



**HAL**  
open science

# Evolution des microstructures et textures locales par nitruration plasma de l'acier 316L. Répercussion sur sa durabilité en fatigue

Jean-Charles Stinville

► **To cite this version:**

Jean-Charles Stinville. Evolution des microstructures et textures locales par nitruration plasma de l'acier 316L. Répercussion sur sa durabilité en fatigue. Sciences de l'ingénieur [physics]. ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique - Poitiers, 2010. Français. NNT: . tel-00491846

**HAL Id: tel-00491846**

**<https://theses.hal.science/tel-00491846>**

Submitted on 14 Jun 2010

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

# THESE

Pour l'obtention du grade de

## DOCTEUR DE L'ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DE MECANIQUE ET D'AEROTECHNIQUE

Diplôme National - Arrêté du 7 août 2006

Ecole doctorale :

Sciences et Ingénierie en Matériaux, Mécanique, Energétique et  
Aéronautique

Secteur de recherche:

Mécanique des solides, des matériaux, des structures et des surfaces

Présentée par :

Jean-Charles STINVILLE

\*\*\*\*\*

### *Evolution des microstructures et textures locales par nituration plasma de l'acier 316L. Répercussion sur sa durabilité en fatigue.*

\*\*\*\*\*

Directeurs de Thèse : Jean-Paul RIVIERE & Patrick VILLECHAISE

Soutenue le 20 avril 2010 devant la Commission d'Examen

Jury :

M. Julian DRIVER	Directeur de Recherche CNRS, ENS des Mines Saint Etienne	Rapporteur
M. Thierry CZERWIEC	Professeur à l'Institut Jean Lamour, Nancy	Rapporteur
M. Dominique HERTZ	Senior Expert AREVA, Professeur Associé EEIGM Nancy	Examineur
M. Gintautas ABRASONIS	Chargé de Recherche, Institut of Ion Beam Physics, FZR Dresde (Allemagne)	Examineur
M. Patrick VILLECHAISE	Chargé de Recherche CNRS, Institut P', ENSMA-Université de Poitiers	Examineur
M. Jean-Paul RIVIERE	Professeur de l'Université de Poitiers	Examineur





<b>CHAPITRE I</b>	<b>MATERIAU, TRAITEMENT, TECHNIQUES ET CONDITIONS EXPERIMENTALES</b>	<b>11</b>
<b>I.A</b>	<b>LE MATERIAU</b>	<b>13</b>
I.A.1.	Présentation générale	13
I.A.2.	Echantillons de référence	13
I.A.3.	Microstructure	14
I.A.3.1.	Phases en présence	15
I.A.3.2.	Macle	16
I.A.3.3.	Taille de grains	16
I.A.3.4.	Forme de grain	18
I.A.3.5.	Texture d'orientation	19
I.A.3.6.	Effet d'échelle	21
I.A.3.6.1.	Texture cristallographique	21
I.A.3.6.2.	Texture morphologique	25
I.A.3.7.	Synthèse	26
<b>I.B</b>	<b>LE TRAITEMENT DE NITRURATION</b>	<b>27</b>
I.B.1.1.	La nitruration ionique	28
I.B.1.2.	Nitruration au potentiel flottant assistée par plasma	29
I.B.1.3.	Procédé et conditions expérimentales	30
<b>I.C</b>	<b>LES TECHNIQUES D'ESSAIS ET D'ANALYSE</b>	<b>32</b>
<b>CHAPITRE II</b>	<b>INFLUENCE DU TRAITEMENT SUR LA MICROSTRUCTURE DU 316L</b>	<b>37</b>
<b>II.A</b>	<b>INTRODUCTION</b>	<b>39</b>
<b>II.B</b>	<b>EVOLUTION A GRANDE ECHELLE DE L'ACIER INOXYDABLE 316L PAR NITRURATION</b>	
<b>PLASMA</b>		<b>40</b>
II.B.1.	Présentation générale	40
II.B.2.	Insertion d'azote en surface	41
II.B.3.	La phase $\gamma_N$ : expansion de la phase austénitique et contraintes résiduelles	46
II.B.3.1.	Diffractogramme DRX	47
II.B.3.2.	Evolution des pics $\gamma_{hkl}$	49
II.B.3.3.	Nitride de Chrome	50
II.B.3.4.	Paramètre de maille effectif	51
II.B.3.5.	Contrainte résiduelle de compression	53
II.B.4.	Mesure du gonflement par interférométrie optique	56
II.B.4.1.	Procédure expérimentale	56
II.B.4.2.	Gonflement maximum, minimum et moyen en fonction de la durée du traitement	60
II.B.5.	Evolution de la texture cristallographique	60
II.B.5.1.	Procédure expérimentale	61
II.B.5.2.	Évolution de la texture au cours de la nitruration	62
II.B.5.3.	Évolution de la texture en fonction du temps de nitruration	65
II.B.6.	Synthèse des observations « à grande échelle »	66
<b>II.C</b>	<b>OBSERVATION A L'ECHELLE DES GRAINS, EFFET DE L'ORIENTATION</b>	
<b>CRISTALLOGRAPHIQUE</b>		<b>69</b>
II.C.1.	Rotation cristallographique des grains	69
II.C.1.1.	Caractéristiques de l'axe de rotation	69
II.C.1.2.	Evolution de l'orientation cristallographique	71
II.C.1.3.	Etude de la dispersion en rotation	73
II.C.1.4.	Etude de la dispersion dans un grain	74
II.C.1.5.	Etude de l'évolution de l'orientation en profondeur	76
II.C.2.	Influence de l'orientation cristallographique sur le profil en azote	78
II.C.2.1.	Influence de l'orientation initiale sur la profondeur nitrurée	78
II.C.2.2.	Influence de l'orientation initiale sur la concentration de surface	80
II.C.2.3.	Synthèse	82
II.C.3.	Gonflement différentiel en fonction de l'orientation cristallographique	83
II.C.3.1.	Synthèse	86
II.C.4.	Plasticité et endommagement induits par le traitement	88
II.C.4.1.	Plasticité	89
II.C.4.2.	Endommagement	97
II.C.4.3.	Synthèse	101
<b>II.D</b>	<b>MODELE DE DEFORMATION DE LA COUCHE NITRUREE</b>	<b>103</b>
II.D.1.	De l'orientation aux rotations cristallographiques	103
II.D.1.1.	Modèle de Taylor	104
II.D.1.1.1.	Première approche	104
II.D.1.1.2.	Initiation du glissement: facteur de Schmid	105
II.D.1.1.3.	Rotation de maille par glissement	108
II.D.1.1.4.	Du monocristal au polycristal	111

II.D.1.1.5.	Discussion .....	120
II.D.1.1.6.	Programmation .....	120
II.D.1.1.7.	Résultats .....	124
II.D.1.1.7.1.	Modèle issu de Sachs .....	124
II.D.1.1.7.2.	Modèle de Taylor .....	125
II.D.1.2.	Discussion/conclusion .....	129
II.D.2.	De la cristallographie au gonflement .....	131
II.D.2.1.	Principe du modèle .....	131
II.D.2.1.1.	Détermination des expansions induites par la nitruration .....	132
II.D.2.1.2.	Prise en compte des contraintes résiduelles de compression .....	133
II.D.2.2.	Discussion du modèle .....	136
II.D.2.3.	Premiers résultats .....	137
II.D.2.4.	Gonflement moyen .....	139
II.D.2.5.	Gonflement maximal, minimal et différentiel .....	141
II.D.2.6.	Discussion/conclusion .....	144
II.D.3.	Des rotations cristallographiques au paramètre de maille .....	146
II.D.3.1.	Principe du modèle .....	146
II.D.3.1.1.	Intensité diffractée .....	146
II.D.3.1.2.	Paramètre de la couche nitrurée .....	147
II.D.3.1.3.	Coefficient d'atténuation $\mu$ .....	148
II.D.3.1.4.	Profils des concentrations en azote .....	148
II.D.3.1.5.	Profils des pics de diffraction .....	149
II.D.3.2.	Procédure .....	150
II.D.3.3.	Résultats .....	152
II.D.3.4.	Discussion/conclusion .....	155
II.D.4.	Gradient de rotation cristallographique .....	160
II.D.4.1.	Procédé .....	160
II.D.4.2.	Résultats/discussion .....	161
II.D.4.2.1.	Rotations cristallographiques .....	161
II.D.4.2.2.	Etude par diffraction RX .....	167
II.D.4.2.2.1.	Aire des pics .....	168
II.D.4.2.2.2.	Paramètres de maille effectifs .....	175
II.D.4.2.2.3.	Le 2 <sup>e</sup> pic pour l'ajustement des pics 200 et 113 .....	177
II.D.4.2.2.4.	Gradient de déformation et rotations cristallographiques .....	180
<b>II.E</b>	<b>CONCLUSION .....</b>	<b>182</b>

## **CHAPITRE III INFLUENCE DU TRAITEMENT SUR LE COMPORTEMENT EN FATIGUE DU 316L .....185**

### **III.A CARACTERISTIQUE MECANIQUE DU 316L NITRURE : TRACTION ET COMPRESSION**

#### **MONOTONE - DURETE .....189**

III.A.1.	Essais de traction et de compression monotone .....	189
III.A.1.1.	Caractérisation mécanique macroscopique .....	189
III.A.1.1.1.	Moyens expérimentaux .....	189
III.A.1.1.2.	Résultats .....	190
III.A.1.1.3.	Discussion .....	192
III.A.1.2.	Essais de déformation in situ : indentification du dommage de la couche nitrurée au cours de la déformation .....	197
III.A.1.2.1.	Moyens expérimentaux .....	197
III.A.1.2.1.1.	Eprouvette de déformation in situ .....	197
III.A.1.2.1.2.	La machine de déformation in situ .....	197
III.A.1.2.1.3.	Démarche expérimentale .....	198
III.A.1.2.2.	Résultats .....	200
III.A.1.2.2.1.	Eprouvette non traitée .....	200
III.A.1.2.2.2.	Faibles durées de traitement .....	204
III.A.1.2.2.3.	Traitements de longue durée .....	208
III.A.1.2.3.	Discussion .....	212
III.A.2.	Essais de dureté .....	219
III.A.2.1.	Principe de l'indentation .....	219
III.A.2.2.	Micro-indenteur .....	220
III.A.2.2.1.	Moyens expérimentaux .....	220
III.A.2.2.2.	Résultats .....	222
III.A.2.3.	Nanoindentation .....	229
III.A.2.3.1.	Moyens expérimentaux .....	229
III.A.2.3.2.	Résultats .....	231
III.A.2.4.	Discussion .....	233
III.A.2.4.1.	Les effets moyens sur la dureté .....	233
III.A.2.4.2.	Dureté dépendante de l'orientation cristallographique locale .....	233
III.A.2.4.3.	Anisotropie élastique .....	234

<b>III.B</b>	<b>COMPORTEMENT ET ENDOMMAGEMENT EN FATIGUE DU 316L NITRURE .....</b>	<b>237</b>
III.B.1.	Introduction .....	237
III.B.2.	Essais de fatigue oligocyclique.....	239
III.B.2.1.	<i>Les éprouvettes</i> .....	239
III.B.2.2.	<i>Machine de fatigue</i> .....	240
III.B.2.2.1.	Extensométrie.....	240
III.B.2.2.2.	Asservissement en déformation plastique .....	240
III.B.3.	Comportement cyclique.....	241
III.B.3.1.	<i>Résultats</i> .....	241
III.B.3.2.	<i>Synthèse</i> .....	245
III.B.4.	Durée de vie.....	247
III.B.4.1.	<i>Résultats</i> .....	247
III.B.5.	Influence des contraintes résiduelles .....	249
III.B.5.1.	<i>Synthèse</i> .....	254
III.B.6.	Plasticité et endommagement en fatigue.....	255
III.B.6.1.	<i>Plasticité induite par fatigue</i> .....	256
III.B.6.1.1.	Méthode expérimentale .....	256
III.B.6.1.2.	Résultats .....	257
III.B.6.1.3.	Discussion.....	261
III.B.6.2.	<i>Endommagement</i> .....	264
III.B.6.2.1.	Comportement général .....	264
III.B.6.2.2.	Amorçage .....	266
III.B.6.2.2.1.	Ferrite résiduelle .....	271
III.B.6.2.2.2.	Joints de grains.....	272
III.B.6.2.3.	Longues durées de traitement.....	273
III.B.6.2.4.	Synthèse .....	275
<b>CONCLUSION.....</b>	<b>.....</b>	<b>277</b>
<b>ANNEXE A</b>	<b>TECHNIQUES D’ESSAIS ET D’ANALYSE .....</b>	<b>285</b>
<b>IV.A</b>	<b>LES TECHNIQUES DE CARACTERISATION.....</b>	<b>287</b>
IV.A.1.	De la cristallographie à la microstructure .....	287
IV.A.1.1.	<i>Orientation et texture cristallographique</i> .....	287
IV.A.1.1.1.	Angles d’Euler et matrice rotation.....	287
IV.A.1.1.2.	Figures de pôles.....	289
IV.A.1.1.3.	Figures de pôles inverses.....	290
IV.A.1.1.4.	Cartographie d’orientation.....	294
IV.A.1.1.5.	Texture cristallographique.....	295
IV.A.1.2.	<i>La technique EBSD</i> .....	296
IV.A.1.2.1.	Traitement des données .....	300
IV.A.1.3.	<i>Diffraction des rayons X</i> .....	301
IV.A.2.	Caractérisation topographique .....	305
IV.A.2.1.	<i>Interférométrie en lumière blanche (WLI- White light Interferometer)</i> .....	305
IV.A.2.2.	<i>AFM/MFM</i> .....	307
IV.A.3.	Caractérisation de la composition.....	309
IV.A.3.1.	<i>Spectrométrie par décharge lumineuse</i> .....	309
IV.A.3.2.	<i>Analyse par réaction nucléaire</i> .....	310
IV.A.3.3.	<i>La technique EDS-X</i> .....	311
<b>ANNEXE B</b>	<b>RELATION ENTRE PROPRIETES MAGNETIQUES ET ORIENTATION</b>	
<b>CRISTALLOGRAPHIQUE DANS LE 316L NITRURE .....</b>	<b>.....</b>	<b>313</b>
V.A.1.1.	<i>Résultats</i> .....	315
V.A.1.2.	<i>Analyse des résultats</i> .....	318
<b>ANNEXE C</b>	<b>EFFET POSSIBLE DE L’ANISOTROPIE ELASTIQUE INVERSE.....</b>	<b>323</b>
<b>REFERENCES.....</b>	<b>.....</b>	<b>329</b>



# **INTRODUCTION**



Les aciers inoxydables austénitiques trouvent surtout leurs applications industrielles dans les secteurs où la résistance à la corrosion, plus spécifiquement en milieux humides, est une contrainte forte. Ils sont utilisés dans des domaines variés comme ceux de la tuyauterie, des pompes, des équipements pour les produits chimiques, des instruments chirurgicaux, etc. où la tenue à la corrosion des pièces est essentielle. Pour ces applications, les propriétés mécaniques de l'acier sont le plus souvent satisfaisantes et ne nécessitent pas d'amélioration telle qu'un durcissement superficiel. Il existe cependant des domaines d'application pour lesquels l'amélioration des propriétés mécaniques, notamment celles en usures et en fatigue constituerait une avancée appréciable. Citons à titre d'exemple les grappes de commande des réacteurs nucléaires à eau pressurisée (REP), qui subissent des usures aux contact d'autres pièces, et les tubes de refroidissement également soumis à de la fatigue thermo-mécanique.

Dans ce contexte l'amélioration des propriétés mécaniques de ces alliages sans perte du caractère inoxydable constitue un important challenge. Pour cette classe de matériaux, généralement, l'endommagement sous cyclage qui conduit à la ruine des pièces se localise à la surface des alliages. Ainsi toute modification des propriétés mécaniques et physicochimiques des couches superficielles par traitement de surface, élaboration de revêtement ou bien encore par oxydation est susceptible de changer les processus d'accommodation des déformations résultant du cyclage. Un traitement peut aller jusqu'à modifier les conditions d'amorçage de fissures, ce qui alors dans certains cas peut se répercuter favorablement sur la durée de vie du matériau.

Le Laboratoire de Métallurgie Physique de l'université de Poitiers (ex LMP, devenu PHYMAT avant d'intégrer en 2010 l'institut P' dans le département « Physique et Mécanique des Matériaux ») s'est équipé d'un dispositif de traitement de surface de type « nitruration plasma » qui s'avère particulièrement adapté au traitement des aciers inoxydables. Ce procédé permet à la fois l'obtention d'un durcissement surfacique sur des profondeurs de plusieurs dizaines de microns ainsi que l'amélioration de la résistance à la corrosion. Le Laboratoire de Mécanique et Physique des Matériaux (LMPM) de l'ENSMA, qui a début 2010 intégré le même département de l'institut P' se focalise depuis longtemps sur les propriétés mécaniques, notamment de fatigue, des alliages de structure. C'est assez naturellement que fin 2006 un partenariat équilibré s'est mis en place entre ces deux laboratoires pour étudier les modifications microstructurales induites dans l'acier inoxydable AISI 316L par ce type de nitruration plasma ainsi que ses répercussions dans le domaines des propriétés mécaniques, notamment de la fatigue.



Dès les premiers stades de l'étude, l'orientation cristallographique est apparue comme un paramètre fondamental dans la caractérisation de l'acier traité. Celle-ci agit à la fois sur les propriétés physicochimiques au niveau de la surface traitée et sur les propriétés mécaniques. Pour caractériser l'orientation cristallographique des échantillons étudiés, nous avons largement utilisé la diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) couplée à la microscopie électronique à balayage. Cette technique constitue en effet un moyen très performant pour l'analyse locale de l'orientation cristallographique à l'échelle microscopique. Les aspects cristallographiques constitueront un fil conducteur de l'ensemble de ce travail.

La première partie du manuscrit consiste en l'étude des modifications de surface par le traitement de nitruration. Elle est présentée en deux subdivisions correspondant chacune à une échelle d'étude. Ces deux subdivisions permettront d'exposer les modifications induites par traitement et aussi d'établir l'échelle pertinente pour leur étude. Dans la seconde partie du manuscrit nous nous sommes intéressés aux propriétés mécaniques du 316L traité. Le principal domaine concerné est celui de la fatigue oligocyclique (LCF) à 20°C. Le matériau est soumis à des chargements cycliques dont l'amplitude des déformations imposées est de l'ordre de la limite élastique macroscopique. Le suivi de l'évolution de la contrainte tout au long de la durée de vie renseigne alors sur les processus de plasticité et d'endommagement résultant de l'accumulation locale de déformation plastique. A la campagne d'essais de fatigue viennent s'ajouter des essais de traction et compression monotone, des essais de traction in situ sous MEB, ainsi que des essais de dureté (ultramicrodureté et nanoindentation). L'ensemble des résultats concernant les essais mécaniques sera analysé en intégrant les aspects développés dans la première partie concernant directement la couche traitée. Inversement, des données issues de ces essais seront exploitées pour répondre à certaines interrogations posées en première partie.

Le manuscrit est composé de trois chapitres: le **chapitre I** présente les aspects expérimentaux, le **chapitre II** traite des modifications de surface induites par le traitement de nitruration sur les 316L et le **chapitre III** est consacré à l'analyse des propriétés mécaniques du 316L nitruré.

La présentation des techniques de caractérisation utilisées est reportée à l'annexe A tandis que l'annexe B propose des résultats concernant les effets magnétiques induits par le traitement.

# **CHAPITRE I**

## **MATERIAU, TRAITEMENT, TECHNIQUES ET CONDITIONS EXPERIMENTALES**



## I.A Le matériau

### I.A.1. Présentation générale

Le matériau utilisé dans cette étude est un acier inoxydable austénitique polycristallin d'utilisation industrielle correspondant à la norme AFNOR Z3 CND 17-12 (Norme AISI 316L). Il a été élaboré par la société Creusot-Loire sous l'appellation ICL 167 SPH. Ce matériau a été fourni par EDF à l'état hypertrempé sous la forme d'une tôle laminée de 25 mm d'épaisseur. La composition chimique est donnée dans le Tableau 1, et ses caractéristiques mécaniques conventionnelles à 20°C suivant la direction de laminage sont indiquées dans le Tableau 2. Re est la limite élastique à 0,2% d'allongement, RM, A et Z sont respectivement la contrainte, l'allongement et la striction à la rupture.

**Tableau 1: Composition chimique du 316L utilisé (% at.)**

Cr	Ni	C	N	Mn	Si	S	P	Mo	Cu	B	Co	As
18,66	11,27	0,10	0,27	1,71	0,61	0,003	0,04	1,3	0,09	0,04	0,18	0,003

**Tableau 2: Caractéristiques mécaniques du 316L en traction monotone à 20°C (sens long)**

Re 0,2% (Mpa)	RM (MPa)	A%	Z%
261	583	53	80

### I.A.2. Echantillons de référence

Pour décrire les modifications induites par le traitement de nitruration sur la surface des éprouvettes de fatigue que l'on testera par la suite au cours d'essais mécaniques, il convient de décrire leur microstructure initiale. Les éprouvettes sollicitées mécaniquement et prélevées dans le sens de laminage de la tôle sont de forme cylindrique. Il n'est donc pas aisé d'étudier leur surface par les techniques exposées précédemment. Afin de pallier cet inconvénient, toutes les analyses microstructurales ne concernant pas les essais mécaniques ont été réalisées sur des échantillons parallélépipédiques ayant pour sens long la direction de laminage (RD) et une épaisseur suivant la normale à la tôle. Les dimensions choisies pour ces échantillons sont 22 mm pour le sens long, 18 mm pour le sens travers court et 4 mm pour l'épaisseur.

Pour assurer une bonne reproductibilité de la microstructure d'un échantillon à l'autre, en effaçant notamment tout effet résiduel dû à l'usinage, tous les échantillons utilisés dans cette

étude ont subi un nouveau traitement d'hypertrempe après usinage. Ce traitement consiste en un maintien d'une heure sous vide secondaire à 1050°C suivi d'une trempe à l'eau.

Un polissage « micron » a été réalisé selon la séquence suivante : polissage mécanique successif au papier abrasif de granulométrie 320, 500, 1000, 2400 et 4000 suivi d'un polissage mécanique au spray diamanté 3  $\mu\text{m}$  et 1  $\mu\text{m}$ .

La réalisation des analyses EBSD nécessite une bonne qualité des diagrammes de Kikuchi. Pour cela il est essentiel d'éliminer tout écrouissage de surface dû aux conditions de préparation [1][2]. Pour ce faire plusieurs dizaines de nanomètres ont été éliminés par polissage mécano-chimique à la silice colloïdale (OP-S Struers). Dans ce cas, le nettoyage final est fait avec de l'eau pure pour éviter la « coagulation » des résidus de silice colloïdale qui se produit dans l'éthanol.

Ce type de préparation conduit à l'apparition d'une très légère rugosité (Figure 1.a) associée à des vitesses d'abrasion qui diffèrent d'un grain à l'autre. Une analyse WLI (annexe A) de l'état de surface ainsi préparée montre cependant que la rugosité reste limitée à quelques dizaines de nm (Figure 1.b).

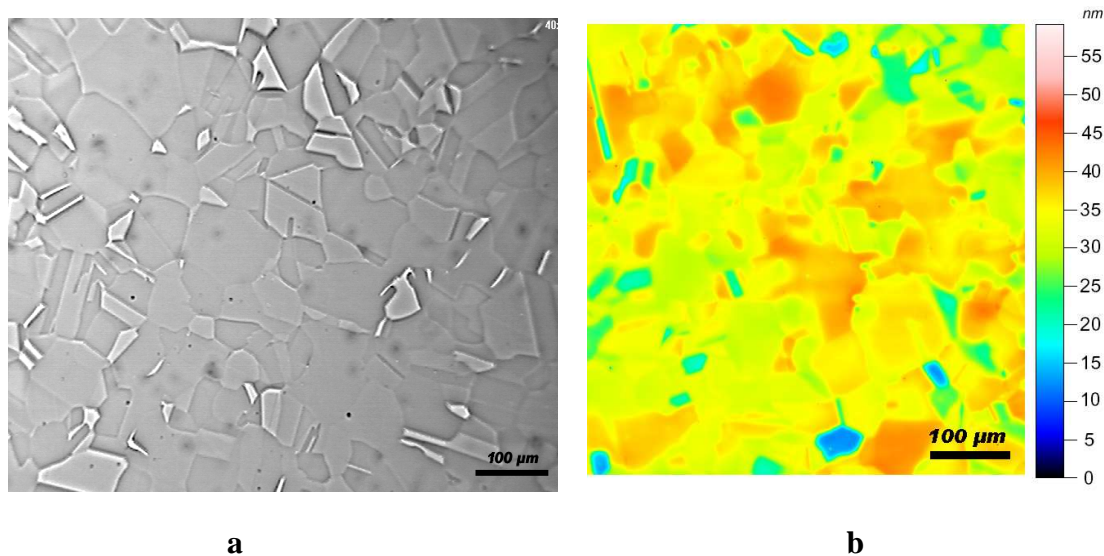


Figure 1: observation de la surface d'un acier 316L après polissage mécano-chimique : (a) microscopie optique (b) codage couleur de la hauteur après interférométrie en lumière blanche.

### ***I.A.3. Microstructure***

La technique EBSD a été largement utilisée pour caractériser l'état initial de la microstructure de cet acier 316L. Les cartographies obtenues permettent de caractériser les orientations cristallographiques de chaque grain, mais aussi d'en définir les contours, de

repérer les macles ou encore les résidus de ferrites. Une surface de référence très étendue (~80 mm<sup>2</sup>) a été cartographiée. Elle est présentée codée suivant la normale à la surface (ND) sur la Figure 2.

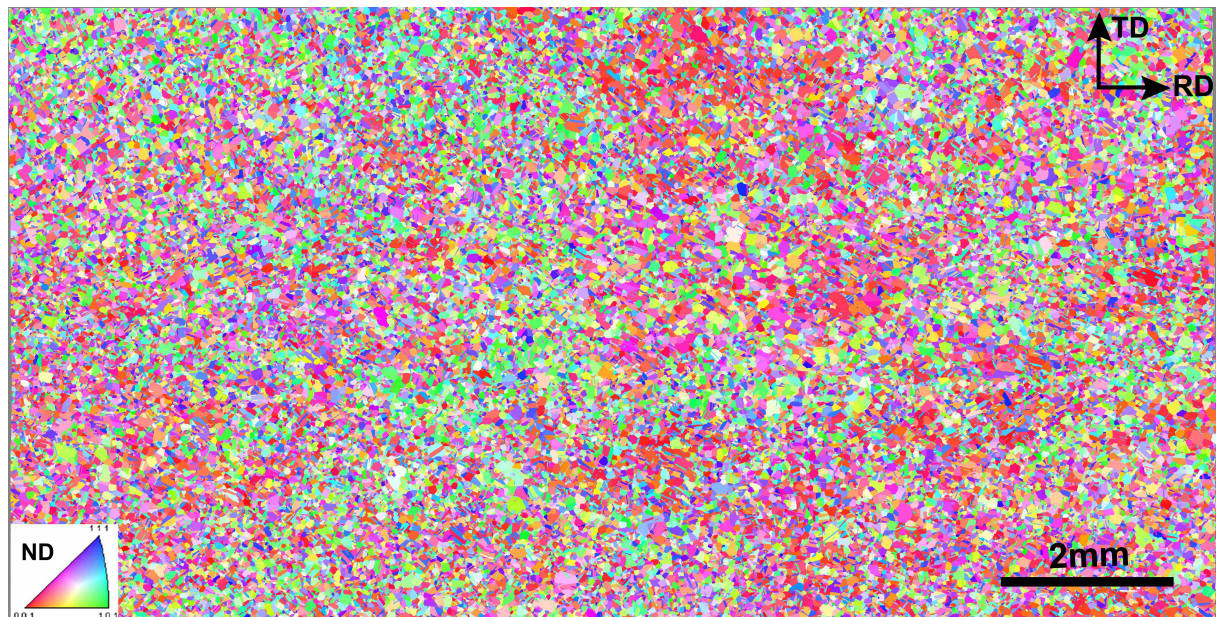


Figure 2: Cartographie d'orientations cristallographiques obtenue par EBSD en surface d'un échantillon de 316L prélevé suivant la direction de laminage (RD). Codage couleur suivant la direction normale à la surface (ND).

A partir de cette zone incluant un très grand nombre de grains, différentes caractéristiques moyennes ont été déterminées.

#### 1.A.3.1. Phases en présence

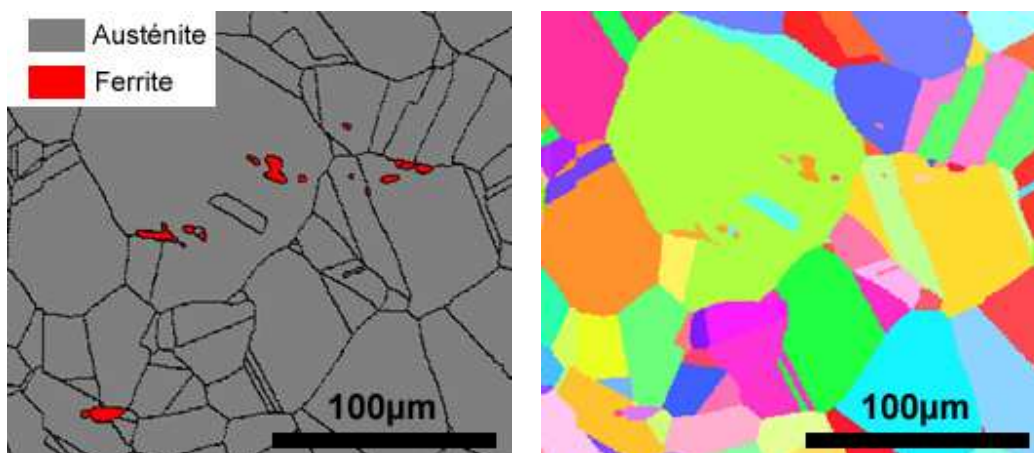


Figure 3: Cartographie de phase et d'orientation associée obtenue par EBSD en surface d'un échantillon de 316L. Codage couleur suivant la direction normale à la surface (ND).

L'étude par EBSD révèle la présence de grains de deux phases différentes. La grande majorité des grains correspond à la phase austénitique  $\gamma$ . Des résidus de ferrite sont



cependant observés sous la forme de « chapelets » comme le montre la Figure 3. La taille de ces résidus est inférieure à 10  $\mu\text{m}$ . Leur proportion en surface sur la zone de référence est inférieure à 1%.

#### I.A.3.2. *Macle*

Des macles sont présentes au sein d'un très grand nombre de grains. Elles répondent à une relation de type CSL (coincidence Site Lattice)  $\Sigma 3$  (rotation de  $60^\circ$  autour d'un axe  $\langle 111 \rangle$ )

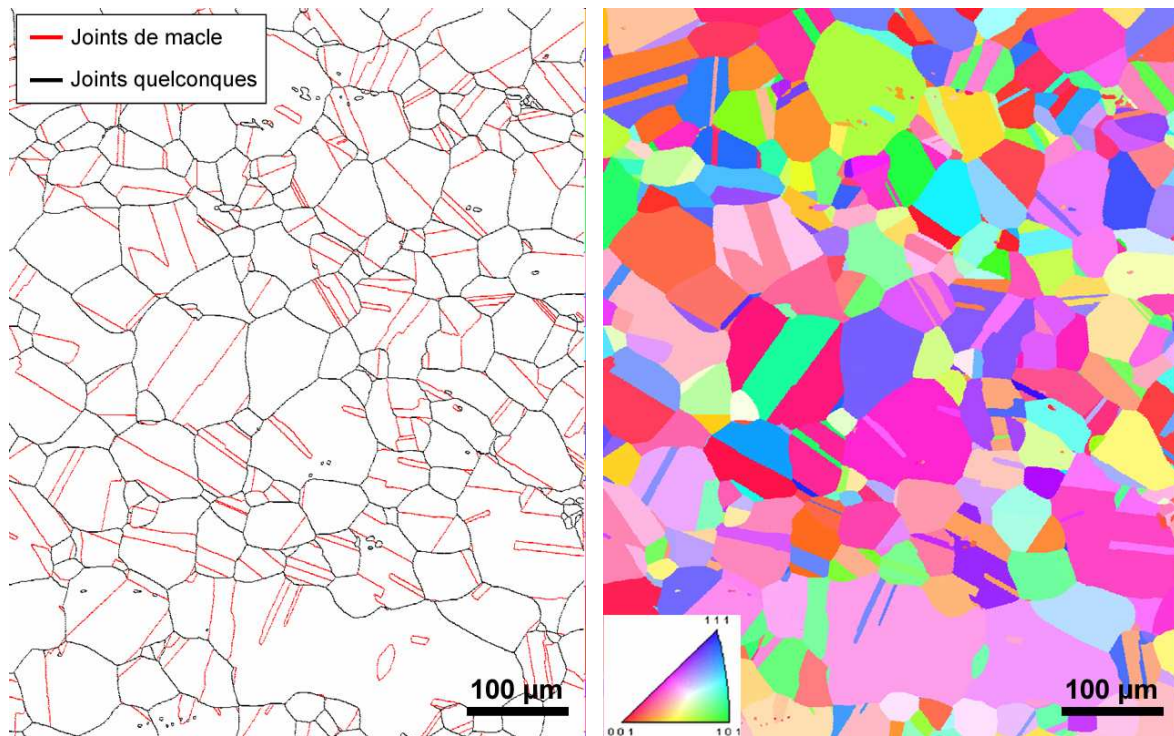


Figure 4: Cartographie de joints et d'orientation associée obtenue par EBSD en surface d'un échantillon de 316L. Codage couleur suivant la direction normale à la surface (ND).

L'analyse de la surface totale montre que 61% des joints sont de ce type. La Figure 4 illustre la présence de ces joints spéciaux sur une zone appartenant à la surface de référence. Clairement la plupart des grains montre une macle complète ou partielle.

#### I.A.3.3. *Taille de grains*

Le logiciel de post-traitement OIM (Annexe A) permet de définir un grain comme un ensemble de pixels dont la désorientation est inférieure à une valeur fixée (généralement  $5^\circ$ ). Un grain ainsi défini peut être assimilé à un cercle de surface équivalente ce qui permet de définir son diamètre équivalent. Une macle à l'intérieur d'un grain est considérée comme un grain à part entière. Il est cependant possible d'exclure les macles des grains pour ne pas en tenir compte dans l'évaluation de la taille de grains. Dans les paragraphes suivants afin de décrire de façon plus complète la microstructure, les résultats seront présentés en excluant ou non les macles.

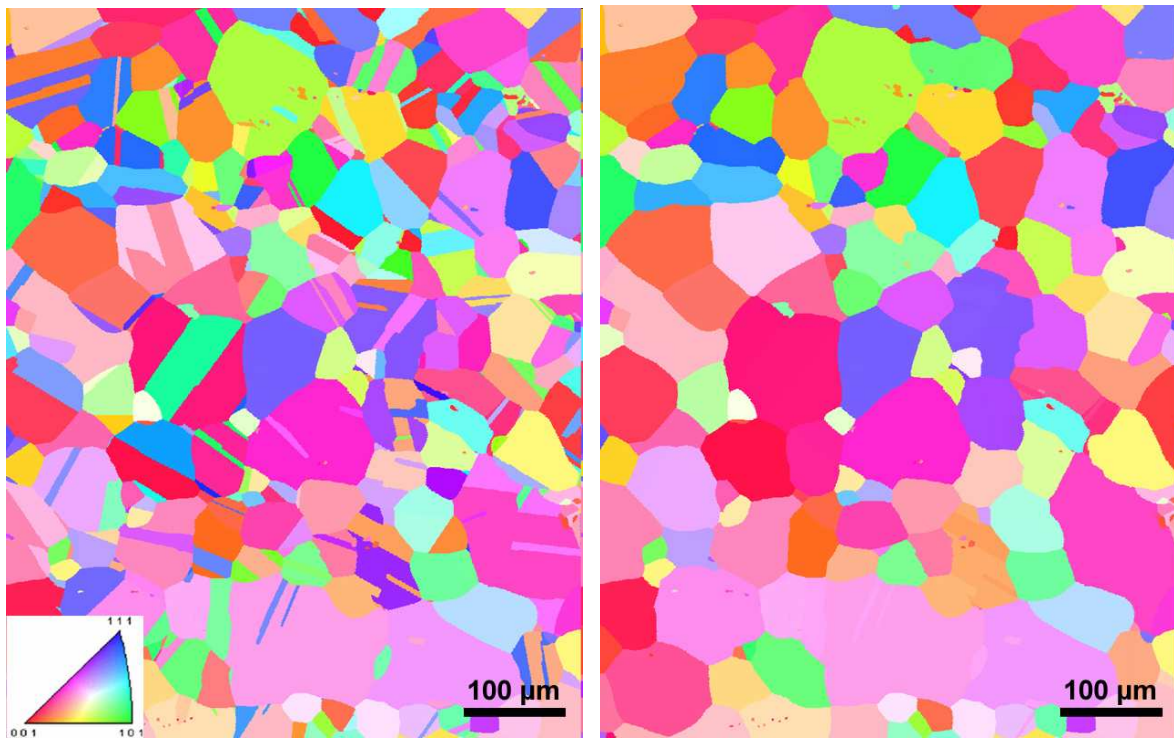


Figure 5: Cartographie d'orientation avec représentation des macles (gauche) et sans représentation des macles (droite) obtenue par EBSD en surface d'un échantillon de 316L. Codage couleur suivant la direction normale à la surface (ND).

A titre d'exemple, deux cartographies d'orientation d'une même zone sont présentées sur la Figure 5. La fraction surfacique des grains suivant leur rayon peut être quantifiée en présence des macles ou pour les grains reconstruits. Leur répartition est donnée sur la Figure 6, avec ou sans les macles, pour la zone de référence de 80 mm<sup>2</sup>.

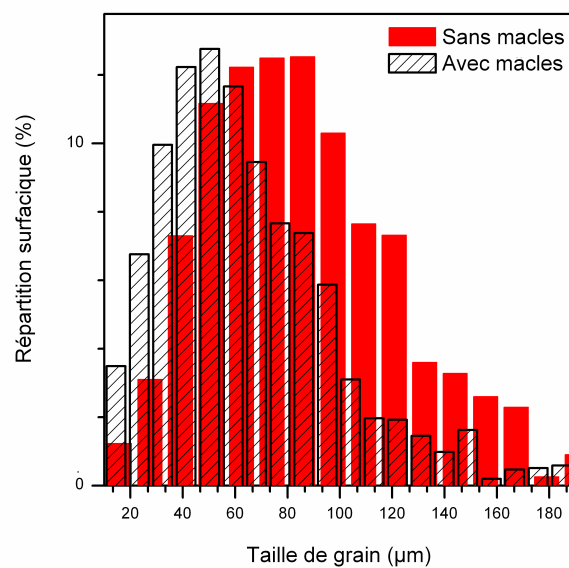


Figure 6: Représentation de la fraction surfacique en fonction de la taille de grains.



La taille de grains moyenne est de l'ordre de 50  $\mu\text{m}$  en considérant les macles, de 85  $\mu\text{m}$  en les excluant.

#### *I.A.3.4. Forme de grain*

Afin de décrire la forme des grains il est possible de leur associer une ellipse de surface équivalente plutôt qu'un cercle (Figure 7). Le facteur d'élongement d'un grain peut alors être relié au rapport de taille entre le grand axe et le petit axe de l'ellipse. L'angle  $\beta$  permet quant à lui de décrire l'orientation géométrique du grain relativement à une direction macroscopique qui peut être par exemple la direction de laminage de la tôle.

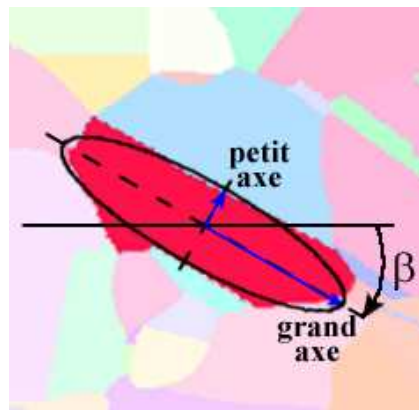


Figure 7: Représentation schématique de l'approximation d'un grain par une ellipse.

Chacun des deux paramètres cités précédemment a été calculé pour l'ensemble des grains de la zone de référence. La Figure 8 présente les fractions surfaciques selon le rapport des longueurs et selon l'angle  $\beta$ .

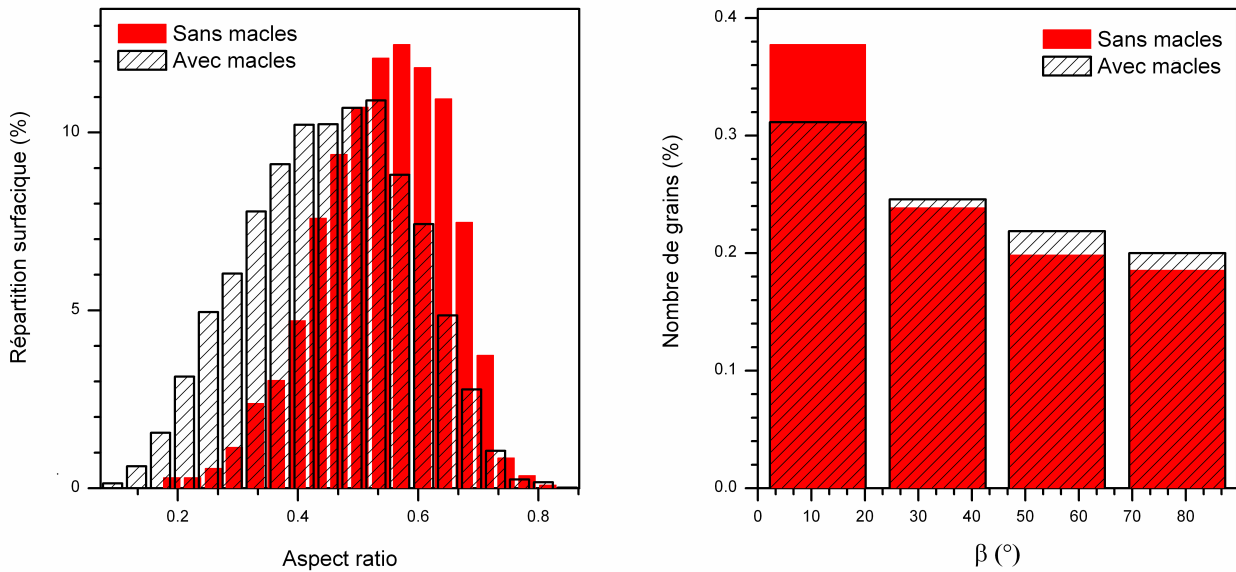


Figure 8: Représentation de la fraction surfacique en fonction du rapport de taille et de l'angle  $\beta$ .

On observe une répartition quasi-gaussienne des fractions surfaciques autour d'un rapport de taille de l'ordre de 0,6 en excluant les macles du calcul. Les grains dans ce matériau sont donc loin d'être équiaxes. En tenant en compte des macles, le facteur d'élanement moyen n'est plus que de 0,5. Cette diminution est liée au fait que les macles constituent des parties de grains particulièrement élancées.

La répartition surfacique des grains en fonction de  $\beta$  est maximale pour  $\beta$  proche de  $0^\circ$  indiquant que le rayon le plus important du grain se retrouve généralement aligné avec la direction de laminage.

Finalement ce matériau présente une légère texture morphologique dans les plans de coupe de normale ND avec des grains légèrement allongés et orientés suivant la direction de laminage.

#### 1.A.3.5. Texture d'orientation

Les calculs de texture cristalline ont été réalisés à partir des données d'orientation cristallographique acquises sur la zone de référence. Cette zone d'environ  $80 \text{ mm}^2$  comprend plus de quatre millions de grains (macles inclus). Les résultats sont présentés à l'aide des figures de pôles  $\{001\}$ ,  $\{101\}$  et  $\{111\}$  mais aussi des figures de pôles inverses codées suivant ND et RD sur la Figure 9. Les méthodes de calcul employées pour établir ces figures sont reportées dans l'annexe A. Les composantes de  $T_C^{<hkl>}$  telles qu'elles sont définies en annexe A(IV.A.1.1.5) sont reportées dans le Tableau 3.

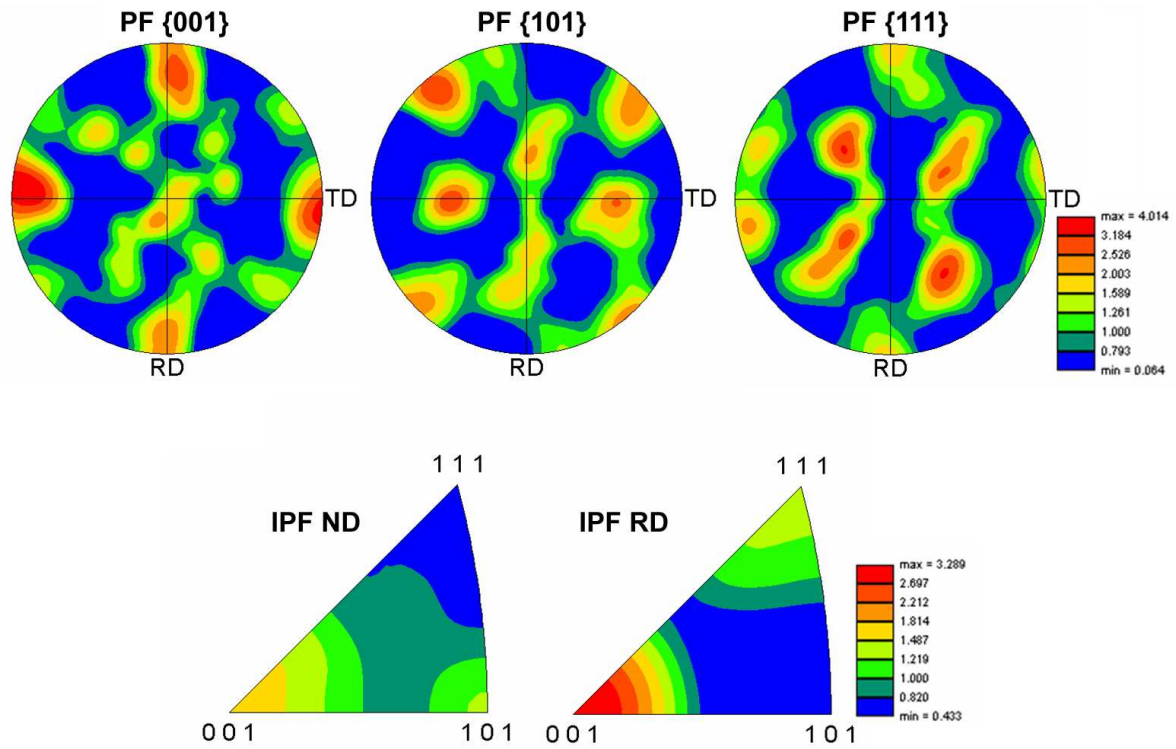


Figure 9: Représentation de la texture cristallographique d'un échantillon 316L par une figure de pôles et une figure de pôles inverse.

Ces figures montrent que cette tôle de 316L présente une texture cristallographique significative qui se caractérise pour l'essentiel par une forte composante  $\langle 001 \rangle$  suivant la direction de laminage. Cette composante correspond majoritairement à des grains dont l'orientation suivant les trois axes RD, TD et ND est proche de  $\langle 001 \rangle$ . L'indice de texture de l'ordre de 4 indique que cette texture est modérée, certaines tôles laminées pouvant présenter des indices supérieurs à 30 ou plus (indice de texture = 1  $\leftrightarrow$  absence de texture).

Le Tableau 3 présente les valeurs « simplifiées » des différentes composantes de texture  $T_C^{<hkl>}$  suivant la direction ND de l'échantillon étudié. Pour comparaison, les valeurs des composantes théoriques pour un échantillon qui ne serait pas texturé y sont également présentées.

