés à l'aide d'éprouvettes de 304L et de 316L grenaillées à température ambiante et sous condition cryogénique. Deux états de matières ont été utilisés, à savoir un état recristallisé et un état écroui.
Un traitement de grenaillage ultrasonique cryogénique permet de produire des fractions de martensite α' plus importantes en surface, augmentant ainsi la dureté par rapport à un traitement réalisé à température ambiante. A l'instar des échantillons plats, une baisse d'épaisseur de la couche affectée est systématiquement associée à l'utilisation de basses

températures, la profondeur écrouie passe alors de ~500 µm à ~400 µm pour les alliages recristallisés. Cet effet n'a pas été observé sur les matériaux écrouis.
La présence de quantités plus importantes de martensite α' en surface a permit d'augmenter la résistance des éprouvettes sous traction uniaxiale monotone, particulièrement sur les éprouvettes recristallisées. Cependant, aucune amélioration notable liée à un traitement cryogénique n'a été observée en fatigue par flexion rotative par rapport aux éprouvettes traitées à température ambiante. Après cyclage, la grande majorité des éprouvettes a montré des amorces uniques ou multiples localisées en surface et une seule éprouvette a montré une amorce unique en sous couche. Ceci montre que la forte rugosité, pourtant réduite sous condition cryogénique, agit comme des concentrateurs de contraintes à la surface des éprouvettes. Lorsque les défauts de surface ne permettent pas à l'amorce d'intervenir en surface, celle-ci est repoussée en sous-couche grâce à la présence d'un gradient de contraintes résiduelles de compression. Il a été montré que cette amorce était localisée à 390 µm représentant l'épaisseur de la couche affectée. A cette profondeur, le matériau était sollicité à une contrainte supérieure à la limite d'endurance du matériau non traité.

En conclusion, un durcissement de profondeur efficace est accessible en utilisant des températures cryogéniques sur des aciers inoxydables austénitiques métastables. Afin d'optimiser ce durcissement, la température de déformation doit être adaptée à la stabilité de l'alliage traité pour déclencher une transformation assistée par la contrainte $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$ en profondeur. Il est alors possible d'augmenter la durée de vie en fatigue de pièce mécanique en comparaison d'un traitement réalisé à température ambiante à condition que la durée de grenaillage sélectionnée soit assez longue pour diminuer suffisamment la rugosité de surface.

RECOMMANDATIONS

Les analyses microstructurales réalisées sur les échantillons plats grenaillés ont permis de montrer qu'un changement des mécanismes de transformation était introduit par la baisse de température de traitement. Une étude statistique des variants a notamment été utilisée afin de préciser la nature de la transformation en sous-couche. Il serait dès lors intéressant d'effectuer ce genre d'analyse à différentes profondeurs afin d'étoffer la description de la transformation de phase martensitique générée par déformation. Une étude liant l'orientation de chaque grain avec un tenseur de chargement typique du grenaillage permettrait, d'une part, de lier chaque variant à un repère échantillon macroscopique et, d'autre part, d'étudier si les proportions des différents variants dépendent principalement des sollicitations générées et/ou de la température. Les résultats pourraient par la suite être comparés à des mesures de texture par DRX pour validation. Il serait aussi nécessaire d'améliorer la quantification des gradients de phase EBSD le long des couches affectées en réalisant des acquisitions à différentes localisations dans l'échantillon et, si possible, utiliser un grossissement plus important (demandant l'acquisition de plus de cartes), afin d'améliorer la résolution spatiale.

Concernant l'étude en fatigue, l'inconvénient majeur fut la quantité limitée des échantillons disponibles, à hauteur de 4 à 5 éprouvettes par condition. Il serait donc avantageux de pouvoir produire des quantités plus importantes d'échantillons afin de réaliser une analyse statistique du comportement mécanique des éprouvettes traitées par grenaillage ultrasonique cryogénique.

Concernant l'amélioration potentielle du comportement en fatigue, il serait très intéressant d'éliminer la forte rugosité induite en surface des éprouvettes traitées (par polissage où rectification) afin de limiter l'amorçage en surface et ainsi augmenter la durée de vie atteinte. D'après le calcul du temps d'exposition des éprouvettes cylindriques au traitement, augmenter le temps de grenaillage devra aussi être considéré pour améliorer les performances en fatigue. Une étude portant sur l'évaluation des propriétés mécaniques en fonction de la distance à la surface traitée par méthode d'homogénéisation permettrait de mieux comprendre le rôle de la couche durcie vis-à-vis du cœur du matériau et de mieux cerner les mécanismes d'amorçage.

Il serait aussi intéressant d'inclure des mesures de durcissement/adoucissement cyclique lors de sollicitons en fatigue traction/compression (R = -1) afin de d'étoffer cette thématique.

ANNEXE I

ETUDE DE LA DISTRIBUTION DES VARIANTS MARTENSITIQUES PAR ANALYSES DES FIGURES DE PÔLES EBSD

L'outil EBSD permet d'étudier la formation des variants martensitiques en dissociant les variants produits pour chaque plan dense $\{111\}_\gamma$. En utilisant les Figures De Pôles (FDPs) associées à la martensite α' au sein d'un grain, il est possible d'avoir accès à des pôles singuliers, non recouverts par les pôles d'autres variants, et ainsi obtenir une estimation de la fraction représentée par chacun des variants.

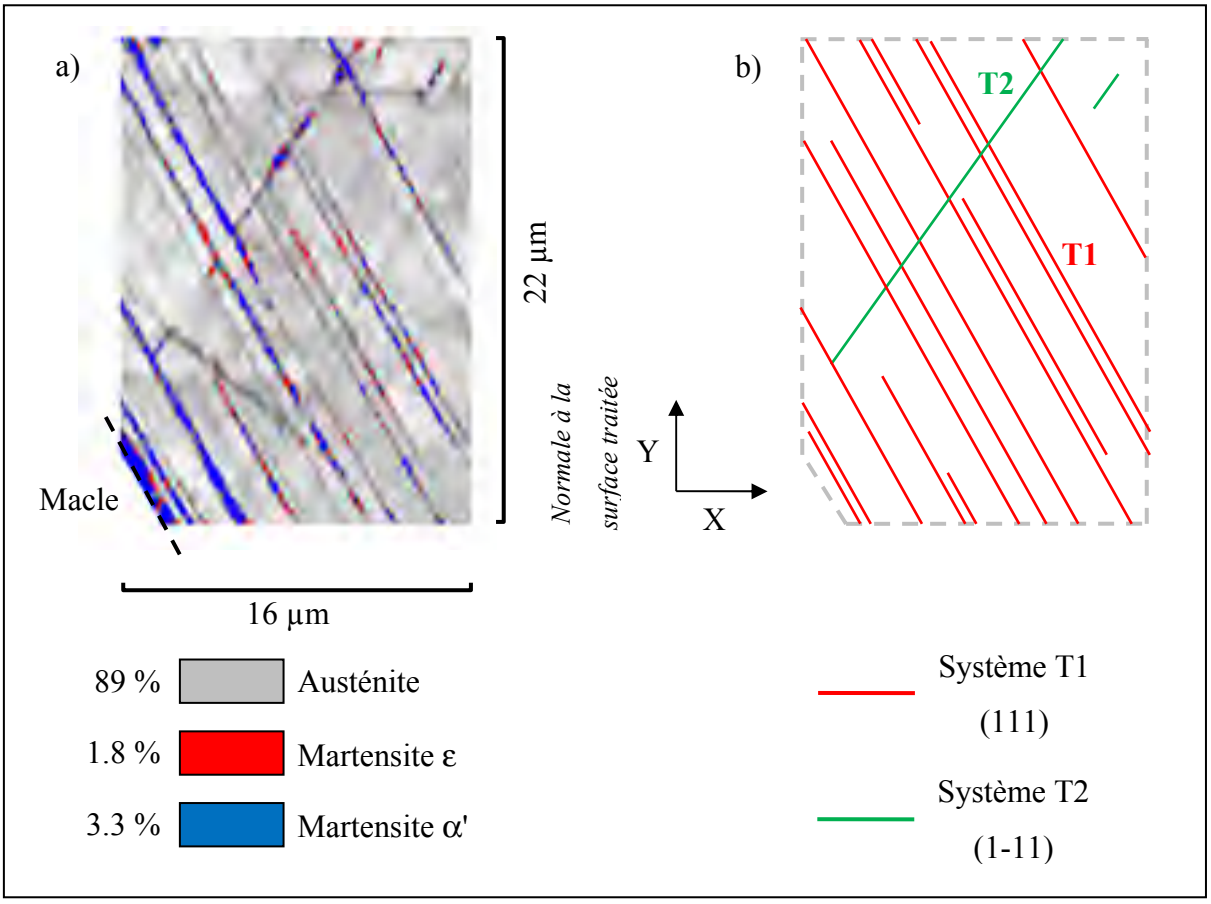


Figure A.I.1 Zone utilisée pour l'étude de la séquence de transformation γ → ε → α' et représentée par la zone en pointillée en Figure 1.12 du Chapitre 3 obtenue sur l'échantillon de 304L traité avec une amplitude de 40 µm durant 20 min à température cryogénique