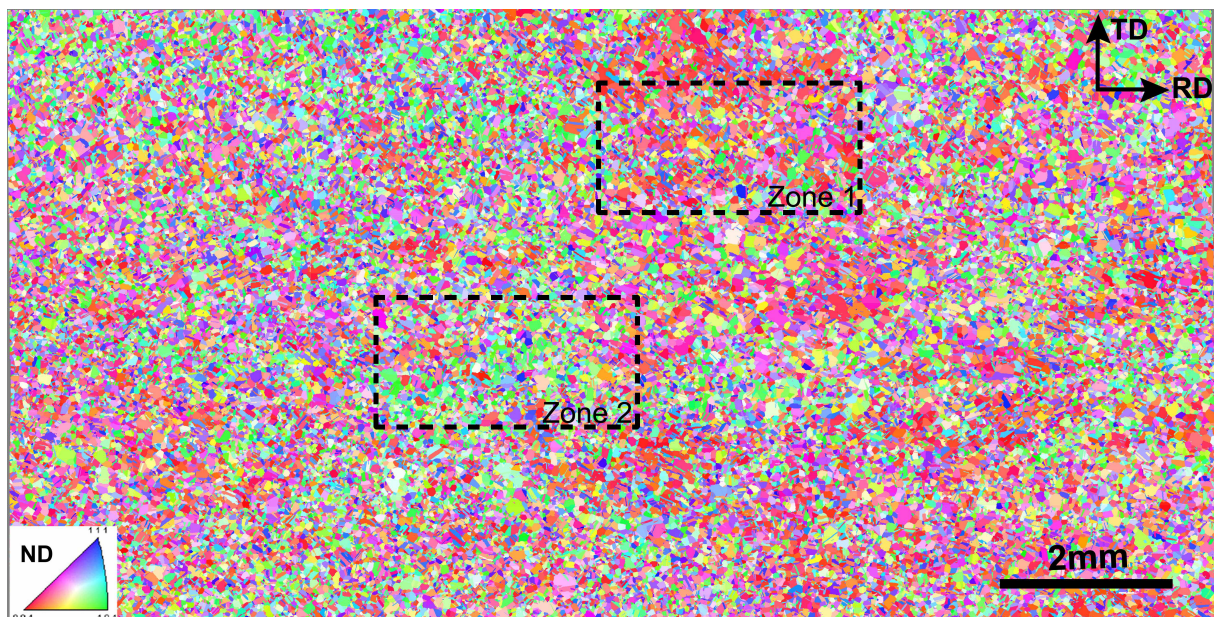
Tableau 3 : composantes de texture suivant la normale à la surface.

Composante de texture ND ( $\beta=15^\circ$ )	$T_C^{<001>}$	$T_C^{<101>}$	$T_C^{<111>}$
échantillon non texturé	8,9 %	16,9 %	11,5 %
Echantillon étudié	21,1 %	17,9 %	10,1 %

Cette quantification « simplifiée » met à nouveau en évidence la prédominance de la composante  $T_C^{<001>}$  suivant ND. L'établissement de l'ensemble de ces figures de pôles, figures de pôles inverses et composantes  $T_C^{<hkl>}$  ne constitue pas une analyse complète de la texture du 316L étudié. Cependant les éléments ainsi obtenus permettent de bien mettre en évidence les faits marquants, le tracé complet d'ODF (Orientation Distribution Function) n'ajoutant pas d'information significative dans ce cas.

#### 1.A.3.6. Effet d'échelle

##### 1.A.3.6.1. Texture cristallographique





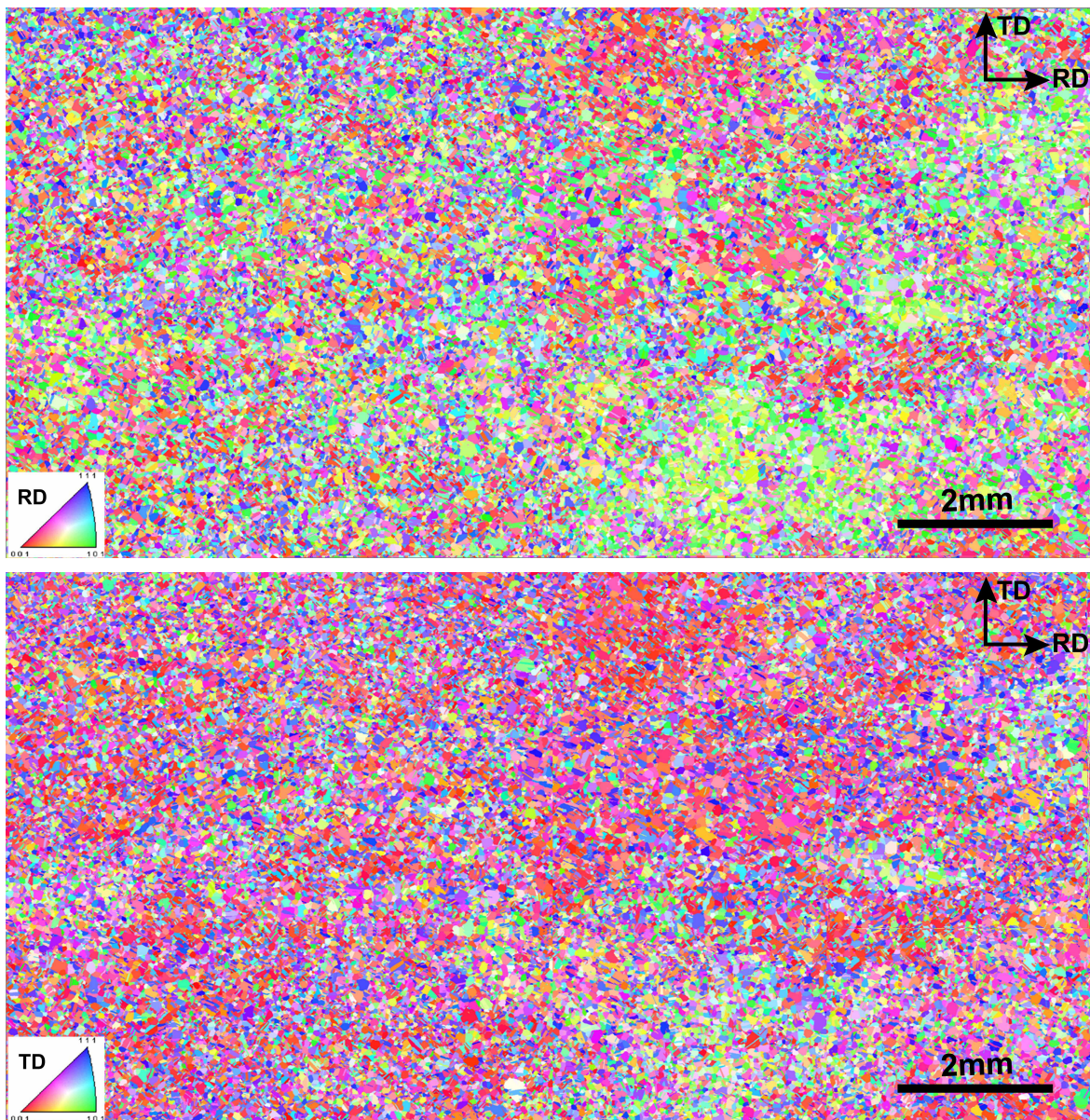


Figure 10: cartographies d'orientation codées suivant les directions ND, RD et TD : présence de macrozones.

La Figure 10 propose trois cartographies de la surface codées suivant les directions ND, RD et TD. Clairement des hétérogénéités de l'orientation cristallographique apparaissent dans certaines zones millimétriques. Par analogie avec ce qui est relevé et étudié dans le cas des alliages de titane, le terme de « macrozones » sera associé à ces hétérogénéités. Localement ces macrozones présentent des textures différentes comparées à la texture d'orientation moyenne évaluée sur l'ensemble de la cartographie. La mise en évidence de ces macrozones est sensible à la direction suivant laquelle l'orientation cristallographique est codée. Un exemple de différence de texture associée à ces macrozones est donné et reporté sur la Figure 11 pour deux zones de taille identique notées zone 1 et zone 2 sur la Figure 10.

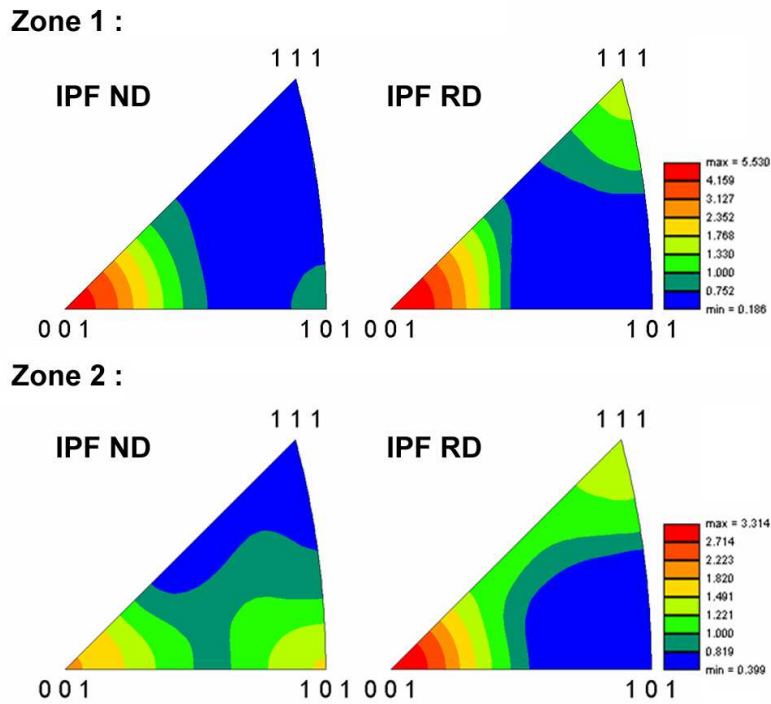


Figure 11: Texture cristallographique des zone 1 et zone 2 définies sur la Figure 10. Représentation dans les figures de pôles inverses ND et RD.

En première approche, la nature de ces textures est similaire. C'est l'amplitude des composantes  $T_C^{<001>}$  et  $T_C^{<101>}$  qui diffère principalement. Ainsi la composante majoritaire est  $T_C^{<001>}$  pour la zone 1 et  $T_C^{<101>}$  pour la zone 2 (Tableau 4).

**Tableau 4 : influence des macrozones sur les composantes de texture suivant la normale à la surface.**

Composante de texture ND pour $\beta=15^\circ$	$T_C^{<001>}$	$T_C^{<101>}$	$T_C^{<111>}$
$T_C^{<hkl>}$ Zone 1	28,7 %	14,1 %	9,7 %
$T_C^{<hkl>}$ Zone 2	18,3 %	21,4 %	10,8 %

Afin d'estimer l'effet des macrozones sur les valeurs des composantes de texture en fonction de la taille de la surface prise en compte, l'ensemble de la cartographie de référence à été divisée en zones de surface S et des calculs de texture ont été effectués sur chacune d'elles. Pour les trois composantes principales  $T_C^{<001>}$ ,  $T_C^{<101>}$  et  $T_C^{<111>}$ , les écarts moyens notés  $\delta T_C^{<hkl>}$  sont représentés en fonction de la surface S sur la Figure 12.



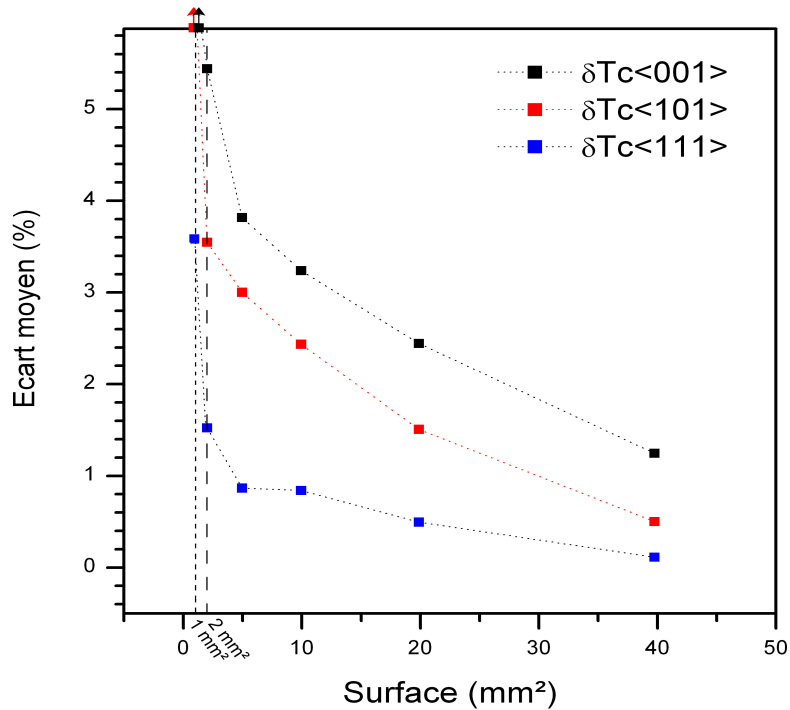


Figure 12: Effet des macrozones sur les composantes de texture suivant la normale à la surface dans un acier 316L.

De manière évidente, c'est quand la surface  $S$  est du même ordre de grandeur que la surface des macrozones (1 à 2 mm<sup>2</sup>) que les différences entre les composantes de textures sont les plus importantes. On observe aussi que ces écarts sont toujours significatifs, même quand la surface cartographiée est de 40 mm<sup>2</sup>. Ce point suggère que la surface dite de référence dans ce travail n'est peut être pas suffisante pour caractériser pleinement la tôle étudiée.

Pour l'étude des effets microstructuraux de la nitruration, il était nécessaire de réaliser un très grand nombre de cartographies. Pour des raisons de temps d'acquisition notamment il fallait définir une surface analysée « raisonnable ». Nous avons choisi une taille de 2 mm<sup>2</sup> qui regroupe déjà en moyenne plus de 1000 grains. Pour étudier l'évolution des textures, il apparaît donc nécessaire de caractériser préalablement la texture initiale sur une zone donnée de l'échantillon à traiter, puis de faire de nouvelles cartographies sur la même zone après traitement. Compte tenu de l'existence des macrozones, l'analyse des effets induits par le traitement se fera à partir de la comparaison des états traités et non traités par échantillon et non en se référant à la texture établie sur la surface de référence de 80 mm<sup>2</sup>.

De plus, comme nous utiliserons des échantillons différents pour l'étude sur l'influence de la durée de nitruration, il faudra comparer non pas les textures, qui sont initialement différentes, mais les modifications de texture.

I.A.3.6.2. Texture morphologique

La cartographie proposée sur la Figure 13 présente les tailles des différents grains grâce à un codage couleur. Des différences significatives apparaissent également entre différentes zones de la cartographie.

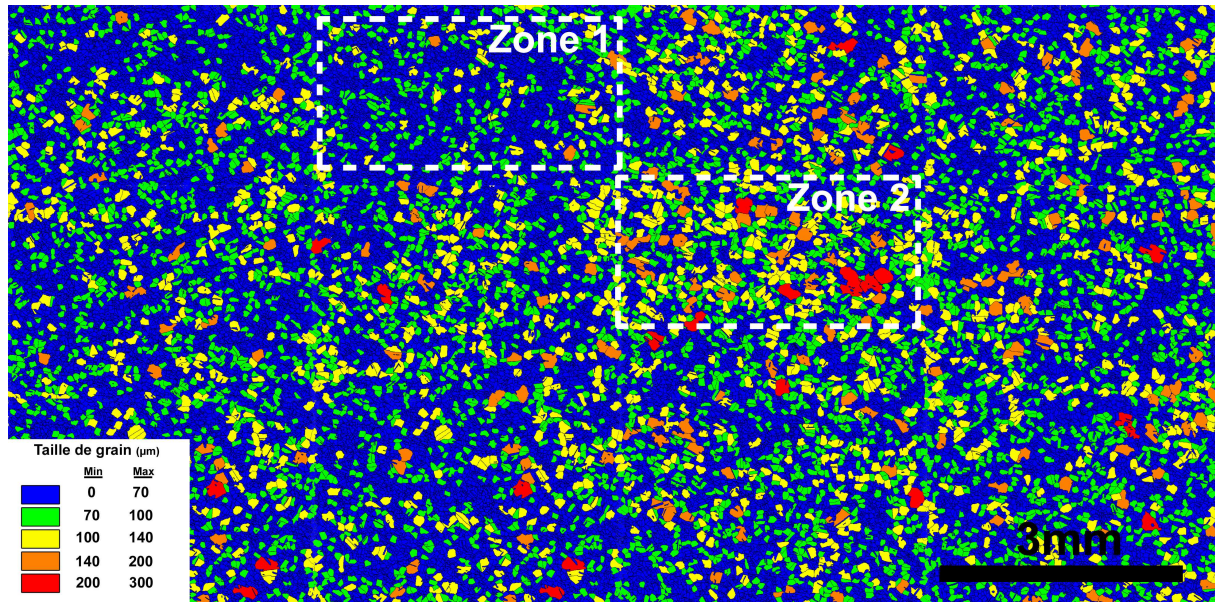


Figure 13: Cartographie en taille de grains sur une surface de 80 mm<sup>2</sup> pour un acier 316L.

La Figure 14 présente à titre d'exemple les différentes caractéristiques des grains pour les zones notées 1 et 2 sur la Figure 13.

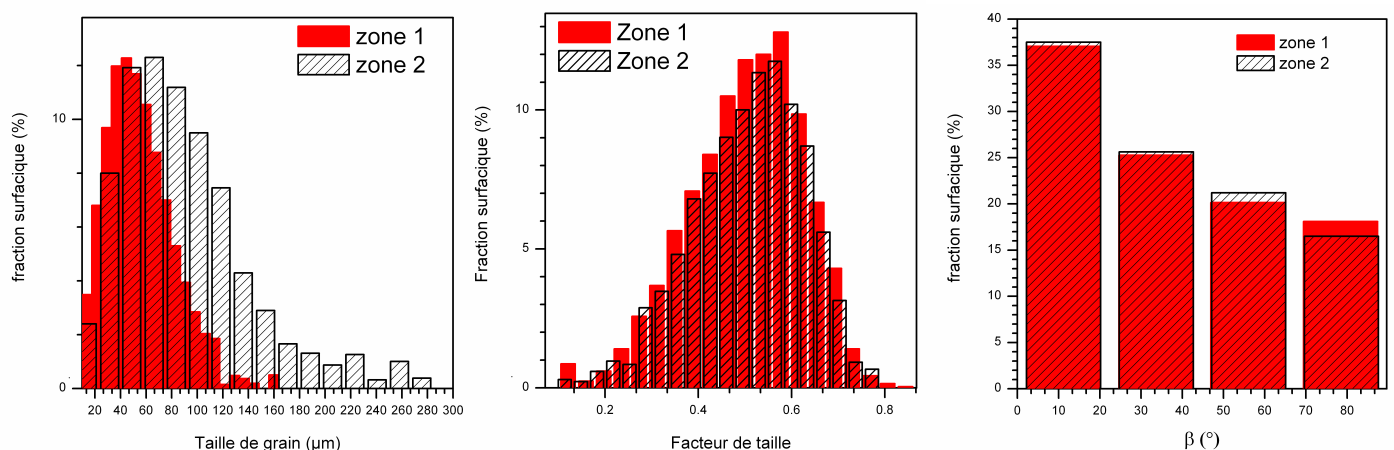


Figure 14: Représentation de la fraction surfacique en fonction de la taille de grains pour les zones 1 et 2. Les macles ont été prises en compte.

S'il n'y a aucune différence significative quant à la forme des grains (facteur d'élongement,  $\beta$ ) dans les deux zones, la taille moyenne des grains diffère de plusieurs dizaines de  $\mu\text{m}$  d'une zone à l'autre. On peut ainsi évoquer l'existence de « macrozones » morphologiques.



Les zones d'analyse destinées à suivre l'évolution microstructurale due au traitement étant de 2 mm<sup>2</sup>, il a été possible de les choisir plutôt dans les zones présentant une taille moyenne de grains.

#### *I.A.3.7. Synthèse*

La réalisation d'une cartographie EBSD très étendue (80 mm<sup>2</sup>) a permis d'identifier les caractéristiques moyennes de la texture de la tôle de 316L étudiée. Cette texture n'est pas rigoureusement homogène au sens où des « macrozones » cristallographiques et morphologiques d'environ 2 mm<sup>2</sup> y sont détectées. Cependant, on peut caractériser la texture moyenne avec deux composantes de texture prédominantes suivant la direction normale à la surface (ND), qui sont les composantes <001> et <101>.

## I.B Le traitement de nitruration

La nitruration est un procédé thermo-chimique destinée à améliorer les propriétés tribologiques, les propriétés de résistance à la fatigue, ou la résistance à la corrosion des aciers et des fontes. Comme les autres traitements thermo-chimiques de durcissement (cémentation, nitrocarburation,...), la nitruration présente l'avantage de ne modifier que très faiblement les géométries et l'état de surface des matériaux. Les procédés de revêtement où une couche est rapportée sur la surface induisent des modifications plus importantes.

De manière générale, le traitement de nitruration consiste à plonger les pièces dans un milieu susceptible d'enrichir superficiellement le matériau en azote, puis à le laisser diffuser de la surface vers le cœur de la pièce à une température comprise entre 300 et 580°C. Les procédés les plus anciens sont la nitruration en bain de sel par décomposition thermique d'un cyanure alcalin ou la nitruration gazeuse réalisée par transfert des atomes d'azote du gaz ammoniac dans le matériau. Ces nitrurations thermiques possèdent des limitations dont la faible vitesse (> 100 heures de traitement) et la haute température de traitement (500-600 °C) qui provoque la précipitation de nitrure de chrome, l'appauvrissement en chrome de la matrice et donc la dégradation de l'inoxidabilité. Afin de dépasser ces limitations de nouvelles techniques sont apparues, notamment concernant l'utilisation d'un plasma lors du traitement [3].

La façon la plus simple de créer un plasma de décharge est d'appliquer une tension continue (DC) entre deux électrodes. C'est pourquoi les premiers travaux de nitruration avec plasma ont été menés dans des enceintes métalliques reliées à la masse dans lesquelles on introduit une pièce supportant les échantillons et polarisée à un potentiel négatif. Dans ces conditions, les ions  $N_2^+$  sont accélérés vers la pièce à traiter avec des énergies de l'ordre de quelques centaines d'électrons volts. Pour cette raison, la technique a été appelée nitruration ionique. Par rapport aux nitrurations thermiques, l'élimination des couches d'oxyde superficielles et le chargement de la surface en azote sont plus rapides, ce qui amorce plus tôt le moteur de la nitruration, les profondeurs de nitruration sont substantiellement plus élevées. En conséquence, la température des échantillons peut être diminuée en ajustant le bombardement ionique, ce qui permet d'envisager le traitement de matériaux sensibles à la température (acier inoxydable, aluminium...). De nombreuses entreprises exploitent ce type de procédé (Bodycote-Nitruvid, SSA, AIMT...), mais aussi de grands groupes industriels comme PSA en collaboration avec l'Ecole des Mines de Nancy. Cependant, cette technique de nitruration ionique requiert une température d'au moins 350°C, l'efficacité du procédé s'effondrant pour des températures inférieures. Cette limitation est généralement attribuée à la

diffusion volumique de l'azote dans le fer (Energie d'activation =1,8 eV). A notre connaissance, les publications relatives aux autres méthodes de nitruration (micro-ondes, radio fréquences) mentionnent peu de travaux dans la gamme des basses températures, à l'exception de la référence [4][159].

En 1997, le Laboratoire de Métallurgie Physique de Poitiers effectue les premières nitrurations au potentiel flottant dans un réacteur nommé URANOS (unité de Réaction Assistée par plasma pour la Nitruration et l'Oxydation des Surfaces) [5]. Dans ce système la génération du plasma est effectuée par une activation micro-onde indépendamment des pièces à traiter (traitement en post décharge). Ce qui signifie que le potentiel de surface des échantillons peut être ajusté par polarisation extérieure ou bien que celui-ci peut être maintenu au potentiel flottant. De la même façon, la température est régulée à l'aide d'un four extérieur, c'est-à-dire indépendamment du bombardement ionique, contrairement au procédé de nitruration ionique classique en plasma diode. Ce procédé a été initialement développé dans le but d'étudier et de développer l'oxydation plasma de semi-conducteurs [6]. Il a également été utilisé pour réaliser la nitruration du silicium et de l'oxyde de silicium dans le but de faire croître ou de transformer des diélectriques de grille MOS à basse température [7]. L'utilisation d'un potentiel flottant dans le cas des semi-conducteurs était nécessaire pour obtenir la croissance de diélectriques en absence de pulvérisation ionique de la surface. En effet, l'absence de pulvérisation est un des avantages de cette technique avec la possibilité de traitements à des températures modérées (400°C). Ce traitement s'est avéré très efficace pour les aciers inoxydables connus pour présenter d'une part un phénomène de diffusion réduit et d'autre part être sensibles à l'apparition de nitrures de chrome au-dessus de 450 °C, faisant perdre à l'acier son caractère inoxydable.

Afin de bien comprendre l'avantage d'un tel traitement par rapport aux nitrurations ioniques classiques, nous allons donner préalablement quelques détails concernant la technique de nitruration ionique.

#### *1.B.1.1. La nitruration ionique*

Dans une enceinte contenant un mélange gazeux à base d'azote sous une pression de 10 à 10<sup>3</sup> Pa, l'échantillon à traiter fait office de cathode et les parois de la cuve d'anode. On applique une tension continue entre les deux électrodes, le courant et la tension sont choisis de manière à provoquer une décharge luminescente qui conditionne le départ et l'accélération des électrons libres de l'échantillon métallique vers les surfaces anodiques de la cuve. Lorsque ces électrons entrent en collision avec les molécules de gaz proches de la surface de l'échantillon,

celles-ci s'ionisent. Elles libèrent alors un ou plusieurs électrons de valence qui ionisent à leur tour d'autres molécules, augmentant ainsi le nombre d'électrons. L'ensemble des particules ionisées constitue le plasma et les ions azote positifs sont attirés par la cathode que constitue la pièce à traiter. L'azote pénètre ainsi dans les couches de surface puis, suivant les paramètres de traitement, diffuse et peut former des nitrures. Le problème majeur de cette technique est la difficulté de dissocier la création du plasma et le traitement de l'échantillon. L'homogénéité de la température est en grande partie liée à la forme et à la disposition des pièces. Pour des pièces de formes complexes, il se produit des phénomènes de cathode creuse avec un échauffement local. Ce procédé conduit également à une pulvérisation partielle de la surface, utile pour dépassiver les surfaces mais parfois trop importante pour conserver l'état de finition. De nombreuses améliorations du procédé ont été apportées pour limiter ces inconvénients (résistances complémentaires, écrans actifs,...) mais les éléments essentiels (création d'espèces actives, chauffage homogène et dépassivation superficielle) restent très liés.

#### *1.B.1.2. Nitruration au potentiel flottant assistée par plasma*

La spécificité du réacteur URANOS (unité de Réaction Assistée par plasma pour la Nitruration et l'Oxydation des Surfaces) réside dans le mode de création du plasma. Le plasma y est déporté, c'est-à-dire qu'il est dissocié des échantillons. Il est créé par l'intermédiaire d'un champ radio-fréquence (13,56 MHz). Une onde électromagnétique se propage à l'intérieur du tube de quartz et ionise le gaz présent dans l'enceinte, le plasma diffuse ensuite dans le tube de quartz et enveloppe les échantillons. Aucune polarisation de l'échantillon n'est nécessaire, on parle de potentiel flottant. Aucun courant ne pouvant parcourir l'échantillon, son potentiel se met à l'équilibre par rapport au potentiel plasma (VP) de façon à repousser le flux des électrons. Le potentiel flottant (VF) est tel que,  $VP - VF \approx 5$  kTe; il attire donc les ions positifs en leur communiquant une énergie d'environ 15 eV (pour  $kTe \approx 3$  eV). Cette énergie est inférieure au seuil de pulvérisation de la plupart des matériaux [8] et ce qui évite effectivement toute pulvérisation de la surface pendant le traitement. Les espèces actives du plasma neutre (molécules, radicaux) et excités (ions) réagissent avec la surface et diffusent en profondeur dans le matériau sous l'effet de la température. Les traitements dans ce réacteur sont réalisés avec une pression entre 0,1 et 10 Pa. On parle alors de nitruration basse pression. Outre la composition initiale du matériau, les paramètres de nitruration comme la nature et la composition du gaz réactif, la température et la durée du traitement influent sur la morphologie et sur la profondeur des couches nitrurées.

### I.B.1.3. Procédé et conditions expérimentales

Le schéma de principe ainsi qu'une photographie du réacteur URANOS sont présentés sur les Figure 15 et Figure 16. Le réacteur se compose d'un tube de quartz, d'un système de pompage, d'un four et d'un générateur radio-fréquence. L'échantillon est posé sur un berceau de quartz et donc isolé de la masse, pour qu'il se mette à l'équilibre par rapport au potentiel plasma. Un système de chargement particulier permet de déplacer les échantillons sous vide. Ceux-ci peuvent être placés dans une zone dite froide, où la température est proche de la température ambiante puis dans la zone dite chaude au milieu du four où la température est régulée.

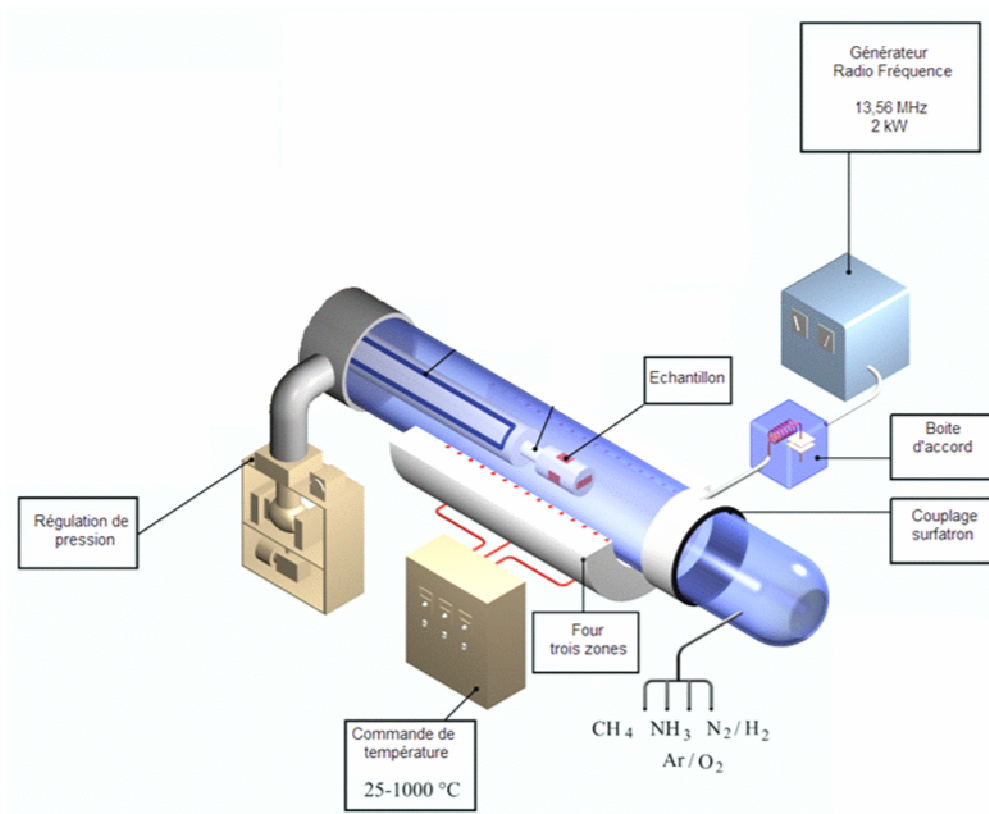


Figure 15: Description du réacteur URANOS

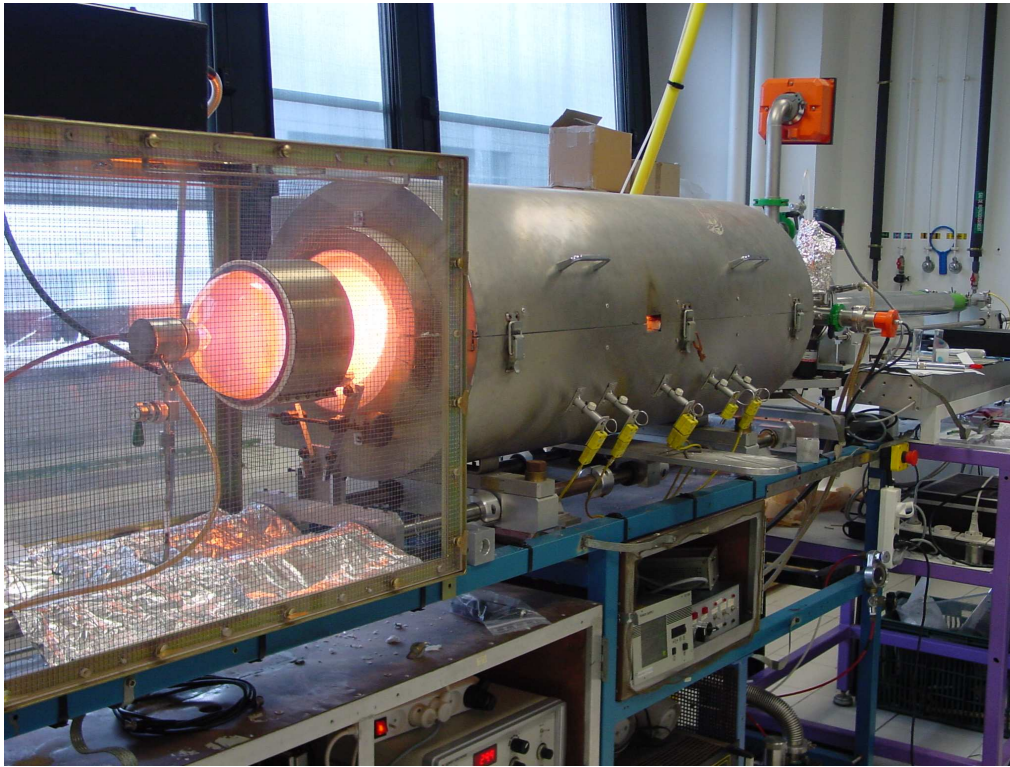


Figure 16: Photographie du réacteur URANOS en fonctionnement.

Le paragraphe suivant décrit le processus de nitruration à 400°C pour des durées de traitement supérieures à 1 heure. La température de nitruration est donnée par un thermocouple gainé de quartz inséré dans un échantillon témoin d'acier 316L.

Les échantillons sont introduits dans la zone centrale du four pendant le pré-vidage du tube pour arriver à une pression de l'ordre de  $5 \times 10^{-4}$  Pa après plusieurs heures. A partir de ce moment, on alimente le four pour atteindre la température régulée de 375°C. On crée alors le plasma avec une puissance incidente de 700 W, ce qui augmente la température de l'échantillon témoin jusqu' à 400°C. Le débit du mélange gazeux est maintenu constant et la pression dans l'enceinte est contrôlée à une valeur de 7,5 Pa. A la fin du traitement, le plasma est coupé et les échantillons sont alors placés dans la zone froide et refroidis sous un flux d'azote, la température chutant de 200°C en 15 min.

Les nitrurations plasma ont été réalisées avec un débit de 100 sccm (Standard cubic centimeter) constitué de 60 sccm de  $N_2$  et 40 sccm de  $H_2$ . L'utilisation d'hydrogène dans le mélange contribue à la dépassivation superficielle et, en éliminant une barrière de diffusion, permet une meilleure diffusion de l'azote en profondeur. L'hydrogène est totalement désorbé en fin de traitement.

Les temps de traitement ont été choisis entre 5 minutes et 160 heures correspondant à des épaisseurs de la couche nitrurée allant d'une fraction de  $\mu m$  à plus de 20  $\mu m$ .

Pour les durées de traitement inférieures à 1 heure, le plasma a été réalisé avec un mélange d'argon et d'azote. Quand la température de traitement est atteinte, on bascule de l'argon à l'azote, ce qui constitue le début du traitement. Comme il faut environ une minute pour que le nouveau le plasma  $N_2+H_2$  soit établi, la durée de 5 min doit être considéré comme une nitruration de courte durée, à 1 ou 2 minutes près.

## **I.C Les techniques d'essais et d'analyse**

La caractérisation des modifications de surface induites par le traitement a nécessité la mise en œuvre de nombreuses techniques expérimentales. C'est grâce à la complémentarité entre les deux laboratoires que nous avons pu accéder facilement à la plupart des techniques utilisées. Du côté du LMPM, ces techniques concernent le plus souvent la caractérisation mécanique : essais de traction et compression monotone, essais de traction in situ sous MEB, essais de fatigue (P. Villechaise) et de micro dureté (M. Gerland). Pour l'aspect structural, nous avons utilisé la microscopie électronique à balayage, la technique EBSD (P. Villechaise), la technique EDS-X (J. Cormier) ainsi que caractérisations par diffraction des rayons X (C.Templier, P.O. Renault) et par Spectroscopie à Décharge Luminescente (SDL) (L.Pichon). Les observations par microscopie à force atomique et à force magnétique ainsi que les essais de nanoindentation ont été menés en collaboration avec C. Tromas. Des expériences complémentaires ont été réalisées dans d'autres laboratoires. Les études de la topographie de surface ont été réalisées par interférométrie en lumière blanche (WLI) au Laboratoire de Mécanique des Solides avec l'aide précieuse de N. Brunetière. Les analyses par réactions nucléaires (NRA) ont été menées par A.Martinavicius au Research center Forschungszentrum Dresden-Rossendorf (Allemagne) et enfin E. Menéndez de l'institut Kern en Stralingsfysica et INPAC (Espagne) a effectué l'étude des modifications des propriétés magnétiques par effet Kerr (polar Magneto Optic Kerr Effect).

L'ensemble des essais mécaniques sera détaillé dans le chapitre III tandis que les techniques de caractérisation de surface sont détaillées dans l'annexe A.

Afin d'utiliser au mieux ces différentes techniques, il est nécessaire de connaître la surface et le volume qu'elles permettent de caractériser ainsi que les plages d'utilisation et les limites associées. De plus, certaines de ces techniques sont destructives et d'autres nécessitent une préparation ou une géométrie particulière des échantillons. Nous présentons dans ce qui suit les informations nécessaires pour favoriser la mise en place de protocoles et enchaînements de séquences expérimentales assurant la meilleure compatibilité et complémentarité des techniques de caractérisation employées.



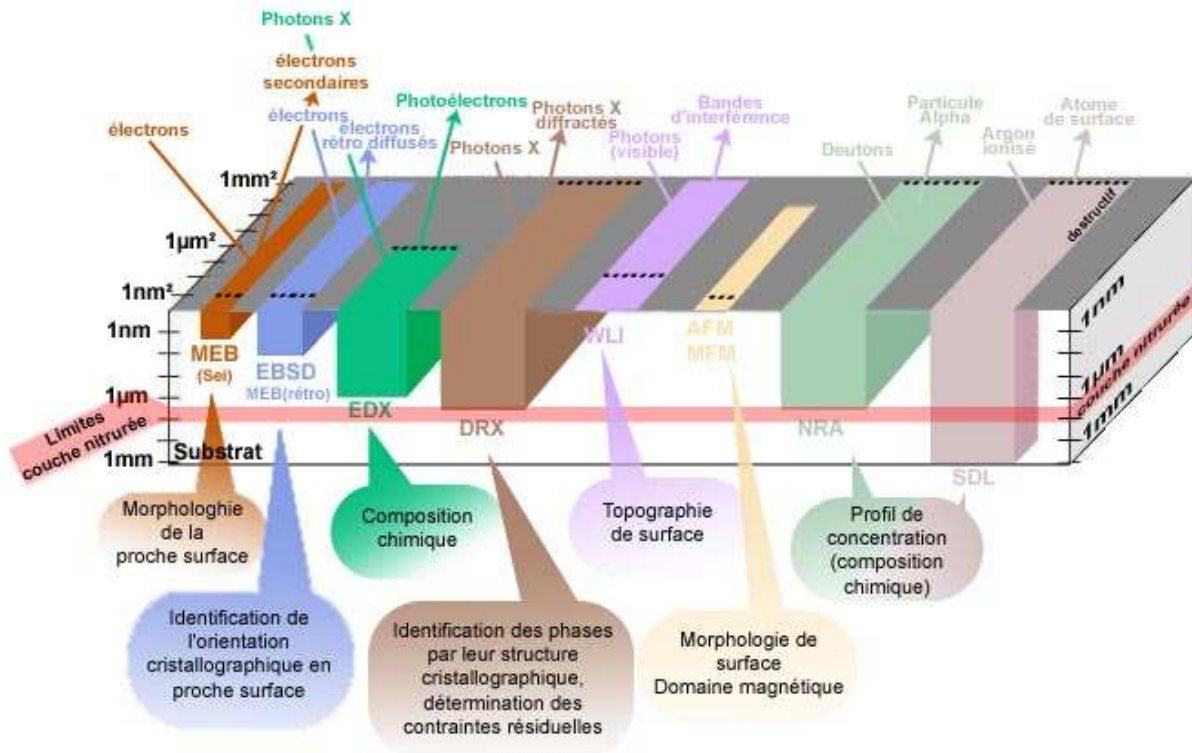


Figure 17: Synthèse des techniques utilisées afin de décrire le matériau étudié.

La Figure 17 présente un schéma où les profondeurs et les surfaces caractéristiques accessibles pour les différentes techniques sont reportées. Pour chaque technique les lignes en pointillés indiquent les limites basses de la surface d'étude qui correspondent le plus souvent à la résolution spatiale de la technique. A titre d'exemple, la technique par DRX permet de sonder des profondeurs de l'ordre de quelques  $\mu\text{m}$ , permettant dans certains cas de sonder entièrement la couche traitée sur des surfaces de plusieurs millimètres carrés.

Certaines techniques sont plus adaptées à la description des informations à l'échelle macroscopique, d'autres à une échelle microscopique. Cela concerne les techniques d'observations de la surface (AFM, MEB et WLI) mais aussi la caractérisation de la composition chimique. La technique SDL permet par exemple de sonder le matériau sur de grandes profondeurs (plusieurs microns) mais elle ne permet pas de différencier les grains. A contrario, si l'EDS-X ne caractérise qu'une couche superficielle, elle permet des analyses localisées compatibles avec l'échelle des grains (quelques dizaines de  $\mu\text{m}^2$ ). La technique NRA vient compléter les deux précédentes puisqu'elle donne accès à la composition des couches de surface sans les détruire, au contraire de la SDL. De ce fait les techniques NRA et SDL seront utilisées de façon complémentaire dans la première partie du chapitre II qui a pour but de caractériser à « grande échelle » les effets du traitement sur le 316L. La technique EDS-X adaptée à l'échelle du grain permettra de mettre en évidence l'influence de



l'orientation cristallographique sur la concentration en azote, ce qui n'est pas accessible avec les techniques SDL et NRA.

Deux autres techniques sont également comparables en termes de résultat. Les observations par WLI et AFM permettent de caractériser la topographie de surface des échantillons étudiés. Les observations WLI peuvent être menées sur des surfaces importantes (plusieurs mm<sup>2</sup>) en un minimum de temps avec une résolution spatiale est de l'ordre du µm. La technique AFM présente une bien meilleure résolution spatiale, mais permet difficilement l'observation de surfaces importantes pour des raisons de temps d'analyse.

De la même manière, on peut comparer les techniques expérimentales EBSD et DRX qui permettent toutes les deux la description des textures cristallographiques. La limitation de la technique DRX classique est sa zone d'étude spatiale minimale qui est de l'ordre de plusieurs millimètres carrés. Les données sont moyennées sur des surfaces importantes et ne permettent pas d'extraire l'orientation cristallographique locale. Au contraire, la technique EBSD permet l'étude tout à la fois de surfaces allant de plusieurs dizaines de nm<sup>2</sup> jusqu'à plusieurs mm<sup>2</sup>. La principale limitation, non négligeable, est le temps de mesure et d'analyse pour des zones importantes. A titre d'exemple, plusieurs centaines d'heures ont été nécessaires pour permettre la réalisation de la cartographie de 80 mm<sup>2</sup> qui a servi à la caractérisation de l'acier 316L utilisé. Pour avoir une statistique satisfaisante, nous avons fait le choix de cartographies « élémentaires » de 2 mm<sup>2</sup> avec un pas de 2 µm (pour des grains de l'ordre de plusieurs dizaines de µm). La réalisation et l'analyse d'une cartographie de cette taille s'effectuaient en ~1,5 jours.

Certaines techniques imposent des conditions particulières de préparation pour permettre une utilisation optimale. Par exemple, la surface des échantillons pour la technique EBSD permettre la diffraction des électrons rétrodiffusés. Cela nécessite une préparation particulière. Un polissage mécano-chimique à la silice colloïdale a été choisi.

La technique SDL nécessite quant à elle des échantillons de taille supérieure à une dizaine de millimètres carrés.

Combiner l'usage des différentes techniques dans les mêmes zones a nécessité de définir des repères géométriques auxquels il serait toujours possible de se référer. L'échantillon le plus standard que nous avons utilisé est un parallépipède-rectangle de dimensions 22\*18\*4 mm<sup>3</sup>.





## **CHAPITRE II**

# **INFLUENCE DU TRAITEMENT SUR LA MICROSTRUCTURE DU 316L**



## II.A Introduction

Ce chapitre est consacré à l'analyse des effets microstructuraux induits sur le 316L par le traitement de nitruration. Le temps de traitement étant l'unique paramètre d'élaboration que nous avons fait varier, les évolutions des effets observés seront présentées essentiellement en fonction de ce paramètre.

Le choix a été fait de présenter et d'analyser les évolutions microstructurales suivant deux échelles d'observation différentes et complémentaires. Les premiers résultats concernent les évolutions à « grande échelle ». Ce terme désigne ici des observations réalisées sur des zones millimétriques moyennant les effets sur de nombreux grains. Les résultats associés sont présentés dans la première partie de ce chapitre. La synthèse de cette partie nous amènera à considérer une échelle plus adaptée à la compréhension de certains résultats : l'échelle du grain métallurgique. C'est à cette échelle que sont présentées et discutées dans la 2<sup>e</sup> partie de ce chapitre les évolutions induites par le traitement. Une troisième partie plus théorique nous permettra à partir de la modélisation des évolutions observées de préciser certains phénomènes physiques mis en jeu lors du traitement. La modélisation permettra également de faire le lien entre les deux parties précédentes et de montrer ainsi que l'échelle du grain est adaptée pour un bon niveau de compréhension des observations macroscopiques. La démarche globale a donc consisté à « réduire » l'échelle d'analyse aux grains pour ensuite « remonter » vers les « grandes échelles » en s'appuyant sur des modélisations.

## II.B Evolution à grande échelle de l'acier inoxydable 316L par nituration plasma

### II.B.1 Présentation générale

L'amélioration des propriétés de surface des aciers inoxydables austénitiques par traitement de nituration est un sujet qui a conduit et qui conduit encore à d'importantes recherches. Une des difficultés est d'obtenir des améliorations tout en conservant le caractère inoxydable de ces aciers. Pour cela de nombreux procédés de traitement ont été mis au point.

Pour des températures de traitement supérieures à 450°C, ces procédés améliorent la résistance à l'usure de l'acier mais présentent le grave inconvénient d'altérer leur résistance à la corrosion par la formation de précipités de chrome en proche surface [9].

Pour des températures de traitement inférieures à 400°C, la précipitation de nitrure de chrome est évitée et la diffusion de l'azote est suffisante pour conduire à la formation d'une couche modifiée pouvant atteindre plusieurs micromètres d'épaisseur. Cette couche conduit à divers effets bénéfiques [10]. Les propriétés tribologiques [11][12] et mécaniques [13][14] sont améliorées et la résistance à la corrosion est conservée et même augmentée [15]. La phase qui constitue cette couche modifiée est connue sous de nombreuses appellations: initialement dénommée phase S par Ichii et al.[16][17], puis phase M, austénite expansée ou encore phase  $\gamma_N$  [18]. Ce dernier nom sera utilisé dans la suite du manuscrit. Cette phase suscite encore beaucoup de controverses mais il semble admis qu'elle correspond à une solution solide où l'azote occupe les sites octaédriques dans une structure cfc déformée. [19] En utilisant l'implantation ionique, certains auteurs [20][21] ont obtenu une phase  $\gamma_N$  pouvant atteindre 5  $\mu\text{m}$  d'épaisseur avec une concentration d'azote en surface d'environ 30 % .at. Par nituration plasma on produit également des couches de plusieurs microns avec des propriétés tribologiques améliorées. Par nituration ionique, Kumar et al.[22] ont réalisé des couches de 3  $\mu\text{m}$  de phase  $\gamma_N$  pour une faible pression de traitement (0,15 Pa). Dans cette gamme de pression sans polarisation du substrat, des traitements ont été réalisés à 400°C dans le réacteur URANOS développé au PHYMAT, en respectant les procédures décrites dans le chapitre précédent. Avec ce procédé plasma, il est possible d'obtenir des couches constituées de phase  $\gamma_N$  pouvant atteindre plus de 20  $\mu\text{m}$  avec une concentration d'azote en surface voisine de 30%.at. Sans polarisation du substrat, les énergies des ions du plasma sont faibles. On évite ainsi la pulvérisation de la surface des échantillons ce qui a pour bénéfice de minimiser les effets morphologiques du traitement sur les pièces nitrurées. Des images d'une coupe transverse et de la surface d'un échantillon de 316L nitruré pendant environ 20 heures dans le

réacteur URANOS sont présentées sur la Figure 18. Un tel traitement produit une couche nitrurée d'une épaisseur de  $\sim 15 \mu\text{m}$ .

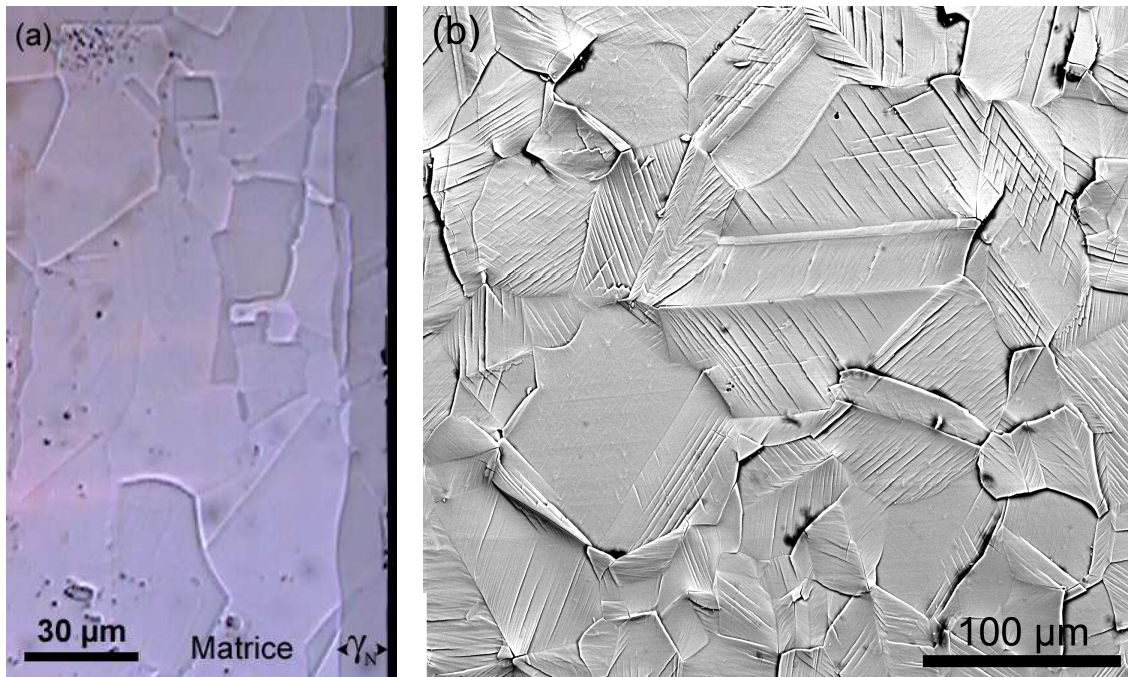


Figure 18: (a) Coupe transverse du 316L nitruré 20 heures (observation optique après polissage à la silice colloïdale), (b) surface du 316L nitruré 20 heures (image MEB en électrons rétrodiffusés)

Les échantillons utilisés dans cette étude ont été décrits dans le chapitre précédent. Ce sont des parallélépipèdes rectangles ( $22 \times 18 \times 4 \text{ mm}^3$ ) dont la surface traitée à préalablement subi un poli « miroir » suivi d'un polissage mécano-chimique à la silice colloïdale. A l'exception du temps de traitement, les mêmes conditions de nitruration ont été utilisées pour tous les échantillons. Pour étudier l'effet de la durée du traitement, nous avons effectué des traitements allant de 5 minutes à plus de 30 heures.

Les échantillons ainsi nitrurés ont été par la suite caractérisés par différentes techniques. Cette partie II.B du manuscrit est consacrée aux évolutions « à grande échelle » de la surface du 316L.

### ***II.B.2. Insertion d'azote en surface***

Le profil d'azote de la couche nitrurée et son évolution en fonction du temps de traitement a été obtenu par SDL et NRA sur des échantillons nitrurés pour des durées comprises entre 5 minutes et 33 heures.



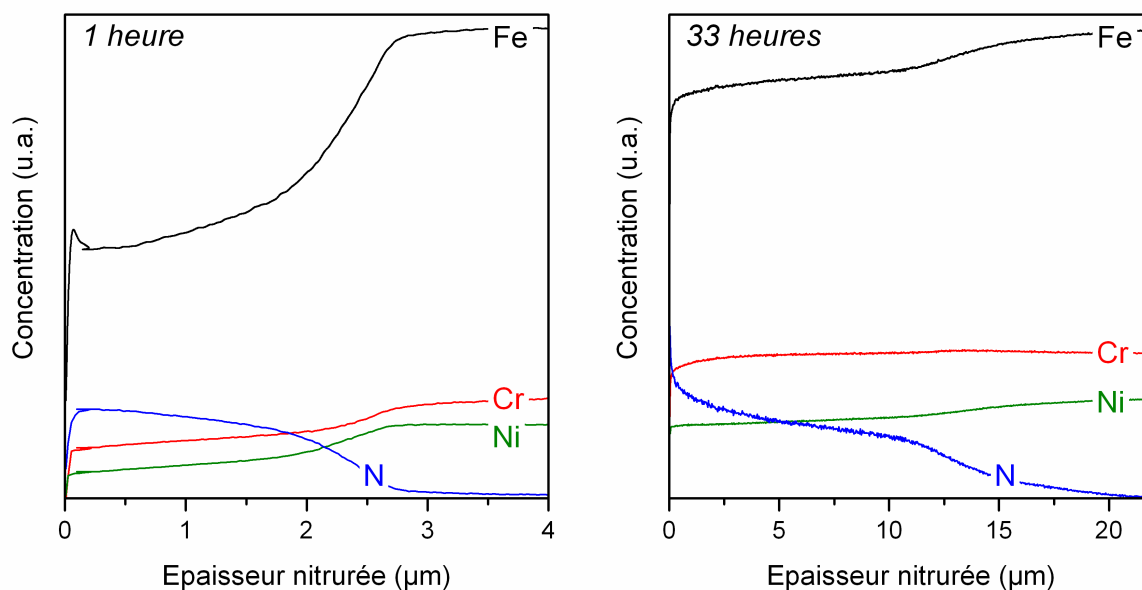


Figure 19: profils SDL des espèces chimiques majoritaires présentes dans le 316L nitruré, pour 1 heure et 33 heures de traitement.

Les profils SDL des principales espèces chimiques présentes dans l'acier 316L nitruré sont présentés sur la Figure 19 pour des durées de traitement de 1 et 33 heures. La présence des couches nitrurées est révélée par les profils en azote et par la diminution concomitante de la concentration des espèces de l'acier inoxydable. Cette diminution des concentrations ne doit pas être associée à la diffusion en profondeur des espèces présentes dans l'acier mais plutôt à une augmentation de la quantité d'atomes par unité de volume résultant de l'introduction d'azote. Par la suite, seuls les profils en azote seront représentés.

La technique SDL est assez imprécise pour des couches nitrurées inférieures à 1  $\mu\text{m}$ . De plus, le faible nombre de matériaux étalons disponibles au PHYMAT n'a pas permis de déterminer très précisément les concentrations atomiques. Nous avons donc réalisé des analyses NRA qui donnent plus précisément la concentration en azote au voisinage de la surface (épaisseur  $\sim 2 \mu\text{m}$ ).

La Figure 20.a présente les profils obtenus pour des temps de traitement allant de 5 minutes à 33 heures. La technique NRA ne permet pas l'analyse des toutes premières couches de surface ( $\sim 100$  à  $200 \text{ nm}$ ) [23]. Le pourcentage d'azote en surface a été déterminé en considérant la valeur à l'origine de la droite interpolant les premiers points valides sur les 500 premiers nanomètres. Ces valeurs sont reportées dans le Tableau 5.

Pour les temps de traitement importants, les valeurs NRA ont permis d'ajuster les profils SDL qui sont représentés sur la Figure 20.b.

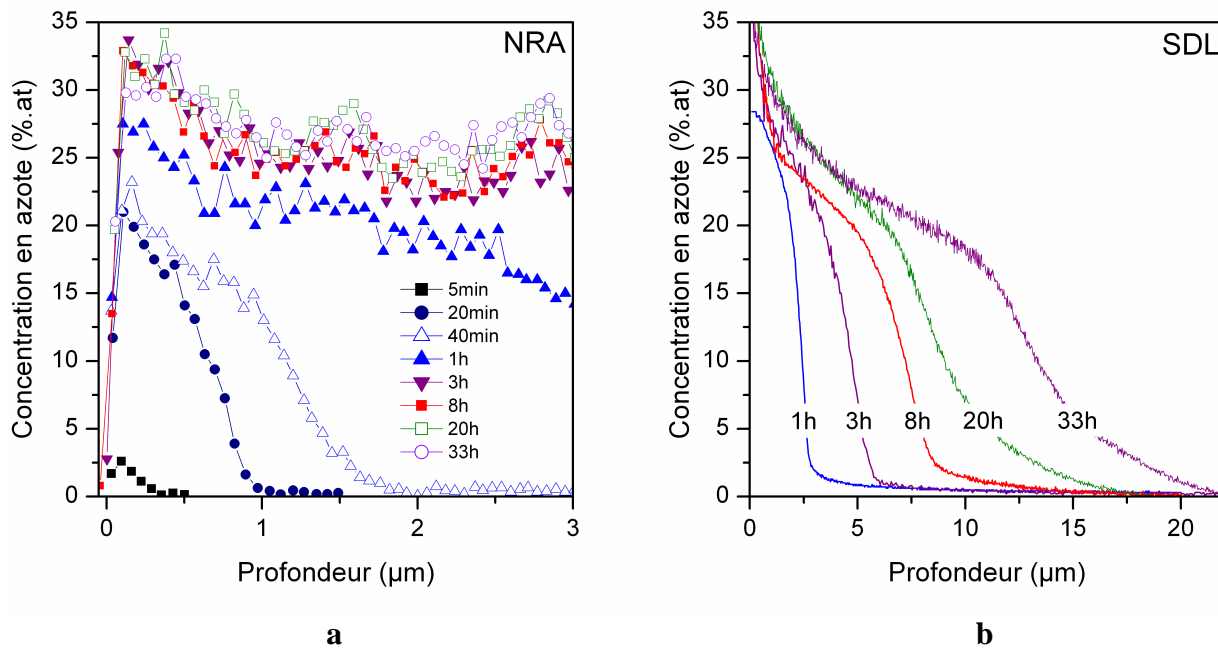


Figure 20: Profils en azote d'échantillons nitrurés entre 5 minutes et 33 heures, déterminés par (a) NRA et (b) SDL. Les profils SDL ont été ajustés en concentration à partir des concentrations de surface obtenues par NRA.

Quel que soit le temps de traitement, les profils en azote présentent une décroissance quasi linéaire de la concentration en azote suivie d'une décroissance plus rapide. On remarque l'existence d'une concentration caractéristique autour de 15%.at. délimitant les deux parties des profils.

De tels profils sont en accord avec les observations et analyses dans l'étude du chargement des métaux par des éléments en grande quantité, tel que l'hydrogène [24] ou l'azote [25][26]. La forme des profils est contrôlée par la diffusion de l'élément dans la couche traitée. Malgré tout, les profils obtenus par nitruration ne peuvent pas être simplement modélisés par une loi classique de diffusion. La résolution de la loi de Fick avec un coefficient de diffusion constant ne permet pas de décrire la transition entre les deux parties du profil. Les valeurs des coefficients de diffusion déduites des épaisseurs nitrurées sont incompatibles avec les valeurs connues dans le cas de la diffusion de l'azote à faible concentration dans les aciers inoxydables [26]. Différents auteurs ont alors proposé d'introduire un coefficient de diffusion dépendant de la concentration en azote dans la loi de Fick [25][27] et arrivent ainsi à décrire les profils obtenus [28]. Williamson et al.[29][30] justifie cela par l'utilisation d'un modèle dit de « piégage-dépiégage », selon lequel l'azote est piégé au voisinage des sites occupés par le chrome. Les atomes d'azote diffusent alors plus vite dans la couche superficielle là où tous les atomes de chrome sont saturés en azote. En utilisant ce modèle, il est possible d'expliquer la transition entre les deux parties des profils. Abrasonis et al. [31] ont montré que la valeur de la concentration en azote au niveau de la transition est équivalente à la concentration locale

en chrome dans la couche nitrurée. Ainsi, le chrome ne joue plus un rôle majeur en seconde partie du profil et on retrouve alors un profil de diffusion classique. Cette valeur est égale à 13%.at. dans le 316L et est donc très proche de la valeur de transition observée expérimentalement sur les profils en azote.

Il a été montré que le coefficient de diffusion dépend également de l'orientation cristallographique induisant une différence d'épaisseur de la couche nitrurée suivant l'orientation des grains [32][33]. Cette dépendance de l'épaisseur avec l'orientation cristallographique a été explicitée dans le cas du traitement de nitruration d'un Inconel [33] et sera déterminée de façon similaire dans ce manuscrit pour le 316L. La différence de profondeur nitrurée entre les différents grains s'accroît avec le temps de traitement. Ainsi, les analyses NRA et SDL moyennant la concentration sur des milliers de grains d'orientation différentes, il est logique d'observer sur la Figure 20 que la deuxième partie des profils s'élargit avec le temps de nitruration. Pour des monocristaux, Abrasonis et al.[34] ont observé que la décroissance rapide se fait sur une assez faible profondeur de quelques dixièmes de  $\mu\text{m}$ . Au vue de la surface étudiée par les techniques NRA et SDL, les profils en azote et également la profondeur nitrurée sont moyennés dans le cas de l'étude sur polycristaux.

**Tableau 5: Concentration d'azote en surface et épaisseur de la couche nitrurée en fonction de la durée du traitement**

<b>Temps de traitement</b>	<b>5 min</b>	<b>20 min</b>	<b>40 min</b>	<b>1 h</b>	<b>3 h</b>	<b>8 h</b>	<b>20 h</b>	<b>33 h</b>
Concentration d'azote en surface (%.at)	3,5%	23,2%	25,2%	28,2%	34,9%	34,1%	33,1%	31,2%
Épaisseur de la couche nitrurée ( $\mu\text{m}$ )	0,16	0,8	1,6	3,4	5,6	9,1	14,1	19

Après un traitement de 33 heures, la couche nitrurée atteint plus de 15  $\mu\text{m}$ . L'épaisseur de la couche nitrurée a été obtenue à partir des profils NRA et SDL, en considérant que la profondeur maximale atteinte correspond à une concentration en azote de 2%. Les épaisseurs ainsi déterminées sont reportées dans le Tableau 5.

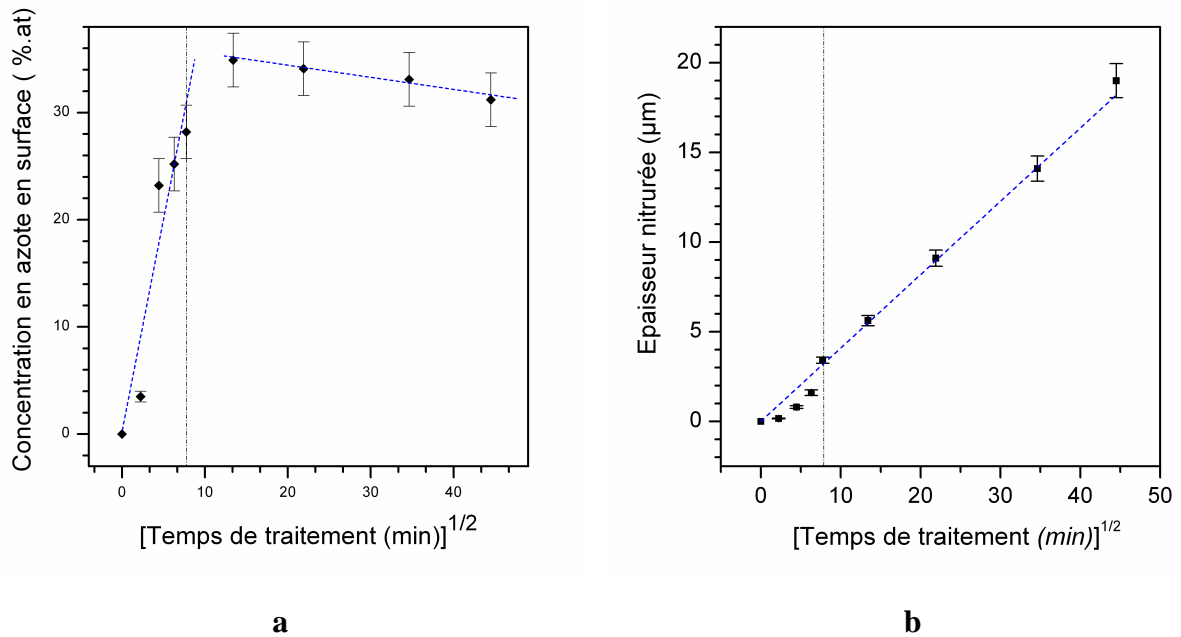


Figure 21: (a) Epaisseur de la couche nitrurée et (b) concentration d'azote en surface pour des échantillons de 316L nitruré, en fonction de la durée du traitement (on a utilisé  $\sqrt{t}$  pour faciliter la représentation).

La Figure 21 représente l'évolution de l'épaisseur de la couche nitrurée et de la concentration d'azote en surface pour des durées de traitement allant de 5 minutes à 33 heures. Ces évolutions sont reportées suivant la racine du temps de traitement pour faciliter la représentation. Les incertitudes sont relatives aux techniques de mesure NRA et SDL ainsi qu'à la dispersion relevée entre les différents échantillons nitrurés avec des temps de traitement identiques. On remarque sur la Figure 21.a que la concentration en azote en surface augmente de façon linéaire avec la racine du temps jusqu'à 3 heures de traitement, ce qui correspond à un régime transitoire. Pour le régime stabilisé ultérieur, une légère diminution de la concentration d'azote est constatée.

Czerwiec et al.[35] ont obtenu des évolutions semblables de la concentration en azote pour un acier 316L nitruré avec des conditions de traitement différentes. Ils ont également montré que la durée du régime transitoire ainsi que la valeur de la concentration atteinte à l'issue de ce régime sont fonction de la réactivité du plasma [35]. Les conditions d'établissement du régime transitoire pourraient être liées à ce que Abrasonis et al. ont appelé l'effet de flux [31]. Au cours du régime stabilisé, l'épaisseur de la couche nitrurée varie linéairement avec la racine du temps comme le montre la Figure 21.b. Ce type d'évolution a été mis en avant par beaucoup d'auteurs pour différents traitements et matériaux [36] et se justifie par la modélisation des profils par une loi de Fick en évoquant le fait que l'épaisseur moyenne calculée est proportionnelle au temps de nitruration. Dans les lois proposées, le coefficient de diffusion augmente avec la concentration en azote. Ainsi dans le régime transitoire où les

concentrations en azote sont moins élevées, la diffusion est moins importante et donc l'épaisseur de la couche nitrurée augmente moins rapidement. Cela explique pourquoi les épaisseurs obtenues expérimentalement dans la partie transitoire sont inférieures à celles que l'on obtiendrait en suivant une loi linéaire dans la partie stabilisée.

### ***II.B.3. La phase $\gamma_N$ : expansion de la phase austénitique et contraintes résiduelles***

L'incorporation d'azote à température modérée ( $\sim 400^\circ\text{C}$ ) dans un acier inoxydable austénitique conduit à la formation de la phase  $\gamma_N$  [18]. Cette incorporation provoque une expansion de la maille, qui se traduit par un décalage vers les petits angles des pics de diffraction RX, par rapport à ceux de référence du matériau non traité [19][37]. Cependant les paramètres de maille déduits des différents pics hkl de la phase  $\gamma_N$  ne coïncident pas avec une structure cfc. Ainsi des structures autres que la structure cfc ont été suggérées pour la phase nitrurée. Fewell et Priest ont testé sans succès une dizaine de structures possibles [19], aucune d'entre elles n'étant en accord satisfaisant avec l'expérience. Ces auteurs ont conclu que la phase  $\gamma_N$  a probablement une structure cfc identique à la phase austénitique et que d'autres effets tels que les fautes d'empilement et la distorsion de la maille provenant de contraintes résiduelles expliquent les différences observées expérimentalement. Si la structure de la phase  $\gamma_N$  suscite encore de nombreuses controverses, on admettra malgré tout que cette phase possède une « structure cfc sans contrainte ».

Les résultats des études précédentes montrent que l'évolution du paramètre de maille de la phase  $\gamma_N$  est corrélée avec la concentration en azote dans la couche et qu'il est possible d'écrire:

$$a_{\gamma_N} = a_\gamma + \alpha C_N \quad \text{Eq. 1}$$

où  $a_{\gamma_N}$  désigne le paramètre de la phase  $\gamma_N$ ,  $C_N$  la concentration en azote et  $\alpha$  un coefficient d'expansion. Christiansen et Somers[38] ont démontré que le paramètre libre de contraintes de la phase  $\gamma_N$  est une fonction linéaire de la fraction de sites octaédriques occupés par les atomes d'azote. Dans le domaine de concentration en azote compris entre 13 %at (concentration de transition entre les deux comportements des profils en azote) et 38 %at le paramètre a une dépendance quasi-linéaire avec la concentration en azote avec un coefficient d'expansion  $\alpha$  voisin de  $9 \times 10^{-4}$  nm/%.at pour le 316L.

Ces données nous permettrons de proposer une explication pour les évolutions observées des diffractogrammes RX en fonction de la durée de traitement.

### II.B.3.1. Diffractogramme DRX

Les Figure 22 et Figure 23 présentent les diffractogrammes de DRX obtenus en configuration en mode symétrique et asymétrique ( $\beta=10^\circ$ ) de du 316L non traité et nitruré pendant différentes durées allant de 5 minutes à 33 heures. Jusqu'à 1 heure de nitruration, les différents pics de la matrice (phase austénitique  $\gamma$ ) dénommés  $\gamma_{hkl}$  sont encore visibles. Ces pics sont ceux d'une structure cfc, avec un paramètre de maille moyen calculé à partir de la position des 4 premiers pics qui est égal à  $a_\gamma = 0,359$  nm. Pour le domaine angulaire considéré et la radiation  $\text{CuK}\alpha$ , la profondeur sondée par les rayons X en configuration  $\theta$ - $2\theta$  n'excède pas  $5 \mu\text{m}$ . En conséquence les pics  $\gamma_{hkl}$  de la matrice austénitique pour des échantillons nitrurés pendant 3 heures et au-delà sont à peine visibles ou ne le sont plus puisque seule la couche nitrurée est sondée par les rayons X.

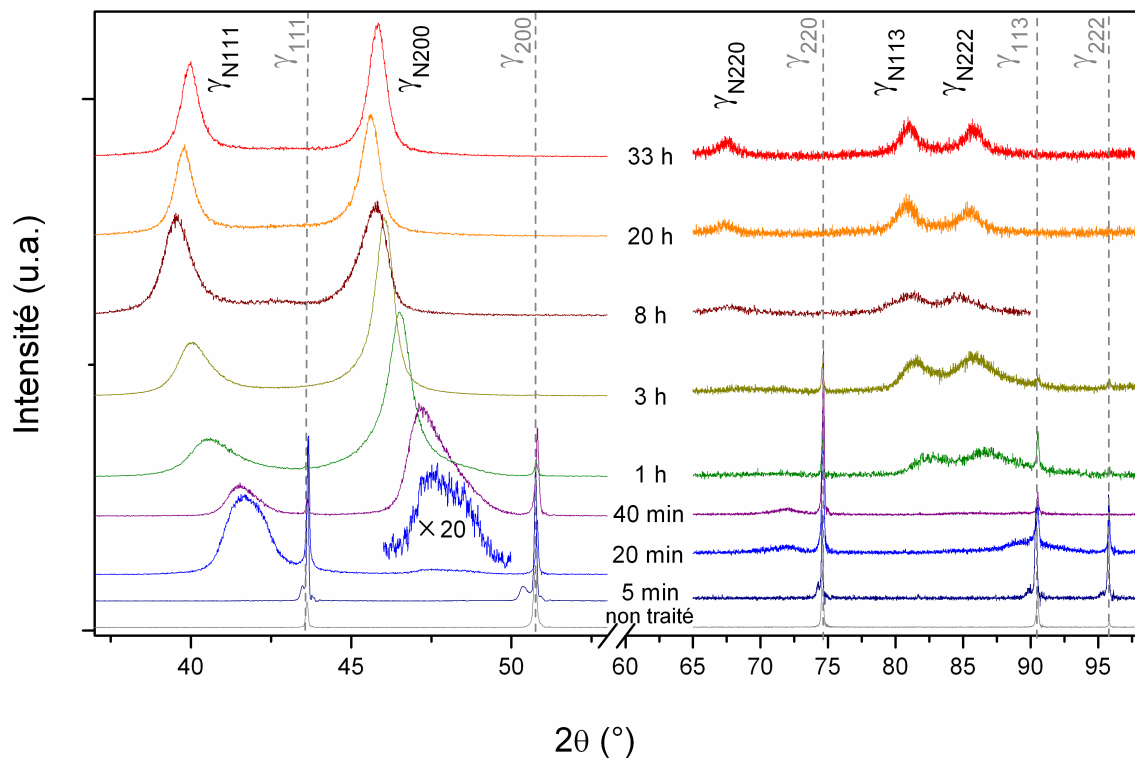


Figure 22: Diagrammes de diffraction RX obtenus en configuration symétrique pour différentes durées de traitement de l'acier 316L.

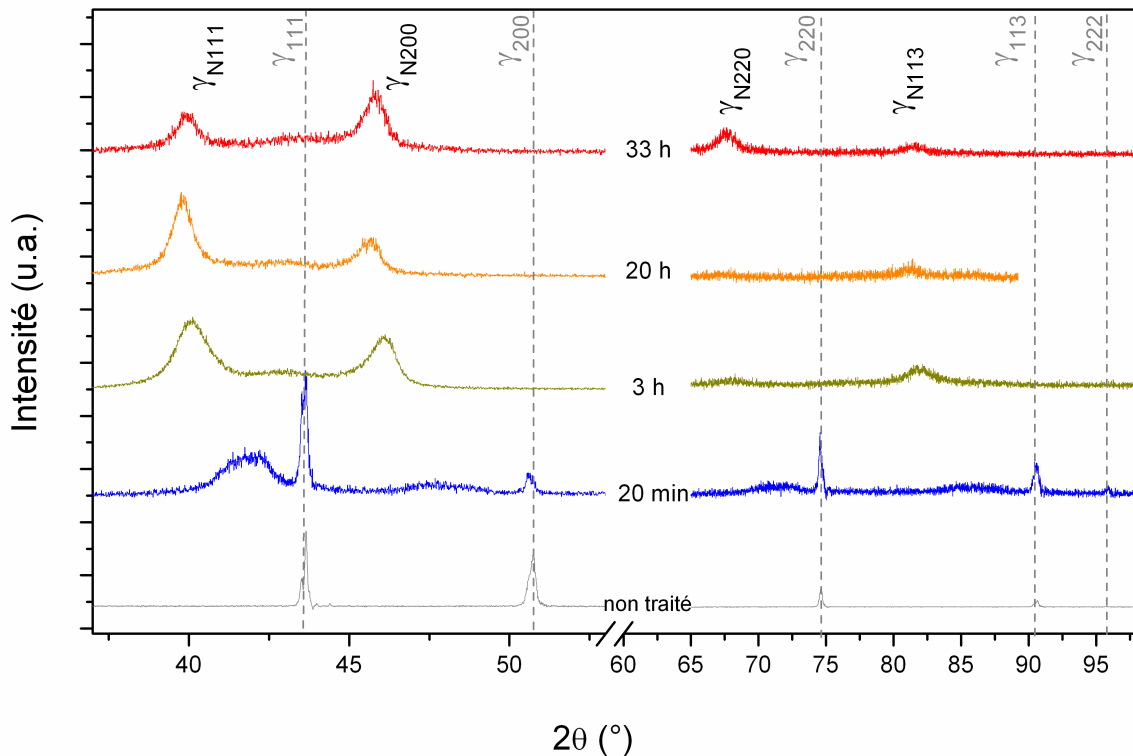


Figure 23: Diagrammes de diffraction RX obtenus en configuration asymétrique ( $\alpha=10^\circ$ ) pour différentes durées de traitement de l'acier 316L.

La formation de la phase  $\gamma_N$  est caractérisée par l'apparition de pics similaires à ceux de la matrice, mais élargis et décalés vers les petits angles de Bragg. Les pics  $\gamma_{N hkl}$  sont clairement visibles et dissociés des pics de la matrice austénitique, et cela même après 5 minutes de nitruration. Leur largeur importante ainsi que leur dissymétrie révèlent qu'il existe un gradient de paramètre de maille dans la couche nitrurée, en accord avec le profil d'azote observé dans la couche nitrurée. L'observation du décalage des pics  $\gamma_{N hkl}$  vers les plus petits angles quand le temps de traitement augmente jusqu'à 3 heures confirme le fait que le paramètre est lié au pourcentage en azote. Les relations entre le profil d'azote et l'élargissement et la dissymétrie des pics  $\gamma_{N hkl}$  pour les différentes durées de traitement sont analysées dans les paragraphes suivants.

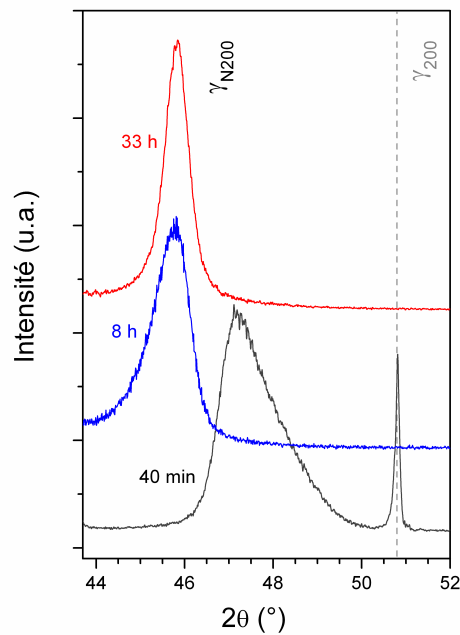
II.B.3.2. Evolution des pics  $\gamma_{N_{hkl}}$ 

Figure 24: Pics de DRX  $\gamma_{N_{200}}$  pour les durées de traitement de 40 minutes, 8 heures et 33 heures.

L'élargissement des pics  $\gamma_{N_{hkl}}$  et particulièrement la dissymétrie vers les grands angles sont liés directement au gradient de concentration en azote dans l'épaisseur sondée par les rayons X, concentration qui décroît à partir de la surface vers le cœur de l'échantillon.

La Figure 24 présente les pics  $\gamma_{N_{200}}$  pour trois temps de traitement différents. On observe que la dissymétrie et l'élargissement des pics sont moins marqués pour les temps longs. Pour l'échantillon nitruré pendant 40 minutes la zone nitrurée est entièrement sondée et l'effet du gradient en concentration est important car la concentration varie entre 0 et 25%.at. Pour les échantillons nitrurés 8 et 33 heures, où l'épaisseur de la couche nitrurée est respectivement 9,1 et 19,1  $\mu\text{m}$ , la concentration en azote varie entre ~20% et 34%. La variation du paramètre de maille (i.e. l'élargissement des pics) dans la zone sondée par les RX est alors beaucoup plus faible.

On peut faire d'autres remarques sur les pics  $\gamma_{N_{hkl}}$  :

- La faible intensité des pics  $\gamma_{N_{220}}$  a déjà été mentionnée par plusieurs auteurs [37][39][40]. Cette observation sera explicitée et analysée vers la fin de ce chapitre.
- L'intensité du pic  $\gamma_{N_{200}}$  pour l'échantillon nitruré 20 minutes apparaît faible en comparaison de celle du pic  $\gamma_{N_{111}}$ . Ceci s'explique par une composante de texture  $\langle 100 \rangle$  beaucoup moins



prononcée pour cet échantillon particulier, alors que les autres échantillons ont une texture initiale comparable (cf. partie II.B.5).

-Une dissymétrie vers les petits angles, qui ne peut avoir comme origine un gradient de composition, est remarquée sur certains pics. Cette observation sera discutée à la fin de ce chapitre.

### II.B.3.3. Nitrure de Chrome

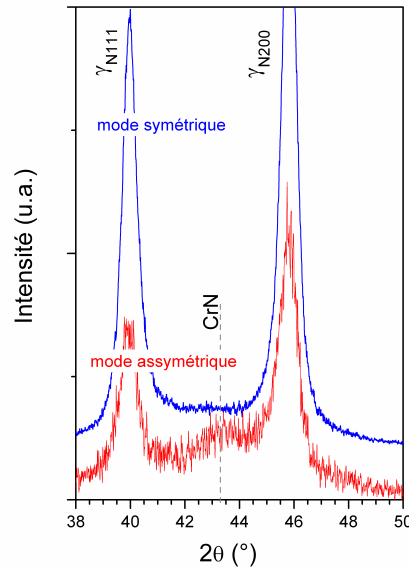


Figure 25: Pics de DRX en configuration en mode symétrique et asymétrique ( $\alpha = 10^\circ$ ) pour un échantillon nitruré 33 heures.

La phase  $\gamma_N$  est une phase métastable qui dans certaines conditions peut se décomposer et provoquer la précipitation de nitrure de chrome CrN. Le chrome précipité ne peut plus servir à la formation du film passif d'oxyde de chrome  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  qui confère au 316L son caractère inoxydable. Pour l'acier 316L nitruré, la décomposition de la phase  $\gamma_N$  peut commencer vers  $400^\circ\text{C}$  par la formation de précipités nanométriques de CrN [41]. Le temps de traitement intervient également. Il a été montré qu'il existe des couples temps-température correspondant aux valeurs pour lesquelles la formation de nitrures est observée [10].

Pour les temps de traitement longs ces précipités peuvent être visibles à la surface des échantillons et leur présence est également détectée sur les diffractogrammes DRX. Ces précipités ont une structure cfc de paramètre de maille 0,414 nm. Les pics observés aux alentours de  $43^\circ$  pour les échantillons nitrurés plus de 3 heures peuvent être associés au pic 002 de cette phase (Figure 25). Ces pics sont plus prononcés sur les diffractogrammes réalisés en configuration en mode asymétrique, indiquant que la décomposition de la phase  $\gamma_N$  en CrN est plus importante en surface. Cette observation est en accord avec les constatations

faites dans la littérature [42][43]. La Figure 26.b montre les précipités de CrN à la surface d'un échantillon nitruré 33 heures. Pour la même durée mais à 500°C, la phase  $\gamma_N$  ne se forme pas et l'azote précipite entièrement sous forme de CrN avec une forte densité de précipités à la surface (Figure 26.c). Par contre, aucun précipité de CrN n'est observé à la surface d'un échantillon nitruré 1 heure à 400 °C (Figure 26.a) et aucun pic de DRX associé au CrN n'est alors décelé sur le diffractogramme (Figure 22).

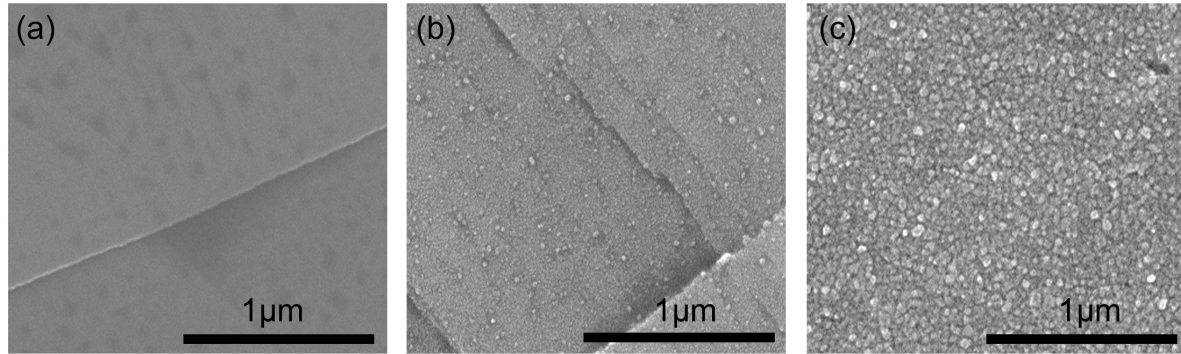


Figure 26: Mise en évidence des précipités de CrN : micrographie MEB de la surface d'échantillons nitrurés (a) 20 minutes, (b) 33 heures à 400°C et (c) 33 heures à 500°C.

#### II.B.3.4. Paramètre de maille effectif

Il est possible de déterminer un paramètre de maille effectif  $a_{hkl}$  de la phase  $\gamma_N$  en fonction du temps de nitruration à partir de la position des différents pics  $\gamma_{N_{hkl}}$  pour chaque durée de traitement. Ces positions sont déterminées au maximum d'intensité de ces pics. Elles correspondent donc à une moyenne des distances interplanaires en proche surface, c'est-à-dire à une concentration en azote proche de la concentration en surface. Prendre le maximum des pics revient à privilégier la proche surface, puisque les couches plus profondes donnent une intensité diffractée plus faible.

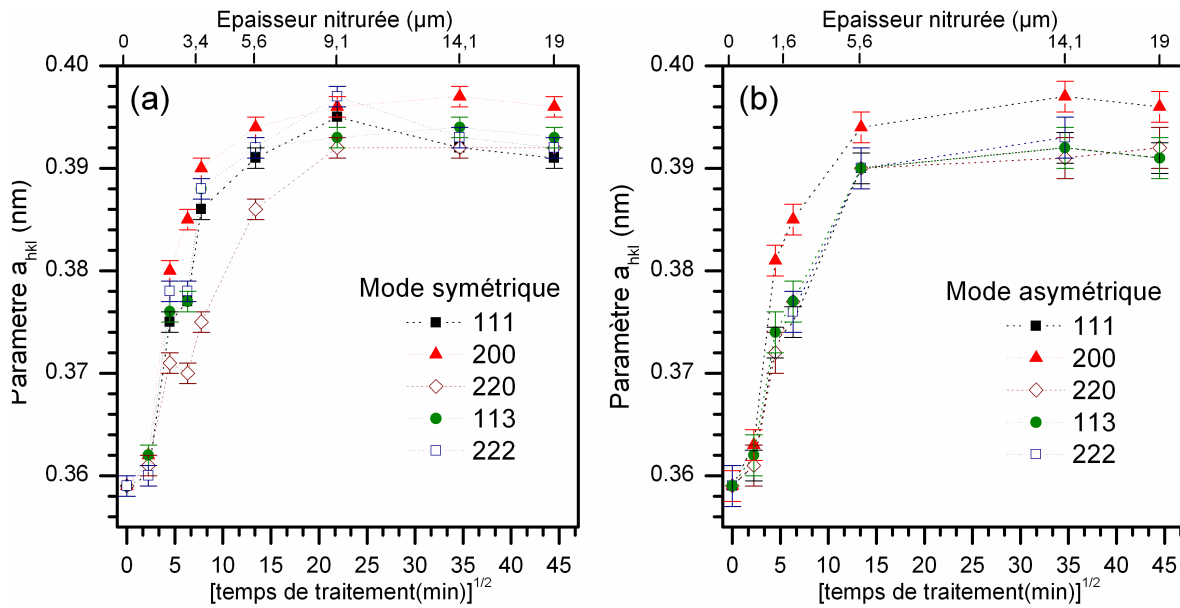


Figure 27: Paramètres de maille effectifs  $a_{hkl}$  obtenus à partir des diffractogrammes DRX en configuration en mode symétrique (a) et asymétrique (b).

Les paramètres effectifs  $a_{hkl}$  ont été calculés à partir des diffractogrammes obtenus en configuration en mode symétrique et asymétrique pour différentes durées de traitement. Leurs évolutions sont représentées sur la Figure 27. Ces paramètres augmentent avec le temps de nitruration jusqu'à 8 heures de nitruration puis se stabilisent au-dessus de 0.39 nm correspondant à une dilatation d'environ 9% de la maille austénitique initiale. Pour le mode symétrique, le paramètre  $a_{220}$  est inférieur aux autres paramètres pour les durées de traitement inférieures à 8 heures. Pour les plus longues durées en configuration  $\theta$ - $2\theta$  ou pour le mode asymétrique, les paramètres effectifs suivent des évolutions conformes à la règle préalablement mentionnée par Fewell et Priest [19] :  $a_{111} \approx a_{220} \approx a_{113} < a_{200}$ . Ces auteurs ont suggéré que ces dépendances du paramètre de maille avec l'orientation cristallographique pouvaient résulter des contraintes résiduelles et des fautes d'empilement induites par le traitement.

En configuration en mode symétrique, les plans  $\{hkl\}$  en position de Bragg sont parallèles à la surface tandis qu'ils font un angle  $\alpha$  avec la surface en mode asymétrique (cf. IV.A.1.3). Avec  $\alpha = 10^\circ$ , les plans diffractants  $\{111\}$  et  $\{200\}$  sont respectivement à environ 10 et 13° de la surface. Les grains correspondants ont des orientations qui restent ainsi proches des orientations  $\langle 111 \rangle$  ou  $\langle 200 \rangle$ . Les autres familles de plans  $\{hkl\}$  diffractants ( $\{113\}$ ,  $\{220\}$  et  $\{222\}$ ) appartiennent à des grains dont les orientations sont bien plus éloignées des directions  $\langle hkl \rangle$  correspondantes (cf. IV.A.1.3), ce qui tend à moyenniser plus les effets de l'orientation cristallographique sur le paramètre. Ceci pourrait expliquer pourquoi, à l'exception du

paramètre  $a_{200}$ , les paramètres effectifs, même  $a_{220}$ , ont des valeurs équivalentes en configuration asymétrique.

### II.B.3.5. Contrainte résiduelle de compression

Les contraintes résiduelles dans les couches traitées peuvent être évaluées par diffraction des rayons X. Le principe de cette méthode consiste à mesurer la distance entre les plans cristallins et à en déduire l'évolution de la déformation de la couche en fonction de l'angle entre les plans cristallins et la surface. Cette méthode dite des sinus carrés  $\Psi$  présente l'avantage de ne pas être destructive et d'être applicable sur des pièces déjà traitées. Les schémas de la Figure 28 illustrent le principe de la méthode.

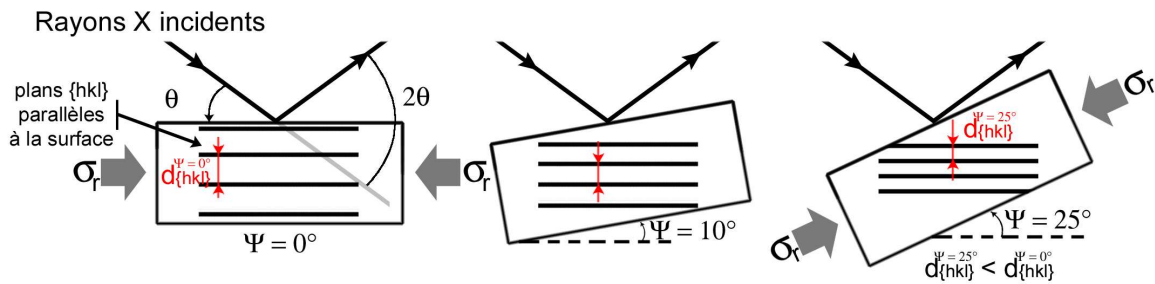


Figure 28: Principe de la méthode expérimentale pour déterminer les contraintes résiduelles par diffraction des rayons X. Pour un angle  $\Psi$  donné, les diffractogrammes sont réalisés en mode symétrique.  $\sigma_r$  représente les contraintes résiduelles de compression impliquant  $d^{\Psi=0^\circ} > d^{\Psi=10^\circ} > d^{\Psi=25^\circ}$ .

Par acquisition des diffractogrammes pour différents angles  $\Psi$  (rotation de l'échantillon), il est possible d'accéder aux distances  $d_{hkl}$  entre les plans cristallins par l'intermédiaire de la loi de Bragg ( $n\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta$ , où  $n$  est l'ordre de réflexion,  $\lambda$  la longueur d'onde associée au rayon X,  $d_{hkl}$  la distance inter-réticulaire des plans  $\{hkl\}$  et  $\theta$  l'angle de Bragg). On peut par la suite estimer les déformations qui sont fonction du  $\sin^2 \Psi$ , puis en déduire les contraintes résiduelles  $\sigma_r$  (II.D.2.1.2) par l'intermédiaire des constantes élastiques radiocristallographiques (Tableau 15) de la couche traitée. Ces dernières sont considérées similaires à celles de l'acier non traité.

La Figure 29 présente les diffractogrammes obtenus pour un échantillon nitruré 40 minutes pour un angle  $\Psi$  allant de  $0^\circ$  à  $70^\circ$ , avec une configuration  $\psi$ -scan.

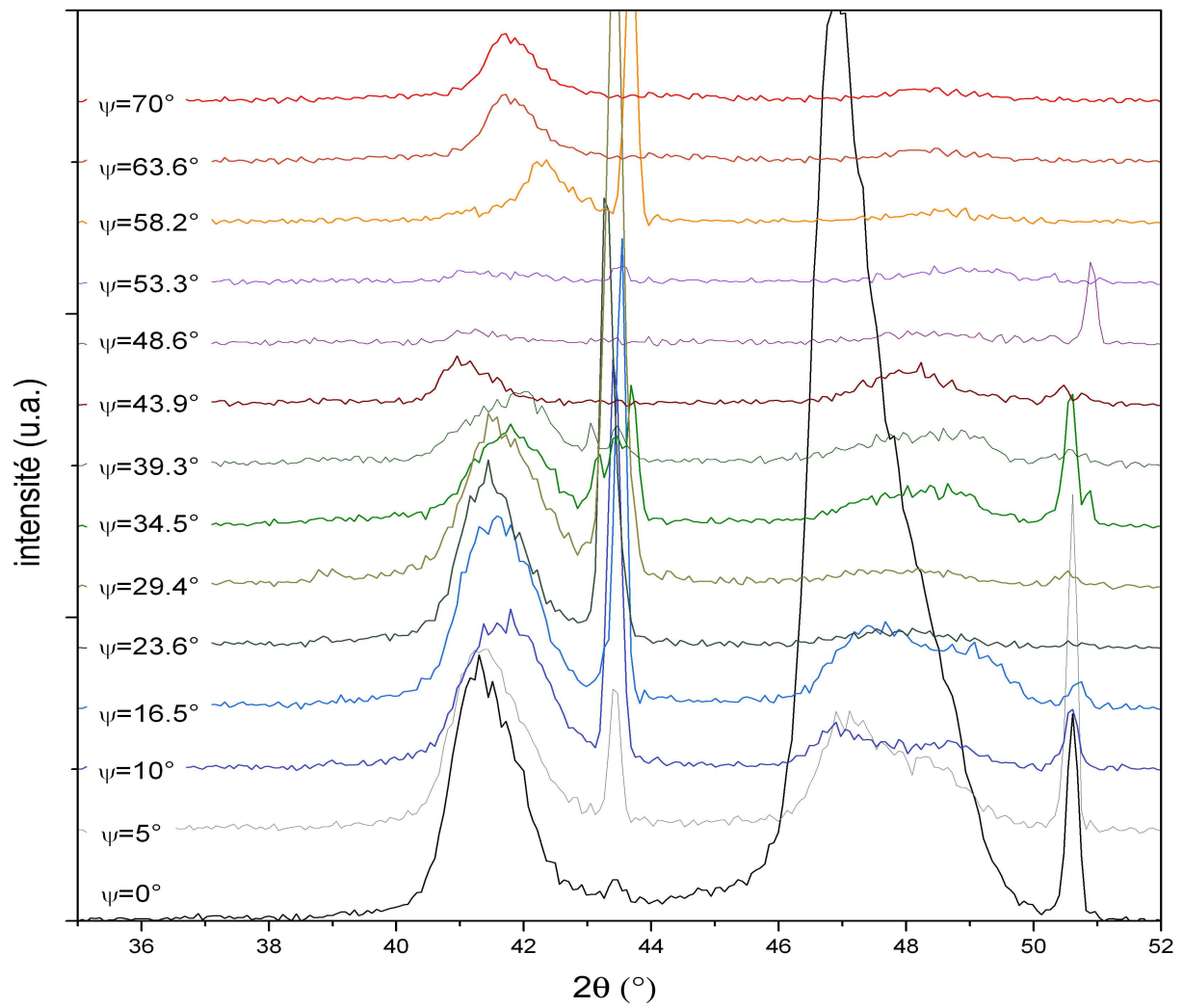


Figure 29: Diffractogrammes d'un échantillon nitré pendant 40 minutes pour  $\Psi$  variant de  $0^\circ$  à  $70^\circ$ .