La Figure A.I.1a présente le sous ensemble utilisé, tiré de la carte d'orientation présentée en Figure 1.12 du Chapitre 3 et associée à une schématisation de la structure observée (Figure A.I.1b) pour l'échantillon traité avec une amplitude de 40 µm durant 20 min sous température cryogénique. L'austénite est représentée en contraste de bande, la martensite α' en couleur bleue et la martensite ε en couleur rouge. Le grain d'austénite sélectionné possède une orientation cube sur pointe, c'est-à-dire avec une direction <110> parallèle à la normale de la surface traitée, et définie par les angles d'Euler (35°, 35.5°, 138.8°) dans le repère échantillon (Figure A.I.2a). Les quantités de chaque phase présentes dans la zone observée sont précisées dans le coin inférieur gauche. L'austénite est présente en grande majorité (89%), la martensite ε est présente à hauteur de 1.8 % et la martensite α' à 3.3% (les 5.9 % manquants représentant la fraction des points non indexés).

Deux systèmes de déformation {111} sont observables dans cette zone sous la forme de bandes au sein de la matrice mère austénitique. Ces bandes contiennent une structure alternant martensite α' et ε et sont schématisées dans la partie droite de la Figure A.I.1b par deux séries de droites parallèles. Le système (111), majoritairement activé est défini par "T1" et le second (1-11) par "T2". La Figure A.I.1b représente la FDP des familles de plans {00.2} et {11.0} de la martensite ε détectée dans la zone sélectionnée en Figure A.I.1. La famille {00.2} présente deux pôles liés aux systèmes T1 et T2 sur les quatre possibles, suggérant une sélection de variant lors de la transformation $\gamma \rightarrow \varepsilon$. La Figure A.I.1c définie par la les FDP des familles de plans {111} et {110} de la martensite α' associées aux pôles des systèmes T1 et T2. On y retrouve plusieurs pôles distribués sur des arcs de cercle correspondant aux différents variants de martensite produit durant la transformation de la phase ε. Afin de savoir si les fractions des différents variants de martensite α' générés à partir de la martensite ε sont équivalentes, une quantification de ces derniers a été réalisée à partir des FDP en Figure A.I.2c. Pour ce faire, seuls les variants appartenant au système de déformation T1 seront considérés afin de simplifier l'analyse et de considérer un grand nombre de variants martensitiques.

La Figure A.I.3 représente les FPD expérimentales et théoriques des variants de martensite α' provenant du système T1. Les deux représentations sont comparables, décrivant toutes des positions de pôles de variants similaires. Néanmoins les intensités de ces derniers sont très

différentes, reflétant la présence d'une sélection de variant. Les 6 variants sont ici présents et sont désignés par V1, V2, V3, V4, V5 et V6.

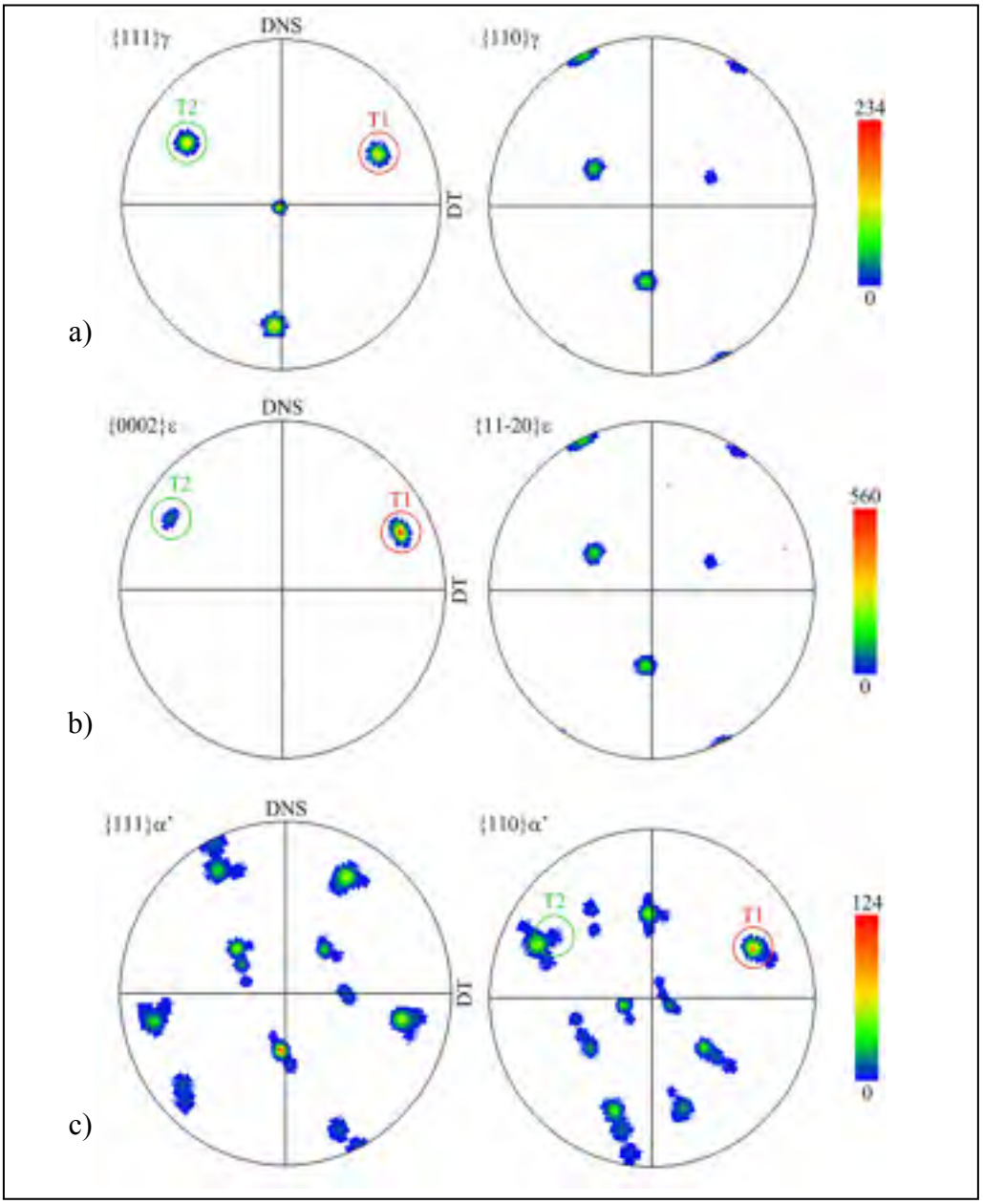


Figure A.I.2 Figures de pôles a) de l'austénite, b) de la martensite ε et c) de la martensite α' dans la transformation martensitique au sein de la zone sélectionnée dans l'échantillon de 304L traité avec une amplitude de 40 µm durant 20 min à température cryogénique. Les directions utilisées dans les FDP représentent respectivement les Directions Normales à la Surface traitée (DNS) et les Directions Transverses (DT)