L'ajustement des pics de la phase  $\gamma_N$  avec une fonction pseudo-Voigt asymétrique permet d'obtenir le maximum des pics puis de déduire les paramètres effectifs associés. Ces paramètres sont représentés sur la Figure 30 pour les pics 111 et 200 de la phase nitrée.

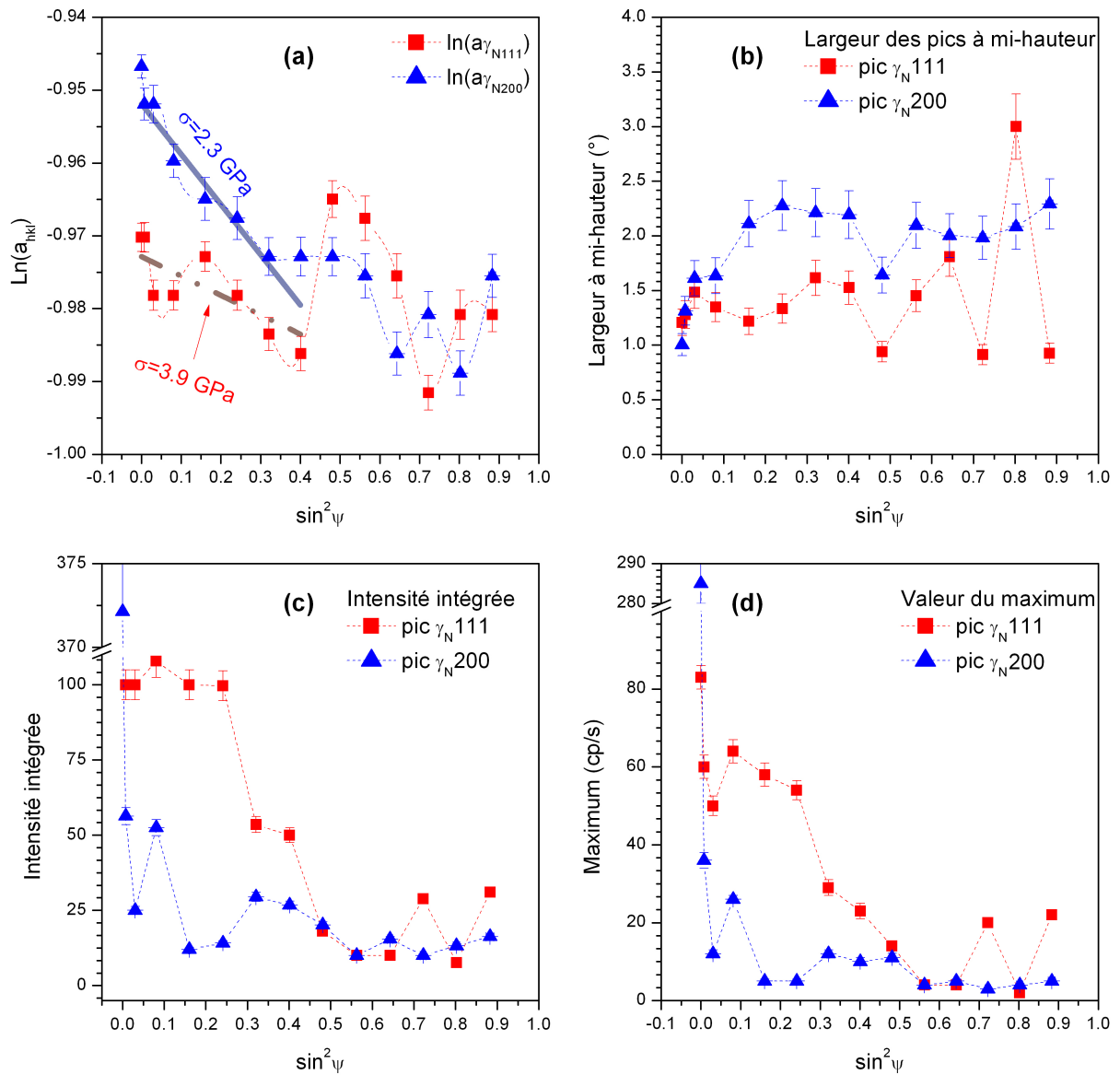


Figure 30: caractéristiques des pics de la phase nitrurée simulés des diffractogrammes de la Figure 29 en fonction de  $\sin^2 \Psi$ .

L'interpolation des courbes ainsi obtenues par une fonction linéaire permet d'estimer les contraintes résiduelles. L'évolution particulière du paramètre effectif avec l'angle  $\Psi$  n'autorise qu'une interpolation très imprécise, et seulement sur les premières valeurs de  $\Psi$  pour le paramètre  $a_{111}$ . Si on fait l'hypothèse de contraintes bi-axiales, on obtient des contraintes résiduelles en compression de l'ordre de 2 et 4 GPa.

Cependant les anomalies observées sur la linéarité des courbes en  $\sin^2 \Psi$  nous amènent à considérer que la méthode des  $\sin^2 \Psi$  n'est pas du tout adaptée dans notre cas à la détermination précise des contraintes résiduelles. L'intensité des pics est faible (inférieure à 20 cp/s) pour les  $\Psi$  élevés (Figure 30.c) et l'incertitude est très élevée. Il en est de même pour l'intensité intégrée (Figure 30.d). Généralement, la première raison de la non-linéarité dans les courbes  $\sin^2 \Psi$  est associée à l'anisotropie élastique des cristaux dans un échantillon

texturé [44]. Dans notre cas, le problème est encore plus complexe car nous montrerons (III.A.2.2) qu'il existe un gradient de l'anisotropie élastique dans la couche nitrurée. L'anisotropie élastique n'est pas le seul facteur impliquant une non-linéarité des courbes  $\sin^2 \Psi$  et l'incompatibilité plastique des grains est également un facteur important. Plusieurs modèles, comme le model de Taylor et les modèles auto-cohérents ont permis d'analyser le caractère non linéaire [45][46]. Or, on verra que la déformation plastique induite par le traitement peut en partie être décrite par ce modèle de Taylor. Il en découle des rotations cristallographiques au sein de la couche traitée qui modifient fortement la forme et la position des pics dans les diffractogrammes.

Compte tenu de cet ensemble de phénomènes complexes, la détermination des contraintes résiduelles par la méthode classique des  $\sin^2 \Psi$  apparaît bien incertaine. Cette partie a essentiellement permis une estimation de ces contraintes qui sont de quelques GPa en compression.

#### ***II.B.4. Mesure du gonflement par interférométrie optique***

Une des conséquences directes de l'insertion d'azote dans l'acier inoxydable est son gonflement. Comme la nitruration plasma au potentiel flottant permet de ne pas pulvériser la surface traitée, il est possible de mesurer expérimentalement le gonflement réel dû à l'insertion d'azote dans la couche nitrurée et cela pour les différentes durées de traitement.

##### ***II.B.4.1. Procédure expérimentale***

Afin de déterminer le gonflement, des masques ont été positionnés au centre des échantillons avant le traitement de nitruration. Les masques utilisés sont des morceaux de silicium de 0.25 mm d'épaisseur. La surface masquée est d'au moins 1 cm<sup>2</sup> afin de minimiser les effets de bord sur la mesure du gonflement. Un fois les échantillons nitrurés, les masques ont été retirés et des mesures par interférométrie en lumière blanche ont été effectuées. Nous avons choisi un objectif avec un grandissement X5 afin de réaliser des mesures de hauteur sur une surface importante. Différentes acquisitions ont été réalisées sur et autour de la zone masquée. Les données ont ensuite été assemblées et traitées afin d'obtenir une cartographie des hauteurs relatives en chaque point de la surface étudiée (1 pixel = 3,6 μm<sup>2</sup> pour ce grandissement et le mode utilisé). La Figure 31 présente des images 2D et 3D autour de la



surface masquée ainsi qu'un profil représentatif du gonflement pour un échantillon nitruré 3 heures. Cette durée de traitement correspond à une épaisseur nitrurée de l'ordre de 5,5  $\mu\text{m}$ .

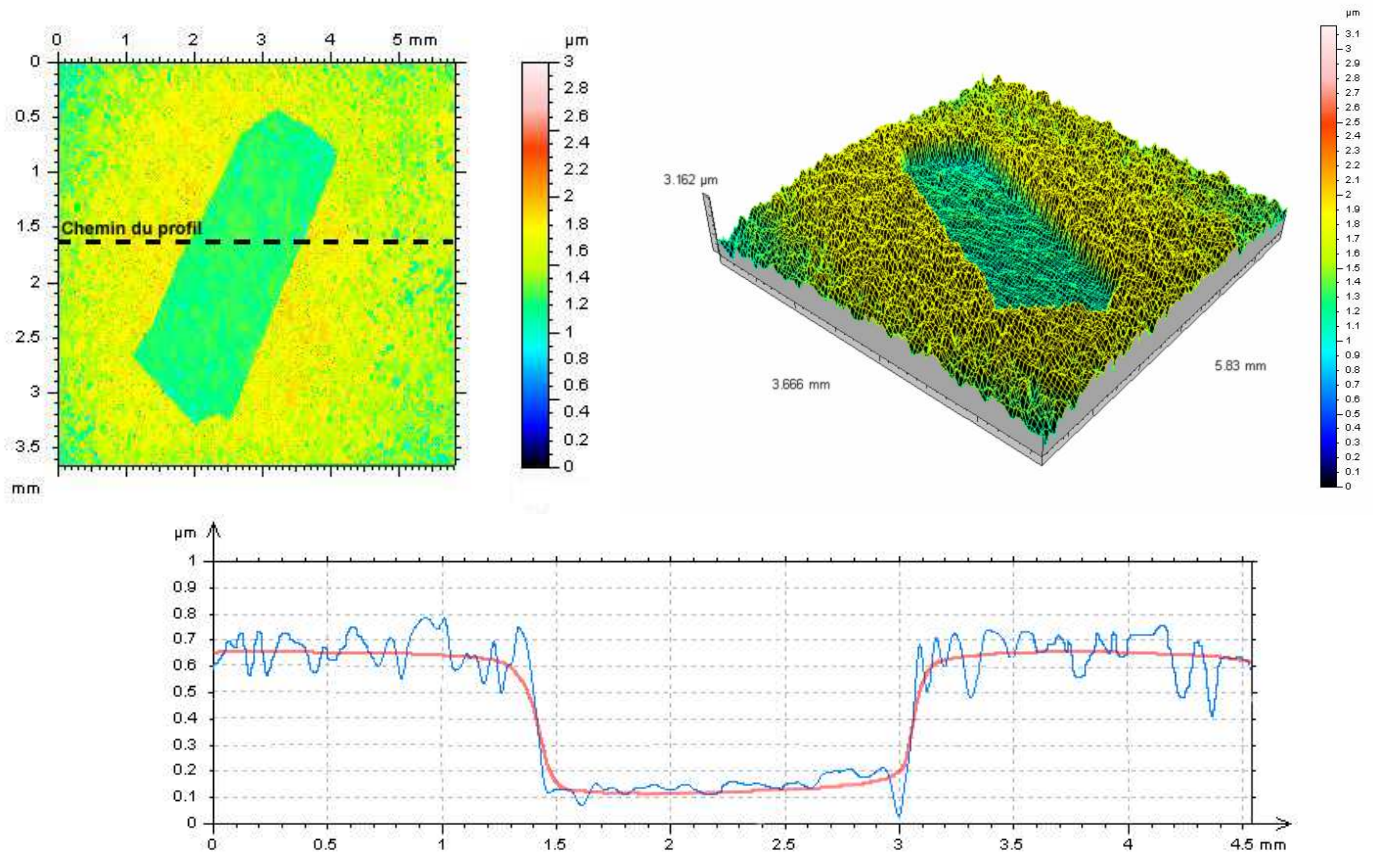


Figure 31: Détermination du gonflement par interférométrie en lumière blanche : images et profil de la surface d'un échantillon nitruré 3 heures (objectif  $\times 5$ ). La zone creuse représente la partie de la surface qui a été masquée au cours du traitement. La courbe rouge sur le profil représente les hauteurs moyennes excluant la rugosité de surface.

Les fluctuations de hauteur observées sur le profil dans la zone masquée sont intrinsèques à la préparation de l'échantillon. Malgré tout, ces fluctuations de hauteur restent bien inférieures à celles observées dans la zone nitrurée.

Afin de déterminer l'origine de cette rugosité plus marquée dans la zone nitrurée, des observations à une échelle plus fine ont été réalisées. La Figure 32 présente une observation réalisée avec l'objectif X50 ( $1 \text{ pixel} = 0,36 \mu\text{m}^2$ ) sur le même échantillon nitruré pendant 3 heures. On voit clairement que les hauteurs relatives (par rapport à la hauteur minimale pour le profil choisi) varient d'un grain à l'autre. De plus, une rugosité est observée à la surface de chaque grain, correspondant à des fluctuations de hauteur de l'ordre de 50 nm. La plasticité ainsi que l'endommagement induit par la nitruration sont probablement à l'origine de cette rugosité.

Une image MEB d'un échantillon nitruré 3 heures, réalisée avec les électrons rétrodiffusés, est présentée sur la Figure 33. Elle met en évidence à la fois les différences de hauteur entre



chaque grain et une rugosité intrinsèque aux grains due aux bandes de glissement et à l'endommagement.

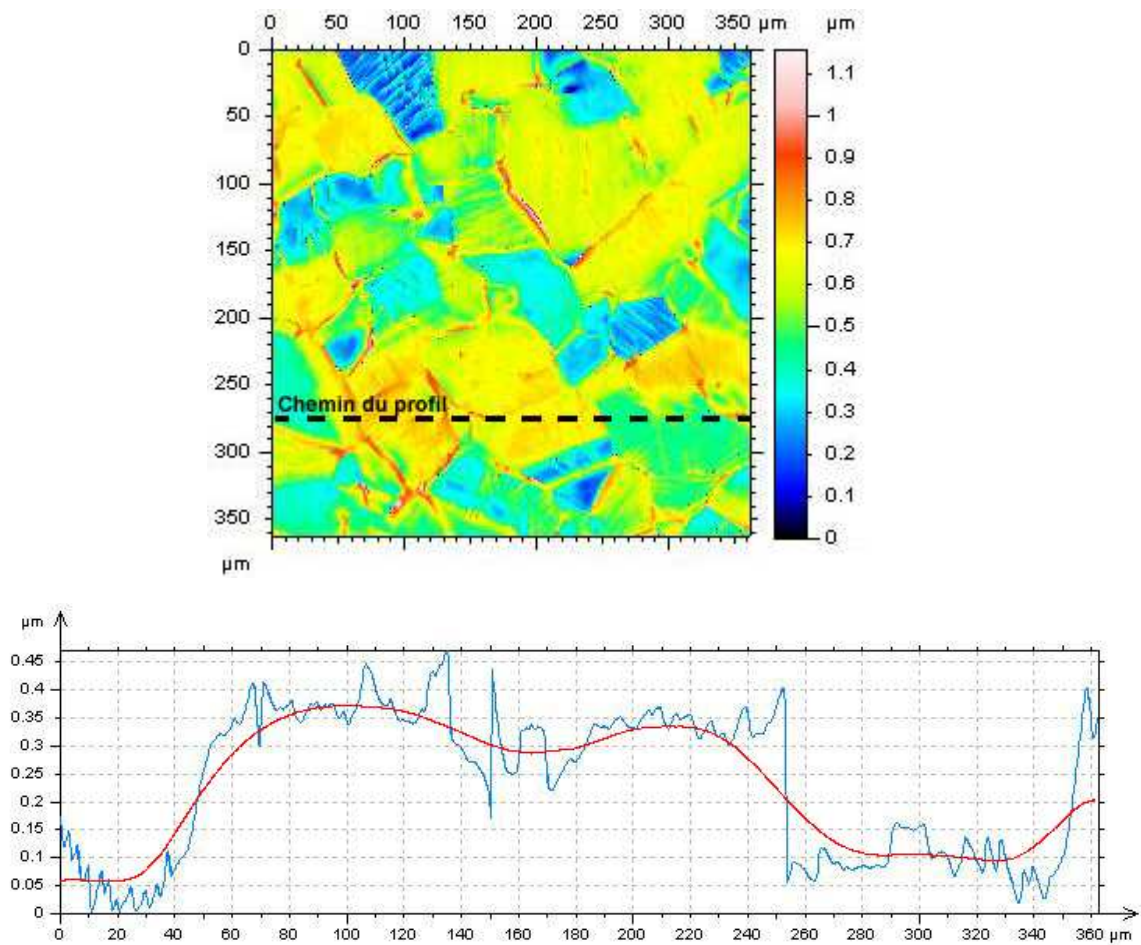


Figure 32: Image par interférométrie en lumière blanche de la surface d'un échantillon nitruré 3 heures (objectif  $\times 50$ ). La courbe rouge sur le profil représente les hauteurs moyennes excluant la rugosité de surface.

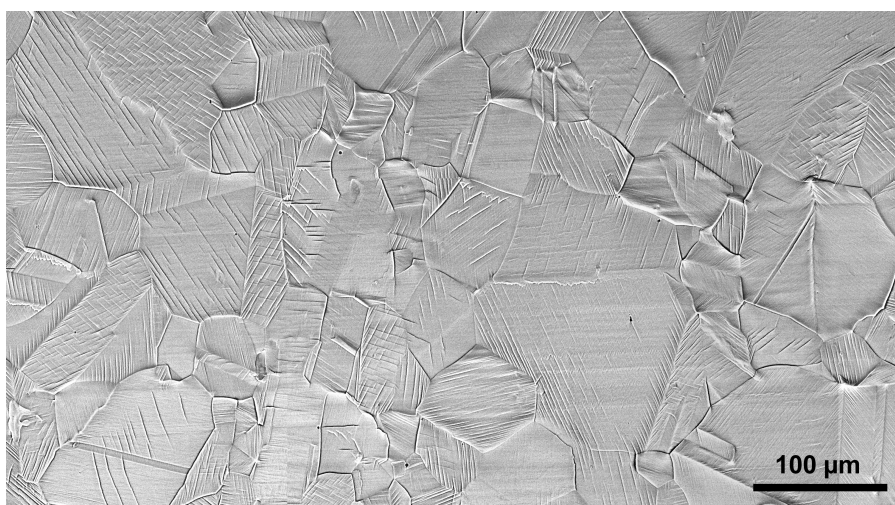


Figure 33: Micrographie de la surface d'un échantillon de 316L nitruré 3 heures (observation à l'aide des détecteurs d'électrons rétrodiffusés).

Dans ce contexte complexe, différents paramètres peuvent être utilisés pour décrire au mieux le gonflement: les valeurs moyennes, maximales et minimales.

La valeur moyenne du gonflement est la différence entre les valeurs moyennes des hauteurs relatives dans la zone nitrurée et dans la zone masquée. Pour éviter la contribution des effets de bord au niveau de la frontière entre les deux zones, une « bande » de largeur 500  $\mu\text{m}$  et parallèle à cette frontière a été exclue du calcul des moyennes. Cette bande « transitoire » est montrée sur la Figure 34 pour un échantillon nitruré pendant 8 heures. On observe un gradient de hauteur s'étendant sur 350 $\mu\text{m}$  entre la zone nitrurée et la zone masquée. Il s'agit d'une nitruration partielle qui dépend de la géométrie des arêtes du masque de silicium.

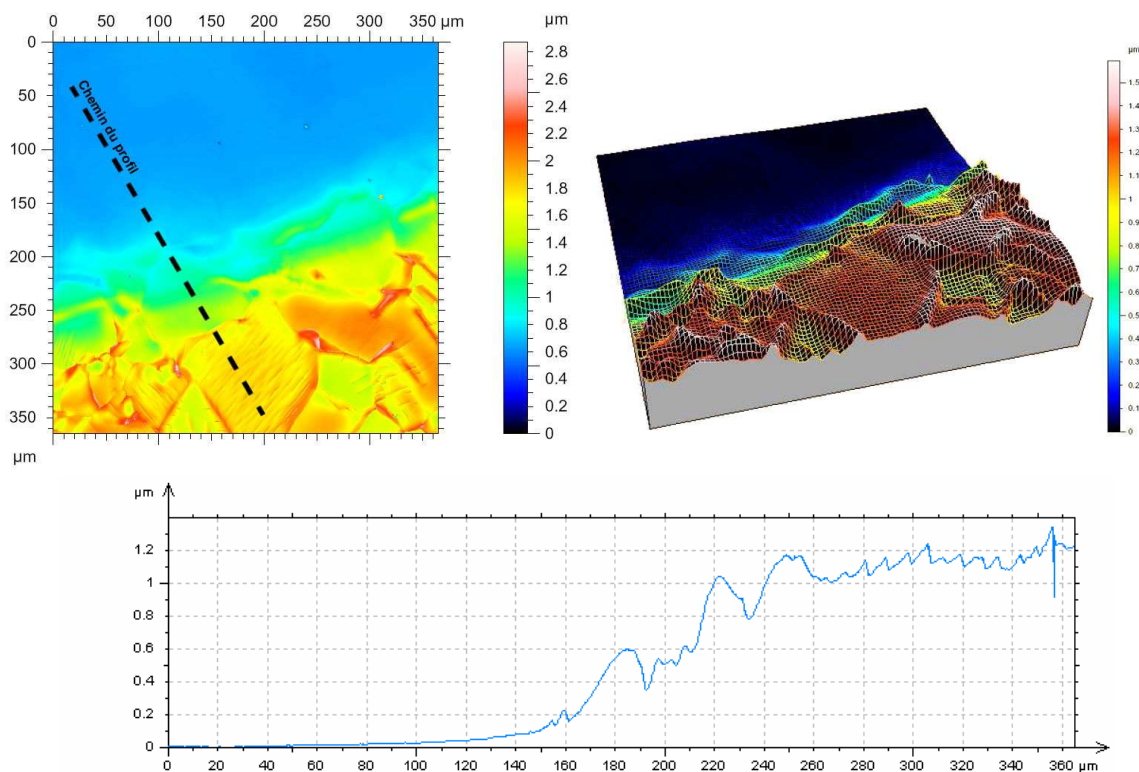


Figure 34: Images et profil par interférométrie en lumière blanche de la bordure de la zone masquée en surface d'un échantillon nitruré pendant 8 heures.

Les gonflements « minimum » ou « maximum » ont été définis par les différences entre la moyenne des hauteurs relatives dans les 10 grains les moins gonflés ou les dix grains les plus gonflés et la moyenne dans la zone masquée.

### II.B.4.2. Gonflement maximum, minimum et moyen en fonction de la durée du traitement

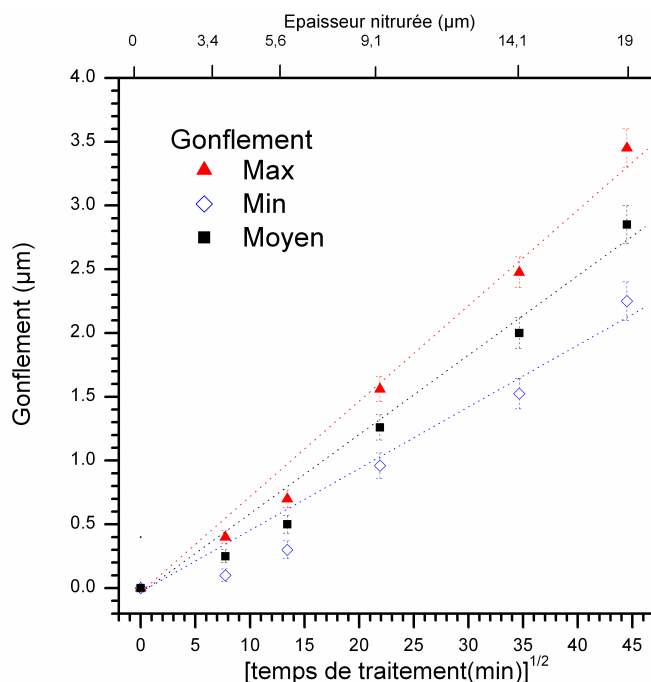


Figure 35: Gonflement moyen, maximum et minimum du 316L en fonction de la durée du traitement.

L'évolution des gonflements en fonction du temps de traitement (en  $\sqrt{t}$ ) est représentée sur la Figure 35. Les barres d'erreur représentent l'incertitude sur la mesure d'une hauteur par la méthode d'interférométrie en lumière blanche mais tiennent compte également de la rugosité observée dans chaque grain due à la plasticité et à l'endommagement et de la dispersion des hauteurs entre les différents échantillons nitrurés dans les mêmes conditions. On observe une augmentation du gonflement moyen avec la durée du traitement. A partir de 8 heures de traitement, celui-ci évolue quasi linéairement avec la racine carrée de la durée du traitement. Il en est de même pour l'écart entre les gonflements maximum et minimum.

### II.B.5. Evolution de la texture cristallographique

Plusieurs auteurs ont mis en évidence une texturation de surface [9][47] induite par le traitement de nitruration. Par diffraction des RX, Blawert et al. [9] montrent une augmentation du composant de texture  $\langle 111 \rangle$  après traitement d'aciers inoxydables (X6CrNiTi1810 and X2CrNiMoN2253). Abrasonis et al.[31] ont également montré des rotations des plans cristallographiques de l'ordre de plusieurs degrés au cours de l'étude de monocristaux de 316L nitrurés. Jusqu'à ce jour, ces évolutions de l'orientation cristallographique n'avaient pas

été précisément étudiées et c'est en utilisant la technique EBSD que nous avons pu approfondir ce phénomène. Nous présentons dans cette partie l'évolution de la texture cristallographique par nitruration et cela en fonction du temps de traitement.

#### *II.B.5.1. Procédure expérimentale*

Des cartographies d'orientation ont été réalisées sur des échantillons non nitrurés dont le type et la préparation sont décrits dans le chapitre précédent (I.A.2). Sur chacun des échantillons, une surface de 2 mm<sup>2</sup> a été cartographiée par EBSD afin d'avoir une représentation relativement satisfaisante de leur texture initiale, une telle surface correspondant à un peu plus de 1000 grains. Ces cartographies sont réalisées à partir d'un ensemble de mesures locales de l'orientation suivant une grille hexagonale avec un pas de 2 µm entre chaque point. Dans ces conditions, chaque grain correspond en moyenne à 500 points de mesure permettant de moyenniser son orientation. L'emplacement de la cartographie est repéré sur un échantillon par référence à ses bords et coins. Ainsi des cartographies ont pu être réalisées exactement au même emplacement après nitruration.

Du fait de la plasticité et de l'endommagement induits par la nitruration, les diagrammes de Kikuchi après nitruration sont de moindre qualité [48][33]. Malgré tout, l'indexation de ces diagrammes reste possible sans ambiguïté jusqu'à 1 heure de nitruration avec des conditions classiques d'utilisation (tension d'accélération de 25 kV et courant de sonde de 0,2 nA). Pour des durées de traitement supérieures et jusqu'à 8 heures de nitruration, le phénomène de diffraction des électrons doit être intensifié par l'utilisation d'un courant de sonde plus important (jusqu'à 1 nA). Ainsi l'incertitude sur les orientations après traitement est légèrement plus importante et estimée à 0,8°. Pour les échantillons nitrurés pendant plus de 8 heures (la plasticité et l'endommagement sont alors très importants), les diagrammes de Kikuchi ne permettent pas directement l'indexation et une procédure spécifique a été utilisée. La surface a été légèrement polie mécano-chimiquement à la silice colloïdale pour enlever une couche d'environ 100 nm. Alors l'indexation des diagrammes de Kikuchi redevient possible sans ambiguïté.

L'indexation des diagrammes de Kikuchi a été réalisée avant nitruration en considérant une structure cfc avec un paramètre de maille de 0,359 nm. Une structure c.f.c. a été également utilisée après nitruration, mais en considérant un paramètre de maille supérieure à celui de l'austénite. Ce paramètre a été choisi à partir des résultats de DRX présentés précédemment et est donc fonction de la durée du traitement. Ce choix d'un paramètre adapté



conduit à une fiabilité accrue de l'indexation mais n'influe aucunement sur l'orientation obtenue.

Grâce à ce protocole, nous avons pu comparer les textures cristallographiques avant et après nitruration pour une même zone et cela en fonction du temps de traitement, variant de 5 minutes à 3 heures.

### II.B.5.2. Évolution de la texture au cours de la nitruration

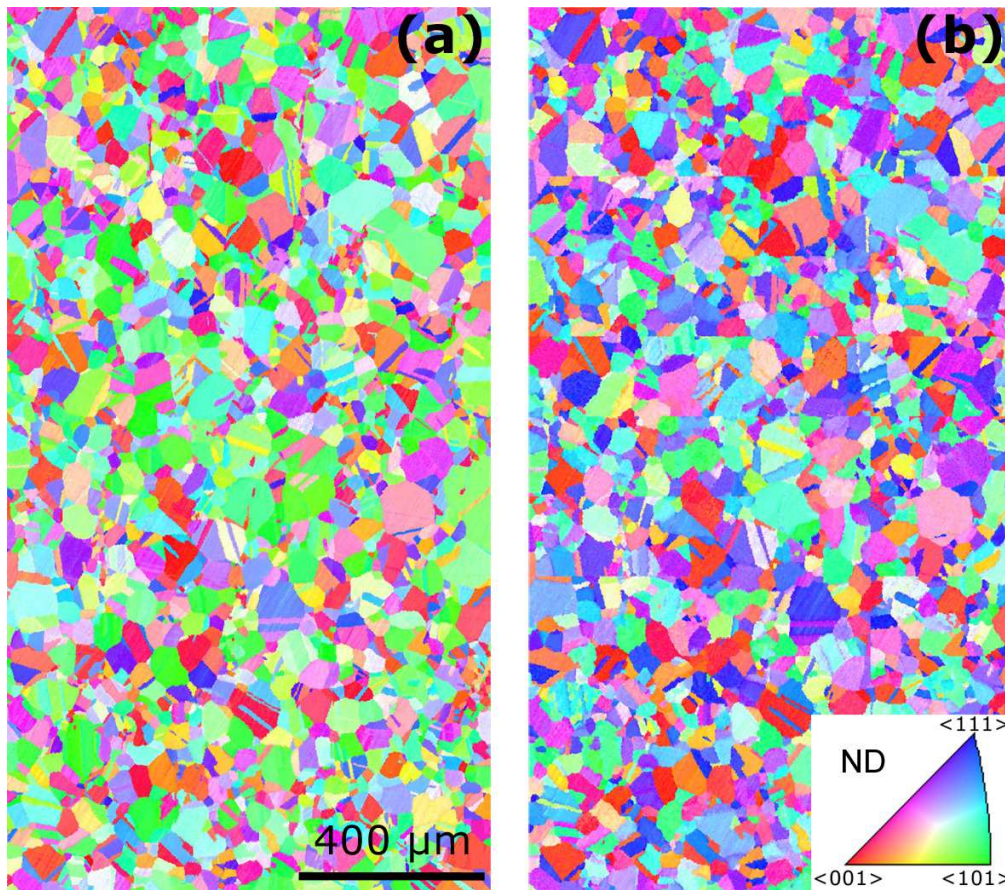


Figure 36: Cartographie d'orientation (suivant la normale à la surface) de la surface d'un échantillon de 316L avant (a) et après 8 heures de nitruration (b). La figure insérée donne le codage couleur des orientations dans la figure de pôles inverse ND.

La Figure 36 montre l'orientation cristallographique relative à la direction normale à la surface (ND) pour la même zone de 2 mm<sup>2</sup> avant (Figure 36.a) et après 8 heures de nitruration (Figure 36.b). Le codage couleur de l'orientation cristallographique indiqué sur la figure de pôles inverse insérée sur la Figure 36.b correspond à la normale à la surface. La forme des grains et celle des macles restant inchangée après traitement, ces cartographies illustrent sans ambiguïté le changement de texture cristallographique après le traitement. On constate notamment que la composante de texture <101> (ensemble des grains codés par la couleur verte) diminue laissant place à une composante de texture <111> plus importante après

nituration (ensemble des grains codés en bleu). Il faut également remarquer que la composante de texture  $\langle 001 \rangle$  se renforce au cours du traitement, le nombre de grains orientés proches de  $\langle 001 \rangle$  suivant la direction ND (codé en rouge sur la Figure 36) devenant plus important après traitement. Ces effets peuvent être quantifiés par des calculs de texture d'une même zone avant et après nituration. Pour l'échantillon nitruré 8 heures, la Figure 37 présente les figures de pôles  $\{100\}$ ,  $\{101\}$  et  $\{111\}$ . L'évolution de la texture due à la nituration ne se traduit que par une faible augmentation de l'indice de texture ( $3,98 \rightarrow 4,41$ ).

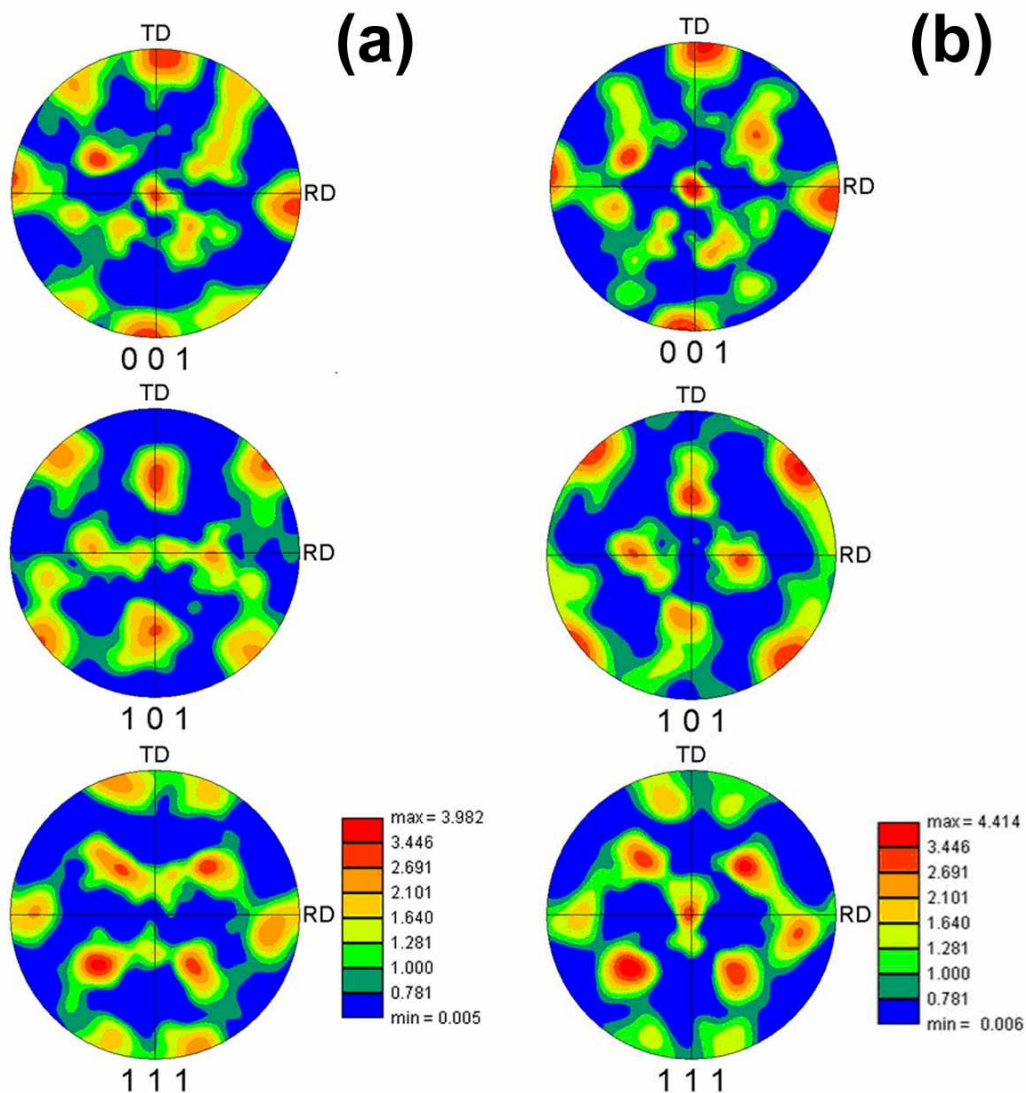


Figure 37: Fonction de répartition des orientations représentée sur les figures de pôle  $\{001\}$ ,  $\{101\}$  et  $\{111\}$  pour les cartographies EBSD de la Figure 36 avant (a) et après 8 heures de nituration (b).

Par contre, l'analyse détaillée de ces figures renseigne sur les évolutions des différentes composantes de la texture. La composante cubique  $\{001\}$  est légèrement renforcée. L'évolution de la figure de pôles  $\{101\}$  est nettement plus marquée : les pôles présents au centre de la figure disparaissent, ceux à  $90^\circ$  de ND et  $45^\circ$  de RD et TD se renforcent

nettement. Ceci indique clairement que la majorité des plans  $\{101\}$  parallèles à la surface ont tourné. Inversement, sont apparus de très nombreux plans  $\{111\}$  parallèles au plan de la surface.

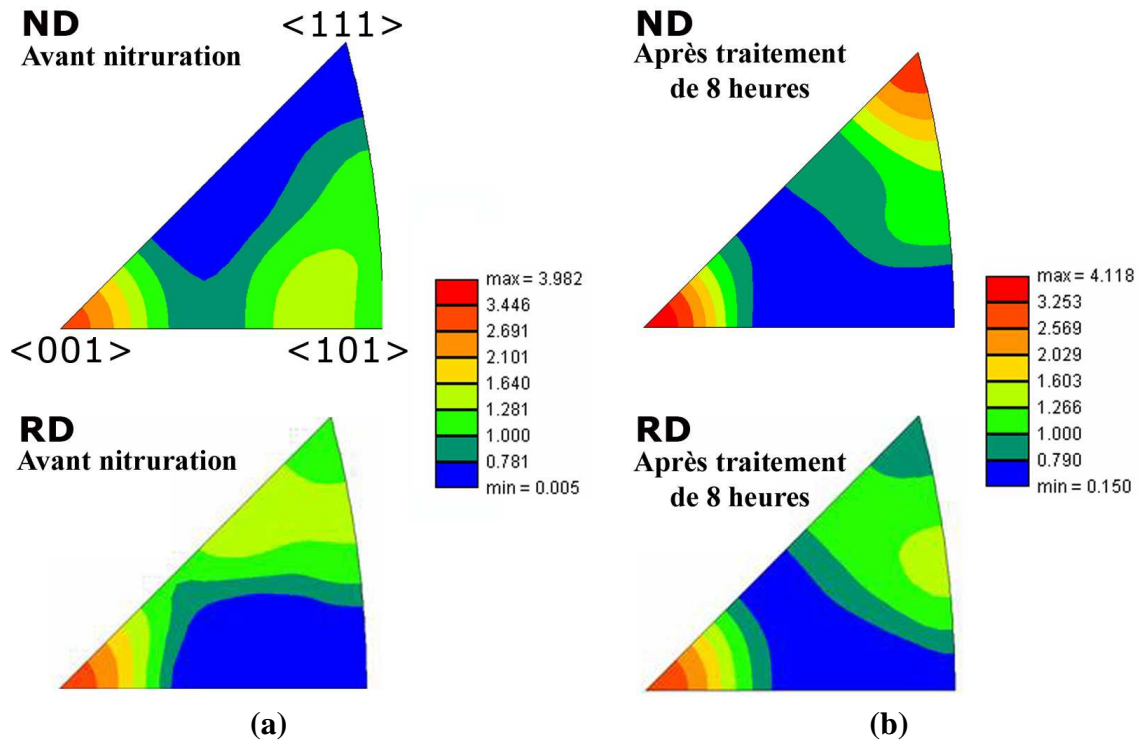


Figure 38: Figures de pôles inverses ND et RD représentant l'évolution de la texture associées aux cartographies EBSD de la Figure 36 avant (a) et après 8 heures de nituration (b).

Toutes les évolutions précédentes peuvent aussi être décrites en représentant les valeurs de la fonction de répartition sur des figures de pôles inverses. La Figure 38 illustre cette représentation avant et après nituration pour l'échantillon nituré 8 heures. La composante de texture  $\langle 001 \rangle$  suivant la normale à la surface est renforcée tandis que la composante de texture  $\langle 101 \rangle$  disparaît pour laisser place à une composante de texture  $\langle 111 \rangle$  marquée. Les évolutions des orientations suivant la direction RD sont par contre peu marquées.

Des effets similaires, avec cependant des amplitudes différentes, ont été constatés sur les échantillons niturés avec des durées de traitement allant de 20 minutes à 20 heures. A titre d'exemple la Figure 39 montre l'évolution des figures de pôles inverses pour un échantillon avant et après 1 heure de nituration.



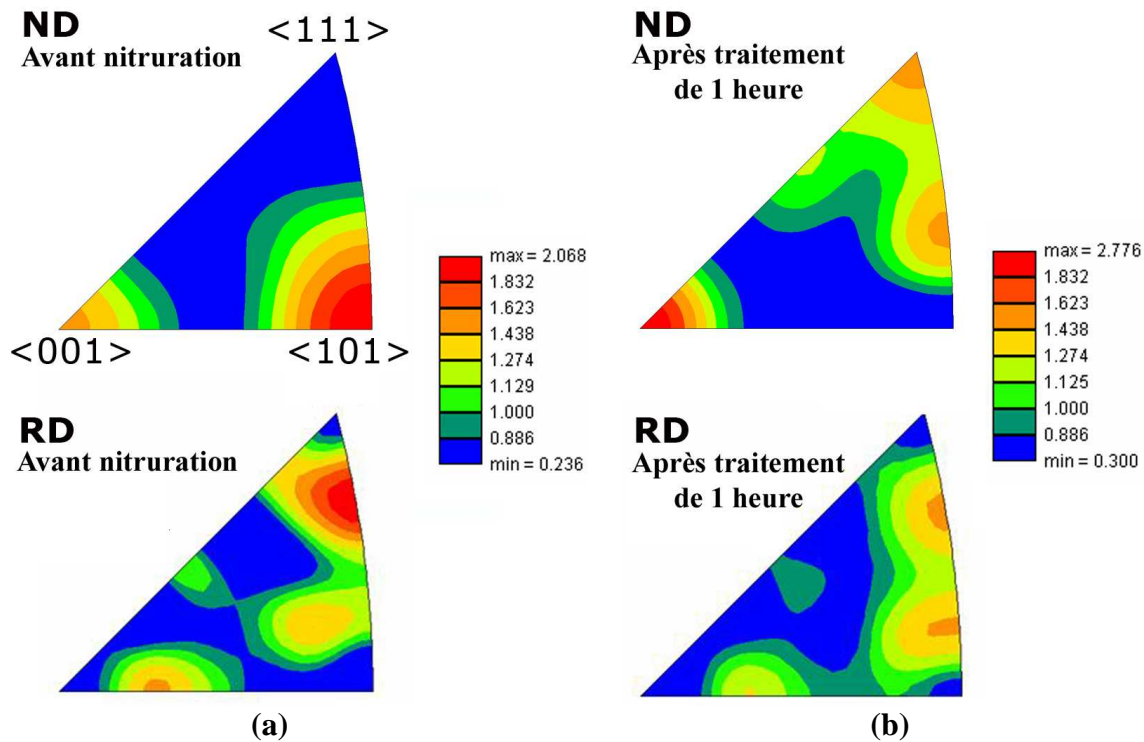


Figure 39: Figures de pôles inverses ND et RD associées aux cartographies EBSD réalisées avant et après 1 heure de nitruration.

La répartition initiale des orientations est différente de celle de l'échantillon nitruré pendant 8 heures (Figure 38) en raison de la présence de macrozones (I.A.3.6). Les évolutions de texture sont de même nature : renforcement de la composante  $\langle 001 \rangle$  suivant la direction ND ; disparition de la composante de texture  $\langle 101 \rangle$  et l'apparition de la composante de texture  $\langle 111 \rangle$  après nitruration. A noter l'apparition d'une composante intermédiaire dont l'origine sera expliquée plus en détail dans la seconde partie du chapitre. La répartition des orientations suivant la direction RD après nitruration reste sensiblement identique à la répartition initiale.

### II.B.5.3. Évolution de la texture en fonction du temps de nitruration

Afin de simplifier l'analyse de l'évolution des différentes composantes de la texture, toutes les orientations cristallographiques obtenues à partir des cartographies d'orientation de  $2 \text{ mm}^2$  seront groupées selon quatre classes d'orientations nominales  $\langle 111 \rangle$ ,  $\langle 100 \rangle$ ,  $\langle 110 \rangle$  et  $\langle \text{autres} \rangle$ . Chacune des trois premières classes d'orientation regroupe des orientations cristallographiques dont la désorientation entre la direction normale ND et la direction nominale reste inférieure à un angle noté  $\beta$  (annexe A). Dans ce chapitre,  $\beta$  est choisi égal à  $15^\circ$ . La valeur des composantes de texture avant et après nitruration est donnée dans le



Tableau 6, avec entre parenthèses le rapport entre les valeurs de la composante avant et après traitement. Ce rapport traduit l'évolution de la composante de texture à laquelle il est associé.

**Tableau 6 : composante de texture suivant le temps de traitement. Entre parenthèses est donné le rapport entre la valeur de la composante avant et après traitement.**

Durée de nitruration	Composante de Texture		
	Tc<101>	Tc<001>	Tc<111>
5 minutes	30,2% → 30,2% (1)	11,7% → 11,7% (1)	7,5% → 7,5% (1)
20 minutes	25,8% → 19,7% (0,75)	7,7% → 8,6% (1,1)	13,2% → 28,0% (2,1)
1 heure	34,1% → 19,6% (0,55)	12,9% → 15,3% (1,2)	6,7% → 18,2% (2,7)
8 heures	26,9% → 12,5% (0,45)	18,0% → 20,0% (1,1)	9,0% → 24,0% (2,7)
20 heures	28,2% → 13,0% (0,46)	15,1% → 18,1% (1,2)	8,2% → 21,9% (2,7)

L'échantillon nitruré pendant 5 minutes ne présente aucune évolution significative de sa texture cristallographique. Pour des temps de traitement compris entre 20 minutes et 8 heures une nette évolution est constatée. Le rapport donné entre parenthèse dans le Tableau 6 indique que la texture n'évolue plus après 8 heures de nitruration. Ce rapport indique également que la composante de texture <101> diminue jusqu'à 8 heures de traitement, tandis que les composantes <001> et <111> n'évoluent pratiquement plus après 1 heure de traitement.

### ***II.B.6. Synthèse des observations « à grande échelle »***

- L'utilisation de ce procédé de nitruration plasma a permis l'obtention de couches nitrurées de plusieurs microns d'épaisseur dans le 316L. La température de traitement étant modérée (400°C), la formation de précipités de nitride de chrome CrN en surface est évitée et le caractère inoxydable de l'acier est conservé.

- L'analyse des couches nitrurées à l'aide des techniques NRA et SDL a permis de mettre en évidence l'effet de la durée du traitement sur les profils de concentration en azote dont la forme est similaire à celle mentionnée dans la littérature pour d'autres traitements de nitruration. Cette forme est bien décrite par un modèle de diffusion de l'azote où le coefficient de diffusion dans la couche nitrurée est lié à la concentration en azote. On a relevé une phase transitoire du processus de nitruration pendant laquelle la concentration d'azote en surface

augmente avec le temps de traitement jusqu'à trois heures de traitement. Pour des durées de traitement plus importantes la concentration en azote en surface se stabilise autour de 33% .at.

- Comme le montre la Figure 40, l'augmentation de la concentration en azote à la surface de l'échantillon se traduit par une augmentation du paramètre de maille effectif moyen de la phase  $\gamma_N$ . Quels que soient les plans diffractants considérés, le paramètre effectif est proche de la courbe obtenue à partir de la relation  $a_{\gamma_N} = a_\gamma + \alpha C_N$  avec  $\alpha = 9 \cdot 10^{-4}$  nm/%at. Les écarts pourraient provenir de nombreux effets tels que la déformation élastique induite par les contraintes résiduelles dans la couche nitrurée, mais aussi les effets de rotation cristallographique (II.D.3) ou encore aux effets dus à des fautes d'empilement. C'est donc un problème complexe à traiter, surtout si l'on considère que la concentration en surface est moyennée sur un ensemble important d'orientations, tandis que les paramètres obtenus proviennent d'orientations spécifiques. Sans la prise en considération de tous ces phénomènes, il est impossible de donner une conclusion définitive sur l'évolution du paramètre effectif.

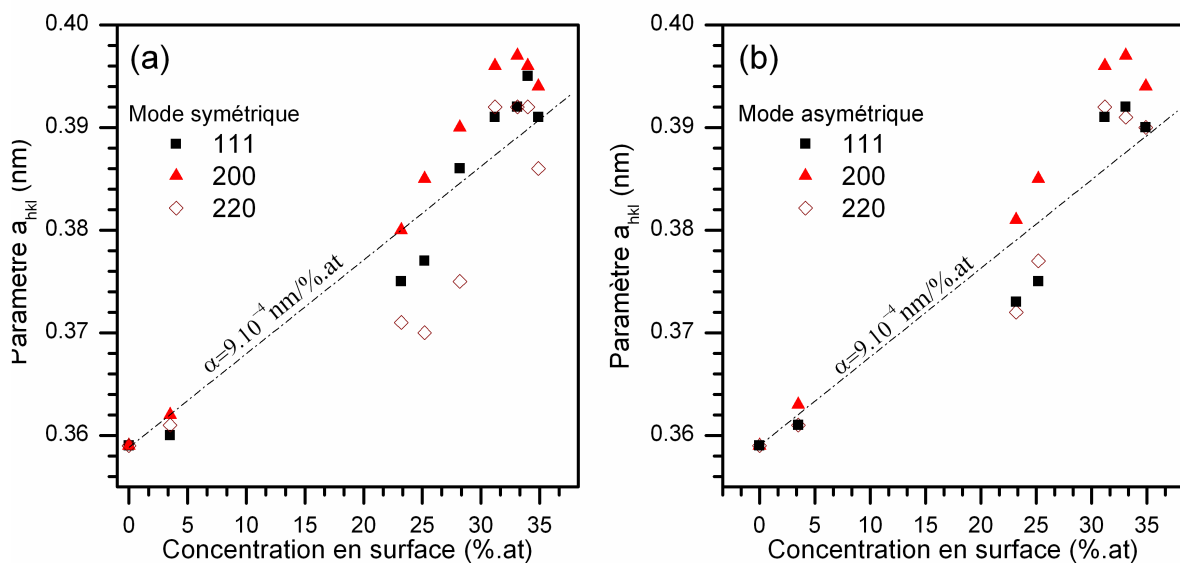


Figure 40: évolution des paramètres de maille effectifs avec la concentration moyenne d'azote en surface. Les paramètres ont été déterminés par DRX en mode symétrique (a) asymétrique avec un angle d'incidence de  $10^\circ$  (b).

- L'insertion d'azote dans la matrice austénitique modifie sa texture cristallographique. Blawert et al.[9] ainsi que Abrasonis et al.[31] l'expliquent par une plasticité importante dans la couche nitrurée, induite par le traitement. En utilisant les rapports donnés dans le Tableau 6, l'évolution des différentes composantes de texture est représentée sur la Figure 41 en fonction de la concentration d'azote en surface. Aucune évolution de la texture n'est observée pour la plus faible concentration en surface (environ 5 % .at.). Pour des

temps de traitement supérieurs, le rapport  $T_{c_{nit}}^{<hkl>} / T_{c_{ref}}^{<hkl>}$  semble varier de façon linéaire avec la concentration. A noter que la composante  $<111>$  ne semble plus évoluer pour les concentrations supérieures à 28 % .at.

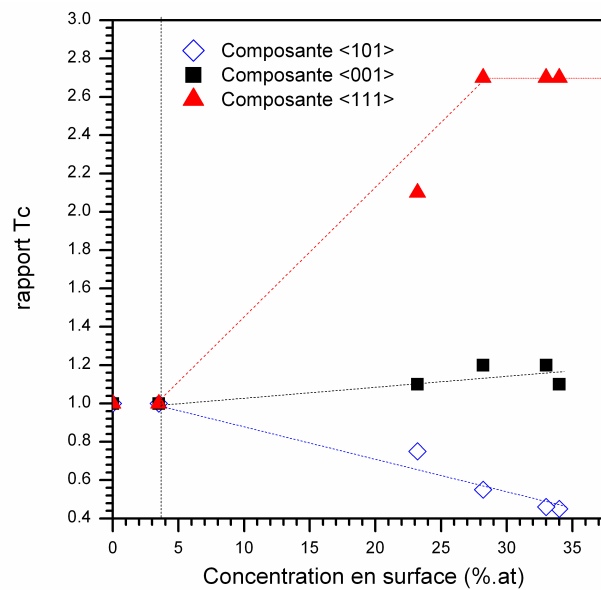


Figure 41: Evolution des rapports des composantes de texture  $T_{c<hkl>}$  avec la concentration d'azote en surface.

- L'épaisseur de la couche nitrurée ainsi que le gonflement associé dépendent directement du temps de traitement. Une relation linéaire entre l'épaisseur nitrurée ou le gonflement et la racine carrée de la durée du traitement quand celle-ci est supérieure à 1 heure (partie stabilisée) permet de décrire les résultats obtenus. Ceci est en accord avec un modèle de diffusion répondant à la loi de Fick.

Tous ces points nous permettent une approche globale des effets de ce type de nitruration en termes de profondeur traitée, de concentration en azote, de paramètre de maille ou encore de dilatation. Cependant la rotation cristallographique des grains due au traitement rend complexe l'analyse de l'ensemble des résultats. Aller plus loin dans les interprétations nécessite de prendre en compte cet effet de rotation à l'échelle du grain. C'est l'objet de la partie II.C qui suit.

## II.C Observation à l'échelle des grains, effet de l'orientation cristallographique

Cette partie traite des corrélations entre les évolutions induites par le traitement de nitruration et l'orientation cristallographique dans un grain. Les analyses s'appuient essentiellement sur des cartographies EBSD réalisées systématiquement avant et après nitruration.

### II.C.1. Rotation cristallographique des grains

L'évolution de texture à une échelle globale étudiée dans le paragraphe précédent est à associer à des rotations cristallographiques dans les zones nitrurées de chacun des grains. Nous montrerons que ces rotations dépendent de l'orientation cristallographique du grain avant nitruration ainsi que du temps de traitement. Pour différentes durées de traitement, les orientations avant et après nitruration ont été systématiquement caractérisées pour plus de 500 grains à partir de cartographies d'orientation réalisées sur  $2 \text{ mm}^2$ , ce qui permet d'avoir une description assez complète de toutes les orientations cristallographiques possibles. Pour chacun de ces grains, l'orientation moyenne (avant et après nitruration) est obtenue en moyennant l'ensemble des points de mesure EBSD. Les grains de taille inférieure à  $10 \mu\text{m}$  ont été exclus car les mesures près des joints de grains peuvent être « perturbées » par les déformations et endommagements qui se produisent lors du traitement. Les rotations sont décrites par la combinaison d'un angle et d'un axe de rotation permettant de faire coïncider les axes cristallins de l'austénite dilatée dans un grain (après nitruration) avec ceux de la phase austénitique initiale (avant nitruration) pour ce même grain.

#### II.C.1.1. Caractéristiques de l'axe de rotation

L'axe de rotation se déduit de la matrice de rotation qui fait coïncider les deux systèmes d'axes cristallins (IV.A.1.1.1) et est caractérisé par un vecteur rotation associé (vecteur unitaire, caractérisé par ses composantes suivant les trois directions ND, RD et TD) (Figure 42.a). La Figure 42.b-c présente les distributions de ces composantes en fonction des angles  $\alpha$  et  $\beta$  pour les échantillons nitrurés 1 heure et 8 heures.

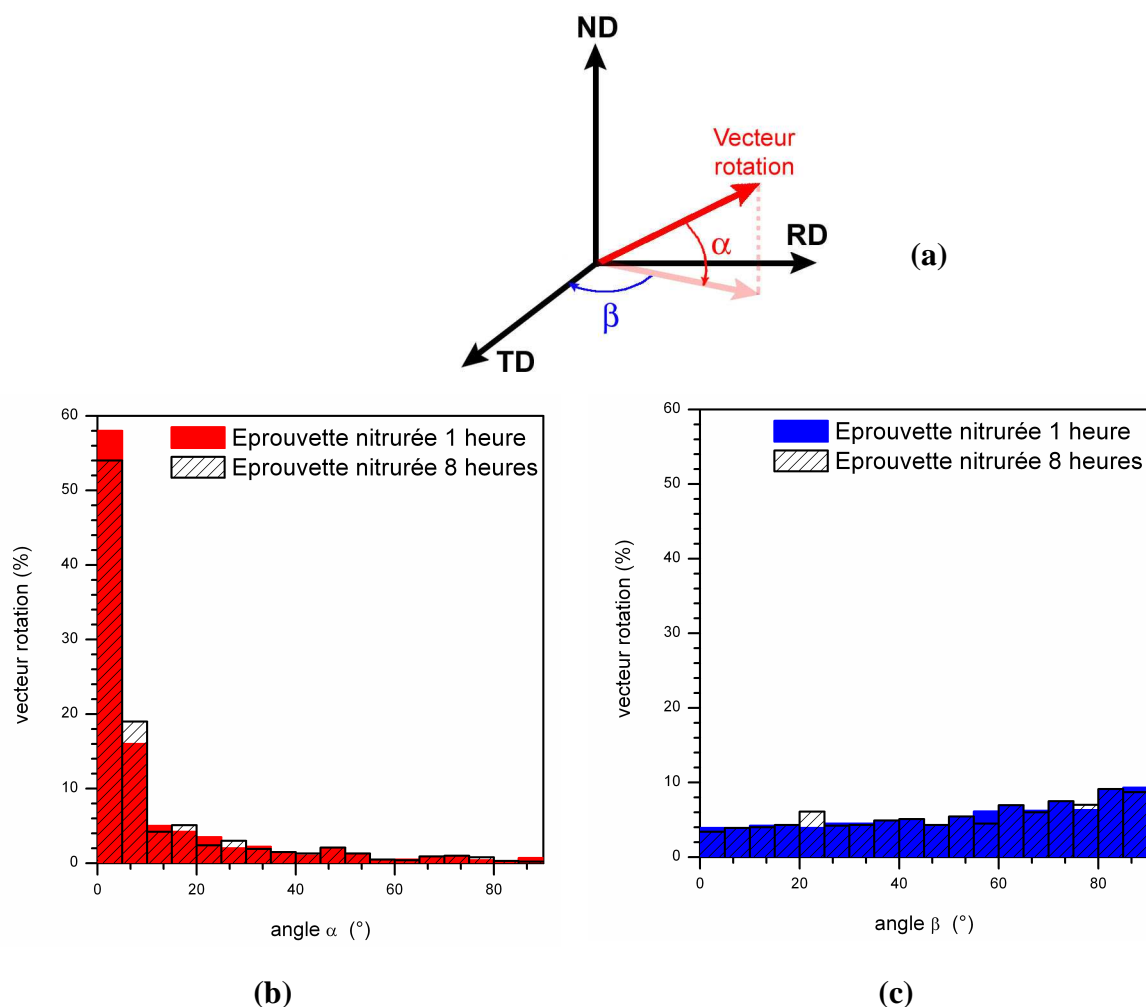


Figure 42: (a) Définition des angles  $\alpha$  et  $\beta$  dans le repère associé à l'échantillon (b) et (c) distribution des composantes des vecteurs rotation pour les échantillons nitrurés 1 et 8 heures en fonction des angles  $\alpha$  et  $\beta$ .

La grande majorité des vecteurs rotation se trouve dans le plan de la surface ( $\alpha=0$ ) de l'échantillon ou très proche de celui-ci. Plus précisément, 70% des vecteurs rotation font avec ND un angle  $\alpha$  inférieur à  $10^\circ$ . La répartition des composantes dans le plan parallèle à la surface, représentée par la distribution en fonction de l'angle  $\beta$ , apparaît quasi homogène. Dès lors, ce sont les évolutions des orientations cristallographiques suivant la normale ND à la surface qui caractérisent au premier ordre l'évolution de l'orientation cristallographique des grains au cours du traitement. Pour cette raison nous utiliserons principalement les figures de pôles inverses codées suivant ND pour matérialiser ces rotations.

## II.C.1.2. Evolution de l'orientation cristallographique

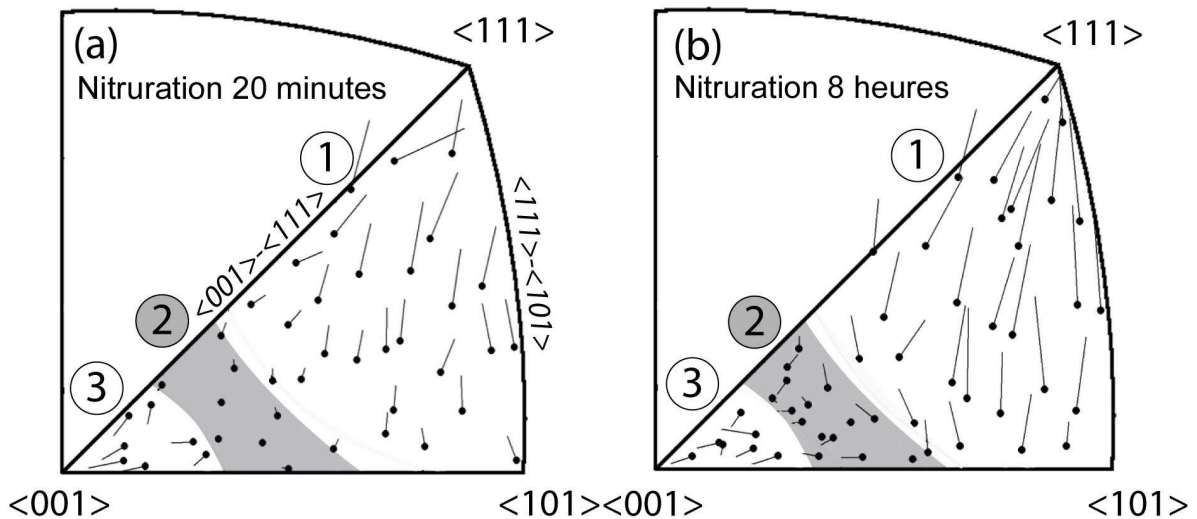


Figure 43: évolution de l'orientation cristallographique représentée à l'aide de figures de pôles inverses ND pour les deux durées de traitement (a) 20 minutes et (b) 8 heures.

La Figure 43 présente l'évolution de l'orientation cristallographique sur une figure de pôles inverse ND pour 20 minutes et 8 heures de traitement. Pour une meilleure visibilité, on a représenté l'évolution d'un nombre limité de grains répartis sur l'ensemble de la figure. Les points donnent l'orientation d'un grain avant nitruration tandis que l'orientation de ce grain après nitruration correspond à l'extrémité du trait. La direction du trait représente donc la direction de rotation et sa longueur l'amplitude. Cette amplitude est un angle qui peut être obtenu à l'aide des matrices de rotation décrivant l'évolution de l'orientation d'un grain avant et après traitement (voir annexe). Cette amplitude est représentée sur la Figure 44 en fonction de l'orientation cristallographique avant traitement de chacun des grains analysés.

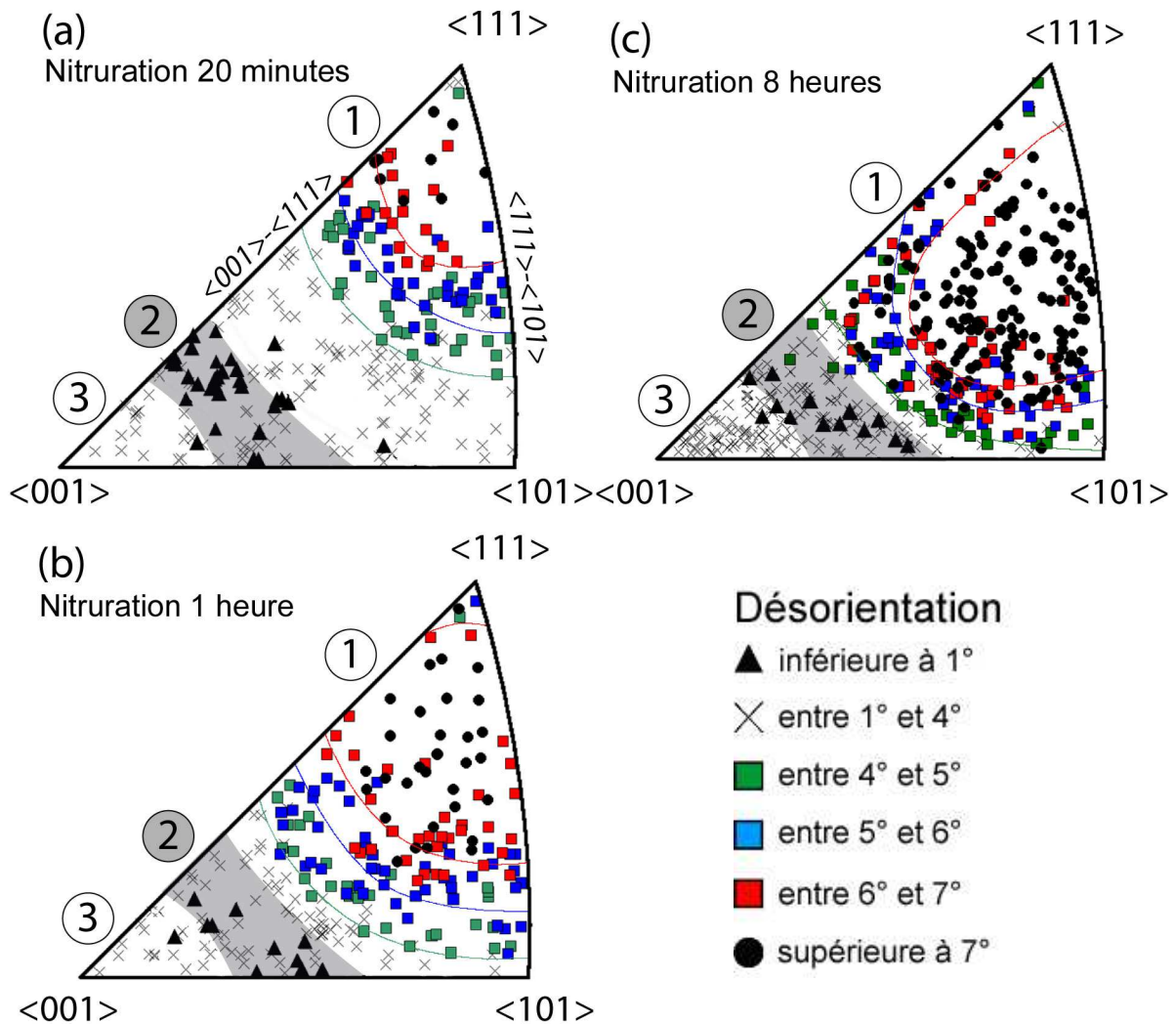


Figure 44: Amplitude des rotations représentée sur les figures de pôles inverses ND pour trois temps de traitement (a) 20 minutes (b) 1 heure et (c) 8 heures.

L'angle de rotation et la direction de rotation dépendent de l'orientation initiale du grain. Trois tendances émergent, délimitées sur les figures de pôle inverses par trois régions:

- Dans la **région 1**, l'orientation des grains évolue vers une direction  $\langle 111 \rangle$ . L'angle de rotation est important, il peut atteindre  $13^\circ$  pour des grains ayant subi 8 heures de traitement.
- Dans la **région 2**, les grains ont légèrement tendance à se désorienter vers la ligne  $\langle 001 \rangle$ - $\langle 111 \rangle$ . A la frontière gauche de ce domaine les orientations évoluent vers une direction  $\langle 001 \rangle$  tandis qu'à la frontière droite l'évolution se fait vers la direction  $\langle 111 \rangle$ . Dans tous les cas, les angles de rotation n'excèdent pas  $4^\circ$ .
- Dans la **région 3**, qui concerne les grains dont les orientations initiales sont proches de la direction  $\langle 001 \rangle$ , les grains se réorientent vers le pôle  $\langle 001 \rangle$ . Les angles de rotation sont voisins de  $2^\circ$  à la frontière entre les régions 2 et 3 et atteignent  $4^\circ$  en milieu de région.



Si la direction de rotation apparaît indépendante du temps de traitement, l'amplitude de rotation évolue de manière significative avec la durée de nitruration. On le constate en observant la proportion grandissante des angles de rotation supérieurs à  $7^\circ$  pour les échantillons nitrurés 20 minutes, 1 heure et 8 heures (cercles noirs sur la Figure 44). Une analyse quantitative de la dépendance de l'angle de rotation avec le temps de traitement a été faite en déterminant les angles moyen et maximum de rotation pour les différentes régions en fonction du temps de traitement. L'angle maximum d'une région est défini comme la valeur moyenne des 10 plus grands angles dans cette région.

**Tableau 7 : Amplitude moyenne et maximale des rotations cristallographiques suivant les régions de la Figure 44.**

<i>Temps de traitement</i>	Région 1	Région 2	Région 3
<i>20 minutes</i>	<b><math>4,2^\circ - 7,6^\circ</math></b> <i>Moyenne - maximum</i>	<b><math>1^\circ - 1,8^\circ</math></b>	<b><math>1,6^\circ - 3,2^\circ</math></b>
<i>1 heure</i>	<b><math>5,4^\circ - 10,1^\circ</math></b>	<b><math>1,3^\circ - 2,1^\circ</math></b>	<b><math>2^\circ - 3,45^\circ</math></b>
<i>8 heures</i>	<b><math>7,1^\circ - 13,6^\circ</math></b>	<b><math>1,3^\circ - 2^\circ</math></b>	<b><math>1,9^\circ - 4,3^\circ</math></b>
<i>20 heures</i>	<b><math>7^\circ - 13,8^\circ</math></b>	<b><math>1,4^\circ - 2,5^\circ</math></b>	<b><math>1,8^\circ - 4,2^\circ</math></b>

Dans la région 1, les angles de rotation augmentent progressivement jusqu'à 8 heures de traitement pour ensuite se stabiliser. A noter que le domaine d'orientation où les amplitudes de rotation sont maximales pour un temps de nitruration donné se déplace progressivement sur une ligne  $\langle 111 \rangle - \langle 101 \rangle$ . Pour les régions 2 et 3, les angles de rotation n'augmentent plus à partir de 1 heure de traitement.

### *II.C.1.3. Etude de la dispersion en rotation*

Toutes les données précédentes correspondent à des moyennes effectuées sur plusieurs centaines de grains, inévitablement différents d'une éprouvette à l'autre. Une façon de préciser les effets de rotation a été de sélectionner des grains quasi-identiques sur chaque éprouvette et d'en suivre les évolutions pour différents temps de traitement. L'étude a porté sur le comportement de « paires de grains », une paire étant constituée de grains initialement désorientés l'un par rapport à l'autre d'un angle  $\varphi_i$  inférieur à  $2^\circ$ . Plusieurs paires de grains ont été considérées dans chaque région précédemment définies sur la figure de pôles inverse

ND. Pour chacune de ces paires, on a étudié la variation de leur désorientation  $\varphi_f$  après nitruration. La dispersion est définie par  $\Delta\varphi = \varphi_f - \varphi_i$ . La moyenne des dispersions pour chaque région, calculée à partir d'une vingtaine de paires, est donnée dans le Tableau 8.

**Tableau 8 : Dispersion suivant les régions de la Figure 44.**

Temps de traitement	Dispersion $\Delta\varphi$ (°)		
	Région 1	Région 2	Région 3
20 minutes	0,3	0,2	0,3
1 heure	0,6	0,2	0,2
8 heures	0,8	0,3	0,4
20 heures	0,7	0,3	0,5

Clairement les dispersions restent inférieures à l'incertitude relative de mesure de la technique EBSD ( $\sim 0.5^\circ$  à  $0.8^\circ$ ), même dans la région 1 où les angles de rotations peuvent atteindre  $13^\circ$ . En d'autres termes, les effets de rotation dus au traitement ne diffèrent pas d'un grain à l'autre pour une orientation initiale proche.

#### *II.C.1.4. Etude de la dispersion dans un grain*

L'expansion de la matrice résultant de l'insertion d'azote induit des modifications à la surface des échantillons nitrurés : plasticité, endommagement et gonflement. Comme le profil d'azote dépend de l'orientation des grains, l'état de déformation plastique en surface induit par les dilatations différentielles au voisinage des joints de grains est souvent très complexe. La Figure 45.a illustre cette complexité à la surface d'un échantillon nitruré 8 heures: la plasticité se traduit par la présence de bandes de glissement dans chacun des grains et le gonflement varie d'un grain à l'autre. Cela a pour conséquence la modification locale de la valeur de l'orientation cristallographique au voisinage des joints comme le montre la Figure 45.b.

L'orientation cristallographique précédemment utilisée pour chaque grain correspondait à une orientation moyennée sur le grain entier. Ainsi la question se pose de savoir si de telles modifications locales d'orientation au voisinage de l'ensemble des joints d'un même grain influencent de façon significative ou non la valeur de l'orientation moyenne des grains.

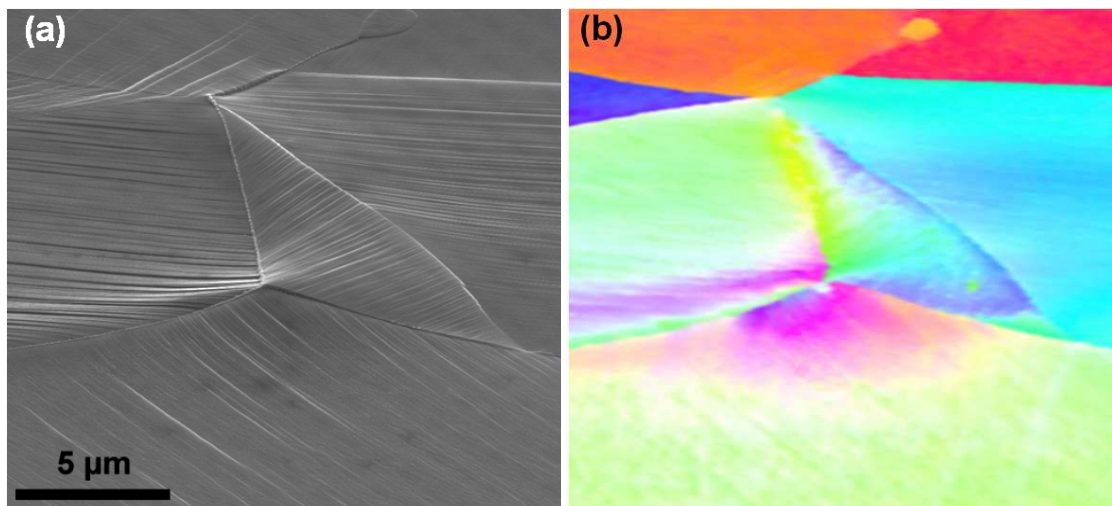


Figure 45: (a) Observation MEB de la surface d'un échantillon nitruré 8 heures et (b) cartographie d'orientation associée.

La dispersion d'orientation à l'intérieur d'un grain a été calculée sur l'ensemble des 500 grains précédemment utilisés. Elle représente l'écart moyen qui existe entre l'orientation moyenne et les orientations locales dans le grain. Les valeurs de cette dispersion sont reportées dans le Tableau 9 pour 4 durées de traitement.

**Tableau 9 : Dispersion au sein des grains pour les différents temps de traitement.**

Temps de traitement	Dispersion dans les grains (°)
20 minutes	0,45
1 heure	0,76
8 heures	1,05 <i>(région 1: 1,3 ; région 2: 0,5 ; région 3: 0,6)</i>
20 heures <i>Surface polie après traitement</i>	0,3

L'échantillon nitruré 20 heures a été poli après nitruration afin de permettre des mesures EBSD. Il n'est donc pas tout à fait représentatif de la dispersion due aux modifications de la surface induites par nitruration et sera donc exclu de la discussion suivante.

Ces résultats montrent que la dispersion augmente avec le temps de traitement du fait que la topographie de surface devient de plus en plus complexe. Elle dépend également de la région considérée, le gonflement et l'amplitude de rotation étant notamment plus importants pour la région 1. La variation de l'amplitude de rotation près des joints de grains de cette région est en conséquence plus élevée. Cependant, cette dispersion, même après 8 heures de traitement, reste faible en comparaison des angles de rotation observés. Ces résultats suggèrent que pour des grains de taille supérieure à 10 μm, la description de l'évolution de la

rotation cristallographique d'un grain au cours du traitement peut se faire en négligeant l'effet des joints de grains.

### II.C.1.5. Etude de l'évolution de l'orientation en profondeur

Toutes les analyses présentées précédemment portaient de mesures effectuées avant puis après traitement à la surface des échantillons. Une coupe transverse (dans le plan ND-RD) a également été réalisée sur un échantillon nitruré pendant 20 heures. Des cartographies d'orientation suivant ND ont été effectuées avant et après nitruration et la zone de coupe se situe au niveau de ces cartographies. La profondeur de la zone nitrurée, facilement observable sur la cartographie EBSD (Figure 46.a-b) en utilisant le facteur de qualité, varie entre 13 et 17  $\mu\text{m}$ .

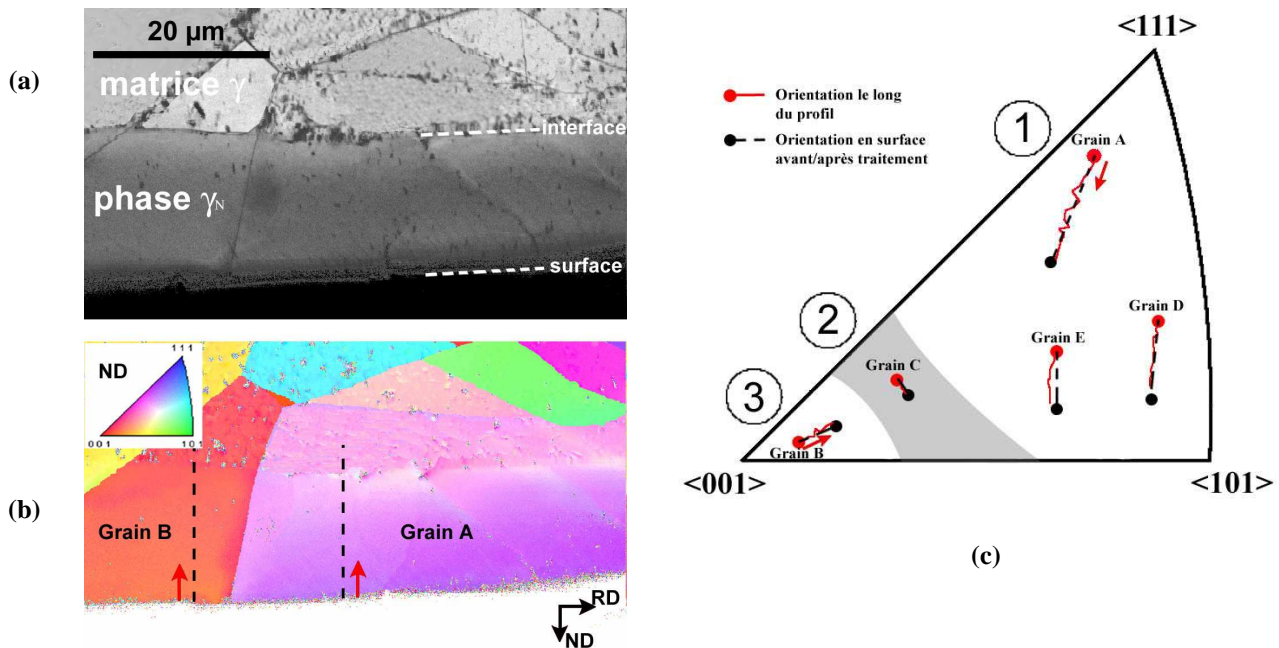


Figure 46 : gradient d'orientation cristallographique dans la couche nitrurée pour un échantillon nitruré 20 heures (a) image MEB avec un contraste déduit du facteur de qualité, (b) cartographies EBSD (indice de qualité+orientation cristallographique) et (c) figure de pôles inverse ND.

La Figure 46.b présente une partie de la cartographie d'orientation (suivant ND) le long de la coupe transverse pour deux grains partiellement nitrurés. On remarque que la nitruration induit une modification de l'orientation cristallographique en proche surface et que celle-ci évolue dans la profondeur des grains. Afin de quantifier ce gradient d'orientation, on a représenté sur une figure de pôles inverse ND l'orientation (traits rouges sur la Figure 46.c.) en plusieurs points le long des profils (pointillés sur la Figure 46.b) pour les deux grains considérés. D'autres profils le long de grains d'orientations différentes appartenant aux trois

régions définies précédemment sont également présentés. Les cercles rouges représentent l'orientation à la surface tandis que l'extrémité des traits rouges donne l'orientation du grain considéré à l'interface. Pour les différents grains analysés, on a aussi représenté les orientations en surface avant (cercles noirs) et après nitruration (extrémités des pointillés) nitruration, déterminés avant la coupe de l'échantillon.

Pour un grain donné, l'orientation en surface avant nitruration est bien équivalente à celle obtenue au niveau de l'interface sur la coupe transverse.

Le gradient est mis en évidence en considérant le chemin représenté par les traits rouges sur la Figure 46.b. L'orientation évolue de telle façon à « relier » par le plus court « chemin » les orientations avant et après nitruration.

La Figure 47 présente la désorientation donnée en amplitude de rotation le long des profils considérés pour les différents grains. L'origine est l'orientation en proche surface. L'interface est représentée par des traits pointillés verticaux, dont la position dépend de l'orientation cristallographique initiale (II.C.2.1).

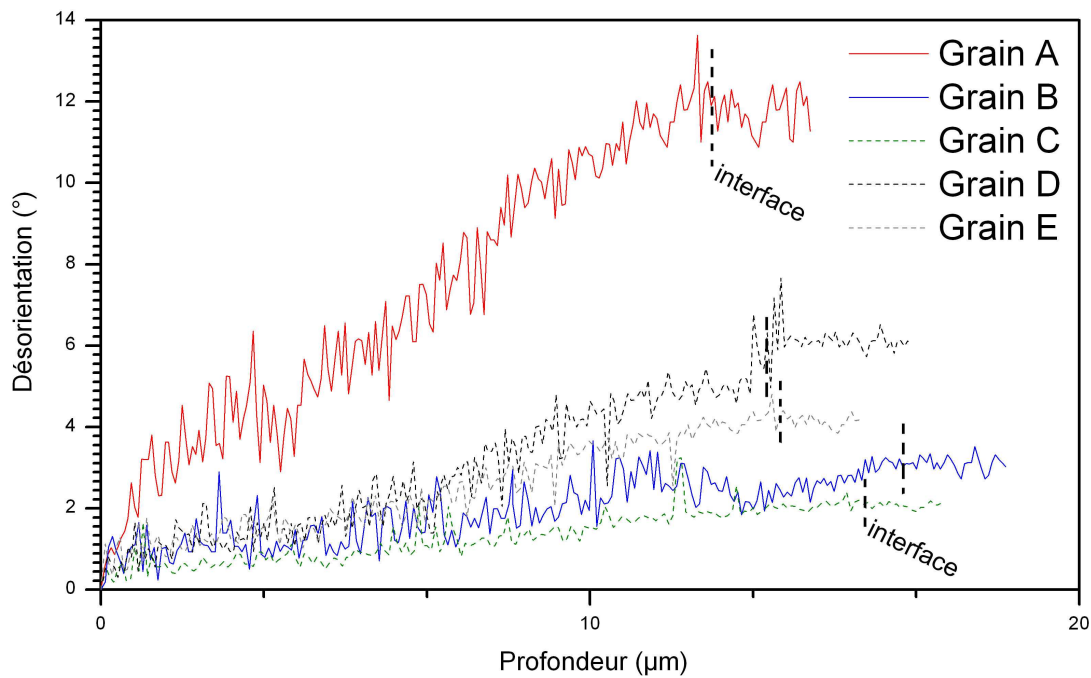


Figure 47 : Gradient de désorientation dans la couche nitrurée pour les grains présentés sur la Figure 46.

Il semble que l'orientation cristallographique dans la couche nitrurée évolue quasi linéairement avec la profondeur nitrurée. Si on prend pour référence l'orientation avant nitruration, la désorientation est maximale en surface et nulle proche de l'interface.

Les modifications de texture détaillées dans la partie II.B.5 résultent des évolutions des orientations cristallographiques dans chaque grain. En première approche, on peut considérer que l'évolution de l'orientation dans un grain est homogène et dépend essentiellement de son orientation initiale et du temps de traitement. Dès lors, on ne considérera que ces deux paramètres dans ce qui suit. La discussion sur l'évolution des orientations sera faite dans la troisième partie de ce chapitre à l'aide d'un modèle de plasticité.

### ***II.C.2. Influence de l'orientation cristallographique sur le profil en azote***

La forme des profils en azote dans les différents grains doit correspondre à celle, moyennée, obtenue par les techniques NRA et SDL. Cependant, on sait que dans un grain, la concentration en surface et la profondeur nitrurée dépendent de l'orientation [49][50].

Afin de confirmer et éventuellement préciser cette influence sur les profils d'azote, deux types de caractérisation ont été mis en œuvre. Le premier concerne l'observation des coupes transverses afin de déterminer la profondeur nitrurée suivant l'orientation cristallographique. Le second se focalise sur la détermination des concentrations en azote en surface à l'échelle microscopique.

#### ***II.C.2.1. Influence de l'orientation initiale sur la profondeur nitrurée***

Une caractéristique de la couche nitrurée est illustrée sur la Figure 48 qui présente une image MEB, réalisée en utilisant l'indice de qualité de la cartographie EBSD correspondante, d'une coupe transverse d'un échantillon nitruré pendant 33 heures. On observe clairement une différence d'épaisseur de la région nitrurée entre deux grains adjacents. Tout comme He et al. [50], nous avons utilisé les cartographies EBSD pour relier l'orientation des grains suivant ND et la profondeur de la région nitrurée.

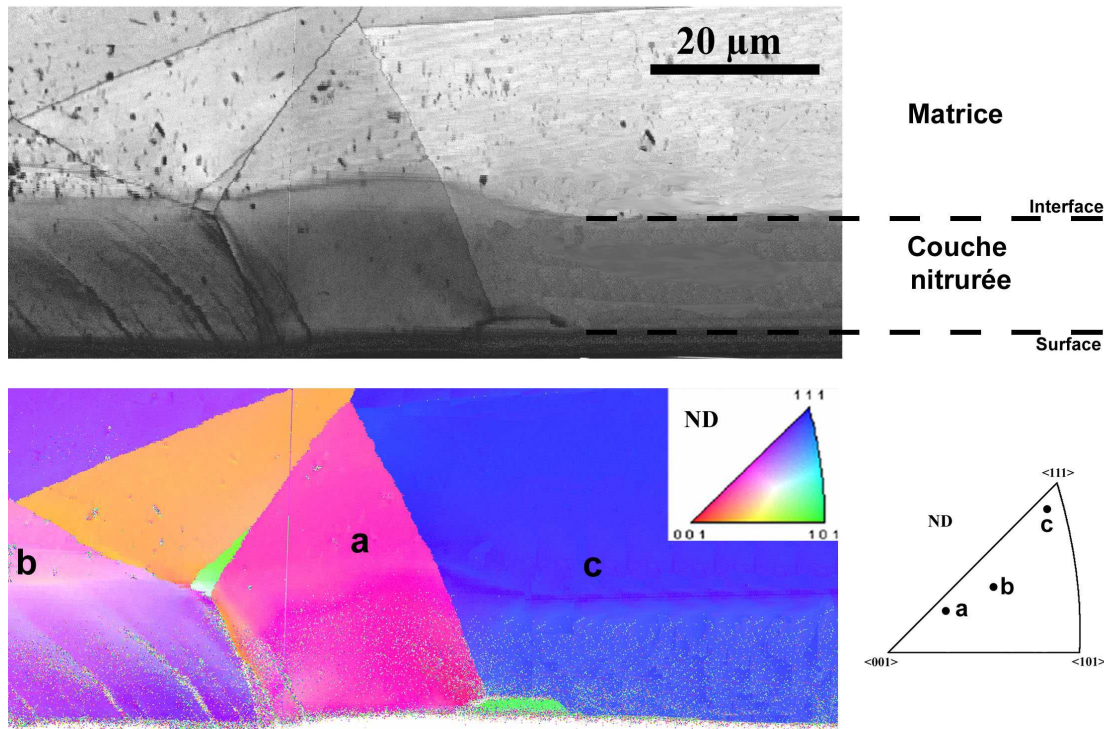


Figure 48: Cartographies EBSD (la zone nitrurée est imagée à partir du facteur de qualité) sur une coupe transverse illustrant l'influence de l'orientation sur la profondeur de la région nitrurée pour un échantillon nitruré pendant 33 heures.

L'épaisseur de la couche nitrurée peut varier en bordure du grain [50] mais peut être considérée constante loin des joints de grains. Pour éviter ces effets, les mesures de l'épaisseur nitrurée ont été effectuées au milieu des grains. L'orientation cristallographique ND du grain a été déterminée sur plusieurs micromètres de la matrice après l'interface, qui correspond à celle en surface avant nitruration. Les mesures d'épaisseur et d'orientation ont été effectuées sur une quarantaine de grains représentatifs de l'ensemble des orientations, pour trois durées de traitement : 1 heure, 8 heures et 33 heures.

Les résultats sur les épaisseurs sont présentés sur la Figure 49 en fonction de l'angle  $\theta_{\langle 001 \rangle}$  décrit en annexe A, qui représente l'angle minimum entre la normale aux plans  $\{001\}$  du grain et la normale à sa surface.



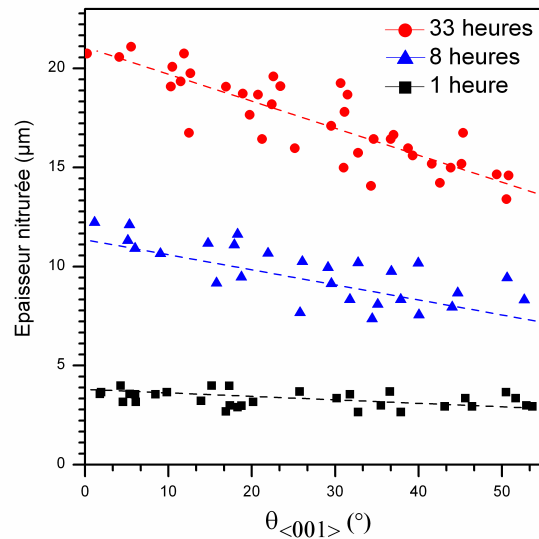


Figure 49: Influence de l'orientation cristallographique sur l'épaisseur nitrurée pour trois temps de traitement : 1, 8 et 33 heures.

On obtient une relation linéaire entre l'épaisseur de la zone nitrurée dans un grain et l'angle  $\theta_{\langle 001 \rangle}$  qui caractérise l'orientation du grain. Ainsi l'épaisseur de la couche nitrurée est maximale dans les grains orientés  $\langle 001 \rangle$ , c'est-à-dire dont les plans  $\{001\}$  sont parallèles à sa surface.

#### II.C.2.2. Influence de l'orientation initiale sur la concentration de surface

Associée aux cartographies EBSD, la technique EDS-X permet d'obtenir la concentration en azote en proche surface dans un grain suivant son orientation cristallographique définie par l'angle  $\theta_{\langle 001 \rangle}$ . Une quarantaine de grains représentatifs ont été étudiés sur chacun des échantillons, leur orientation initiale ayant été obtenue par EBSD avant le traitement.

Avec une taille de sonde d'environ  $1\mu\text{m}$ , les spectres EDS-X renseignent sur la composition chimique moyenne sur environ  $1\mu\text{m}^3$  en profondeur. Deux spectres réalisés sur deux grains d'orientation différente sont présentés sur la Figure 50.

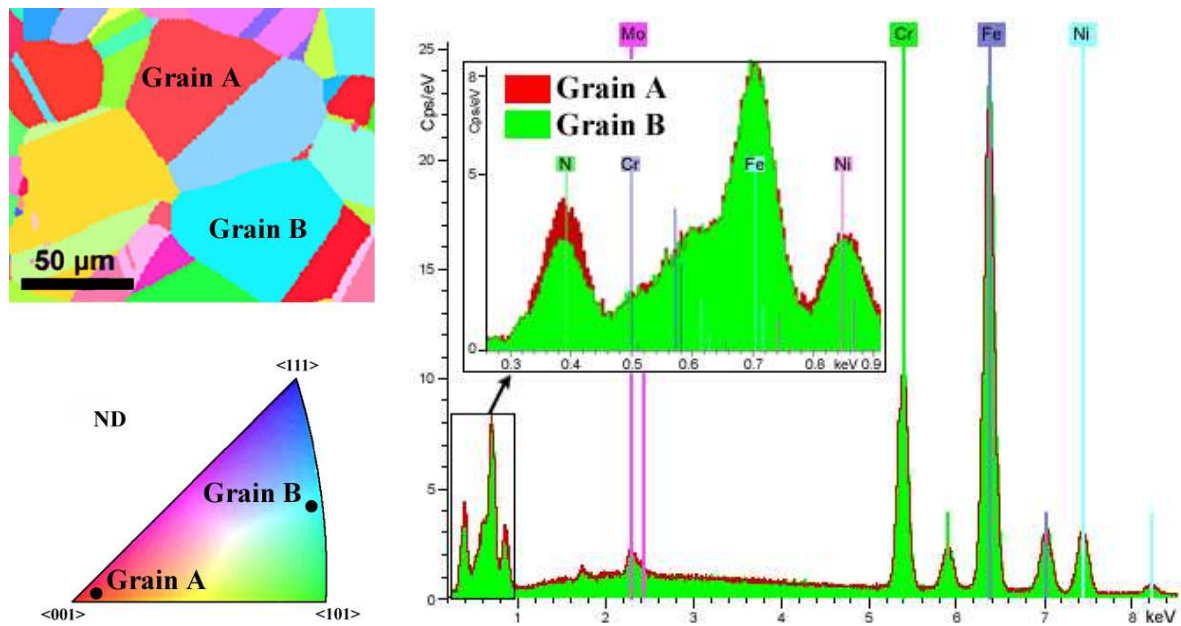


Figure 50: Spectres EDS-X et cartographie EBSD pour illustrer l'influence de l'orientation sur la concentration en azote en surface.

Tous les pics des deux spectres coïncident à l'exception des pics caractéristiques de l'azote. L'aire du pic N pour le grain B est inférieure à celle du pic N pour le grain A. Celui-ci contient donc une concentration d'azote en surface plus importante qui peut être quantifiée. Pour les éléments légers comme l'azote, cette quantification est cependant très imprécise. Nous avons donc normalisé les valeurs obtenues à partir des résultats plus précis des analyses NRA.

La concentration en azote dans un grain est la moyenne de 3 mesures réalisées loin des joints de grains. La Figure 51 présente les concentrations en azote ainsi déterminées pour les différents grains et pour différents temps de traitement en fonction de l'angle  $\theta_{<001>}$  avant nitruration.

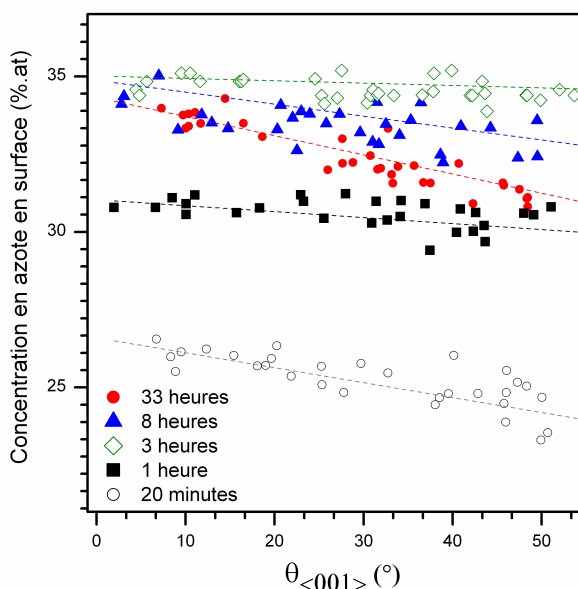


Figure 51: Concentration en azote en surface en fonction de l'orientation cristallographique ( $\theta_{\langle 001 \rangle}$ ), après normalisation à l'aide des mesures globales NRA sur le même échantillon.