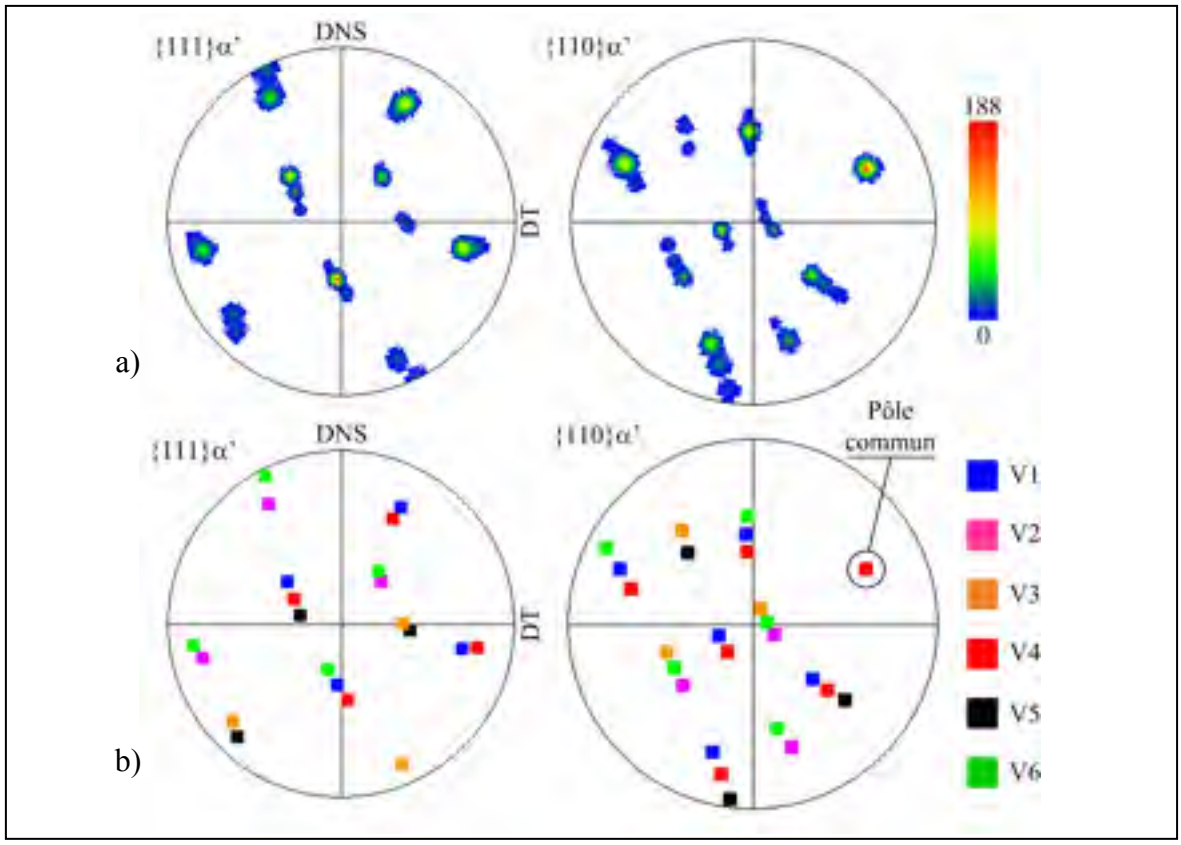


Figure A.I.3 Figures de pôles a) expérimentale du système T1 et b) théorique des variants de martensite selon une orientation de l'austénite de (35,0° - 35,5° - 138,8°) α' reliées au système de déformation T1

Les fractions de chaque variant obtenues sont résumées dans le Tableau A.I.1 ainsi que la nature de chaque variant dans le repère cristallin et leurs orientations dans le repère échantillon suivant le code couleur utilisé dans la Figure A.I.3b. D'après les quantifications obtenues, une sélection de variant favorisant les variants V1 et V2 intervient suite à une transformation de phase $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$ puisqu'ils représentent à eux seuls 71% des variants formés alors que les fractions des autres ne dépassent pas 9 %. Il est intéressant de noter que les variants ayant des proportions comparables sont désorientés de 60° entre eux (accolades dans le Tableau A.I.1) et sont dits auto-accommodants [Jonas, He et Langelaan - 2014]. Ce phénomène est directement lié à l'accommodation de la déformation de transformation par la martensite α' qui maclera pour minimiser l'énergie du système.

Tableau A.I.1 Définitions et proportions des 6 variants appartenant au système de déformation T1. Les accolades lient les variants auto-accommodants entre eux

Plan et direction de transformation		**Désignation**	**Angle d'Euler [°]**			**Proportion FDP [%]**
			Φ1	**φ**	**Φ2**	
$(111)_\gamma$	$[10\bar{1}]_\gamma$	**V1**	25.26	87.29	156.84	**46**
	$[\bar{1}10]_\gamma$	**V2**	248.40	30.86	88.58	**25**
	$[0\bar{1}1]_\gamma$	**V3**	170.34	145.75	273.68	**9**
	$[\bar{1}01]_\gamma$	**V4**	29.19	97.06	336.99	**9**
	$[1\bar{1}0]_\gamma$	**V5**	180.59	137.35	101.74	**7**
	$[01\bar{1}]_\gamma$	**V6**	236.20	38.80	278.63	**4**

Cette analyse n'a pas été retenue par la suite car elle présente les inconvénients d'être très locale et appliquée sur un grain à la fois. Une autre méthode, basée sur la reconstruction des microstructures, a donc été utilisée pour détailler les phénomènes de sélection de variant dans le corps principal de ce document. C'est deux méthodes ont néanmoins été comparées pour savoir si des résultats comparables étaient obtenus.

La Figure A.I.4a représente le sous-ensemble sélectionné pour réaliser la comparaison ainsi que la carte reconstruite et les variants utilisés. Les colorations utilisées dans la carte reconstruite et celle contenant les variants sont aléatoires afin de distinguer clairement les domaines utilisés pour l'association variants / parent. Les résultats sont donnés dans les graphiques en-dessous représentant les fractions des systèmes activés (Figure A.I.4b) et les fractions des variants activés pour chaque système (Figure A.I.4c). Ces résultats sont comparés à ceux obtenus avec la méthode des FDP, représentée par les colonnes à bords noirs.

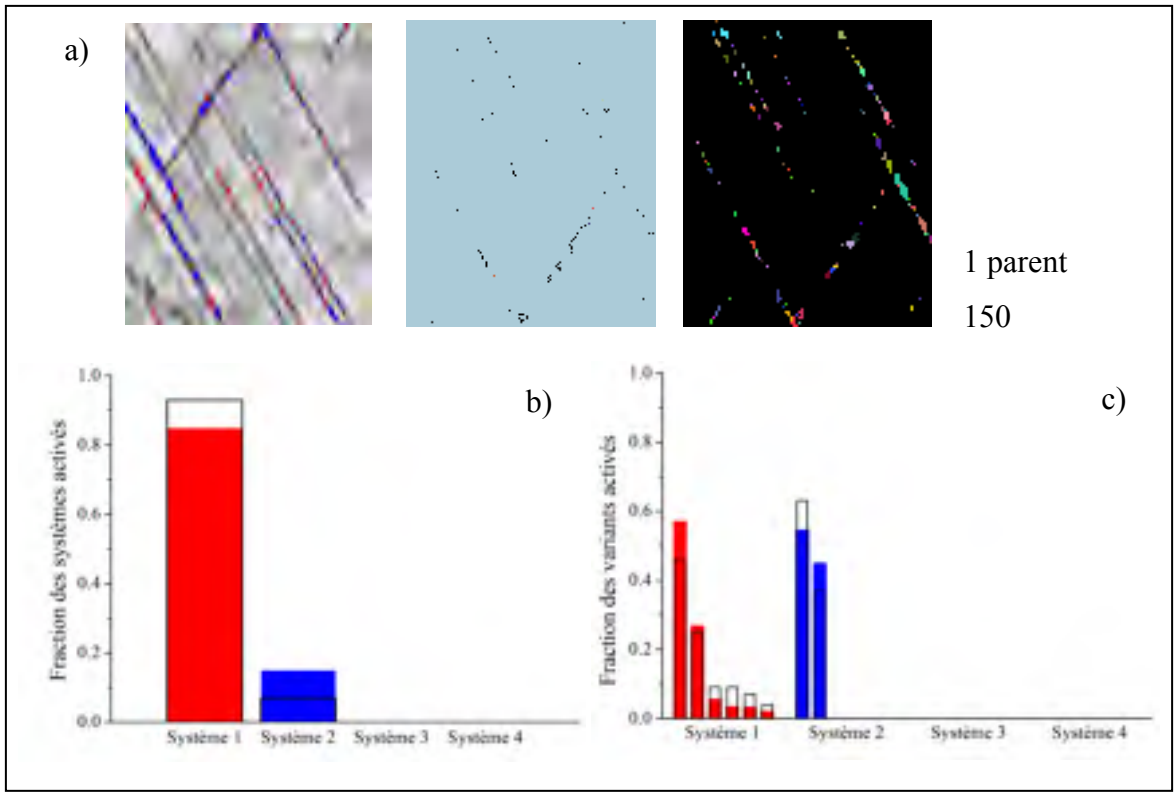


Figure A.I.4 a) Sous-ensemble utilisé pour la validation de l'analyse de variant par reconstruction, b) distributions des fractions moyennes de variants et c) distribution des fractions moyennes des variants. Les colonnes de couleur représentent la méthode par reconstruction et les colonnes à bords noirs les résultats obtenus avec la méthode des FDP présentée précédemment

Les deux méthodes donnent des tendances comparables avec deux systèmes de déformation représentés, dont un majoritairement représenté (~90 %), ce qui est en accord avec les acquisitions EBSD (Figure A.I.1a et Figure A.I.4a). La même observation peut être réalisée sur la distribution des fractions de variants considérant que les deux méthodes décrivent la formation des six variants possibles dans le système T1 et de deux dans le système T2. Les fractions au sein de chaque système sont aussi comparables avec deux variants majoritairement représentés.