Pour une durée de nitruration donnée, on observe une dépendance quasi-linéaire de la concentration moyenne avec l'angle  $\theta_{\langle 001 \rangle}$  sur le premier  $\mu\text{m}$ . La concentration en azote est maximale pour l'orientation  $\langle 001 \rangle$  et minimale pour l'orientation  $\langle 111 \rangle$  ( $\theta_{\langle 001 \rangle} = 54,7^\circ$ ). A mesure que le temps de traitement augmente, la pente (en valeur absolue) des courbes diminue jusqu'à devenir pratiquement nulle pour 3 heures de traitement, puis elle augmente de nouveau. En conséquence, si pour une orientation donnée, la concentration en azote augmente avec le temps de traitement jusqu'à 3 heures de nitruration, elle diminue pour des temps de traitement plus importants. Cette diminution est plus ou moins marquée suivant les orientations cristallographiques. Elle est faible pour les grains orientés proches de  $\langle 001 \rangle$  et plus marquée pour les grains d'orientations proches de  $\langle 111 \rangle$  ou  $\langle 101 \rangle$ .

### II.C.2.3. Synthèse

La dépendance de la concentration en surface et de l'épaisseur nitrurée avec l'angle  $\theta_{\langle 001 \rangle}$  est un résultat désormais classique des traitements de nitruration. Elle est probablement liée à des processus de diffusion de l'azote qui dépendent eux aussi de l'orientation cristallographique.

Dans l'Inconel 690, He et al.[50] ont montré que l'épaisseur est une fonction décroissante de l'angle entre la direction  $\langle 001 \rangle$  et la direction  $\langle hkl \rangle$  considéré. Dans le 316L, des résultats équivalents ont été obtenus par Martinavičius et al. [49] sur des monocristaux. Abrasonis et al. [51][52] ont constaté qu'un monocristal de 316L orienté  $\langle 001 \rangle$  présente une concentration

d'azote en surface plus importante par rapport à d'autres monocristaux présentant d'autres orientations.

Nos résultats expérimentaux en ce qui concerne l'épaisseur nitrurée, sont cohérents avec ceux de la littérature. Pour les concentrations en surface, l'évolution de la dépendance avec l'orientation en fonction du temps de traitement est surprenante. En effet pour 3 heures de traitement, la concentration en surface semble indépendante de l'orientation cristallographique. Ce temps de traitement équivaut à la saturation de la concentration moyenne en surface (voir la partie II.B.2). Cette diminution pourrait correspondre à une évolution des processus de diffusion, liée à des changements de morphologie intragranulaire. Préciser ces évolutions nécessiterait probablement une étude détaillée de la microstructure fine des grains dans la zone nitrurée qui ne faisait pas partie des objectifs de ce travail.

### ***II.C.3. Gonflement différentiel en fonction de l'orientation cristallographique***

Dans la première partie du chapitre concernant l'étude du gonflement, les observations réalisées par interférométrie optique à la surface d'échantillons nitrurés avaient révélé un gonflement variant d'un grain à l'autre. Nous allons montrer dans ce chapitre comment le gonflement est relié à l'orientation cristallographique des grains.

Les zones cartographiées par EBSD ont été également examinées en utilisant l'interféromètre en lumière blanche, avec l'objectif  $\times 50$  afin d'observer le plus précisément possible les variations de hauteur relative sur des zones de  $360 \times 360 \mu\text{m}^2$ . En déplaçant l'échantillon, il a été possible d'examiner l'ensemble de la zone de  $2 \text{ mm}^2$  observée en EBSD. Ainsi, nous avons pu associer les gonflements aux orientations initiales pour plusieurs centaines de grains. Comme dans les études précédentes, la hauteur d'un grain est la moyenne des mesures réalisées sur le grain, en excluant une zone de plusieurs microns aux joints de grains. De même, les grains de taille inférieure à  $10 \mu\text{m}$  ont été exclus. Comme nous nous intéressons au gonflement relatif, nous avons pris comme origine les grains qui présentaient le plus faible gonflement dans la zone cartographiée de  $2 \text{ mm}^2$ .

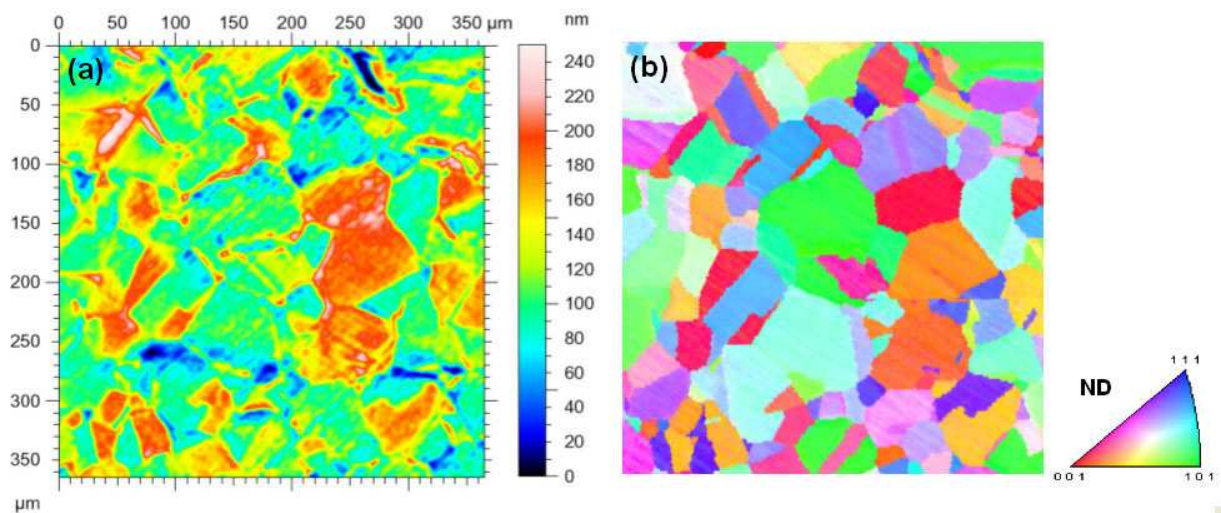


Figure 52: Observation de la surface d'un échantillon nitruré 1 heure: (a) en interférométrie optique et (b) par EBSD

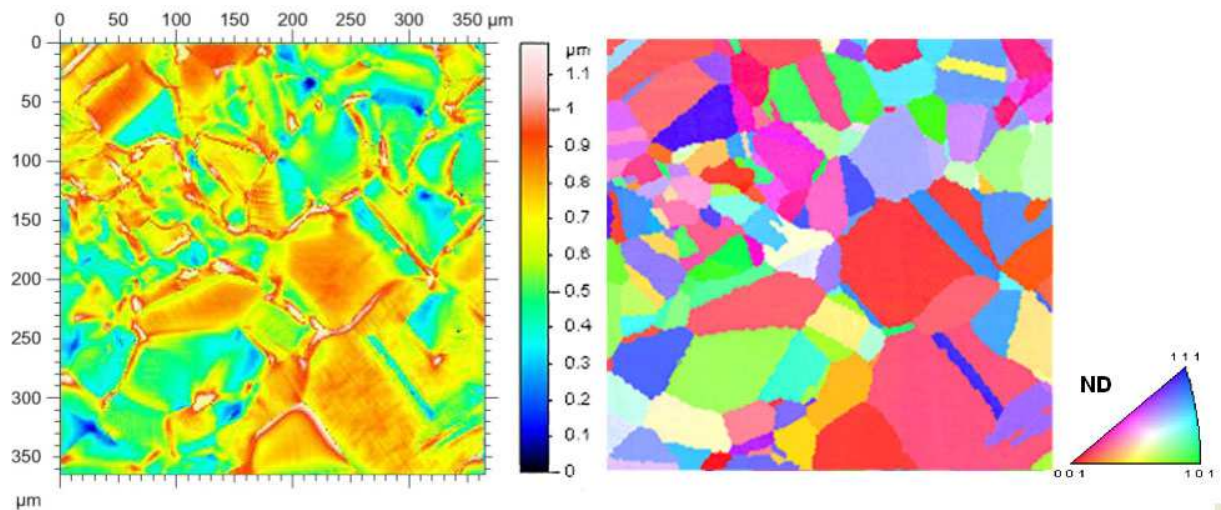


Figure 53: Observation de la surface d'un échantillon nitruré 8 heures: (a) en interférométrie optique et (b) par EBSD

Les Figure 52 et Figure 53 présentent les cartographies de hauteurs relatives obtenues par interférométrie en lumière blanche pour une partie de la surface des échantillons nitrurés pendant 1 heure et 8 heures. Pour chacune de ces cartographies de hauteur, on donne la cartographie d'orientation avant nitruration associée, codées suivant la direction ND. Le codage couleur des cartographies de hauteur a été choisi pour faciliter la comparaison avec les cartographies d'orientation.

Le gonflement dépend de l'orientation cristallographique : les hauteurs relatives sont plus importantes (rouge) pour les grains dont l'orientation est proche de la direction  $\langle 001 \rangle$  (codé aussi en rouge sur les cartographies d'orientation). Les zones pour lesquelles la hauteur est proche de celle de référence (bleu) correspondent aux grains orientés suivant la direction  $\langle 111 \rangle$  (aussi codée en bleu).

Afin de quantifier les relations entre hauteur et orientation, la hauteur moyenne relative des grains en fonction de leur orientation cristallographique initiale a été reportée sur une figure de pôles inverse ND à l'aide de différents symboles et couleurs suivant leur amplitude. Les résultats sont présentés pour trois durées de traitement: 1 heure, 8 heures et 33 heures.

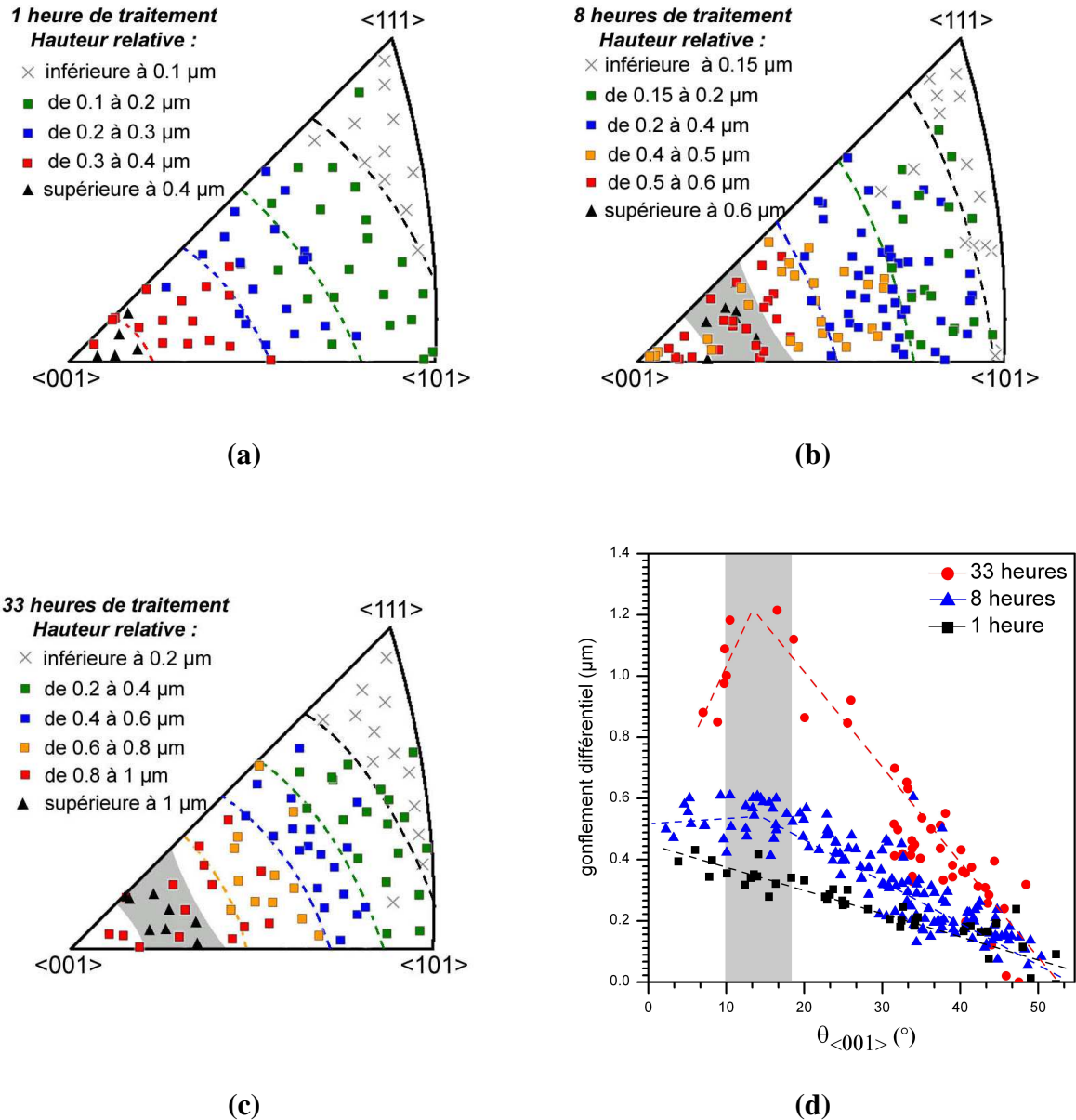


Figure 54: Gonflement différentiel suivant l'orientation cristallographique pour trois temps de traitement sur des figures de pôles inverses ND : 1 heure (a), 8 heures (b), 33 heures (c) et en fonction de  $\theta_{\langle 001 \rangle}$  (d)

Les Figure 54.a, b et c montrent que le gonflement des grains est clairement fonction de l'orientation cristallographique des grains avant nitruration. D'une manière générale, plus l'orientation cristallographique initiale d'un grain est éloignée de la direction  $\langle 001 \rangle$ , plus son gonflement est faible. Cela est toujours vérifié à l'exception d'un domaine d'orientation, représenté par la zone grisée pour les temps de nitruration de 8 heures et 33 heures. Pour ces orientations, les grains présentent un gonflement maximal.



Ces caractéristiques sont mises en évidence quand on représente la hauteur relative en fonction de l'angle  $\theta_{\langle 001 \rangle}$  pour les trois temps de nitruration considérés. La Figure 54.d montre que l'on peut établir une relation linéaire entre la hauteur relative (ou gonflement différentiel) et l'angle  $\theta_{\langle 001 \rangle}$  au-delà du maximum. Pour des temps de traitement courts le gonflement différentiel maximal correspond à des grains orientés  $\langle 001 \rangle$  tandis qu'il est décalé vers  $\theta_{\langle 001 \rangle} = 15^\circ$  pour les temps de traitement plus élevés. Le maximum de gonflement autour de  $\theta_{\langle 001 \rangle} = 15^\circ$  augmente avec la durée de nitruration.

### II.C.3.1. Synthèse

La Figure 55 présente le gonflement différentiel (GD) maximal en fonction de la durée de traitement. On y a superposé le gonflement moyen et la différence  $\Delta G$  entre les gonflements maximum et minimum obtenus dans la partie II.B.4 à partir d'une étude statistique. Très logiquement, le gonflement différentiel maximum correspond bien à  $\Delta G$ , qui est équivalent au gonflement moyen pour les faibles temps de traitement et qui est  $\sim 3$  fois plus petit pour 33 heures de nitruration.

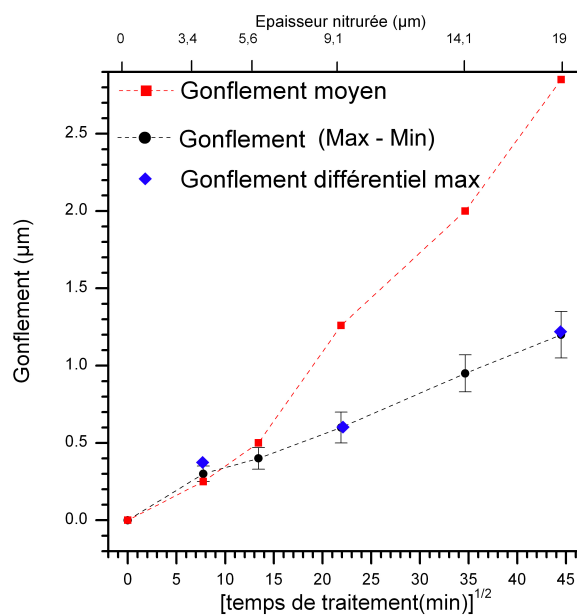


Figure 55: Gonflement différentiel maximum comparé au gonflement moyen et à la différence entre les gonflements maximum et minimum, en fonction de la durée du traitement. Le Gonflement moyen est issu de la Figure 35.

Le fait que GD soit sensiblement égal au gonflement moyen signifie que le gonflement des grains d'orientation proche de  $\langle 001 \rangle$  est beaucoup plus important que celui des grains d'orientation proche de  $\langle 111 \rangle$ . Cela se vérifie aisément en observant que le gonflement



minimal, étudié dans la partie II.B.4.2 et tracé sur la Figure 56.a, est très faible pour 1 heure et 3 heures de traitement.

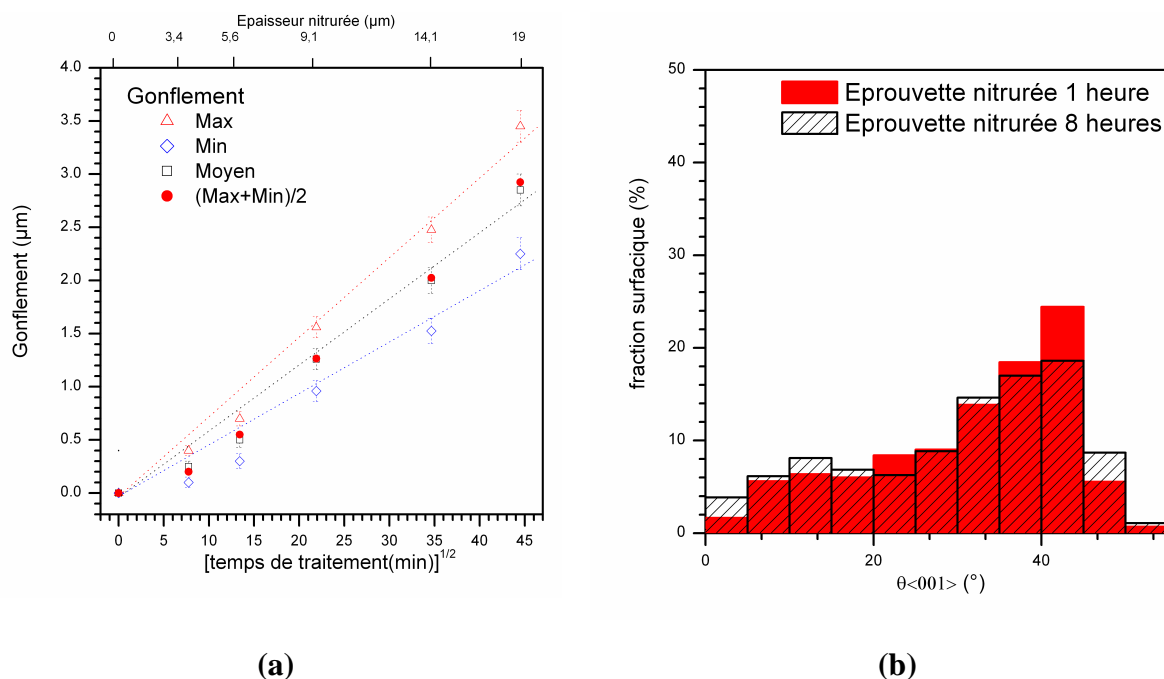


Figure 56: (a) Gonflements moyen, maximum, minimum et moyenne des gonflements maximum et minimum en fonction du temps de traitement (b) distribution surfacique de l'angle  $\theta_{\langle 001 \rangle}$  pour les échantillons nitrurés 1 heure et 8 heures.

Nous avons tracé sur la Figure 56.a, en fonction du temps de traitement, les gonflements moyen, maximum ( $G_M$ ) et minimum ( $G_m$ ) ainsi que la moyenne  $G_{Mm} = \frac{G_M + G_m}{2}$ , obtenus lors de l'étude statistique. On voit que  $G_{Mm}$  se superpose au gonflement moyen, quelle que soit la durée du traitement. Ce résultat n'est pas évident et mérite une explication. Puisque le gonflement moyen est déduit d'une statistique sur un très grand nombre de grains, il est représentatif de la texture cristallographique des échantillons. En effet, si un échantillon était texturé préférentiellement  $\langle 001 \rangle$ , le gonflement moyen serait proche du gonflement maximum, qui correspond justement aux grains d'orientation  $\langle 001 \rangle$ . Inversement, si le gonflement moyen était proche du gonflement minimum, cela indiquerait un échantillon préférentiellement texturé  $\langle 111 \rangle$ . Si les composantes de texture  $\langle 111 \rangle$  et  $\langle 001 \rangle$  étaient équivalentes, on trouverait un gonflement moyen égal à  $G_{Mm}$ . Afin de le vérifier à l'aide des analyses de texture réalisées sur les surfaces de 2 mm<sup>2</sup> dans la partie II.B.5, la Figure 56.b présente la distribution des orientations avant nitruration en fonction de l'angle  $\theta_{\langle 001 \rangle}$ , sur la surface étudiée par interférométrie en lumière blanche. Le pic autour de 45° correspond à une composante de texture majoritaire  $\langle 101 \rangle$ . Le calcul de la moyenne pondérée donne un angle

$\theta_{\langle 001 \rangle}$  moyen de  $31,5^\circ$  et de  $30,3^\circ$  pour les échantillons nitrurés respectivement 1 heure et 8 heures, valeurs légèrement supérieures à l'angle  $\theta_{\langle 001 \rangle}$  moyen de  $27^\circ$  pour un échantillon « parfaitement » non texturé. En première approximation, on peut considérer que le gonflement varie linéairement avec l'angle  $\theta_{\langle 001 \rangle}$  et un calcul simple montre que la valeur reste sensiblement égal à  $G_{Mm}$  tant que le pic de distribution des orientations en fonction de  $\theta_{\langle 001 \rangle}$  reste proche de  $27^\circ$ .

Remarque : dans une démarche « inverse », l'évolution du gonflement moyen et de la moyenne des valeurs maximales et minimales peut donner des indications sur le caractère plus ou moins texturé de l'échantillon.

Une analyse similaire pourrait être faite avec la concentration en azote en surface. En effet cette dernière dépend à l'échelle microscopique essentiellement de l'orientation et du temps de traitement. Elle varie linéairement avec l'angle  $\theta_{\langle 001 \rangle}$  comme nous l'indiquent les résultats EDS-X. Dès lors, à une échelle macroscopique (expérience NRA), la concentration moyenne en surface va dépendre de la distribution surfacique des angles  $\theta_{\langle 001 \rangle}$  i.e. de la texture cristallographique de l'échantillon étudié.

La profondeur nitrurée est également un paramètre dépendant de l'orientation des grains et est donc influencée par la distribution des angles  $\theta_{\langle 001 \rangle}$ . En effet un échantillon avec une composante de texture majoritaire  $\langle 001 \rangle$  importante présentera une profondeur nitrurée moyenne (mesurée par NRA ou SDL) plus élevée qu'un échantillon dont la composante de texture principale est  $\langle 111 \rangle$ , à traitement identique.

#### ***II.C.4. Plasticité et endommagement induits par le traitement***

A de nombreuses reprises il a été mentionné que les effets de dilatation et de rotation cristallographique des grains participent d'une plasticité de surface importante qui conduit notamment à la formation de très nombreuses bandes de glissement. Le paragraphe suivant vise à analyser la nature des systèmes de glissement activés ainsi que les configurations locales favorisant leur activité.

### II.C.4.1. Plasticité

Dans le cas des matériaux de structure cubique à faces centrées (cfc), les systèmes de glissement correspondent aux plans denses  $\{111\}$  et aux directions denses  $\langle 110 \rangle$  (Figure 57). Il existe alors 12 systèmes de glissement potentiels.

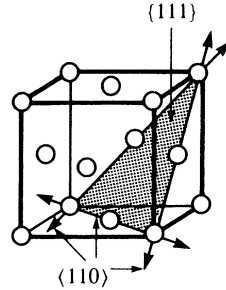


Figure 57: Systèmes de glissement dans le cas d'un matériau cfc

Pour chacun des systèmes, on peut calculer le facteur de Schmid  $\mu$  connaissant l'orientation du grain par rapport à l'axe de sollicitation. Ce facteur lie l'angle  $\chi$  entre la normale à la surface et l'axe de sollicitation et l'angle  $\theta$  entre la direction de glissement et l'axe de sollicitation et s'écrit :  $\mu = \cos \chi \cos \theta$  (Figure 58).

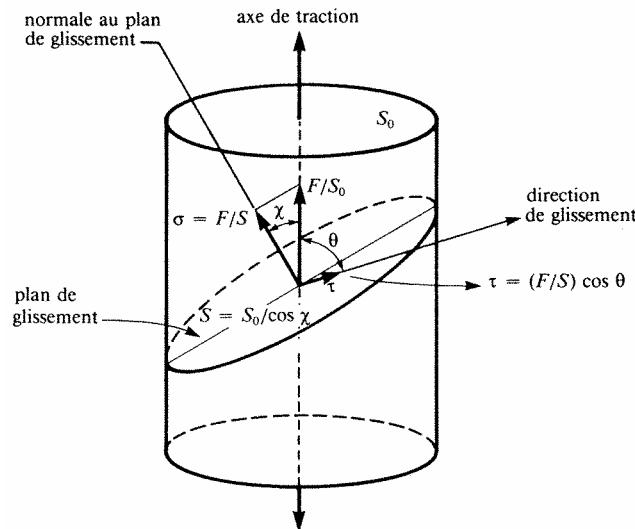


Figure 58: Angles et vecteurs liés au calcul du facteur de Schmid

D'autres facteurs géométriques intervenant dans cette étude peuvent être calculés à partir des données EBSD en utilisant la trace en surface des plans de glissement. On peut ainsi calculer les angles définis dans le Tableau 10 en utilisant  $\vec{n}_{PG}$ , la normale aux plans de glissement.

Tous ces facteurs ont été calculés pour chacun des grains analysés par EBSD, ce qui permet par la suite de trier les grains selon le type d'information recherchée.

**Tableau 10: Angles liés au calcul du facteur de Schmid.**

<p>- l'angle <math>\Pi</math> entre la trace en surface des plans de glissement en surface et la direction de laminage RD:</p>	$\cos\Pi = \frac{(\vec{n}_{PG} \wedge \vec{n}_s) \cdot \vec{RD}}{\ \vec{n}_{PG} \wedge \vec{n}_s\  * \ \vec{RD}\ }$
<p>- l'angle <math>\Gamma</math> entre la trace des plans de glissement dans le plan de coupe et la direction de laminage RD:</p>	$\cos\Gamma = \frac{(\vec{n}_{PG} \wedge \vec{n}_{PC}) \cdot \vec{RD}}{\ \vec{n}_{PG} \wedge \vec{n}_{PC}\  * \ \vec{RD}\ }$
<p>- les angles <math>\Phi</math> et <math>\lambda</math> entre la normale au plan de glissement et la direction de laminage ou la normale à la surface : L'angle <math>\lambda</math> correspond à l'inclinaison des plans de glissement par rapport à la surface (Figure 59).</p>	$\cos\Phi = \frac{\vec{n}_{PG} \cdot \vec{RD}}{\ \vec{n}_{PG}\  * \ \vec{RD}\ }$ $\cos\lambda = \frac{\vec{n}_{PG} \cdot \vec{n}_s}{\ \vec{n}_{PG}\  * \ \vec{n}_s\ }$
<p>- les angles <math>\alpha</math> et <math>\beta</math> entre la direction de glissement et la direction de laminage ou la normale à la surface (Figure 60):</p>	$\cos\alpha = \frac{\vec{DG} \cdot \vec{RD}}{\ \vec{DG}\  * \ \vec{RD}\ }$ $\cos\beta = \frac{\vec{DG} \cdot \vec{n}_s}{\ \vec{DG}\  * \ \vec{n}_s\ }$

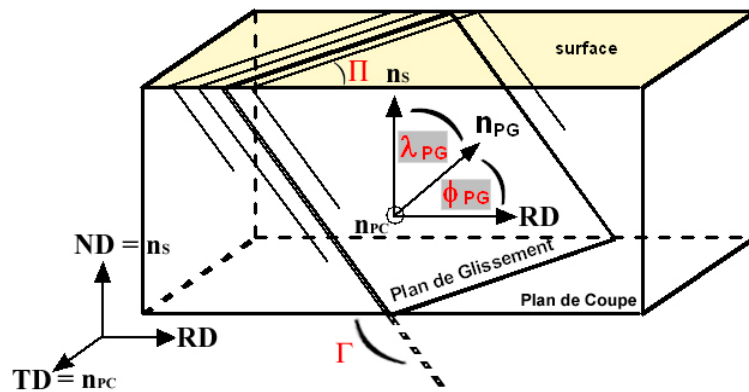


Figure 59: Représentation des angles  $\Phi$  et  $\lambda$  liés au plan de glissement

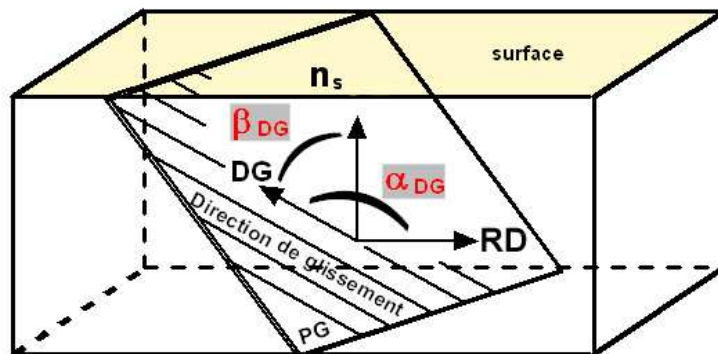


Figure 60: Représentation des angles  $\alpha$  et  $\beta$  liés à la direction de glissement

Une première étape consiste à identifier les systèmes de glissement réellement activés lors de la nitruration en analysant les traces observées en surface. On détermine ainsi clairement la nature des plans de glissement activés majoritairement.

Cette approche ne permet pas directement d'identifier le système de glissement activé, au sens où seul le plan de glissement peut être déterminé. Concernant la direction de glissement nous avons systématiquement fait l'hypothèse que le système effectivement activé pour un plan donné est celui qui présente le plus fort facteur de Schmid parmi les 3 possibles (3 directions possibles de type  $\langle 110 \rangle$  au sein d'un plan octaédrique donné). Dans quelques cas présentant des symétries particulières, il peut subsister un doute quand deux systèmes correspondent au facteur de Schmid le plus élevé.

La Figure 61.a présente la surface d'un échantillon nitruré pendant 3 heures. On y observe des signes de plasticité sous forme de bandes de glissement suivant un ou plusieurs systèmes. Afin de vérifier que les systèmes activés correspondent aux plans denses  $\{111\}$  et aux directions denses  $\langle 110 \rangle$ , nous avons utilisé l'orientation cristallographique obtenue après traitement (Figure 61.b) pour calculer l'angle  $\Pi$  entre les bandes de glissement et la direction de laminage RD, qui caractérise le système de glissement.

L'analyse a été faite sur l'ensemble des échantillons (traités de 20 minutes à 20 heures) en utilisant à chaque fois plus d'une centaine de grains. Pour l'échantillon nitruré pendant 20 heures, il a été nécessaire de polir la surface après l'observation par MEB (pour visualiser préalablement les bandes de glissement), car la trop forte rugosité après nitruration ne permettait pas d'obtenir l'orientation cristallographique des grains.

Un exemple est donné avec l'échantillon nitruré durant 3 heures (Figure 61) où il apparaît sans surprise que l'ensemble des systèmes de glissement étudiés correspond aux plans denses  $\{111\}$ .

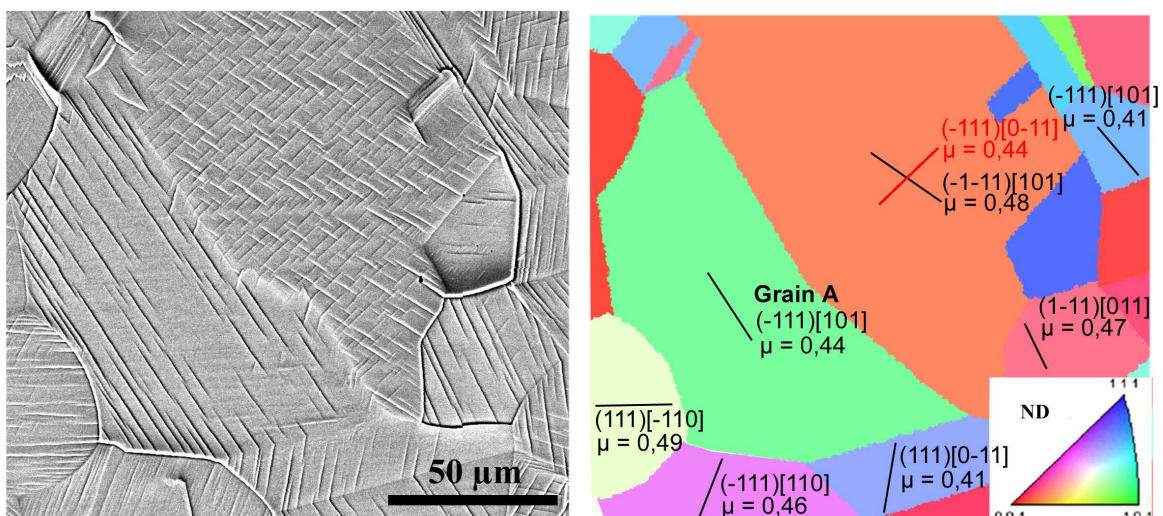


Figure 61: Identification des systèmes de glissement actifs (plan), [direction] et facteur de Schmid associé avec un chargement uniaxial suivant la normale à la surface, pour un échantillon nitruré pendant 3 heures.

Le facteur de Schmid a été utilisé pour lever l’ambiguïté sur les directions de glissement correspondant aux plans activés. Pour le calculer, il est nécessaire de connaître la sollicitation à l’origine de la déformation de chacun des grains. Comme seule leur surface est libre, l’hypothèse la plus simple consiste à considérer une sollicitation uniaxiale suivant la direction normale à la surface (ND) simulant l’effet local du gonflement. Dans ce cas, le facteur de Schmid est donné par l’équation suivante :

$$\mu = \cos \lambda \cos \beta = \frac{\vec{n}_{PG} \cdot \vec{n}_S}{\|\vec{n}_{PG}\| * \|\vec{n}_S\|} \frac{\vec{DG} \cdot \vec{n}_S}{\|\vec{DG}\| * \|\vec{n}_S\|} \quad Eq. 2$$

où  $\vec{DG}$  est la direction de glissement.

Le facteur de Schmid est calculé pour chaque système de glissement possible. Un exemple est donné dans le Tableau 11 pour le « grain A » de la Figure 61.

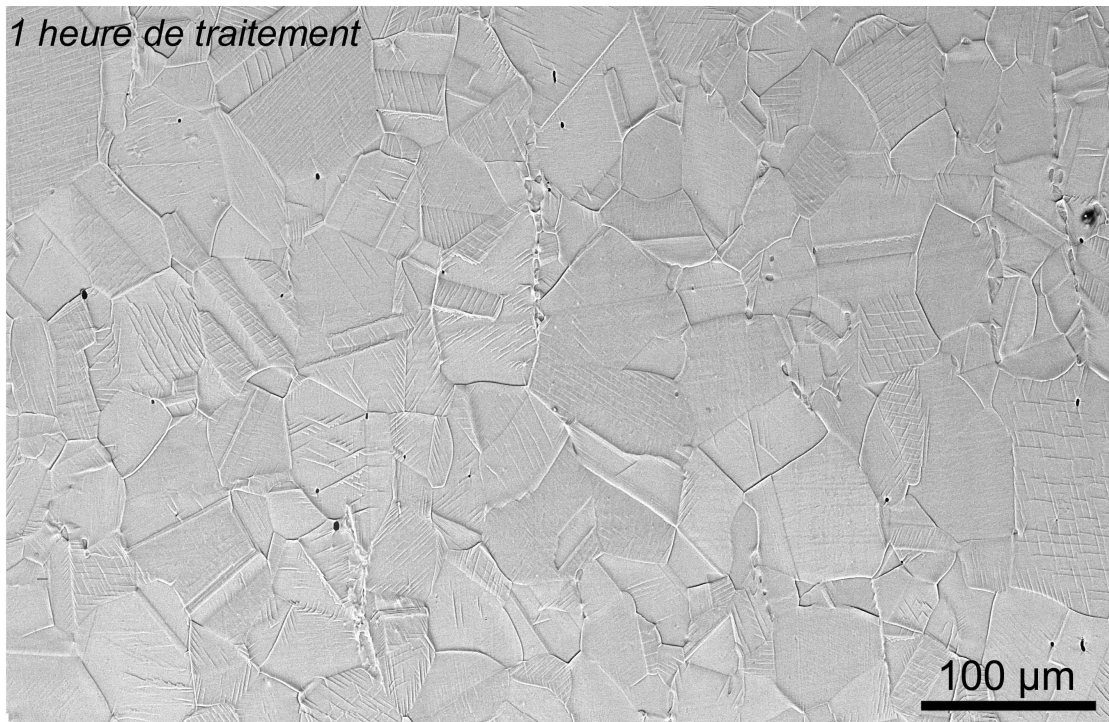
**Tableau 11 : Calcul du facteur de Schmid possible pour le grain A (Figure 61). Plans et directions de glissement possibles. Les cellules grisées indiquent le système sélectionné de facteur de Schmid le plus important (grain A).**

Plan de glissement	(-111)*			(111)			(-1-11)			(1-11)		
Direction de glissement	[0-11]	[101]	[110]	[0-11]	[-101]	[-110]	[011]	[101]	[-110]	[011]	[-101]	[110]
Facteur de Schmid	<b>0,02</b>	<b>0,44</b>	<b>0,39</b>	<b>0,03</b>	<b>0,36</b>	<b>0,34</b>	<b>0,04</b>	<b>0,04</b>	<b>0,02</b>	<b>0,10</b>	<b>0,04</b>	<b>0,06</b>

On remarque que le plan de glissement (-111)\* identifié expérimentalement correspond bien à celui pour lequel les facteurs de Schmid sont les plus élevés. Suivant l’hypothèse évoquée précédemment, on considérera que le glissement s’effectue suivant la direction [101] pour laquelle le facteur de Schmid est maximal (~0,44). Ce type de situation correspond à plus de 90% des configurations. Ce résultat nous conforte dans l’approche qui consiste à considérer que la plasticité qui se produit dans les grains est bien équivalente à celle qui se produirait pour un chargement de type traction uniaxiale suivant la normale à la surface.

Afin de quantifier la plasticité induite par le traitement de nitruration en fonction du temps de traitement, une surface de 2 mm<sup>2</sup> a été observée par MEB sur les échantillons nitrurés durant 5 minutes, 20 minutes, 1, 3, 8, 20, 33 et 160 heures. Des zones de ces surfaces sont présentées sur la Figure 62 pour les durées de traitement de 1, 3 et 20 heures.

1 heure de traitement



3 heures de traitement

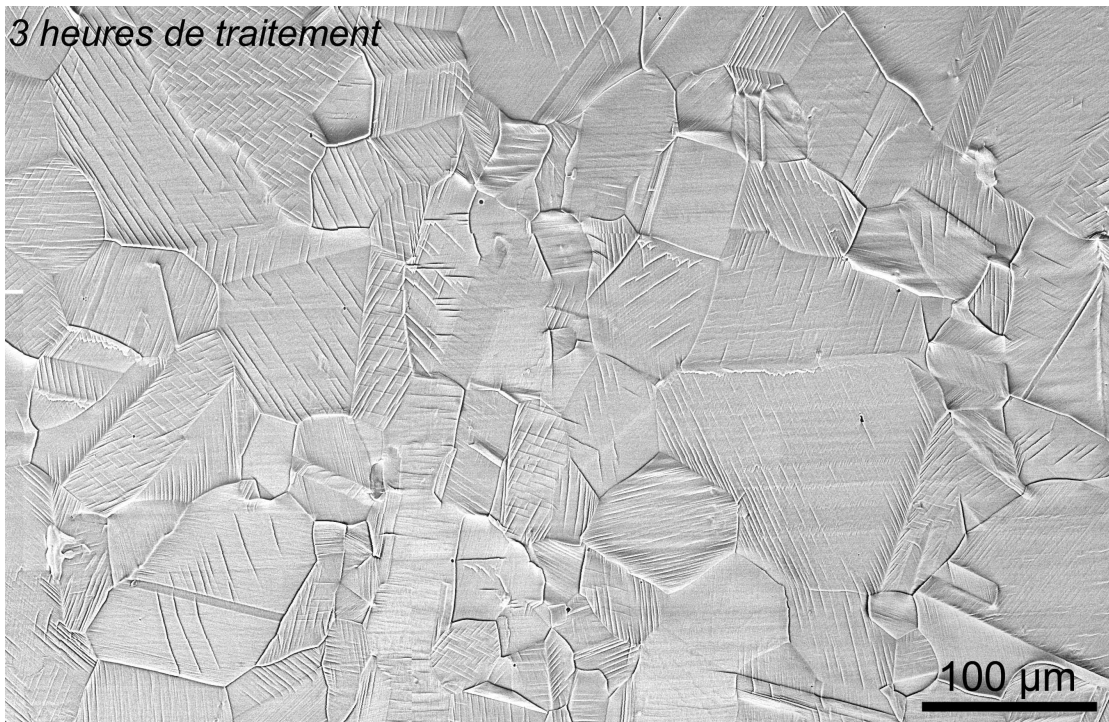






Figure 62: Images MEB de la surface d'échantillons niturés 1, 3 et 20 heures (assemblages d'images réalisées avec les électrons rétrodiffusés, au grossissement 1000).

On observe une activité plastique de plus en plus importante quand la durée de traitement augmente. Pour la quantifier, nous avons utilisé deux paramètres. Le premier est le pourcentage de grains présentant des traces de glissement en surface (Figure 63.a). Ce graphique est présenté en « aires empilées » et mentionne également le pourcentage de grains présentant plus d'un système de glissement. Un autre paramètre descriptif de l'activité plastique est la densité de bandes de glissement, définie comme le rapport entre le nombre de traces décelables et la superficie de la surface observée. Cette densité est donnée en fonction de la durée de traitement sur la Figure 63.b.

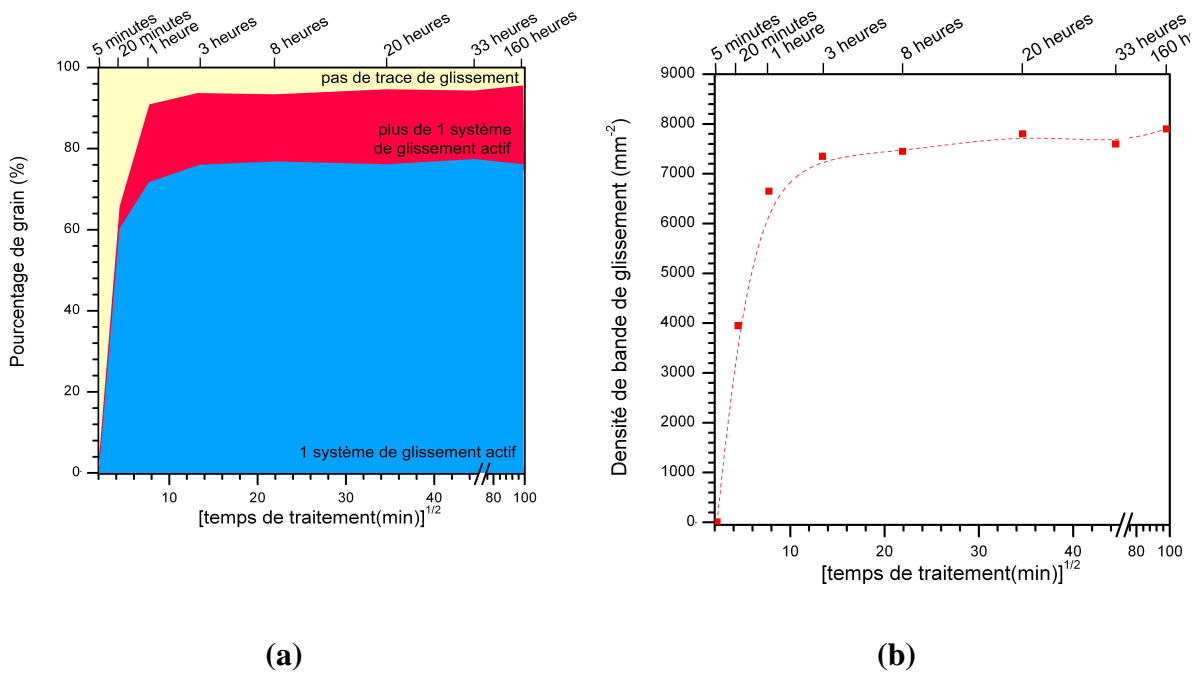
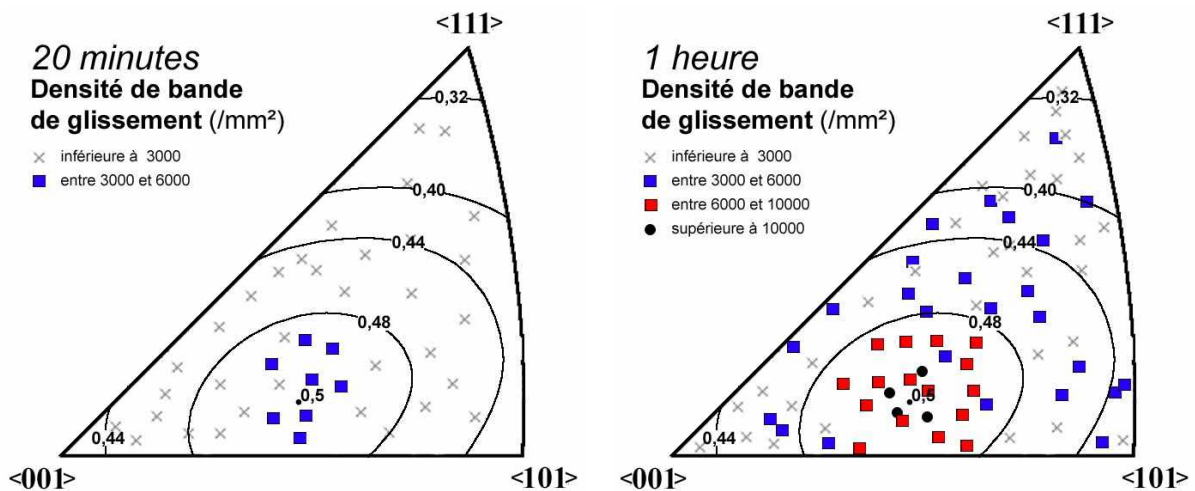


Figure 63: Quantification de la plasticité en surface en fonction du temps de traitement (a) pourcentage de grains présentant des traces de glissement (b) densité de bandes de glissement

On observe une augmentation significative de l'activité plastique entre 5 minutes et 1 heure de traitement. Pour des durées supérieures, la densité de bandes de glissement et le pourcentage de grains plastifiés restent sensiblement identiques.

La relation entre la densité de bandes de glissement et l'orientation cristallographique est illustrée sur la Figure 64 pour différents grains analysés sur les échantillons nitrurés durant 20 minutes, 1, 8 et 20 heures. Les orientations sont présentées sur des figures de pôles inverses ND. On y a ajouté les courbes d'iso-valeur du facteur de Schmid maximum pour une sollicitation suivant la direction ND.