Les deux méthodes amènent toutefois à des valeurs de fractions légèrement différentes. Ces variations s'expliquent, d'une part, par le fait que le sous-ensemble sélectionné pour la méthode de reconstruction est quelque peu différent de celui utilisé pour la méthode des FDPs car le logiciel de reconstruction ne permet pas la gestion de sous-ensembles non

parallélépipédiques, rendant impossible d'enlever la macle (présente dans le coin inférieur gauche de la Figure A.I.1a) par suppression des points d'acquisition. D'autre part, la reconstruction nécessite une augmentation de la taille des domaines afin que les phases soient en contact pour décrire des relations d'orientation. Cependant les tendances similaires observées et les valeurs de fractions comparables ont permit de valider la méthode de reconstruction. Cette dernière présente l'avantage d'être gérée entièrement par des logiciels informatiques (sans étape de traitement manuelle comme pour la méthode des FDPs) et de pouvoir être appliquée sur des cartes EBSD entière pouvant contenir plusieurs dizaines de millier de variants. Elle a donc été retenue pour l'étude de la sélection de variant présentée dans le corps principal de ce document en Chapitre III.

ANNEXE II

CODE PYTHON ULTILISÉ DANS LE CALCUL DES FRACTIONS DE PHASES DEPUIS UNE CARTE EBSD

```
# -* coding: utf-8 -*-
# imports modules
from PIL import Image
import time
# define colors
red = (255,0,0)
blue = (0,0,255)
green = (0,255,0)
yellow = (255,255,0)
white = (255,255,255)
black = (0,0,0)
name = "my_EBSD_map"
im = Image.open(name +".tif")
# Get tuple for each pixel
data = list(im.getdata())
# get image size
size = im.size
width = size[0]
length = size[1]
pxnb = width*length
# attribute color by phase
martensitealphacolor = blue
austenitecolor = red
noindexcolor = white
# create empty lists
txmartensitealpha = list()
txaustenite = list()
txnoindex = list()
depth = list()
# fill depth list
step = 1
for h in range(length):
    h = h * step
    depth.append(h) # Depth in µm
# count pixel by phase
mini = 0
maxi = width
for i in range(length):
    austenitecount = 0
    martensitealphacount = 0
    noindexcount = 0
```

```
    for j in range(mini,maxi):
        if data[j] == austenitecolor:
            austenitecount += 1
        elif data[j] == martensitealphacolor:
            martensitealphacount += 1
        elif data[j] != austenitecolor and data[j] != martensitealphacolor:
            noindexcount += 1

    # fraction calculations
    tauxA = float(austenitecount) / width * 100
    tauxMalpha = float(martensitealphacount) / width * 100
    tauxNoInd = 100 - (float(noindexcount) / width * 100)

    # fill phase lists
    txaustenite.append(float(round(tauxA,2)))
    txmartensitealpha.append(float(round(tauxMalpha,2)))
    txnoindex.append(float(round(tauxNoInd,2)))
# create text file
results = file(name + " Results.txt","w")
# get actual date
today = time.strftime("%d/%m/%y, %H:%M",time.localtime())
results.write(today+"\n"+name+"\n\n"\
    +"Depth [um]\tTx Index\tTx austenite [%]\tTx marteniste alpha [%]\n")
# write in text file
for n in range(length):
    results.write(str(depth[n])+"\t"+str(txnoindex[n])+"\t"+str(txaustenite[n])+"\t"+\
    str(txmartensitealpha[n])+"\n")
# close text file
results.close()
```

LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Allain, S, J Chateau, O Bouaziz, S Migot et N Guelton. 2004. « Correlations between the calculated stacking fault energy and the plasticity mechanisms in Fe – Mn – C alloys ». vol. 389, p. 158-162.

Amiri, M. et M. M. Khonsari. 2010. « Rapid determination of fatigue failure based on temperature evolution: Fully reversed bending load ». *International Journal of Fatigue*, vol. 32, nº 2, p. 382-389.

Angel, T. 1954. « Formation of martensite in austenic stainless steels, effects of deformation, temperature and composition. » *J. Iron Steel Inst.*, p. 165-175.

Arifvianto, B., Suyitno, M. Mahardika, P. Dewo, P.T. Iswanto et U.A. Salim. 2011. « Effect of surface mechanical attrition treatment (SMAT) on microhardness, surface roughness and wettability of AISI 316L ». *Materials Chemistry and Physics*, vol. 125, nº 3, p. 418-426.

ASTM 91A. 1963. « A guide for fatigue testing and the statistical analysis of fatigue data ». In *ASTM Special Technical Publication No. 91-A*.

Azadmanjiri, Jalal, Christopher C. Berndt, Ajay Kapoor et Cuie Wen. 2015. « Development of Surface Nano-Crystallization in Alloys by Surface Mechanical Attrition Treatment (SMAT) ». *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*, vol. 40, nº 3, p. 164-181.

Azushima, A, R Kopp, A Korhonen, D Y Yang, F Micari, G D Lahoti, P Groche, J Yanagimoto, N Tsuji, A Rosochowski et A Yanagida. 2008. « CIRP Annals - Manufacturing Technology Severe plastic deformation (SPD) processes for metals ». vol. 57, p. 716-735.

Badreddine, Jawad, Emmanuelle Rouhaud, Matthieu Micoulaut et Sebastien Remy. 2014. « Simulation of shot dynamics for ultrasonic shot peening: Effects of process parameters ». *International Journal of Mechanical Sciences*, vol. 82, p. 179-190.

Bagherifard, S., I. Fernadez-Pariente, R. Ghelichi et M. Guagliano. 2012. « Fatigue behavior of notched steel specimens with nanocrystallized surface obtained by severe shot peening ». *Materials and Design*, vol. 45, p. 497-503.

Bagherifard, Sara et Mario Guagliano. 2012. « Fatigue behavior of a low-alloy steel with nanostructured surface obtained by severe shot peening ». *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 81, p. 56-68.

Bagherifard, Sara, Sebastian Slawik, Inés Fernández-Pariente, Christoph Pauly, Frank Mücklich et Mario Guagliano. 2016. « Nanoscale surface modification of AISI 316L stainless steel by severe shot peening ». *Materials & Design*, vol. 102, p. 68-77.

Bahl, Sumit, Satyam Suwas, Tamàs Ungàr et Kaushik Chatterjee. 2017. « Elucidating microstructural evolution and strengthening mechanisms in nanocrystalline surface induced by surface mechanical attrition treatment of stainless steel ». *Acta Materialia*, vol. 122, p. 138-151.

Bain, E. et N. Dunkirk. 1924. « The nature of martensite ». *Trans.*

Balusamy, T., T.S.N. Sankara Narayanan, K. Ravichandran, Il Song Park et Min Ho Lee. 2013. « Plasma nitriding of AISI 304 stainless steel: Role of surface mechanical attrition treatment ». *Materials Characterization*, vol. 85, p. 38-47.

Barbier, D., N. Gey, S. Allain, N. Bozzolo et M. Humbert. 2009. « Analysis of the tensile behavior of a TWIP steel based on the texture and microstructure evolutions ». *Materials Science and Engineering A*, vol. 500, nº 1-2, p. 196-206.

Barbier, D., N. Gey, N. Bozzolo, S. Allain et M. Humbert. 2009. « EBSD for analysing the twinning microstructure in fine-grained TWIP steels and its influence on work hardening ». *Journal of Microscopy*, vol. 235, nº 1, p. 67-78.

Blonde, Romain, Hoi Lam Chan, Nathalie Allain-Bonasso, Bernard Bolle, Thierry Grosdidier et Jian Lu. 2010. « Evolution of texture and microstructure in pulsed electro-deposited Cu treated by Surface Mechanical Attrition Treatment (SMAT) ». *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 504, p. 410-413.