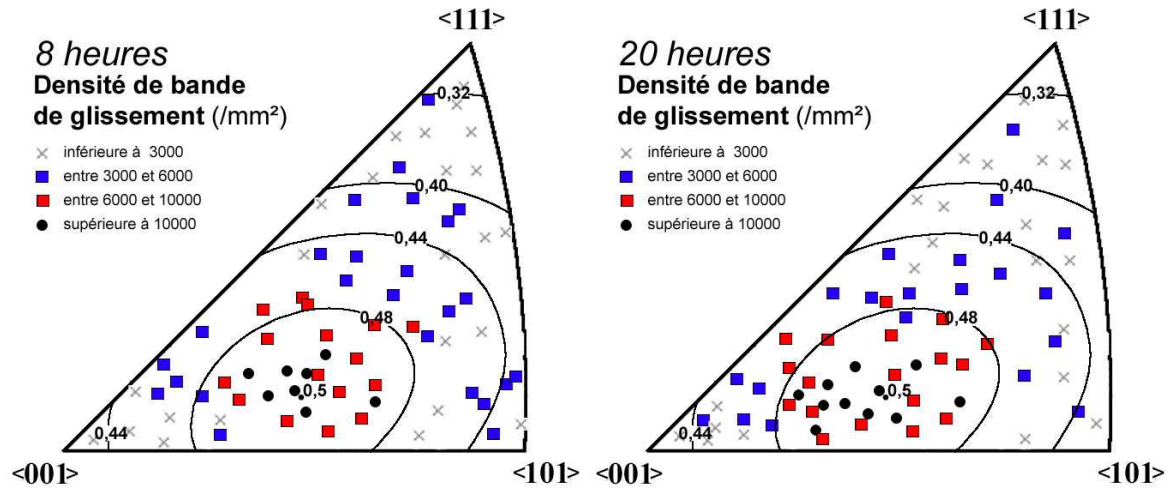


Figure 64: Densité de bande de glissement en fonction de l'orientation cristallographique après nituration pour 20 minutes, 1, 8 et 33 heures de traitement.

Les densités de bandes de glissement les plus importantes correspondent très clairement aux facteurs de Schmid les plus élevés. De plus, la distribution des densités de bandes de glissement semble ne plus évoluer à partir d'une heure de traitement, tout comme leur densité totale.

L'observation de coupes transverses a permis de compléter les informations sur la plasticité. Sur la Figure 65.a, qui correspond à un échantillon nitruré pendant 33 heures, les traces de glissement ne sont plus rectilignes le long de la couche nitrurée. Il existe dans la zone nitrurée un gradient de rotation, donc un gradient d'orientation, illustré par la cartographie EBSD (Figure 65.b). Le plan de glissement prédit par Schmid devrait également changer le long de la couche nitrurée. Comme il s'agit d'une coupe transverse, il faut considérer la surface non pas suivant ND mais suivant TD, c'est-à-dire utiliser l'angle  $\Gamma$  au lieu de l'angle  $\Pi$  (Figure 59). Parmi les différents glissements possibles (traits rouges pointillés pour le point C), seul celui de facteur de Schmid le plus important conduit à des traces de glissement (trait noir). La prise en compte de la variation d'orientation au travers de la couche permet de recalculer pour chaque profondeur la direction des traces de glissement ainsi que les facteurs de Schmid associés. Une très bonne correspondance est constatée entre les grandeurs calculées et celles mesurées sur les coupes.

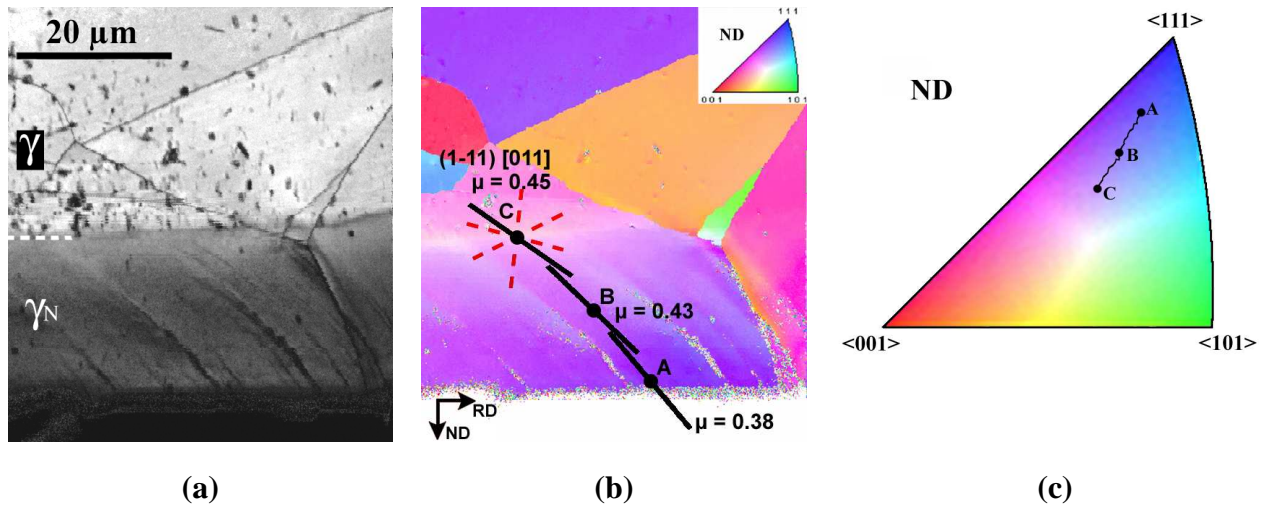


Figure 65: Observation de la plasticité sur une coupe transverse: cartographie EBSD en indice de qualité (a) et en orientation (b) suivant la normale à la surface. (c) codage couleur de l'orientation cristallographique et orientation des points A, B, et C dans la figure de pôles inverse suivant la direction ND.

#### II.C.4.2. Endommagement

Dès lors que la plasticité ne peut plus satisfaire la déformation imposée par le traitement de nitruration, des processus d'endommagement apparaissent en surface. La Figure 66 présente la surface d'un échantillon nitruré pendant 160 heures.

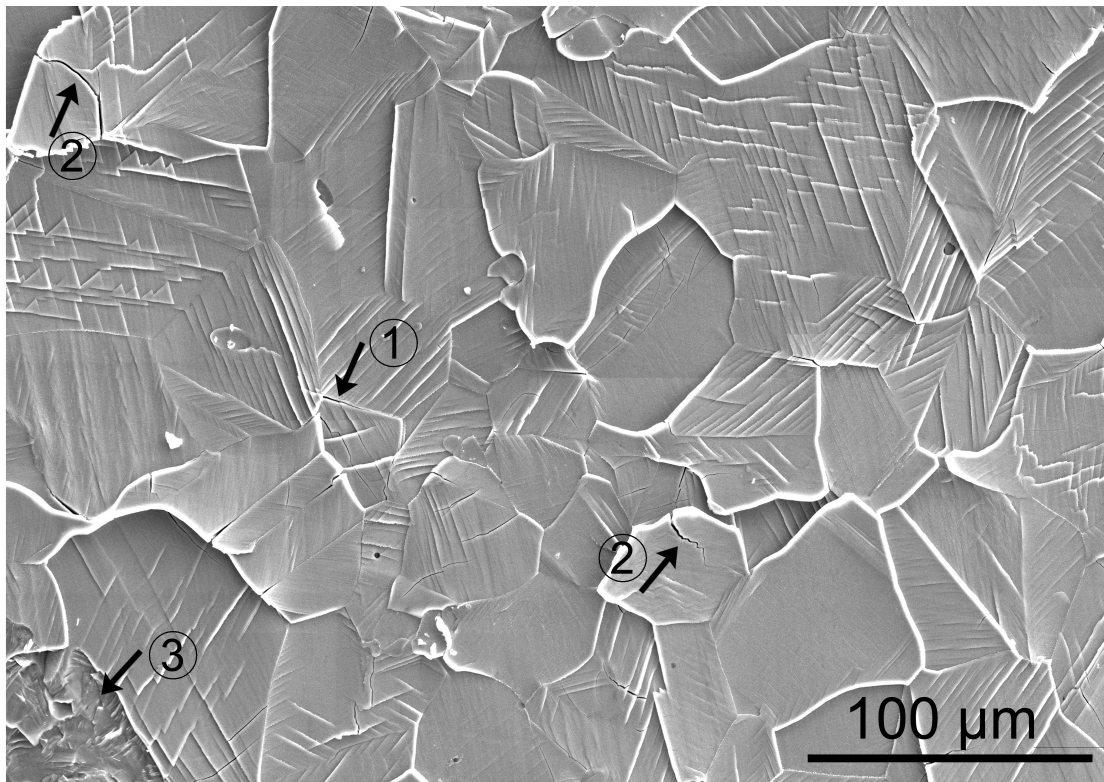


Figure 66: Observation MEB d'un échantillon nitruré pendant 160 heures (image en électrons secondaires). ①: fissure intergranulaire, ②: fissures intragranulaire, ③: écaillage.

On remarque deux types d'endommagement. Le premier correspond à un endommagement aux joints de grains : fissure intergranulaire ① et déchaussement partiel résultant



d'incompatibilités de déformation entre les deux grains adjacents. Le second type correspond à un endommagement intragranulaire qui se manifeste en premier lieu par l'apparition de fissures intragranulaires ② puis par des déchaussements ③ conduisant à de l'écaillage dans les cas les plus critiques.

La Figure 67 illustre à plus fort grossissement les processus d'endommagement intergranulaire pour un échantillon nitruré pendant 3 heures. On y observe des configurations très variées intégrant des problèmes locaux de déchaussement entre grain (Figure 67.a) avec parfois chevauchement (Figure 67.b), de fissuration au niveau de joints triples (Figure 67.c) ou encore de délaminage de la couche nitrurée (Figure 67.d).

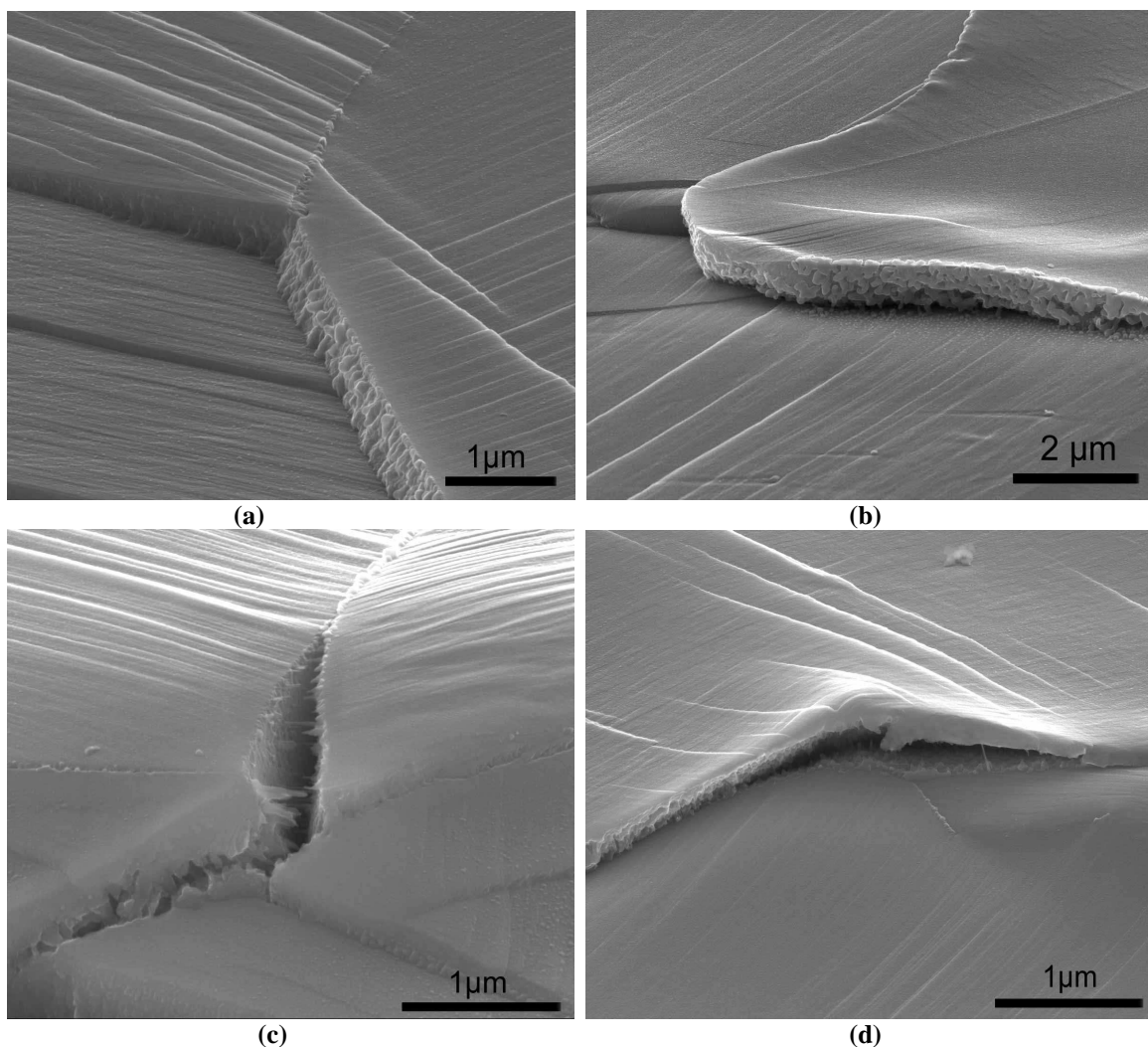


Figure 67: Endommagement intergranulaire induit par nitruration sur un échantillon traité pendant 3 heures. L'échantillon a été incliné à 70 ° pour une meilleure observation du relief.

Pour des durées de traitement supérieures, l'endommagement intergranulaire n'est alors plus suffisant et il apparaît de l'endommagement intragranulaire. Des fissures intragranulaires

apparaissent (Figure 68.a) puis, pour des durées de traitement plus longues, des phénomènes d'écaillage finissent par prendre place (Figure 68.b).

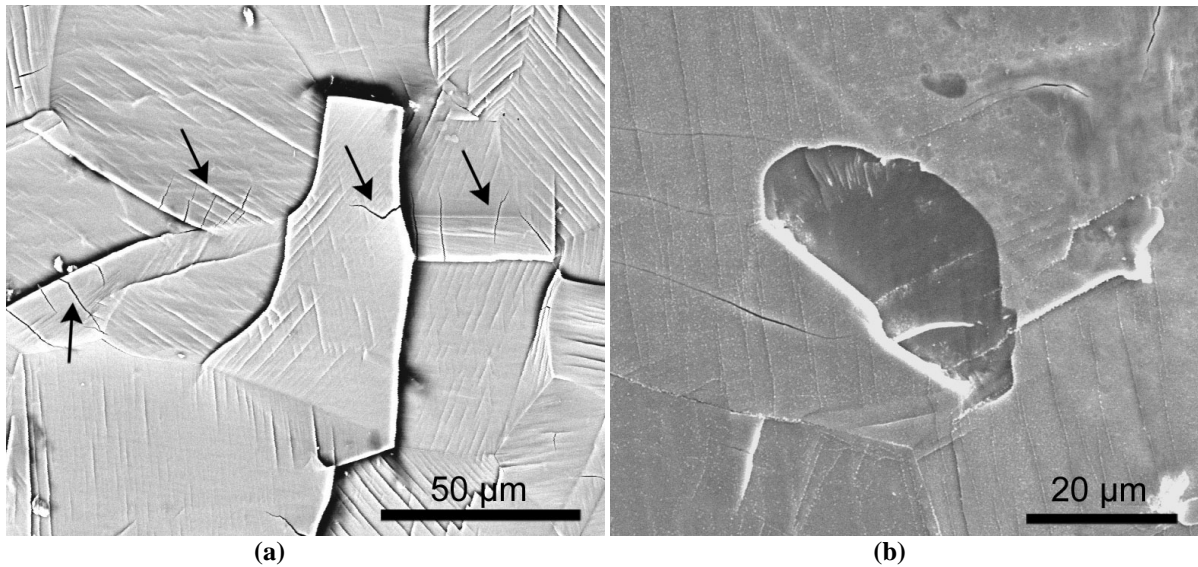


Figure 68: Endommagement intragranulaire induit par nitruration sur un échantillon traité (a) 20 heures et (b) 33 heures.

La chronologie d'apparition des différents types d'endommagement a été quantifiée à partir des surfaces de 2 mm<sup>2</sup> précédemment étudiées sur les échantillons nitrurés de 20 minutes à 160 heures ont servi à les quantifier. La Figure 69 reporte le pourcentage de grains présentant de l'endommagement intergranulaire et intragranulaire en fonction de la durée du traitement.

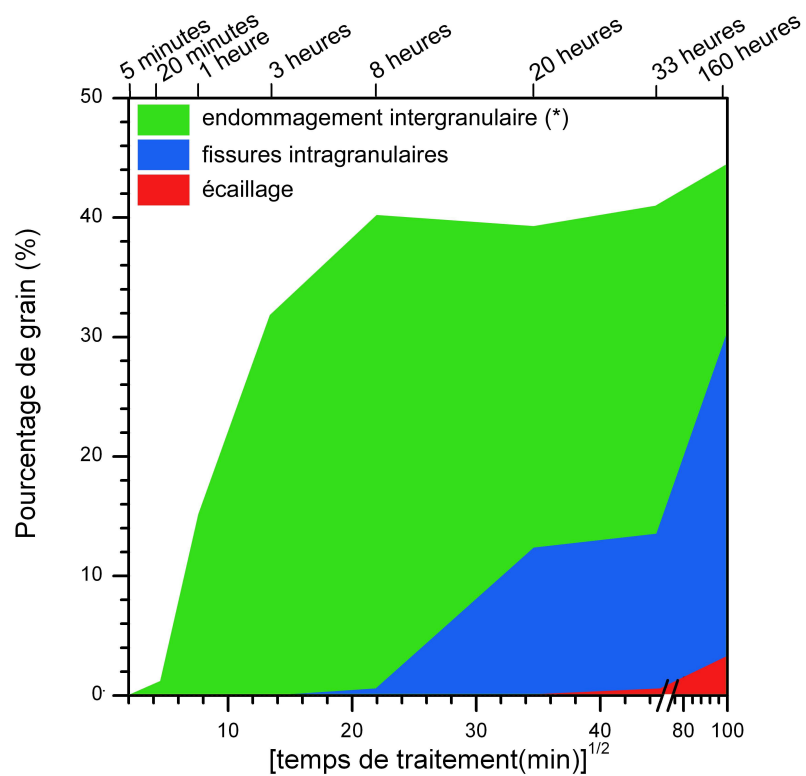


Figure 69: Pourcentage des grains présentant de l'endommagement (intergranulaire, intragranulaire) en fonction du temps de traitement (\*) le pourcentage de grains présentant de l'endommagement intergranulaire a été divisé par deux

La Figure 70 présente des observations MEB de coupes transverses d'un échantillon nitruré 20 heures. Le polissage à la silice colloïdale et l'observation en électrons rétrodiffusée permet de mettre en évidence la couche nitrurée (zone sombre). On note la présence de fissures qui sont localisées essentiellement au niveau des joints de grains de ferrite résiduelle. A l'exception de ces fissures aucun endommagement n'est observé en sous-surface.

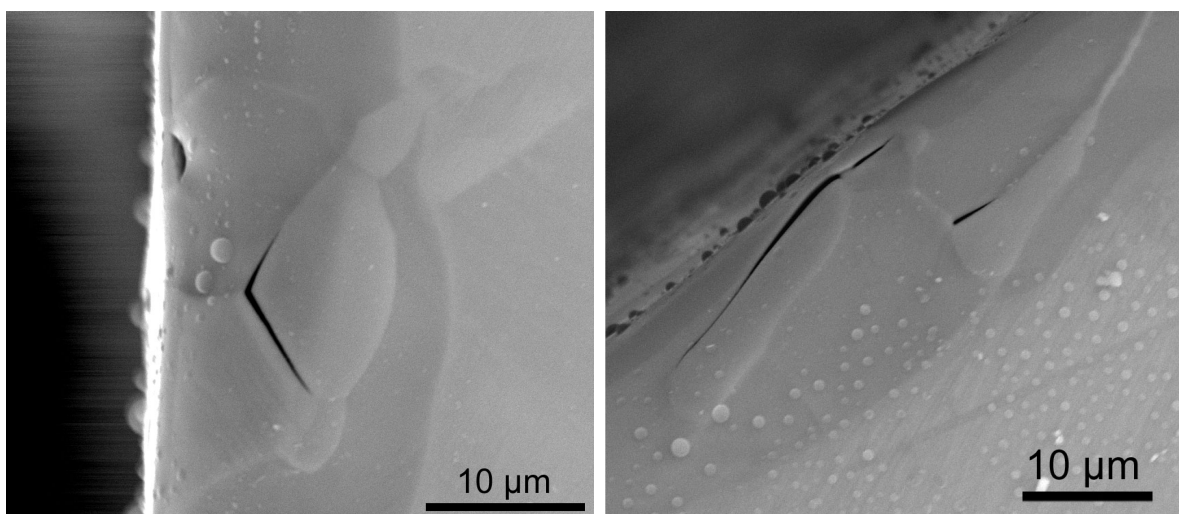


Figure 70: endommagement dans la couche nitrurée : localisation de l'endommagement aux joints de grains de ferrite résiduelle. Les cercles clairs sont des résidus du polissage.



### II.C.4.3. Synthèse

La Figure 71 récapitule les différents processus mis en jeu résultant des déformations induites par l'insertion d'azote dans l'acier austénitique 316L.

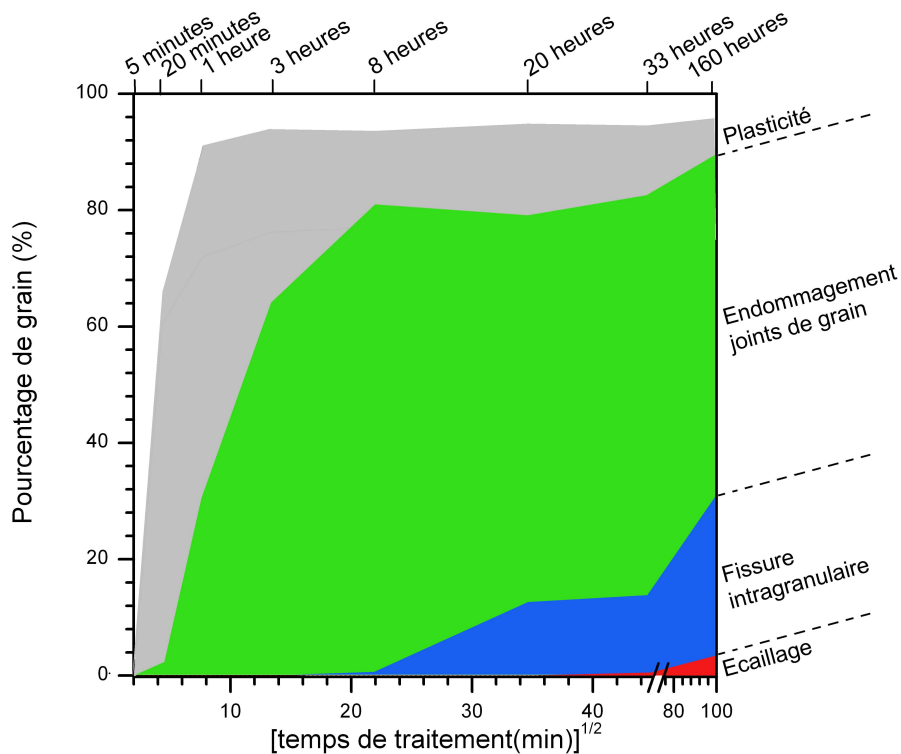


Figure 71: processus d'accommodation de la déformation : pourcentage de grains en fonction du temps de traitement.

Le premier processus activé est la plasticité, qui se traduit par l'apparition de bandes de glissement en surface. Après une heure de traitement, le phénomène de plasticité se généralise à l'ensemble des grains (plus de 90% des grains). Pour des durées de traitement supérieures, la plasticité ne semble plus évoluer. Cependant les données présentées ne sont qu'un paramètre de la plasticité et ne décrivent que partiellement cette dernière. Si le nombre de bandes de glissement se stabilise en surface après une heure de traitement, il semble que l'activité de chacune continue comme le montrent les micrographies de la Figure 62.

Dès lors que la plasticité n'est plus suffisante pour accommoder ces déformations, divers processus d'endommagement apparaissent en surface. Ils se localisent en premier lieu au niveau des joints de grains, puis à l'intérieur des grains sous la forme de fissures. Pour des durées de traitement plus longues le délaminage de la couche nitrurée peut intervenir conduisant localement à l'écaillage. Dans le même temps, la création des fissures favorise le déchargement mécanique à l'échelle du grain, limitant ou stoppant ainsi l'activité des bandes de glissement.

L'origine des déformations est évidemment à relier à l'expansion de la maille cristalline, due à l'insertion d'azote, qui peut atteindre 9 % pour des durées de traitement égales ou supérieures à 3 heures. Comme la géométrie en surface des grains ne semble pas altérée par le traitement (II.B.5), la déformation se fait essentiellement suivant la direction normale à la surface. Il est alors logique de trouver des traces de glissement en accord avec celles prédites par une approche de type loi de Schmid pour une sollicitation uniaxiale suivant cette normale.

Si l'expansion de la maille se stabilise après 3 heures de traitement (II.B.3.4), l'endommagement continue par contre à augmenter. Il faut en effet se rappeler que l'épaisseur de la couche nitrurée augmente continûment avec le temps de traitement, conduisant à un plus fort gonflement total et différentiel, avec pour conséquence directe l'apparition des fissures intergranulaires.

## II.D Modèle de déformation de la couche nitrurée

### II.D.1 De l'orientation aux rotations cristallographiques

Les résultats précédents ont montré que la texture cristallographique de surface évolue au cours du traitement de nitruration. Cette évolution a pu être associée à des phénomènes intragranulaires puisque la modification de l'orientation cristallographique dans la zone nitrurée d'un grain dépend de son orientation initiale. Ce changement d'orientation se produit de façon homogène dans la région nitrurée, indiquant ainsi que les grains voisins jouent un rôle secondaire dans cette évolution. La représentation du polycristal comme un agrégat de monocristaux (le grain pouvant être considéré comme un monocristal) apparaît dès lors appropriée pour le phénomène étudié. Cette approche est analogue à celle communément proposée pour décrire l'évolution des textures dans les métaux et alliages polycristallins soumis à de grandes déformations [53][54][55].

Dans cette partie, on utilisera des modèles de plasticité polycristalline basés sur la prédiction des systèmes de glissement activés afin de simuler les évolutions d'orientation pour chaque configuration initiale. L'essentiel de cette étude est fondée sur le modèle de Taylor [55]. Dans ce modèle, Taylor a postulé que chaque grain subissait la même déformation que l'ensemble du polycristal et que les cinq systèmes de glissement activés dans chaque grain étaient ceux qui minimisent le travail virtuel (5 systèmes de glissement sont nécessaires pour assurer la compatibilité de forme entre les grains au cours de la déformation).

On considère une contrainte  $\sigma$  appliquée dans la direction z qui produit une déformation  $\varepsilon_z$ . Le travail effectué par unité de volume peut s'écrire en fonction du glissement:

$$\sigma \varepsilon_z = \tau_c \sum_i |\gamma_i| \quad \text{Eq. 3}$$

où  $\tau_c$  est la cission réduite critique pour chaque système de glissement (supposée égale pour tous les systèmes de glissement) et  $\gamma_i$  le cisaillement simple pour le  $i^{\text{ème}}$  système actif.

D'après Taylor, les 5 systèmes actifs sont ceux pour lesquels  $\frac{\sigma}{\tau_c} = \frac{\sum_i |\gamma_i|}{\varepsilon_z}$  est minimal. Ce rapport est communément appelé facteur de Taylor et est noté  $M$ . Il est fonction de l'orientation cristallographique considérée pour le grain, car les systèmes activés et l'intensité du glissement associé à chaque système dépendent de cette orientation.

Bishop et Hill [56][57] ont validé la pertinence de ce critère et ont également montré que la cission réduite atteint alors la valeur critique dans les systèmes choisis sans la dépasser dans les autres. Dans de nombreux cas, trouver les 5 systèmes actifs répondant à cette approche est délicat car plusieurs ensembles de systèmes de glissement correspondent à la même valeur de  $M$  tout en conduisant à des évolutions d'orientation cristallographique différentes. Cette constatation est nommée ambiguïté de Taylor.

Dans ce qui suit, on détaillera le modèle de Taylor puis la structure du programme réalisé pour simuler les évolutions des orientations cristallographiques.

### II.D.1.1. Modèle de Taylor

Le chargement mécanique extérieur qui a été choisi pour décrire les effets de dilatation induite par nitruration est une déformation uniaxiale par traction. L'objectif est de prédire les rotations cristallographiques dans la zone nitrurée des grains.

#### II.D.1.1.1. Première approche

Dans le cas d'un monocristal soumis à une traction uniaxiale, on constate que la déformation plastique se produit essentiellement par le glissement de dislocations parfaites. Dans les métaux et alliages de structure c.f.c. il s'agit de dislocations  $\frac{1}{2} \langle 101 \rangle$  glissant sur un plan  $\{111\}$ . Le comportement d'un monocristal se caractérise alors par l'évolution de la cission réduite en fonction du cisaillement réduit ou du taux de glissement (cission et cisaillement sur le plan et dans la direction du glissement). Dans le cas des métaux de structure c. f.c. on obtient des courbes similaires à celles présentées sur la Figure 72, obtenues pour des monocristaux de Ni-Co [58][59].

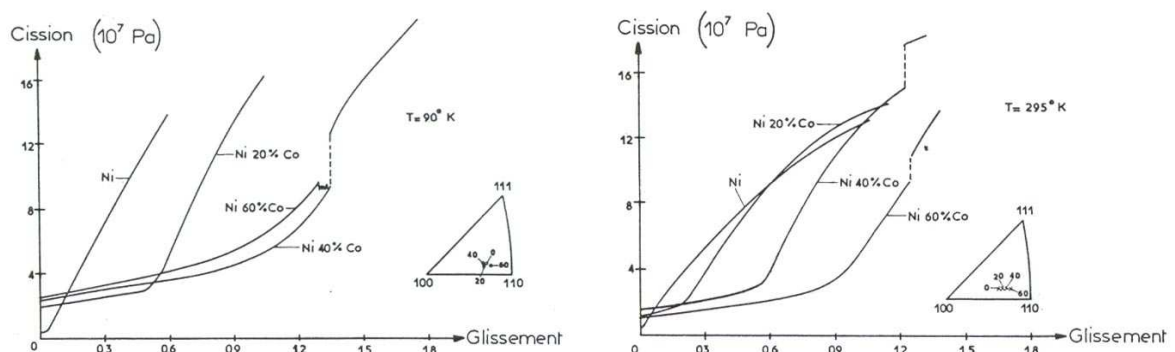


Figure 72: Courbe cission réduite-taux de glissement pour des monocristaux c.f.c. de nickel-cobalt à différentes températures [58][59].

On distingue trois stades sur les courbes Cission-Glisement: un stade I dit de glissement facile caractérisé par un durcissement très faible ; un stade II dit de durcissement linéaire caractérisé par un durcissement considérable et un stade III nommé parabolique où le durcissement croît plus rapidement. Pour certains métaux comme le cuivre, on peut distinguer une dernière portion à peu près rectiligne et irrégulière juste avant la striction[59].

L'observation des lignes de glissement permet de préciser les mécanismes de déformation. Dans le stade I, le glissement a lieu sur un unique système de glissement où la cission réduite est la plus grande. Les lignes de glissement sont fines et parallèles, elles croissent d'abord en hauteur puis en nombre de manière à recouvrir progressivement toute la surface extérieure de l'éprouvette. Le réseau cristallin tourne progressivement de façon à rapprocher l'axe de tension de la direction de glissement active. Si par suite de la rotation du réseau, la cission réduite sur un second système de glissement dépasse la contrainte réduite sur le premier, un glissement important s'effectue simultanément sur les deux systèmes. On entre alors dans le stade de durcissement linéaire de la courbe de traction. L'orientation de l'axe de traction se rapproche alors d'une direction combinant les deux directions de glissement actives. Le stade II est caractérisé par des lignes courtes, sécantes, définissant un glissement simultané sur le système primaire et le système secondaire. Le stade III, qui correspond à un infléchissement de la courbe cission-glisement, se traduit par l'apparition de nombreux glissements déviés.

Ces trois stades peuvent s'observer sur tous les métaux et alliages c.f.c. Cependant les conditions exactes de leur apparition et leur importance relative dépendent de l'orientation du cristal, de la nature du matériau, de la vitesse de déformation ainsi que de la température. A titre d'exemple, on voit sur la Figure 72 que la limite élastique décroît tandis que les stades de glissement facile et de durcissement linéaire se réduisent quand la déformation est effectuée à plus haute température. Les températures élevées favorisent généralement l'apparition de nombreux glissements déviés.

#### II.D.1.1.2. Initiation du glissement: facteur de Schmid

Un glissement simple dans un monocristal soumis à une tension uniaxiale a déjà été illustré sur la Figure 58. La force  $\mathbf{F}$  est appliquée suivant l'axe vertical avec une intensité suffisante pour activer un système de glissement. Le système de glissement est décrit par un plan de glissement de normale  $\mathbf{n}$  et une direction de glissement donnée par le vecteur  $\mathbf{b}$ . On note  $\chi$  l'angle entre  $\mathbf{F}$  et le vecteur  $\mathbf{n}$  et  $\theta$  l'angle entre  $\mathbf{F}$  et  $\mathbf{b}$ . La contrainte de cisaillement associée au système de glissement est alors donnée par la formule suivante :

$$\tau = \frac{F}{S} \cos(\theta) = \frac{F}{S_0} \cos(\chi) \cos(\theta) = \sigma \cos(\chi) \cos(\theta) \quad \text{Eq. 4}$$

où  $S_0$  représente la section du monocristal,  $\sigma$  la contrainte longitudinale et  $\tau$  la cission réduite. Le critère de plasticité usuel pour décrire le glissement, qui constitue la loi de Schmid, est que le glissement apparaît lorsque la cission réduite atteint une valeur critique  $\tau_c$ .

Le terme géométrique  $\cos(\chi)\cos(\theta)$  est le facteur de Schmid  $\mu$  précédemment introduit. Il est nul pour  $\chi$  ou  $\theta$  égal à  $90^\circ$  et maximal (0,5) quand  $\chi = \theta = 45^\circ$ . La condition nécessaire pour qu'il y ait glissement s'exprime alors simplement par :

$$\sigma = \frac{\tau_c}{\mu} \quad \text{Eq. 5}$$

L'équation précédente, qui relie la contrainte minimal nécessaire au glissement à la contrainte macroscopique  $\sigma$  traduit simplement que c'est le glissement dont la direction et le plan correspondent au facteur de Schmid le plus grand qui va être activé en premier, parmi l'ensemble des systèmes de glissement possibles pour une structure donnée.

Dans le cas d'une structure c.f.c. les systèmes qui peuvent être activés sont au nombre de 12. Ils sont présentés sur la Figure 73 et leur nomenclature est donnée dans le Tableau 12.

**Tableau 12: nomenclature des systèmes de glissement dans une structure c.f.c.**

Plan	A : (111)			B : (-1-11)			C = (-111)			D = (1-11)		
Direction	01-1	-101	1-10	0-1-1	101	-110	01-1	101	-1-10	0-1-1	-101	110
Système	AI	AII	AIII	BI	BII	BIII	CI	CII	CIII	DI	DII	DIII

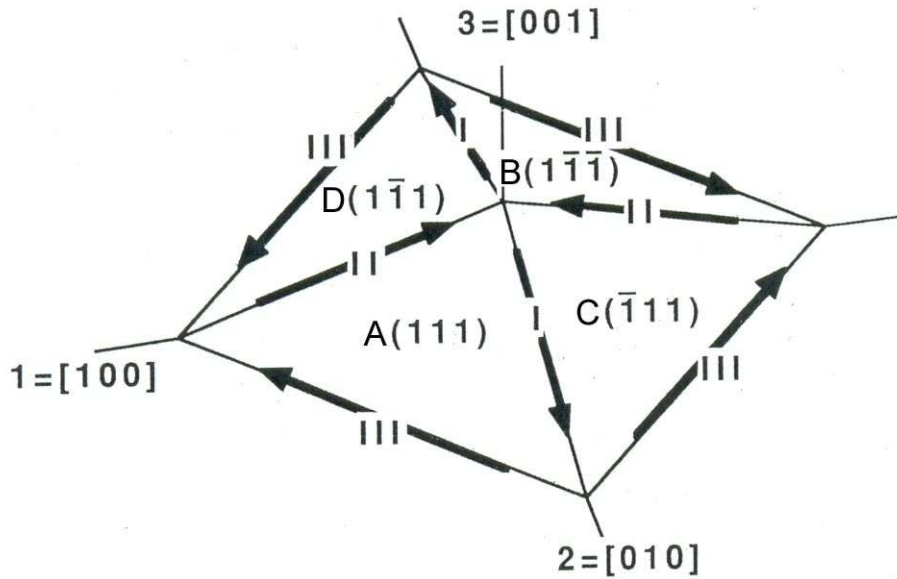


Figure 73: Demi-octaèdre représentant les systèmes de glissement pour une structure c.f.c. Les faces sont les plans {111} et les arêtes sont les directions de glissement  $\langle 110 \rangle$ . Les chiffres 1, 2 et 3 représentent les axes cristallographiques du cristal [60].

La Figure 74.a montre sur une figure de pôles inverse les systèmes qui présentent le facteur de Schmid le plus important en fonction de l'orientation de l'axe de sollicitation. Seule une partie de la Figure de pôles inverse est représentée. Quelle que soit l'orientation décrite à l'intérieur du triangle [001]-[011]-[-111], le système présentant le facteur de Schmid maximal est le système AII appelé système primaire. Cependant, la valeur du facteur de Schmid pour ce système primaire dépend de la direction de sollicitation comme illustré sur la Figure 74.b. Ces valeurs du facteur de Schmid peuvent être généralisées à tous les triangles décrivant la figure de pôles inverse.

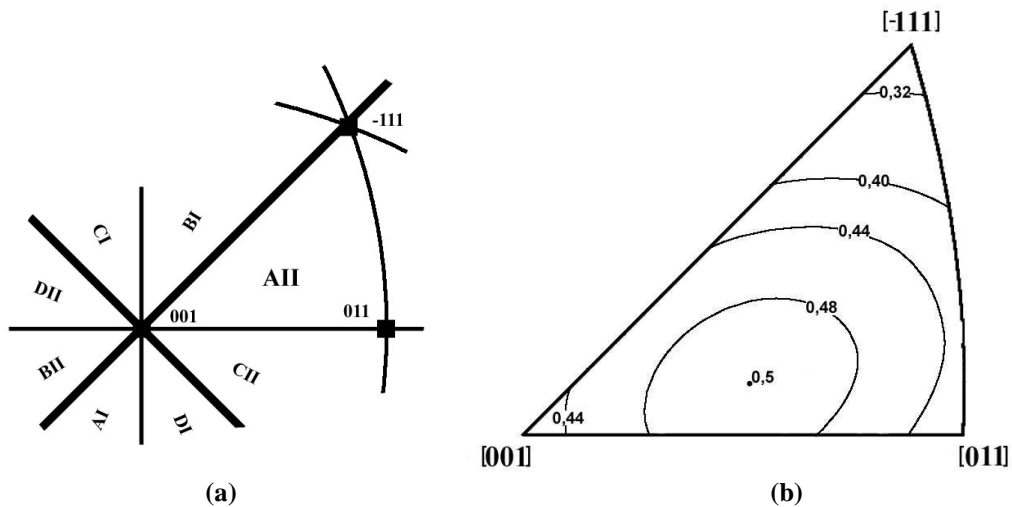


Figure 74: Figures de pôles inverses montrant (a) les systèmes de glissement présentant le facteur de Schmid le plus important en fonction de l'orientation de l'axe de sollicitation et (b) la valeur du facteur de Schmid pour le système AII en fonction de l'orientation.



### II.D.1.1.3. Rotation de maille par glissement

Le glissement cristallographique s'accompagne de rotations de maille et de changements d'orientation, ce qui est schématisé sur la Figure 75.a. Afin de minimiser la cission réduite, la direction de glissement du système activé tend à se rapprocher de l'axe de sollicitation. La Figure 75.b présente un exemple de l'évolution de l'axe de traction pendant un test de traction de monocristaux c.f.c [61].

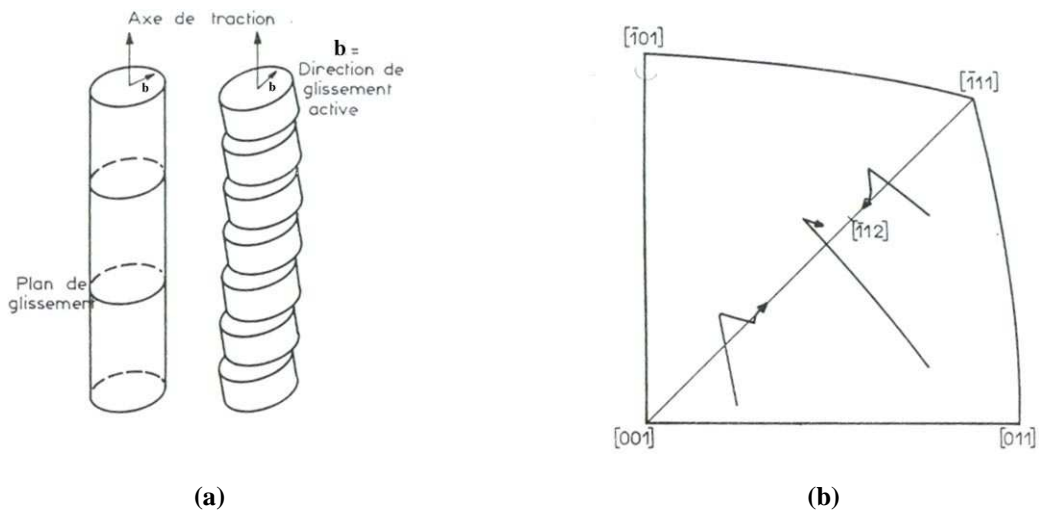


Figure 75: (a) illustration de la rotation cristallographique par glissement (la direction de glissement du système activé se rapproche de l'axe de traction ; le déplacement relatif de la structure se produit par glissement de dislocations) et (b) évolution de l'axe de traction pendant la déformation de monocristaux c.f.c [61].

En supposant que le glissement se développe sur un système identifié par les vecteurs unitaires  $\mathbf{b}$  et  $\mathbf{n}$ , les plans cristallins parallèles aux plans de glissement sont alors translétés suivant le vecteur  $\mathbf{b}$ . L'amplitude de déplacement relatif du plan est égale à  $\gamma$ . Ce mécanisme est illustré par la Figure 76 où le vecteur  $\mathbf{u}$  représente le déplacement relatif pour une direction particulière  $\mathbf{d}$ . Par définition  $\gamma = \frac{|\mathbf{u}|}{(\mathbf{d}, \mathbf{n})}$ . Si  $\mathbf{D}$  est la nouvelle direction de  $\mathbf{d}$  après glissement, son expression est donnée par:

$$\mathbf{D} = \mathbf{d} + \mathbf{u} = \mathbf{d} + \gamma(\mathbf{d}, \mathbf{n})\mathbf{b} \quad \text{Eq. 6}$$

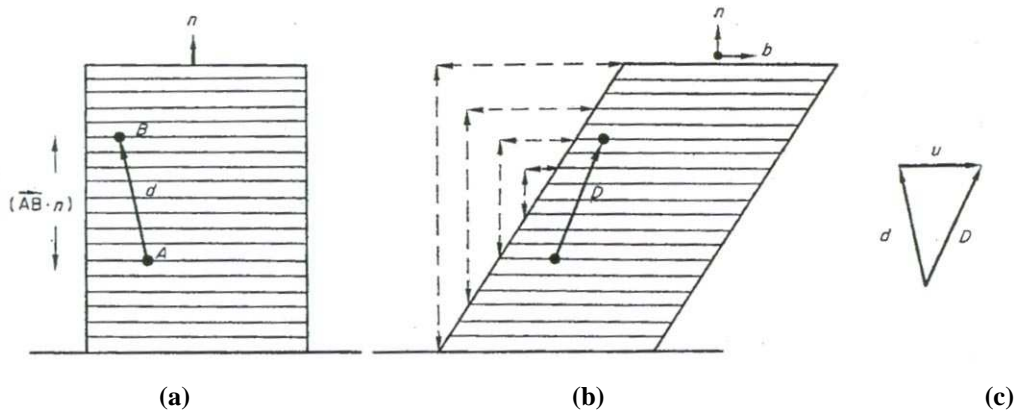


Figure 76: (a) illustration de l'effet du glissement sur une direction AB (a) avant glissement (b) après glissement (c) montre l'évolution de la direction AB au cours du glissement [60].

La nouvelle direction  $D$  dépend essentiellement de l'amplitude du déplacement et des paramètres du système de glissement considéré. On parlera alors de réorientation suivant ce système de glissement considéré.

La description du processus se fait en considérant soit la réorientation des plans atomiques en prenant leur normale comme direction particulière, soit la réorientation de l'axe de traction si ce dernier  $n$ 'est pas fixe. Il y a équivalence entre la représentation de la direction de traction et l'orientation du cristal sur la figure de pôles inverse.

Considérons un cristal c.f.c. subissant une traction simple suivant un axe qui reste longitudinal tout au long du test. Un glissement se produit lorsque la cission réduite atteint une valeur critique.

- *Glissement simple*

Considérons dans un premier temps un glissement simple. Dans le cas où l'axe de traction reste fixe, il y a réorientation des plans cristallographiques dans le cristal. Prenons une orientation particulière du cristal suivant la direction de traction. A titre d'exemple, cette orientation est choisie de telle sorte que sa représentation dans la figure de pôles inverse est incluse dans le triangle délimité par les directions  $[001]$ ,  $[011]$  et  $[-111]$ . En excluant le choix des orientations sur les frontières du triangle, le glissement se fera suivant le système AII de direction  $\mathbf{b} \equiv [-101]$  dans le plan  $(111)$  représenté par sa normale  $\mathbf{n}$ . La direction  $\mathbf{d}$  représente l'orientation du cristal suivant l'axe de traction. A partir de l'Eq. 6, on peut déterminer l'évolution de cette direction  $\mathbf{d}$  au cours du glissement. Pour cela, il est nécessaire de considérer une forme différentielle de cette équation puisque l'orientation  $\mathbf{d}$  du cristal évolue au cours de la déformation. Pour une déformation élémentaire  $d\gamma$ , la variation d'orientation  $\mathbf{u}$  est telle que:

$$\mathbf{D} = \mathbf{d} + \mathbf{u} = \mathbf{d} + d\gamma(\mathbf{d} \cdot \mathbf{n})\mathbf{b} \quad \text{Eq. 7}$$

L'évolution de l'orientation se fait vers la direction de glissement **b**. Quand la rotation est telle que le produit scalaire ( $\mathbf{d}\cdot\mathbf{n}$ ) devient nul, i.e. **d** et **b** sont parallèles, il n'y a plus d'évolution possible. La Figure 77.a montre l'évolution de l'orientation cristallographique lors d'un glissement simple suivant le plan (111) et la direction [-101] pour différentes orientations initiales, c.a.d. différents axes de sollicitation.

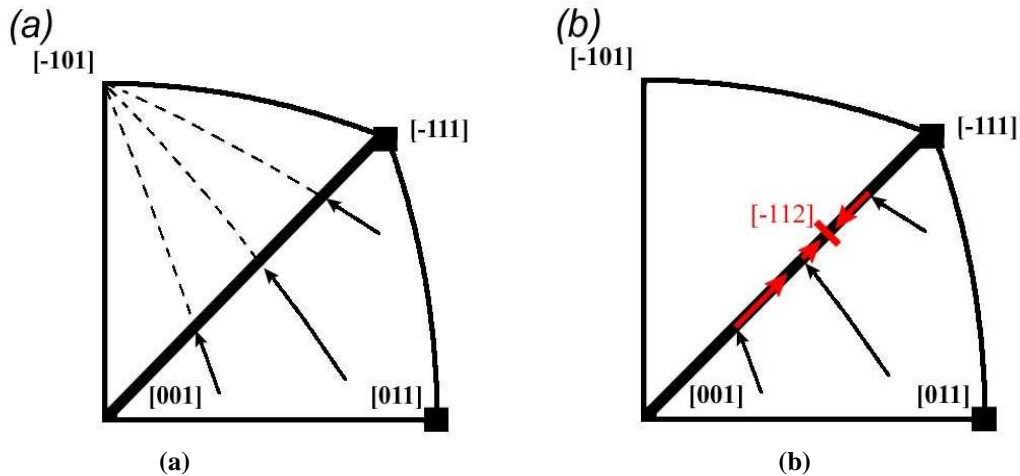


Figure 77: Evolution de l'orientation cristallographique pour 3 axes de sollicitation (i.e. orientations initiales) lors (a) d'un glissement simple suivant la direction [-101] et (b) d'un glissement duplex suivant les deux systèmes AII et BI. Ces figures sont déterminées à partir de calculs présentés au paragraphe II.D.1.1.7.1.