Bouaziz, O., S. Allain et C. Scott. 2008. « Effect of grain and twin boundaries on the hardening mechanisms of twinning-induced plasticity steels ». *Scripta Materialia*, vol. 58, nº 6, p. 484-487.

Bridgman, P.W. 1935. « Effects of high shearing stress combined with high hydrostatic pressure ». *Phys. Rev.*, vol. 48, nº 10, p. 825-847.

Cai, Baozhuang, Xiaolong Ma, Jordan Moering, Hao Zhou, Xincheng Yang et Xinkun Zhu. 2015. « Enhanced mechanical properties in Cu–Zn alloys with a gradient structure by surface mechanical attrition treatment at cryogenic temperature ». *Materials Science and Engineering: A*, vol. 626, p. 144-149.

Champaigne, Jack. 2001. « Shot Peening Overview ».

Chan, H.L., H.H. Ruan, A.Y. Chen et J. Lu. 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*, vol. 58, nº 15, p. 5086-5096.

Chatterjee, Arnomitra, Garima Sharma, A. Sarkar, J. B. Singh et J. K. Chakravartty. 2012. « A study on cryogenic temperature ECAP on the microstructure and mechanical properties of Al-Mg alloy ». *Materials Science and Engineering A*, vol. 556, p. 653-657.

Chemkhi, M., D. Retraint, A. Roos, C. Garnier, L. Waltz, C. Demangel et G. Proust. 2013. « The effect of surface mechanical attrition treatment on low temperature plasma nitriding of an austenitic stainless steel ». *Surface and Coatings Technology*, vol. 221, p. 191-195.

Chen, A. Y., S. S. Shi, H. L. Tian, H. H. Ruan, X. Li, D. Pan et J. Lu. 2014. « Effect of warm deformation on microstructure and mechanical properties of a layered and nanostructured 304 stainless steel ». *Materials Science and Engineering A*, vol. 595, p. 34-42.

Chen, A.Y., H.H. Ruan, J. Wang, H.L. Chan, Q. Wang, Q. Li et J. Lu. 2011. « The influence of strain rate on the microstructure transition of 304 stainless steel ». *Acta Materialia*, vol. 59, nº 9, p. 3697-3709.

Chen, X.H., J. Lu, L. Lu et K. Lu. 2005. « Tensile properties of a nanocrystalline 316L austenitic stainless steel ». *Scripta Materialia*, vol. 52, nº 10, p. 1039-1044.

Cullity. 1956. *Element of X-Ray diffraction*.

Curtze, S et V Kuokkala. 2010. « Dependence of tensile deformation behavior of TWIP steels on stacking fault energy , temperature and strain rate ». *Acta Materialia*, vol. 58, nº 15, p. 5129-5141.

Dai, K., J. Villegas, Z. Stone et L. Shaw. 2004. « Finite element modeling of the surface roughness of 5052 Al alloy subjected to a surface severe plastic deformation process ». *Acta Materialia*, vol. 52, p. 5771-5782.

Darling, K. A., M. A. Tschopp, A.J. Roberts, J.P. Ligda et L.J. Kecskes. 2013. « Enhancing grain refinement in polycrystalline materials using surface mechanical attrition treatment at cryogenic temperatures ». *Scripta Materialia*, vol. 69, nº 6, p. 461-464.

Datta, K., R. Delhez, P. M. Bronsveld, J. Beyer, H. J M Geijselaers et J. Post. 2009. « A low-temperature study to examine the role of ??-martensite during strain-induced transformations in metastable austenitic stainless steels ». *Acta Materialia*, vol. 57, nº 11, p. 3321-3326.

Delosrios, E, A Walley, M Milan et G Hammersley. 1995. « Fatigue Crack Initiation and Propagation on Shot-peened Surfaces in A316 Stainless Steel ». *International Journal of Fatigue*, vol. 17, nº 7, p. 493-499.

Edalati, Kaveh, Jorge M. Cubero-Sesin, Ali Alhamidi, Intan Fadhlina Mohamed et Zenji Horita. 2014. « Influence of severe plastic deformation at cryogenic temperature on grain refinement and softening of pure metals: Investigation using high-pressure torsion ». *Materials Science and Engineering A*, vol. 613, p. 103-110.

Edalati, Kaveh et Zenji Horita. 2011. « High-pressure torsion of pure metals: Influence of atomic bond parameters and stacking fault energy on grain size and correlation with hardness ». *Acta Materialia*, vol. 59, nº 17, p. 6831-6836.

Edalati, Kaveh et Zenji Horita. 2016. « A review on high-pressure torsion (HPT) from 1935 to 1988 ». *Materials Science and Engineering A*, vol. 652, p. 325-352.

Eichelman, GH et FC Hull. 1953. « The effect of composition on the temperature of spontaneous transformation of austenite to martensite in 18-8 type stainless steel ». *Trans. ASM*, vol. 104, p. 45-77.

Estrin, Y. et A. Vinogradov. 2013. « Extreme grain refinement by severe plastic deformation: A wealth of challenging science ». *Acta Materialia*, vol. 61, nº 3, p. 782-817.

Fujita, Hiroshi et Tetsuya Katayama. 1992. « In-situ observation of strain-induced γ-ε-α' and γ-α' martensitic transformations in Fe-Cr-Ni alloys ». *Materials Transactions JIM*, vol. 33, nº 3, p. 243-252.

Gallagher, P C J. 1970. « The Influence of Alloying , Temperature , and Related Effects on the Stacking Fault Energy ». vol. 1, p. 2429-2461.

Gatey, Atul M., Santosh S. Hosmani, Carlos A. Figueroa, Shashi B. Arya et Rajkumar P. Singh. 2016. « Role of surface mechanical attrition treatment and chemical etching on plasma nitriding behavior of AISI 304L steel ». *Surface and Coatings Technology*, vol. 304, p. 413-424.

Germain, L., N. Gey, R. Mercier, P. Blaineau et M. Humbert. 2012. « An advanced approach to reconstructing parent orientation maps in the case of approximate orientation relations: Application to steels ». *Acta Materialia*, vol. 60, nº 11, p. 4551-4562.

Gladman, T, J Hammond et FW Marsh. 1974. « Austenitic stainless steels for cold forming ». *S. Met. Ind.*, vol. 24, p. 219-239.

Grässel, O., L. Krüger, G. Frommeyer et L. W. Meyer. 2000. « High strength Fe-Mn-(Al, Si) TRIP/TWIP steels development - properties - application ». *International journal of plasticity*, vol. 16, nº 10, p. 1391-1409.

Greninger, A.B. et A.R. Troiano. 1949. « The mechanism of martensite formation ». *Metals Trans.*, vol. 185.

Grosdidier, Thierry, Gang Ji et Sébastien Launois. 2007. « Processing dense hetero-nanostructured metallic materials by spark plasma sintering ». *Scripta Materialia*, vol. 57, nº 6, p. 525-528.

Hertz, H. 1896. « Miscellaneous papers ». *London: Macmillan*, p. 146.

Horiuchi, T, R Ogawa, M Shimada, S Tone, M Yamaga et Y Kasamatsu. 1982. « Mechanical properties of high manganese steels at cryogenic temperatures ». *Advances in Cryogenic Engineering Materials*, p. 93-103.

Huang, H. W., Z. B. Wang, J. Lu et K. Lu. 2015. « Fatigue behaviors of AISI 316L stainless steel with a gradient nanostructured surface layer ». *Acta Materialia*, vol. 87, p. 150-160.

Johnson, K.L. 1985. *Contact mechanics*. Cambridge University Press, 362 p.

Jonas, John J, Youliang He et Gijs Langelaan. 2014. « The rotation axes and angles involved in the formation of self-accommodating plates of Widmanstätten ferrite ». *Acta Materialia*, nº 72, p. 13-21.

Kelly, P.M. 1965. « The martensite transformation in steels with low stacking fault energy ». *Acta Metallurgica*, vol. 13, nº 6, p. 635-646.

Kleber, X. et S. Pirfo Barroso. 2010. « Investigation of shot-peened austenitic stainless steel 304L by means of magnetic Barkhausen noise ». *Materials Science and Engineering A*, vol. 527, nº 21-22, p. 6046-6052.

Kobayashi, M, T Matsui et Y Murakami. 1998. « Mechanism of creation of compressive residual stress by shot peening ». *International Journal of Fatigue*, vol. 20, nº 5, p. 351-357.

Konkova, T., S. Mironov, A. Korznikov et S. L. Semiatin. 2010a. « Microstructural response of pure copper to cryogenic rolling ». *Acta Materialia*, vol. 58, nº 16, p. 5262-5273.

Konkova, T., S. Mironov, A. Korznikov et S. L. Semiatin. 2010b. « Microstructure instability in cryogenically deformed copper ». *Scripta Materialia*, vol. 63, nº 9, p. 921-924.

Kurdjumow, V. G et G Sachs. 1930. « Über den Mechanismus der Stahlhärtung ». *Zeitschrift für Physik*, vol. 64, nº 5-6, p. 325-343.

Lacombe, P., B. Baroux et G. Beranger. 1990. *Les aciers inoxydables*.

Lecroise, F et A Pineau. 1972. « Martensitic Transformations Induced By Plastic-Deformation in Fe-Ni-Cr-C System ». *Metallurgical Transactions*, vol. 3, p. 387-396.

Lee, Woei-Shyan et Chi-Feng Lin. 2001. « Impact properties and microstructure evolution of 304L stainless steel ». *Materials Science and Engineering: A*, vol. 308, nº 1-2, p. 124-135.

Li, N., Y. D. Wang, W. J. Liu, Z. N. An, J. P. Liu, R. Su, J. Li et P. K. Liaw. 2014. « In situ X-ray microdiffraction study of deformation-induced phase transformation in 304 austenitic stainless steel ». *Acta Materialia*, vol. 64, p. 12-23.

Li, W. L., N. R. Tao et K. Lu. 2008. « Fabrication of a gradient nano-micro-structured surface layer on bulk copper by means of a surface mechanical grinding treatment ». *Scripta Materialia*, vol. 59, nº 5, p. 546-549.

Li, Yang, Lifeng Hou, Yinghui Wei, Huan Wei et Yang Cheng. 2017. « Enhancement of siliconizing behaviors in pure iron induced by surface mechanical attrition treatment ». *Surface and Coatings Technology*, vol. 309, p. 462-470.

Lin, Yimin, Jian Lu, Liping Wang, Tao Xu et Qunji Xue. 2006. « Surface nanocrystallization by surface mechanical attrition treatment and its effect on structure and properties of plasma nitrided AISI 321 stainless steel ». *Acta Materialia*, vol. 54, nº 20, p. 5599-5605.

Lipski, Adam. 2016. « Rapid Determination of the S - N Curve for Steel by means of the Thermographic Method ». *Advances in Materials Science and Engineering*, p. 1-9.

Liu, Tao, Lionel Germain, Julien Teixeira, Elisabeth Aeby-Gautier et Nathalie Gey. 2017. « Hierarchical criteria to promote fast and selective αGB precipitation at β grain boundaries in β-metastable Ti-alloys ». *Acta Materialia*.

Lu, K. et N. Hansen. 2009. « Structural refinement and deformation mechanisms in nanostructured metals ». *Scripta Materialia*, vol. 60, nº 12, p. 1033-1038.

Lu, K. et J. Lu. 2004. « Nanostructured surface layer on metallic materials induced by surface mechanical attrition treatment ». *Materials Science and Engineering: A*, vol. 375-377, p. 38-45.

Lu, L, X Chen, X Huang et K Lu. 2009. « Revealing the maximum strength in nanotwinned copper. » *Science (New York, N.Y.)*, vol. 323, nº 5914, p. 607-610.

Luo, Wei, Hailong Gong, Qiming Wang, Jiangxu Lu et Mi Yan. 2015. « Effect of cryogenic impact deformation and subsequent annealing on microstructure and microhardness of pure copper ». *Materials Letters*, vol. 157, p. 315-317.

Lutterotti, L., M. Bortolotti, G. Ischia, I. Lonardelli et H.-R. Wenk. 2007. « Rietveld texture analysis from diffraction images ». *Z. Kristallogr., Suppl.*, vol. 26, p. 125-130.

Maitland, Tim et Scott Sitzman. 2007. « Electron Backscatter Diffraction (EBSD) Technique and Materials Characterization Examples ». *Berlin: Springer*, vol. 14.

Man, Jiří, Ivo Kuběna, Marek Smaga, Ondřej Man, Antti Järvenpää, Anja Weidner, Zdeněk Chlup et Jaroslav Polák. 2016. « Microstructural changes during deformation of AISI 300 grade austenitic stainless steels: Impact of chemical heterogeneity ». *Procedia Structural Integrity*, vol. 2, p. 2299-2306.

Masaki, K, Y Ochi et T Matsumura. 2004. « Initiation and propagation behaviour of fatigue cracks in hard-shot peened Type 316L steel in high cycle fatigue. » *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, vol. 27, p. 1137-1145.

Matsuoka, Yoshikazu, Tatsuya Iwasaki, Nobuo Nakada, Toshihiro Tsuchiyama et Setsuo Takaki. 2013. « Effect of Grain Size on Thermal and Mechanical Stability of Austenite in Metastable Austenitic Stainless Steel ». *ISIJ International*, vol. 53, nº 7, p. 1224-1230.

McClung, R C. 2007. « A literature survey on the stability and significance of residual stresses during fatigue ». p. 173-205.

Meyers, M. A., A. Mishra et D. J. Benson. 2006. « Mechanical properties of nanocrystalline materials ». *Progress in Materials Science*, vol. 51, nº 4, p. 427-556.

Mine, Yoji, Zenji Horita et Yukitaka Murakami. 2009. « Effect of hydrogen on martensite formation in austenitic stainless steels in high-pressure torsion ». *Acta Materialia*, vol. 57, nº 10, p. 2993-3002.

Mishin, O. V., V. Y. Gertsman, R. Z. Valiev et G. Gottstein. 1996. « Grain boundary distribution and texture in ultrafine-grained copper produced by severe plastic deformation ». *Scripta Materialia*, vol. 35, nº 7, p. 873-878.

Monkman, FC, FB Cuff et NJ Grant. 1957. « Computation of Ms for stainless steels ». *Metal. Progr.*, vol. 6, p. 71-94.

Moore, M. G. et W. P. Evans. 1956. « Mathematical correction for layer removal in residual stress measurement ». In *SAE Residual Stress Committee*. (1956).

Moyer, J. M. et G. S. Ansell. 1975. « The volume expansion accompanying the martensite transformation in iron-carbon alloys ». *Metallurgical Transactions A*, vol. 6, nº 9, p. 1785-1791.

Murdoch, Heather A., Kristopher A. Darling, Anthony J. Roberts et Laszlo Kecskes. 2015. « Mechanical Behavior of Ultrafine Gradient Grain Structures Produced via Ambient and Cryogenic Surface Mechanical Attrition Treatment in Iron ». *Metals*, vol. 5, nº 2, p. 976-985.

Murr, L. E., K. P. Staudhammer, S. S. Hecker, M G Stout, K. P. Staudhammer, L. E. Murr et J L Smith. 1982. « Effects of Strain State and Strain Rate on Deformation-Induced Transformation in 304 Stainless Steel : Part 1 . Microstructural Study ». *Metallurgical Transactions A*, vol. 13, nº April, p. 627-635.

Nishiyama, Z. 1934. « X-ray investigation of the mechanism of the transformation from face centered cubic lattice to body centered cubic ». *Sci. Rep. Tohoku Univ.*, vol. 23, nº 637.

Nishiyama, Z. 1978. *Martensitic transformation*, Materials.

Nohara, K, Y Ono et N Ohashi. 1976. « Strain induced martensitic transformation in metastable austenitic stainless steel in multi stage tensile deformation at various temperatures ». *Proceedings of the first JIM int. sym. on "new aspects of martensitic transformation*, p. 315-320.

Nouguier-Lehon, C., M. Zarwel, C. Diviani, D. Hertz, H. Zahouani et T. Hoc. 2013. « Surface impact analysis in shot peening process ». *Wear*, vol. 302, nº 1-2, p. 1058-1063.

Noyan, I.C. et J.B. Cohen. 1987. *Residual stress measurment by diffraction and interpretation*.

Olson, G. B. et M Cohen. 1972. « A mechanism for the strain-induced martensitic transformations nucleation of ». vol. 28, p. 107-118.

Olson, G.B. 1984. « Transformation plasticity and the stability of plastic flow ». *Deformation Processing and Structure, G. Krauss, ed., ASM, Metals Park, OH*, p. 391-424.

Olson, G.B. et M. Cohen. 1975. *Kinetics of strain induced martensitic nucleation*. *Met*.

Orowan, E. 1934. « Zur Kristallplastizität I: Tieftemperatur-plastizität und Beckersche Formel ». *Z. Physik*, vol. 89, p. 605-613.

Park, Woong Sup, Min Sung Chun, Myung Soo Han, Myung Hyun Kim et Jae Myung Lee. 2011. « Comparative study on mechanical behavior of low temperature application materials for ships and offshore structures: Part I-Experimental investigations ». *Materials Science and Engineering A*, vol. 528, nº 18, p. 5790-5803.

Pérez-Castellanos, José-Luis et Alexis Rusinek. 2012. « Temperature increase associated with plastic deformation under dynamic compression: application to aluminium alloy AL 6082 ». *Journal of Theoretical and Applied Mechanics*, vol. 50, nº 2, p. 377-398.

Pickering, F.P. 1978. « Physical metallurgy and the design of steels ». *Applied Science Publishers*.

Pippan, Reinhard, Florian Wetscher, Martin Hafok, Andreas Vorhauer et Ishaf Sabirov. 2006. « The limits of refinement by severe plastic deformation ». *Advanced Engineering Materials*, vol. 8, nº 11, p. 1046-1056.

Polanyi, M. 1934. « Über eine Art Gitterstörung, die einen Kristall plastisch machen könnte ». *Z. Physik*, vol. 89, nº 660-664.

Prevey, Paul S. 1986. « X ray diffraction residual stress techniques ». In *ASM Handbook*, p. 380-392. vol. 10.

Pryce, L. et K.W. Andrews. 1960. « Practical estimation of composition balance and ferrite content in stainless steels ». *J. Iron Steel Inst.*

Pu, Z., S. Yang, G. L. Song, O. W. Dillon, D. A. Puleo et I. S. Jawahir. 2011. « Ultrafine-grained surface layer on Mg-Al-Zn alloy produced by cryogenic burnishing for enhanced corrosion resistance ». *Scripta Materialia*, vol. 65, nº 6, p. 520-523.

Roland, T., D. Retraint, K. Lu et J. Lu. 2006. « Fatigue life improvement through surface nanostructuring of stainless steel by surface mechanical attrition treatment ». p. 1949–1954.

Roland, T., D. Retraint, K. Lu et J. Lu. 2007. « Enhanced mechanical behavior of a nanocrystallised stainless steel and its thermal stability ». *Materials Science and Engineering: A*, vol. 445-446, p. 281-288.

Rouquette, Sébastien, Emmanuelle Rouhaud, Manuel François, Arjen Roos et Jean Louis Chaboche. 2009. « Coupled thermo-mechanical simulations of shot impacts: Effects of the temperature on the residual stress field due to shot-peening ». *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 209, nº 8, p. 3879-3886.

Rousseau, Thomas, Thierry Hoc, Philippe Gilles et Cécile Nouguier-Lehon. 2015. « Effect of bead quantity in ultrasonic shot peening: Surface analysis and numerical simulations ». *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 225, p. 413-420.

Sabooni, S., F. Karimzadeh, M. H. Enayati et A. H W Ngan. 2015. « The role of martensitic transformation on bimodal grain structure in ultrafine grained AISI 304L stainless steel ». *Materials Science and Engineering A*, vol. 636, p. 221-230.

Saitova, L R, H W Höppel, M Göken, I P Semenova et R Z Valiev. 2009. « Cyclic deformation behavior and fatigue lives of ultrafine-grained Ti-6AL-4V ELI alloy for medical use ». *International Journal of Fatigue*, vol. 31, nº 2, p. 322-331.

Samih, Y., B. Beausir, B. Bolle et T. Grosdidier. 2013. « In-depth quantitative analysis of the microstructures produced by Surface Mechanical Attrition Treatment (SMAT) ». *Materials Characterization*, vol. 83, p. 129-138.

Samih, Youssef, Marc Novelli, Tony Thiriet, Bernard Bolle, Nathalie Allain, Jean-Jacques Fundenberger, Grégory Marcos, Thierry Czerwiec et Thierry Grosdidier. 2014. « Plastic deformation to enhance plasma-assisted nitriding: On surface contamination induced by Surface Mechanical Attrition Treatment ». *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, vol. 63, p. 12020.

Sato, H., A. Namba, M. Okada et Y. Watanabe. 2015. « Temperature Dependence of Reverse Transformation Induced by Shot-peening for SUS 304 Austenitic Stainless Steel ». *Materials Today: Proceedings*, vol. 2, p. 707-710.

Schaeffler, A.L. 1949. « Constitution Diagram for Stainless-steel Weld Metal ». *Metal progress*, vol. 56, nº 11, p. 680-680B.

Scholtes, B. et O. Voehringer. 2001. « Mechanical Surface Treatment ». *Encyclopedia of Materials: Science and Technology (Second Edition)*, p. 5253-5261.

Schramm, R. E. et R. P. Reed. 1975. « Stacking fault energies of seven commercial austenitic stainless steels ». *Metallurgical Transactions A*, vol. 6, nº July, p. 1345-1351.

Schulze, Volker. 2002. « Characteristics of Surface Layers Produced by Shot Peening ». *International Conference on Shot Peening -8*, p. 147-160.

Shen, Y. F., X. X. Li, X. Sun, Y. D. Wang et L. Zuo. 2012. « Twinning and martensite in a 304 austenitic stainless steel ». *Materials Science and Engineering A*, vol. 552, p. 514-522.

Shen, Y.F., N. Jia, Y.D. Wang, X. Sun, L. Zuo et D. Raabe. 2015. « Suppression of twinning and phase transformation in an ultrafine grained 2GPa strong metastable austenitic steel: Experiment and simulation ». *Acta Materialia*, vol. 97, p. 305-315.

Shen, Yu, CE Wen, XC Yang, YZ Pang, LL Sun, JM Tao, YL Gong et XK Zhu. 2015. « Ultrahigh Strength Copper Obtained by Surface Mechanical Attrition Treatment at Cryogenic Temperature ». *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 24, nº 12, p. 5058-5064.

Sjöberg, IJ. 1973. « Influence of analysis on properties of stainless spring steel ». *Wire*, vol. 8, p. 23-155.

Staudhammer, K P et L E Murr. 1981. « Effects of strain rate on deformation-induced martensite in 304 stainless steel ». p. 91-112.

Sun, H.Q., Y.-N. Shi, M.-X. Zhang et K. Lu. 2007. « Plastic strain-induced grain refinement in the nanometer scale in a Mg alloy ». *Acta Materialia*, vol. 55, nº 3, p. 975-982.

Sun, H.Q., Y.N. Shi, M.-X. Zhang et K. Lu. 2008. « Surface alloying of an Mg alloy subjected to surface mechanical attrition treatment ». *Surface and Coatings Technology*, vol. 202, nº 16, p. 3947-3953.

Sun, J., W. P. Tong, H. Zhang, X. D. Du et Y. C. Wu. 2016. « Enhanced strength and plasticity of gas nitrided iron by surface mechanical attrition pretreatment ». *Surface and Coatings Technology*, vol. 286, p. 279-284.

Sun, Y. 2013. « Sliding wear behaviour of surface mechanical attrition treated AISI 304 stainless steel ». *Tribology International*, vol. 57, p. 67-75.

Talonen, J. et H. Hänninen. 2007. « Formation of shear bands and strain-induced martensite during plastic deformation of metastable austenitic stainless steels ». *Acta Materialia*, vol. 55, p. 6108-6118.

Talonen, Juho, Pertti Nenonen, Gersom Pape et Hannu Hänninen. 2005. « Effect of Strain Rate on the Strain-Induced γ→α′-Martensite Transformation and Mechanical Properties of Austenitic Stainless Steels ». *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 36, p. 421-432.

Tao, N.R. et K. Lu. 2009. « Nanoscale structural refinement via deformation twinning in face-centered cubic metals ». *Scripta Materialia*, vol. 60, nº 12, p. 1039-1043.

Tao, N.R., Z.B. Wang, W.P. Tong, M.L. Sui, J. Lu et K. Lu. 2002. « An investigation of surface nanocrystallization mechanism in Fe induced by surface mechanical attrition treatment ». *Acta Materialia*, vol. 50, nº 18, p. 4603-4616.

Tao, Nairong, Hongwang Zhang, Jian Lu et Ke Lu. 2003. « Development of Nanostructures in Metallic Materials with Low Stacking Fault ». *Materials Transactions*, vol. 44, nº 10, p. 1919-1925.

Taylor, G.I. 1934. « The mechanism of plastic deformation of crystals, Part I ». *Theoretical. Porc. Roy. Soc.*, vol. 145, p. 362-404.

Tedmon, C.S., D.A. Vermilyea et J.H. Rosolowski. 1971. « Intergranular Corrosion of Austenitic Stainless Steel ». *J. Electrochem. Soc.*, vol. 118, nº 2, p. 192-201.

Todaka, Yoshikazu, Minoru Umemoto, Yukinori Watanabe, Ayumi Yamazaki, Chaohui Wang et Koichi Tsuchiya. 2007. « Formation of Surface Nanocrystalline Structure in Steels by Shot Peening and Role of Strain Gradient on Grain Refinement by Deformation ». *ISIJ International*, vol. 47, nº 1, p. 157-162.

Tong, W.P., C.Z. Liu, W. Wang, N.R. Tao, Z.B. Wang, L. Zuo et J.C. He. 2007. « Gaseous nitriding of iron with a nanostructured surface layer ». *Scripta Materialia*, vol. 57, nº 6, p. 533-536.

Topic, M, R B Tait et C Allen. 2007. « International Journalof Fatigue The fatigue behaviour of metastable (AISI-304) austenitic stainless steel wires ». vol. 29, p. 656-665.

Torres, M et H.J.C. Voorwald. 2002. « An evaluation of shot peening, residual stress and stress relaxation on the fatigue life of AISI 4340 steel ». *International Journal of Fatigue*, vol. 24, nº 8, p. 877-886.

Tsuchida, Noriyuki, Yoshiki Morimoto, Tomoyuki Tonan, Yuji Shibata, Kenzo Fukaura et Rintaro Ueji. 2011. « Stress-Induced Martensitic Transformation Behaviors at Various Temperatures and Their TRIP Effects in SUS304 Metastable Austenitic Stainless Steel ». *ISIJ International*, vol. 51, nº 1, p. 124-129.

Unal, Okan et Remzi Varol. 2015. « Surface severe plastic deformation of AISI 304 via conventional shot peening, severe shot peening and repeening ». *Applied Surface Science*, vol. 351, p. 289-295.

Uusitalo, J., L. Pentti Karjalainen, Delphine Retraint et M. Palosaari. 2009. « Fatigue Properties of Steels with Ultrasonic Attrition Treated Surface Layers ». *Materials Science Forum*, vol. 604-605, p. 239-248.

Valiev, R. Z., R. K. Islamgaliev et I. V. Alexandrov. 2000. « Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation ». *Progress in Materials Science*, vol. 45, nº 2, p. 103-189.

Valiev, R. Z., N. A. Krasilnikov et N. K. Tsenev. 1991. « Plastic deformation of alloys with submicron-grained structure ». *Materials Science and Engineering A*, vol. 137, nº C, p. 35-40.

Valiev, Ruslan Z, Yuri Estrin, Zenji Horita, Terence G Langdon, Michael J Zehetbauer et Yuntian T Zhu. 2006. « Producing Bulk Ultrafine-Grained Materials by Severe Plastic Deformation ». *Jom*, vol. 68, nº 4, p. 33-39.

Venables, J. 1961. « The martensite transformation in stainless steel ». *Philosophical Magazine*, vol. 7, nº 73, p. 35-44.

Waltz, L., D. Retraint, A. Roos et P. Olier. 2009. « Combination of surface nanocrystallization and co-rolling: Creating multilayer nanocrystalline composites ». *Scripta Materialia*, vol. 60, nº 1, p. 21-24.

Wang, H. L., Z. B. Wang et K. Lu. 2012. « Enhanced reactive diffusion of Zn in a nanostructured Fe produced by means of surface mechanical attrition treatment ». *Acta Materialia*, vol. 60, nº 4, p. 1762-1770.

Wang, Yinmin, Mingwei Chen, Fenghua Zhou et En Ma. 2002. « High tensile ductility in a nanostructured metal. » *Nature*, vol. 419, nº 6910, p. 912-915.

Wang, Z. B., N. R. Tao, W. P. Tong, J. Lu et K. Lu. 2003. « Diffusion of chromium in nanocrystalline iron produced by means of surface mechanical attrition treatment ». *Acta Materialia*, vol. 51, nº 14, p. 4319-4329.

Wassermann, G. 1935. « About the mechanism of α–γ transformation of the iron ». *Mitt. K-W-I Einsenforsch*, vol. 17, nº 149.

Watanabe, Yoshihiro, Kaneshi Hattori, Mitsuru Handa, Norihiko Hasegawa, Keiro Tokaji, Masahide Ikeda et Jean-Michel Duchazeaubeneix. 2003. « Effect of Ultrasonic Shot Peening on Fatigue Strength of High High Strength Steel ». *Shot Peening*, p. 305-310.

Wright, Stuart, Matthew Nowell et David Field. 2011. « A review of strain analysis using EBSD HR ». *Microsc. Microanal.*, vol. 17, p. 316-319.

Wu, X., N. Tao, Y. Hong, G. Liu, B. Xu, J. Lu et K. Lu. 2005. « Strain-induced grain refinement of cobalt during surface mechanical attrition treatment ». *Acta Materialia*, vol. 53, nº 3, p. 681-691.

Yang, D. K., P. D. Hodgson et C. E. Wen. 2010. « Simultaneously enhanced strength and ductility of titanium via multimodal grain structure ». *Scripta Materialia*, vol. 63, nº 9, p. 941-944.

Yang, Xincheng, Xiaolong Ma, Jordan Moering, Hao Zhou, Wei Wang, Yulan Gong, Jingmei Tao, Yuntian Zhu et Xinkun Zhu. 2015. « Influence of gradient structure volume fraction on the mechanical properties of pure copper ». *Materials Science and Engineering A*, vol. 645, p. 280-285.

Yang, Xu-Sheng, Sheng Sun et Tong-Yi Zhang. 2015. « The mechanism of bcc α′ nucleation in single hcp ε laths in the fcc γ→α'; hcp ε→α'; bcc α′ martensitic phase transformation ». *Acta Materialia*, vol. 95, p. 264-273.

Ye, Chang, Sergey Suslov, Dong Lin, Yiliang Liao et Gary J. Cheng. 2014. « Cryogenic ultrahigh strain rate deformation induced hybrid nanotwinned microstructure for high strength and high ductility ». *Journal of Applied Physics*, vol. 115, nº 21.

Ye, Chang, Abhishek Telang, Amrinder S. Gill, Sergey Suslov, Yaakov Idell, Kai Zweiacker, Jörg M K Wiezorek, Zhong Zhou, Dong Qian, Seetha Ramaiah Mannava et Vijay K. Vasudevan. 2014. « Gradient nanostructure and residual stresses induced by Ultrasonic Nano-crystal Surface Modification in 304 austenitic stainless steel for high strength and high ductility ». *Materials Science and Engineering A*, vol. 613, p. 274-288.

Yi, H. Y., F. K. Yan, N. R. Tao et K. Lu. 2015. « Comparison of strength-ductility combinations between nanotwinned austenite and martensite-austenite stainless steels ». *Materials Science and Engineering A*, vol. 647, p. 152-156.

You, Z.S., L. Lu et K. Lu. 2011. « Tensile behavior of columnar grained Cu with preferentially oriented nanoscale twins ». *Acta Materialia*, vol. 59, p. 6927-6937.

Zhang, H.W, Z.K Hei, G Liu, J Lu et K Lu. 2003. « Formation of nanostructured surface layer on AISI 304 stainless steel by means of surface mechanical attrition treatment ». *Acta Materialia*, vol. 51, nº 7, p. 1871-1881.

Zhang, L, Y Han et J Lu. 2008. « Nanocrystallization of zirconium subjected to surface mechanical attrition treatment. » *Nanotechnology*, vol. 19, nº 16, p. 165706.

Zhang, Tao, Dongpo Wang, Ying Wang, Caiyan Deng et Baoming Gong. 2013. « Surface alloying method of ultrasonic shot peening on iron surface ». *Applied Surface Science*, vol. 265, p. 671-676.

Zhang, Y, N R Tao et K Lu. 2009. « Effect of stacking-fault energy on deformation twin thickness in Cu – Al alloys ». *Scripta Materialia*, vol. 60, nº 4, p. 17-19.

Zhu, K.Y., A. Vassel, F. Brisset, K. Lu et J. Lu. 2004. « Nanostructure formation mechanism of α-titanium using SMAT ». *Acta Materialia*, vol. 52, nº 14, p. 4101-4110.