- **Glissement duplex**

Dans l'exemple précédent, si la déformation et donc le glissement induit sont importants, l'orientation cristallographique va atteindre une position caractérisée par un point sur la ligne d'orientation entre [001]-[-111] sur la figure de pôles inverse. Sur cette ligne, le système de glissement BI présente les mêmes facteurs de Schmid que le système AII. Il faut donc considérer un autre glissement dans le plan (-1-11) suivant la direction [011]. On notera **n'** et **b'** les vecteurs représentatifs du nouveau système de glissement activé. Si le glissement se produit simultanément avec une amplitude égale, on parle de glissement duplex. La nouvelle orientation **D** devient alors :

$$\mathbf{D} = \mathbf{d} + d\gamma(\mathbf{d}\cdot\mathbf{n})\mathbf{b} + d\gamma(\mathbf{d}\cdot\mathbf{n}')\mathbf{b}' \quad \text{Eq. 8}$$

Puisque les deux systèmes sont disposés symétriquement dans cet exemple ( $\mathbf{d}\cdot\mathbf{n} = \mathbf{d}\cdot\mathbf{n}'$ ), l'évolution de l'orientation se fait vers la somme des deux directions de glissement qui est la direction [-112]. La Figure 77.b présente l'évolution théorique de l'orientation cristallographique lors d'un glissement duplex pour trois différentes orientations initiales, i.e. différents axes de sollicitation.

#### II.D.1.1.4. Du monocristal au polycristal

Les mécanismes de déformation dans les grains d'un polycristal sont identiques à ceux explicités dans les monocristaux. On peut donc corréler les propriétés plastiques d'un polycristal à celles de monocristaux. Sachs[53] ainsi que Cox et Sopwith [54] ont proposé de prendre pour seuil d'écoulement plastique du polycristal la moyenne des seuils d'écoulement dans les cristaux qui le composent. Pour un monocristal ce seuil est donné par la loi de Schmid exprimée par l'Eq. 5. Pour un structure c.f.c. la valeur moyenne du rapport  $1/\mu$  sur l'ensemble des orientations est égale à 2,238. Ainsi, d'après Sachs, le seuil d'écoulement plastique d'un polycristal non texturé « isotrope » est donné par  $\sigma = 2,238 \tau$ .

Par la suite, Taylor [55][62] a montré les limites du model de Sachs qui considère qu'un seul système est activé dans chaque grain (ou deux pour les orientations « frontières »). Lorsqu'un polycristal se déforme, il y a conservation de la compatibilité entre la forme d'un grain et celles de ses voisins. Une telle compatibilité ne peut pas être maintenue par du glissement simple dans chaque grain.

- **Analyse de Taylor**

Satisfaire cette compatibilité est le point primordial dans les développements des approches de type « Taylor ». Pour cela, il faut considérer que chaque grain subit une déformation équivalente à celle du polycristal. Dans un polycristal « isotrope » soumis à une tension uniaxiale suivant la direction  $z$  la déformation se produit par écoulement axisymétrique de telle sorte que  $d\epsilon_x = d\epsilon_y = -\frac{1}{2}d\epsilon_z$  et  $d\epsilon_{yz} = d\epsilon_{zx} = \dots = d\epsilon_{xy} = 0$ . Le travail par unité de volume produit lors d'un glissement est alors pour l'ensemble des systèmes activés dans un grain donné par:

$$dw = \sum_i \tau_c d\gamma_i = \tau_c \sum_i |d\gamma_i| \quad \text{Eq. 9}$$

Taylor, tout comme Schmid, considère que la cission critique  $\tau_c$  est indépendante du système de glissement considéré. Dans l'Eq. 9,  $d\gamma_i$  désigne un incrément de glissement pour un système de glissement donné (cisaillement simple). En notant  $d\gamma = \sum_i |d\gamma_i|$ , l'Eq. 9 devient  $dw = \tau_c d\gamma$ . En traction uniaxiale, le travail par unité de volume est donné par la contrainte macroscopique sous la forme  $\sigma_z d\epsilon_z$ . On a alors:

$$dw = \tau_c d\gamma = \sigma_z d\varepsilon_z \quad \text{où} \quad \frac{\sigma_z}{\tau_c} = \frac{d\gamma}{d\varepsilon_z} = M \quad \text{Eq. 10}$$

$M$  est le facteur de Taylor qui dépend de l'orientation cristallographique. En calculant la valeur moyenne  $\overline{M}$  de  $M$  sur l'ensemble des orientations, le comportement d'un polycristal est donné par:

$$\sigma_z = \overline{M} \tau_c \quad \text{où} \quad d\varepsilon_z = \frac{d\gamma}{\overline{M}} \quad \text{Eq. 11}$$

Il est utile d'exprimer les incréments de déformation macroscopique  $d\varepsilon_x, d\varepsilon_y, \dots, d\varepsilon_{xy}$  dans le repère cristallographique associé à un cristal d'orientation connue. Ils sont notés  $d\varepsilon_1, d\varepsilon_2, \dots, d\varepsilon_{23}$  où les indices 1,2 et 3 représentent les axes cristallographiques (Figure 73). Considérant les 12 systèmes pour une structure c.f.c. présentés dans le Tableau 12, on exprime les déformations relatives au repère cristallographique à l'aide des incréments de glissement pour chaque système. Ces déformations sont obtenues en additionnant les contributions respectives des systèmes.

Etudions dans un premier temps la contribution à la déformation d'un glissement  $d\gamma_{bn}$  suivant le système de glissement caractérisé par les vecteurs  $\mathbf{n}$  et  $\mathbf{b}$ . Des considérations géométriques simples donnent les composantes du gradient de déplacement  $de_{ij}$  suivant le repère cristallographique:

$$[de] = d\gamma_{bn} \begin{pmatrix} b_1 n_1 & b_1 n_2 & b_1 n_3 \\ b_2 n_1 & b_2 n_2 & b_2 n_3 \\ b_3 n_1 & b_3 n_2 & b_3 n_3 \end{pmatrix} \quad \text{Eq. 12}$$

Où  $(n_1, n_2, n_3)$  et  $(b_1, b_2, b_3)$  sont les composantes respectives des vecteurs  $\mathbf{n}$  et  $\mathbf{b}$  dans la base cristallographique. Comme la déformation est  $d\varepsilon_{ij} = (1/2)(de_{ij} + de_{ji})$ , les composantes dans la base cristallographique s'écrivent.

$$d\varepsilon_1 = b_1 n_1 d\gamma_{bn}, \quad d\varepsilon_2 = b_2 n_2 d\gamma_{bn}, \dots, d\varepsilon_{12} = (1/2)d\gamma_{bn} (b_1 n_2 + b_2 n_1) \quad \text{Eq. 13}$$

En généralisant sur l'ensemble des 12 systèmes de glissement pour une structure c.f.c., on obtient:

$$d\varepsilon_1 = (-d\gamma_{AII} + d\gamma_{AIII} - d\gamma_{BII} + d\gamma_{BIII} - d\gamma_{CII} + d\gamma_{CIII} - d\gamma_{DII} + d\gamma_{DIII}) / \sqrt{6} \quad \text{Eq. 14}$$

$$\begin{aligned}
d\varepsilon_2 &= (+d\gamma_{AI} - d\gamma_{AII} + d\gamma_{BI} - d\gamma_{BII} + d\gamma_{CI} - d\gamma_{CII} + d\gamma_{DI} - d\gamma_{DII})/\sqrt{6} \\
d\varepsilon_3 &= (-d\gamma_{AI} + d\gamma_{AII} - d\gamma_{BI} + d\gamma_{BII} - d\gamma_{CI} + d\gamma_{CII} - d\gamma_{DI} + d\gamma_{DII})/\sqrt{6} \\
d\gamma_{23} &= (+d\gamma_{AII} - d\gamma_{AIII} - d\gamma_{BII} + d\gamma_{BIII} + d\gamma_{CII} - d\gamma_{CIII} - d\gamma_{DII} + d\gamma_{DIII})/\sqrt{6} \\
d\gamma_{13} &= (-d\gamma_{AI} + d\gamma_{AII} + d\gamma_{BI} - d\gamma_{BII} + d\gamma_{CI} - d\gamma_{CII} - d\gamma_{DI} + d\gamma_{DII})/\sqrt{6} \\
d\gamma_{12} &= (+d\gamma_{AI} - d\gamma_{AII} + d\gamma_{BI} - d\gamma_{BII} - d\gamma_{CI} + d\gamma_{CII} - d\gamma_{DI} + d\gamma_{DII})/\sqrt{6}
\end{aligned}$$

Les trois premières équations peuvent être reliées si on considère que le volume n'est pas modifié au cours du glissement :  $d\varepsilon_1 + d\varepsilon_2 + d\varepsilon_3 = 0$ . Pour satisfaire la compatibilité entre les grains, au moins 5 des termes  $d\gamma_{AI}, \dots, d\gamma_{DIII}$  doivent être définis. Cela signifie que 5 systèmes de glissement sont nécessaires pour obtenir une déformation quelconque des grains.

L'ensemble des équations Eq. 14 ne peut être directement résolu puisque il y a 12 inconnues et seulement 5 équations indépendantes. Afin de pallier cette difficulté, Taylor considère que les modifications au niveau du grain sont telles qu'elles minimisent l'énergie de déformation par glissement  $\sum_i \tau_c d\gamma_i$ . Ce qui revient à minimiser le terme  $\sum_i |d\gamma_i| = d\gamma$ .

Taylor réussit ainsi à déterminer pour chaque orientation les valeurs minimales de  $M = \frac{d\gamma}{d\varepsilon_z}$

ainsi que sa valeur moyenne. Il a utilisé une valeur moyenne de  $\bar{M} = 3,06$  pour déterminer la courbe contrainte-déformation d'un polycristal d'aluminium en considérant  $\sigma = 3,06\tau_c$  et

$$\varepsilon = \frac{\gamma}{3,06} \quad [55].$$

- **Analyse de Bishop et Hill**

L'analyse de Taylor se base sur la recherche des systèmes de glissement qui produisent une déformation spécifique en minimisant l'énergie requise. Cependant les contraintes qui pourraient activer les systèmes de glissement requis ne sont pas considérées. Bishop et Hill [57][56] proposent une approche différente afin d'analyser l'écoulement plastique dans un polycristal. Les bases et les prédictions sont similaires, mais leur méthode de calcul permet une simplification importante. Cette analyse sera utilisée dans ce manuscrit afin de déterminer les rotations cristallographiques.

Bishop et Hill [57][56] identifient en premier lieu l'état de contrainte (combinaison des  $\sigma_1, \dots, \sigma_{23}$  dans la base cristallographique) susceptible d'activer simultanément au moins 5

systèmes. Ainsi pour une déformation donnée, on peut choisir l'état de contrainte approprié et finalement calculer le travail par unité de volume:

$$\frac{dw}{d\varepsilon_z} = \sigma_1 \frac{d\varepsilon_1}{d\varepsilon_z} + \sigma_2 \frac{d\varepsilon_2}{d\varepsilon_z} + \dots \quad \text{Eq. 15}$$

Lorsqu'une contrainte  $\sigma_z$  est appliquée, le seuil d'écoulement est donné par  $\sigma_z = dw/d\varepsilon_z$ . Pour cette analyse les calculs des facteurs de Taylor  $M = (1/\tau_c)dw/d\varepsilon_z = \sigma_z/\tau_c$  sont également réalisés sur l'ensemble des orientations. Après avoir effectué la moyenne de ces facteurs, on peut alors connaître le comportement d'un polycristal isotrope. Les contraintes de cisaillement pour chaque système sont exprimées en fonction des contraintes dans le repère cristallographique. A titre d'exemple, l'Eq. 16 donne la contrainte de cisaillement pour le système de glissement AI dans la direction I.

$$\sigma_{AI} = \frac{1}{\sqrt{6}}(\sigma_2 - \sigma_3 - \sigma_{13} + \sigma_{12}) \quad \text{Eq. 16}$$

La plasticité se produit avec ce système de glissement lorsque  $\sigma_{AI} = \pm\tau_c$ , ou  $\tau_c$  est la cission critique. Le critère de plasticité pour le système AI est donc:

$$\frac{1}{\sqrt{6}\tau_c}(\sigma_2 - \sigma_3 - \sigma_{13} + \sigma_{12}) = \pm 1 \quad \text{Eq. 17}$$

Ce critère peut être généralisé aux autres systèmes de glissement possibles, ce qui conduit aux équations Eq. 18. Pour simplifier l'écriture, l'état des contraintes est représenté par les termes A, B, C, F, G et H définis par les Eq. 19.

$$\begin{aligned} AI : A - G + H = \pm 1 & \quad AII : B + F - H = \pm 1 & \quad AIII : C - F + G = \pm 1 \\ BI : A + G + H = \pm 1 & \quad BII : B - F - H = \pm 1 & \quad BIII : C + F - G = \pm 1 \\ CI : A + G - H = \pm 1 & \quad CII : B + F + H = \pm 1 & \quad CIII : C - F - G = \pm 1 \\ DI : A - G - H = \pm 1 & \quad DII : B - F + H = \pm 1 & \quad DIII : C + F + G = \pm 1 \end{aligned} \quad \text{Eq. 18}$$

Avec

$$A = \frac{\sigma_2 - \sigma_3}{\sqrt{6}\tau_c} \quad B = \frac{\sigma_3 - \sigma_1}{\sqrt{6}\tau_c} \quad C = \frac{\sigma_1 - \sigma_2}{\sqrt{6}\tau_c} \quad \text{Eq. 19}$$



$$F = \frac{\sigma_{23}}{\sqrt{6}\tau_c} \quad G = \frac{\sigma_{13}}{\sqrt{6}\tau_c} \quad H = \frac{\sigma_{12}}{\sqrt{6}\tau_c}$$

La valeur critique de la cission  $\tau$  doit être atteinte sur 5 systèmes de glissement sans être dépassée sur les autres systèmes. Cette restriction peut être exprimée mathématiquement par:

$$|A \pm G \pm H| \leq \pm 1 \quad |B \pm F \pm H| \leq \pm 1 \quad |C \pm F \pm G| \leq \pm 1 \quad \text{Eq. 20}$$

Bishop et Hill [57][56] ont montré qu'il existe 28 états de contrainte (i.e. de combinaisons de A,...,H) qui satisfont au moins 5 des Eq. 18, tout en respectant les Eq. 20.

Les 28 états de contrainte obtenus par Bishop et Hill sont donnés dans le Tableau 13.

Deux remarques doivent être faites:

- les contraintes peuvent être négatives. Dans ce cas elles sont associées au glissement sur les mêmes plans mais dans la direction opposée;
- chaque état de contrainte correspond à 6 à 8 systèmes de glissement. Il existe donc pour un état de contrainte donné plusieurs combinaisons possibles de 5 systèmes de glissement.

**Tableau 13: Etats de contrainte obtenus par Bishop et Hill et systèmes de glissement correspondant [63].**

Etat de contrainte (valeur)							Systèmes de glissement activés											
N°	A	B	C	F	G	H	AI	AII	AIII	BI	BII	BIII	CI	CII	CIII	DI	DI	DIII
1	1	-1	0	0	0	0	+	-	0	+	-	0	+	-	0	+	-	0
2	0	1	-1	0	0	0	0	+	-	0	+	-	0	+	-	0	+	-
3	-1	0	1	0	0	0	-	0	+	-	0	+	-	0	+	-	0	+
4	0	0	0	1	0	0	0	+	-	0	-	+	0	+	-	0	-	+
5	0	0	0	0	1	0	-	0	+	+	0	-	+	0	-	-	0	+
6	0	0	0	0	0	1	+	-	0	+	-	0	-	+	0	-	+	0
7	½	-1	½	0	½	0	0	-	+	+	-	0	+	-	0	0	-	+
8	½	-1	½	0	-½	0	+	-	0	0	-	+	0	-	+	+	-	0
9	-1	½	½	½	0	0	-	+	0	-	0	+	-	+	0	-	0	+
10	-1	½	½	-½	0	0	-	0	+	-	+	0	-	0	+	-	+	0
11	½	½	-1	0	0	½	+	0	-	+	0	-	0	+	-	0	+	-
12	½	½	-1	0	0	-½	0	+	-	0	+	-	+	0	-	+	0	-
13	½	0	-½	½	0	½	+	0	-	+	-	0	0	+	-	0	0	0
14	½	0	-½	-½	0	½	+	-	0	+	0	-	0	0	0	0	+	-
15	½	0	-½	½	0	-½	0	+	-	0	0	0	+	0	-	+	-	0
16	½	0	-½	-½	0	-½	0	0	0	0	+	-	+	-	0	+	-	0
17	0	-½	½	0	½	½	0	-	+	+	-	0	0	0	0	-	0	+
18	0	-½	½	0	-½	½	+	-	0	0	-	+	-	0	+	0	0	0
19	0	-½	½	0	½	-½	-	0	+	0	0	0	+	-	0	0	-	+
20	0	-½	½	0	-½	-½	0	0	0	-	0	+	0	-	+	+	-	0
21	-½	½	0	½	½	0	-	+	0	0	0	0	0	+	-	-	0	+
22	-½	½	0	-½	½	0	-	0	+	0	+	-	0	0	0	-	+	0
23	-½	½	0	½	-½	0	0	+	-	-	0	+	-	+	0	0	0	0
24	-½	½	0	-½	-½	0	0	0	0	-	+	0	-	0	+	0	+	-
25	0	0	0	½	½	-½	-	+	0	0	0	0	+	0	-	0	-	+
26	0	0	0	½	-½	½	+	0	-	0	-	+	-	+	0	0	0	0
27	0	0	0	-½	½	½	0	-	+	+	0	-	0	0	0	-	+	0
28	0	0	0	½	½	½	0	0	0	+	-	0	0	+	-	-	0	+

Bishop et Hill [57][56] utilisent le principe du travail virtuel maximum pour déterminer lesquels des 28 états de contrainte seraient appropriés pour une déformation donnée [63]. Le travail virtuel par élément de volume est donné par:

$$dw = \sigma_1 d\epsilon_1 + \sigma_2 d\epsilon_2 + \sigma_3 d\epsilon_3 + 2\sigma_{23} d\epsilon_{23} + 2\sigma_{13} d\epsilon_{13} + 2\sigma_{12} d\epsilon_{12} \quad \text{Eq. 21}$$

En considérant la conservation du volume et les définitions de A,...,H, l'équation précédente donne:

$$M = \frac{1}{\tau_c} \frac{dw}{d\varepsilon_z} = \sqrt{6} \left( -B \frac{d\varepsilon_1}{d\varepsilon_z} + A \frac{d\varepsilon_2}{d\varepsilon_z} + 2F \frac{d\varepsilon_{23}}{d\varepsilon_z} + 2G \frac{d\varepsilon_{13}}{d\varepsilon_z} + 2H \frac{d\varepsilon_{12}}{d\varepsilon_z} \right) \quad \text{Eq. 22}$$

- **Cas d'une traction uni-axiale**

Par la suite, on considèrera le cas d'un écoulement axisymétrique suivant z. Le tenseur des déformations exprimé dans la base liée à l'échantillon (x,y,z) pour un incrément de déformation est donnée par:

$$[\varepsilon]_{xyz} = d\varepsilon_z \begin{bmatrix} -0,5 & 0 & 0 \\ 0 & -0,5 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \quad \text{Eq. 23}$$

On peut l'exprimer dans la base cristallographique en utilisant la matrice de passage G qui s'exprime à partir des angles d'Euler (IV.A.1.1.1). Le tenseur de déformation dans la base cristallographique (1, 2, 3) est:

$$[\varepsilon]_{123} = \begin{bmatrix} d\varepsilon_1 & d\varepsilon_{12} & d\varepsilon_{13} \\ d\varepsilon_{21} & d\varepsilon_2 & d\varepsilon_{23} \\ d\varepsilon_{31} & d\varepsilon_{32} & d\varepsilon_3 \end{bmatrix} = {}^t G [\varepsilon]_{xyz} G = d\varepsilon_z ({}^t G \begin{bmatrix} -0,5 & 0 & 0 \\ 0 & -0,5 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} G) \quad \text{Eq. 24}$$

Avec ces expressions et l'Eq. 22, on calcule alors le facteur de Taylor pour chacun des 28 états de contrainte considérés. A titre d'exemple l'Eq. 25 donne l'expression du facteur de Taylor pour le 28<sup>ième</sup> état de contrainte de Bishop et Hill pour une orientation cristallographique quelconque ( $\phi_1, \Phi, \phi_2$ ).

$$\begin{aligned} M_{28} &= \sqrt{6} \left( \frac{1}{2} \frac{(d\varepsilon_{23} + d\varepsilon_{32})}{d\varepsilon_z} + \frac{1}{2} \frac{(d\varepsilon_{13} + d\varepsilon_{31})}{d\varepsilon_z} + \frac{1}{2} \frac{(d\varepsilon_{12} + d\varepsilon_{21})}{d\varepsilon_z} \right) = \\ &= \sqrt{6} [(-0,5g_{12}g_{13} - 0,5g_2g_{23} + g_{32}g_3) + (-0,5g_1g_{13} - 0,5g_{21}g_{23} + g_{31}g_3) \\ &+ (-0,5g_1g_{12} - 0,5g_{21}g_2 + g_{31}g_{32})] \end{aligned} \quad \text{Eq. 25}$$

où  $g_1 = \cos \phi_1 \cos \phi_2 - \sin \phi_1 \sin \phi_2 \cos \Phi$ ,  $g_2 = -\sin \phi_1 \sin \phi_2 + \cos \phi_1 \cos \phi_2 \cos \Phi$ ,  $g_3 = \cos \Phi$ ,  
 $g_{12} = \sin \phi_1 \cos \phi_2 + \cos \phi_1 \sin \phi_2 \cos \Phi$ ,  $g_{13} = \sin \phi_2 \sin \Phi$ ,  $g_{32} = -\cos \phi_1 \sin \Phi$ ,  
 $g_{21} = -\cos \phi_1 \sin \phi_2 - \sin \phi_1 \cos \phi_2 \cos \Phi$ ,  $g_{31} = \sin \phi_1 \sin \Phi$  et  $g_{23} = \cos \phi_2 \sin \Phi$ .

Considérons maintenant la distribution d'orientation dans le triangle standard (Figure de pôles inverse suivant z) décrit par la Figure 198 du paragraphe IV.A.1.1.3, qui décrit l'ensemble des orientations cristallographiques possibles pour une structure c.f.c. Après avoir

calculé pour chaque orientation les facteurs de Taylor possibles, on sélectionne le plus important. L'état de contrainte associé indique alors quels systèmes vont contribuer au glissement. Les états de contrainte de Bishop et Hill dans le cas du tenseur des déformations considéré sont représentés sur la Figure 78, en fonction de l'orientation cristallographique.

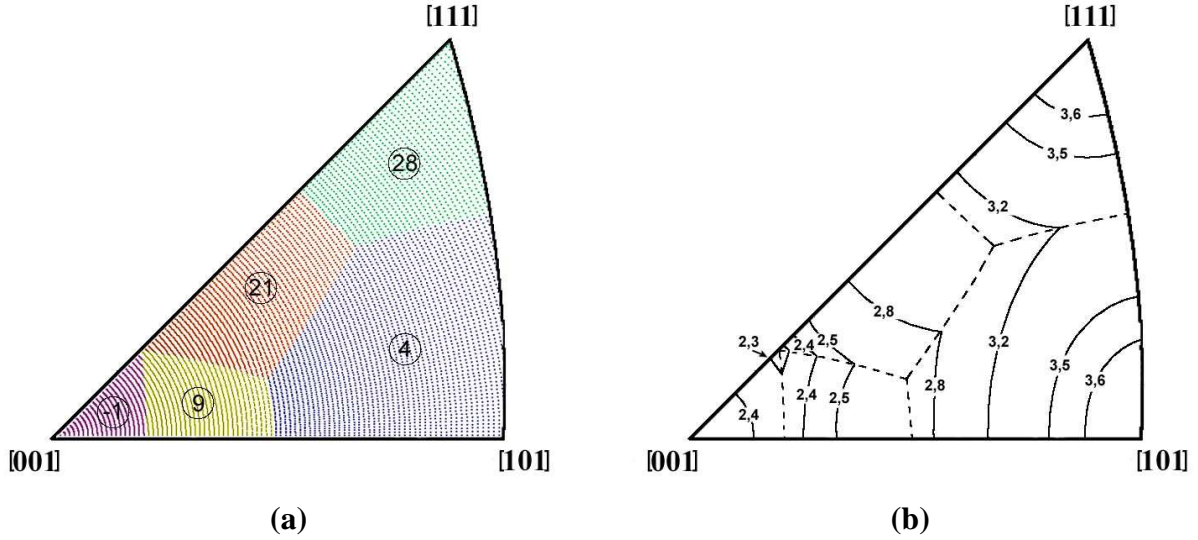


Figure 78:Figure de pôles inverse montrant, (a) l'état de contrainte de Bishop et Hill associé à un écoulement axisymétrique, (b) les valeurs maximales du facteur de Taylor. Les chiffres cerclés indiquent l'état de contrainte de Bishop et Hill pour la zone considérée.

Le triangle standard est divisé en 5 régions, chacune avec une combinaison différente de systèmes de glissement possibles. Il est rappelé que pour chaque région il existe plusieurs combinaisons de 5 systèmes de glissement inclus dans les 6 ou 8 systèmes possibles suivant l'état de contrainte de Bishop et Hill considéré.

Considérons maintenant une combinaison de 5 systèmes de glissement activé indépendants et déterminons les rotations de maille. La première étape consiste à calculer les incréments de glissement  $d\gamma^1, \dots, d\gamma^5$  associés aux 5 systèmes de glissement. Le  $i^{eme}$  système est caractérisé par les vecteurs  $\mathbf{n}^i$  et  $\mathbf{b}^i$  de composantes respectives  $(n_1^i, n_2^i, n_3^i)$  et  $(b_1^i, b_2^i, b_3^i)$ .

D'après l'Eq. 24, les composantes de la déformation dans la base cristallographique sont données par:

$$\begin{pmatrix} d\epsilon_2 \\ d\epsilon_3 \\ d\epsilon_{23} \\ d\epsilon_{13} \\ d\epsilon_{12} \end{pmatrix} = [E] \begin{pmatrix} d\gamma^1 \\ d\gamma^2 \\ d\gamma^3 \\ d\gamma^4 \\ d\gamma^5 \end{pmatrix} \text{ et } d\epsilon_1 + d\epsilon_2 + d\epsilon_3 = 0 \quad \text{Eq. 26}$$

$$\text{où } [E] = \begin{pmatrix} (n_2^1 b_2^1) & (n_2^2 b_2^2) & (n_2^3 b_2^3) & (n_2^4 b_2^4) & (n_2^5 b_2^5) \\ (n_3^1 b_3^1) & (n_3^2 b_3^2) & (n_3^3 b_3^3) & (n_3^4 b_3^4) & (n_3^5 b_3^5) \\ \frac{(n_2^1 b_3^1 + n_3^1 b_2^1)}{2} & \frac{(n_2^2 b_3^2 + n_3^2 b_2^2)}{2} & \frac{(n_2^3 b_3^3 + n_3^3 b_2^3)}{2} & \frac{(n_2^4 b_3^4 + n_3^4 b_2^4)}{2} & \frac{(n_2^5 b_3^5 + n_3^5 b_2^5)}{2} \\ \frac{(n_1^1 b_3^1 + n_3^1 b_1^1)}{2} & \frac{(n_1^2 b_3^2 + n_3^2 b_1^2)}{2} & \frac{(n_1^3 b_3^3 + n_3^3 b_1^3)}{2} & \frac{(n_1^4 b_3^4 + n_3^4 b_1^4)}{2} & \frac{(n_1^5 b_3^5 + n_3^5 b_1^5)}{2} \\ \frac{(n_1^1 b_2^1 + n_2^1 b_1^1)}{2} & \frac{(n_1^2 b_2^2 + n_2^2 b_1^2)}{2} & \frac{(n_1^3 b_2^3 + n_2^3 b_1^3)}{2} & \frac{(n_1^4 b_2^4 + n_2^4 b_1^4)}{2} & \frac{(n_1^5 b_2^5 + n_2^5 b_1^5)}{2} \end{pmatrix}$$

La matrice  $[E]$  est inversible puisque les systèmes de glissement sont indépendants, ce qui permet d'obtenir les incréments de glissement pour chaque système :

$$\begin{pmatrix} d\gamma^1 \\ d\gamma^2 \\ d\gamma^3 \\ d\gamma^4 \\ d\gamma^5 \end{pmatrix} = [E]^{-1} \begin{pmatrix} d\varepsilon_2 \\ d\varepsilon_3 \\ d\varepsilon_{23} \\ d\varepsilon_{13} \\ d\varepsilon_{12} \end{pmatrix} \quad \text{Eq. 27}$$

L'évolution d'une direction  $\mathbf{d}$  par glissement multiple est calculée à partir de ces incréments  $d\gamma^1, \dots, d\gamma^5$ . La démarche pour trouver la nouvelle direction  $\mathbf{D}$  est similaire à celle décrite pour un glissement duplex (Eq.8):

$$\mathbf{D} = \mathbf{d} + \sum_i d\gamma^i (\mathbf{d}^i \cdot \mathbf{n}^i) \mathbf{b}^i \quad \text{Eq. 28}$$

Cependant, il est là encore impossible de trouver une solution unique car plusieurs ensembles de systèmes de glissement correspondent à la même valeur de  $M$  (i.e. plusieurs choix de 5 systèmes de glissement par état de contrainte de Bishop et Hill) tout en conduisant à des rotations différentes des mailles cristallines (ambiguïté de Taylor). Plusieurs critères sont proposés dans la littérature afin de choisir la solution appropriée parmi les solutions énergétiquement équivalentes [64][65][66]. Dans cette étude, nous avons choisi de prendre la moyenne des résultats donnés par toutes les solutions possibles.

#### II.D.1.1.5. Discussion

Les résolutions du problème par l'analyse de Taylor (travail virtuel minimum) et par l'analyse de Bishop et Hill (travail virtuel maximum) sont mathématiquement équivalentes [67]. Elles partent des mêmes hypothèses et donnent des résultats similaires.

Il existe cependant plusieurs hypothèses critiquables, qui ont été recensées par U.F. Kocks [68]. Une des ces hypothèses indique que la déformation est homogène et équivalente sur l'ensemble des grains afin d'assurer la compatibilité de déformation. Cependant, les conditions réelles de déformation peuvent différer des hypothèses de Taylor. Par exemple, dans l'aluminium [69] comme dans le fer [70], on observe un ou deux systèmes de glissement au cœur du grain tandis qu'au voisinage des joints les systèmes se multipliaient pour assurer la compatibilité. Dès lors les rotations cristallographiques observées à cœur et à la frontière des grains sont différentes.

Une autre hypothèse indique que la cission critique  $\tau_c$  est similaire quel que soit le système de glissement. Cette hypothèse est certainement raisonnable pour les premiers incréments de glissement. Cependant, utiliser cette hypothèse pour prédire l'évolution du glissement pour des déformations plus importantes est plus critiquable, la théorie des dislocations prédisant différents types d'interactions suivant la combinaison des systèmes de glissement.

#### II.D.1.1.6. Programmation

La réalisation du programme a été effectuée à l'aide d'un tableur et de l'éditeur Visual Basic. Les données entrantes du programme sont l'orientation cristallographique expérimentale avant nitruration (exprimée à l'aide des angles d'Euler) et la déformation notée  $d\varepsilon_z$ . La sortie du programme est l'orientation cristallographique après application d'une déformation axisymétrique.

La Figure 79 représente le synoptique des différentes étapes de calcul afin d'obtenir l'orientation cristallographique après rotation d'après le modèle de Taylor. Les différentes étapes y sont détaillées.

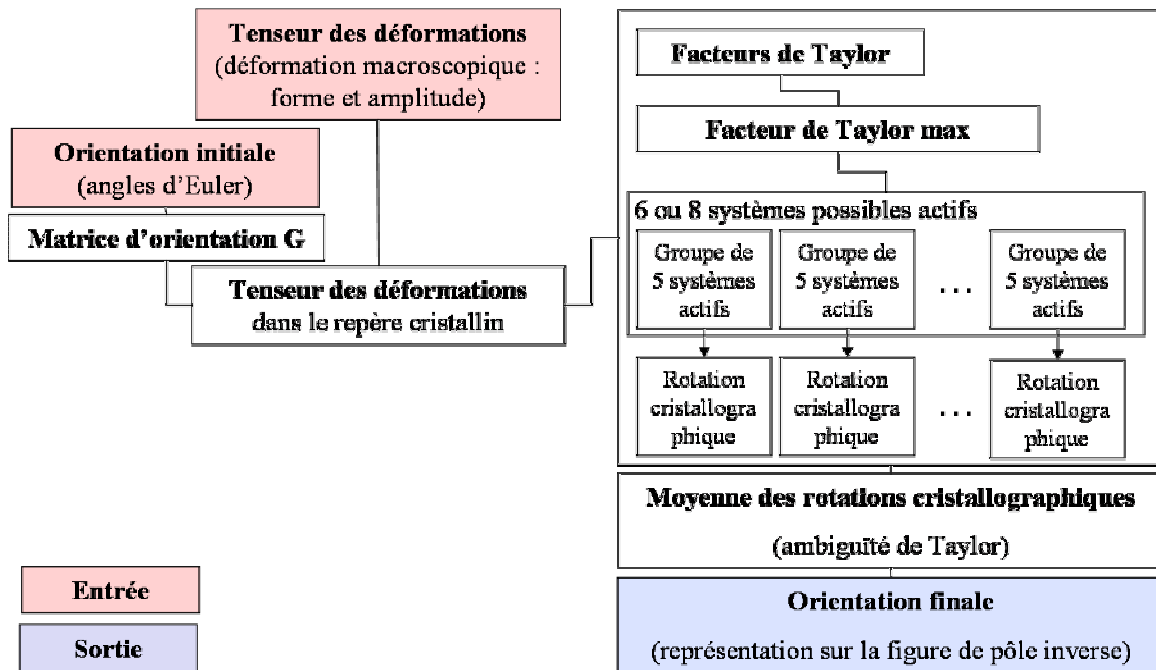


Figure 79: Synoptique des différentes étapes de calcul de la rotation cristallographique suivant une orientation et une déformation.

La première étape est illustrée sur la Figure 80. Elle consiste, à partir des angles d'Euler, à déterminer la matrice G qui est la matrice représentative de l'orientation cristallographique

angles d'Euler (radian)			Matrice G								
$\phi_1$	$\Phi$	$\phi_2$	G11	G12	G13	G21	G22	G23	G31	G32	G33
0,594982742	0,625246751	0,594982742	0,431123979	-0,840542338	0,32805593	0,840542338	0,2419427	-0,484718793	0,32805593	0,484718793	0,810818721

Figure 80: matrice G de l'orientation cristallographique.

On détermine ensuite le tenseur des déformations dans la base associée au cristal à partir de la matrice G et de l'Eq.24.

Tenseur des déformations								
Ep11	Ep12	Ep13	Ep21	Ep22	Ep23	Ep31	Ep32	Ep33
-0,33856896	0,238522311	0,398990834	0,238522311	-0,147571538	0,589528608	0,398990834	0,589528608	0,486140498

Figure 81: Tenseur des déformations calculé pour une déformation unitaire.

L'étape suivante consiste à déterminer les facteurs de Taylor pour l'ensemble des 28 états de contrainte de Bishop et Hill afin d'identifier le plus élevé. Ce dernier permettra alors d'avoir les 6 ou 8 systèmes de glissement susceptibles de s'activer.

Facteur de Taylor			Facteur de Taylor Max	Systemes de glissement activés
26	27	28		
1,05097828	0,11753763	3,005626188	3,005626188	systeme 28

Figure 82: Détermination de l'état de contrainte de Bishop et Hill pour le tenseur des déformations et l'orientation considérée précédemment.



Dans l'exemple considéré, c'est le 28<sup>ème</sup> état de contrainte qui présente le facteur de Taylor le plus élevé, il est associé aux 6 systèmes de glissement BI, -BII, CII, -CIII, -DI et DIII. Ce qui donne 6 groupes différents de 5 systèmes de glissement. Chaque groupe est représenté par la matrice [E] qui permet de relier les déformations au glissement dans chacun des 5 systèmes (Eq.26). Il existe 6 matrices [E] différentes, celle qui exclue le système DIII est présentée sur la Figure 83.

Matrice E					Matrice inverse E				
'BI'	'-BII'	'CII'	'-CIII'	'-DI'	'BI'	'-BII'	'CII'	'-CIII'	'-DI'
1	0	0	1	-1	0,5	0	-0,5	0	0,5
-1	-1	1	0	1	-0,5	-0,5	0,5	0	0
0	1	1	1	0	0,5	0,5	0	-0,5	0,5
1	0	0	1	1	0	0	0,5	0,5	-0,5
1	1	1	0	1	-0,5	0	0	0,5	0

Figure 83: Une des 6 matrices [E] associée à l'exemple considéré.

Une matrice [E] est représentative de 5 systèmes de glissement qui permettent suivant l'orientation et la déformation considérée d'accommoder cette déformation. L'inversion de la matrice [E] conduit à la détermination des différents glissements sur les systèmes considérés à partir de l'Eq.27 (Figure 84).

Incément de glissement (unitaire)				
dδ1	dδ2	dδ3	dδ4	dδ5
-1,04052381	1,029383679	0,021594597	1,837110278	1,15806144

Figure 84: Glissements obtenus sur les systèmes BI, -BII, CII, -CIII et -DI pour une déformation unitaire.

On obtient alors l'évolution de l'orientation cristallographique pour chacun des 5 systèmes de glissement.

L'amplitude du glissement sur un système est directement liée à la valeur de la déformation  $d\epsilon_z$ . A ce stade une simplification est donc possible puisque seule l'orientation cristallographique suivant la normale à la surface (ND ou z) intervient. Cette orientation peut être uniquement décrite par la composante suivant Z de la matrice G, qui correspond aux composantes de la normale à la surface dans la base du cristal (définition de l'orientation cristallographique suivant la normale à la surface). Ainsi le glissement sur un système modifie cette direction comme indiqué par l'équation 6. Un exemple de l'évolution de la direction Z, par glissement suivant le système BI, est donné sur la Figure 85.

	Plan de glissement			systeme :	
Deformation (%) 12	-1	-1	1	'BI'	
	Direction de glissement				
	0	-1	-1		
	dδ				
	-0,05097505				
	Z apres glissement			Z apres glissement normé	
	G31	G32	G33	G31	G32
	0,32805593	0,484619085	0,810719014	0,328098311	0,484681693
				0,810823751	

Figure 85: Evolution de l'orientation cristallographique par glissement suivant le système BI.

Cette procédure est répétée sur l'ensemble des 5 systèmes associés à une des 6 matrices [E]. L'évolution totale de la direction Z par glissement multiple est l'addition des évolutions par glissement pour chacun des 5 systèmes. La Figure 86.a présente l'évolution de l'orientation pour les 5 systèmes de glissement (5 traits noirs) et leur somme (trait rouge).

La même démarche est faite avec les 6 matrices [E] possibles et les différentes solutions sont moyennées afin de répondre à l'ambiguïté de Taylor. Le résultat est présenté sur la Figure 87.b pour l'exemple considéré.

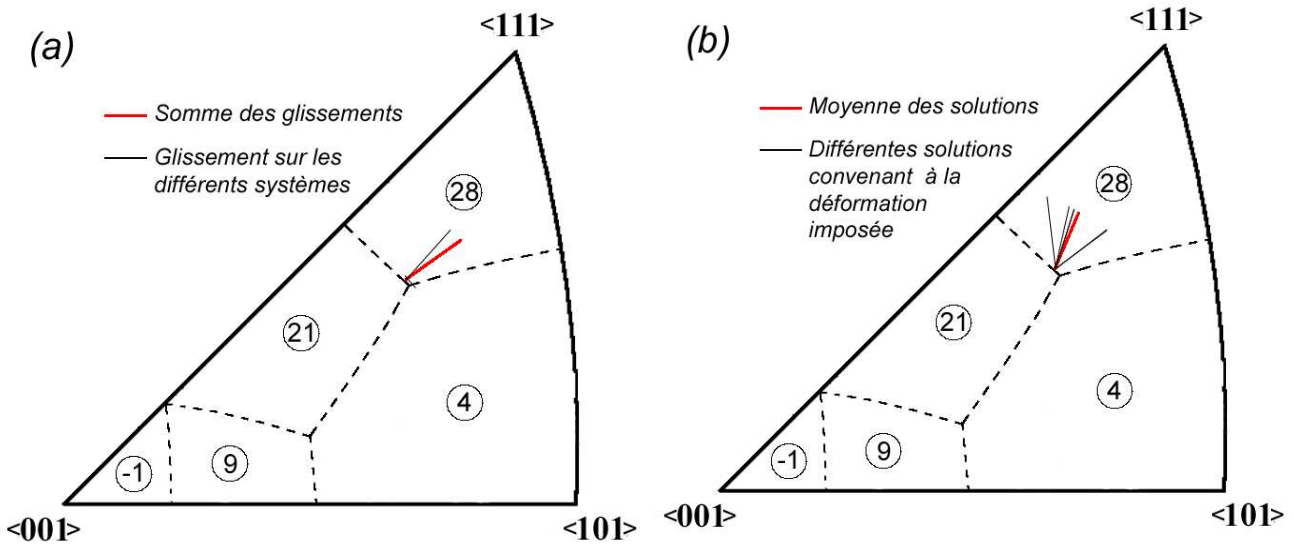


Figure 86 (a) glissements multiples pour la matrice [E] précédemment considérée et (b) ambiguïté de Taylor levée en faisant la somme sur l'ensemble des solutions.

Il aurait été nécessaire dans la programmation de prendre en compte l'évolution de l'orientation cristallographique au cours du glissement. Le plus simple est de considérer les équations sous forme incrémentale et de choisir des incréments de déformation les plus faibles possibles. La programmation a été testée ainsi en considérant une déformation totale de 23% et des incréments de 1%. Le test a été fait pour l'état de contraintes n°28 de Bishop et Hill. Deux exemples sont présentés sur la Figure 87.

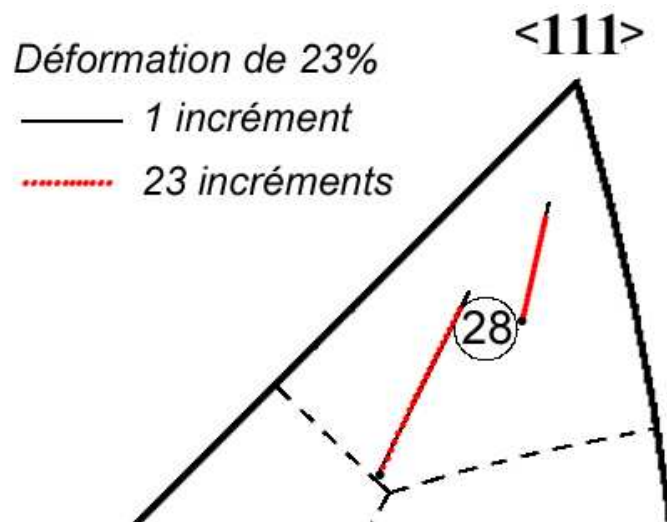


Figure 87 : Effet de l'incrément de déformation sur l'évolution de l'orientation cristallographique dans le modèle de Taylor

Il apparaît que le fait de considérer la déformation totale en une seule étape surestime légèrement l'amplitude des évolutions. On observe que les différences entre les orientations finales sont en moyenne inférieures à  $0,5^\circ$ . La direction des évolutions est également peu changée si on considère une étape unique. En conséquence, on a adopté un calcul simplifié avec une seule étape.

#### II.D.1.1.7. Résultats

##### II.D.1.1.7.1. Modèle issu de Sachs

Dans un premier temps la simulation des rotations cristallographiques a été faite par l'utilisation d'un modèle issu de celui de Sachs [53] qui propose que les contraintes macroscopiques s'appliquent de façon équivalente à chaque grain. Ce modèle revient simplement à considérer que chaque grain se déforme de façon similaire à un monocristal, i.e. les grains voisins ne jouant aucun rôle. On considère pour la simulation que la contrainte macroscopique est équivalente à celle d'une traction uniaxiale suivant la normale à la surface. Cette hypothèse a été faite après avoir observé les traces de glissement à la surface. Celles-ci sont en accord (d'après Schmid) avec une sollicitation suivant la normale. Le glissement s'effectue sur un unique système (système primaire suivant Schmid) à l'exception des grains dont l'orientation est telle qu'elle se trouve en frontière des figures de pôles inverses, où le glissement est duplex.

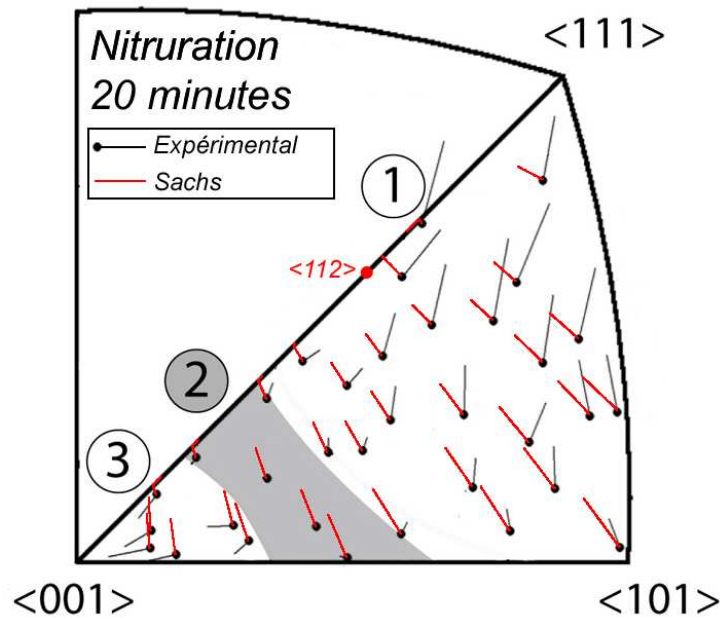


Figure 88: Figure de pôles inverse ND indiquant l'évolution de l'orientation cristallographique après nitruration, expérimentalement (trait noir) et simulé par le modèle de Sachs (traits rouge).

La Figure 88 présente sur une figure de pôles inverse l'évolution des orientations cristallographiques (normale à la surface) d'un ensemble représentatif de grains pour un temps de traitement de 20 minutes. Pour chacun des grains, l'amplitude et la direction de rotation sont représentées par un trait à partir d'un point qui correspond à l'orientation initiale. Les traits noirs donnent la rotation expérimentale tandis que les traits rouges correspondent à la rotation calculée à l'aide du modèle issu de Sachs.

On voit très clairement que les amplitudes et directions calculées sont très éloignées des observations expérimentales. Par la modélisation de Sachs, les orientations évoluent au cours de la déformation pour aller vers l'orientation  $\langle 112 \rangle$ , quelle que soit la région considérée. Or, expérimentalement, nous avons vu qu'il existe deux points de convergence des orientations: vers l'orientation  $\langle 111 \rangle$  pour les grains dont l'orientation initiale est dans la région 1 et vers l'orientation  $\langle 001 \rangle$  pour les grains avec une orientation initiale située dans la région 3.

#### II.D.1.1.7.2. Modèle de Taylor

On tient compte maintenant de la présence des grains voisins par l'intermédiaire de la compatibilité entre les grains et on va donc simuler les rotations cristallographiques à l'aide du modèle de Taylor et de l'analyse de Bishop et Hill [57][56].

Les deux paramètres du modèle sont l'orientation initiale (avant nitruration) et la déformation macroscopique du polycristal (qui dépend des conditions de nitruration).

Comme précédemment, on considère que la déformation dans un grain est la même que la déformation macroscopique.

Les rotations ont été calculées avec ce modèle pour quatre durées de traitement de 20 minutes, 1 heure, 8 heures et 20 heures, ce qui se traduit par quatre amplitudes de déformation: Pour chacune des durées de traitement, plus de 500 grains et donc autant d'orientations cristallographiques ont été considérées.

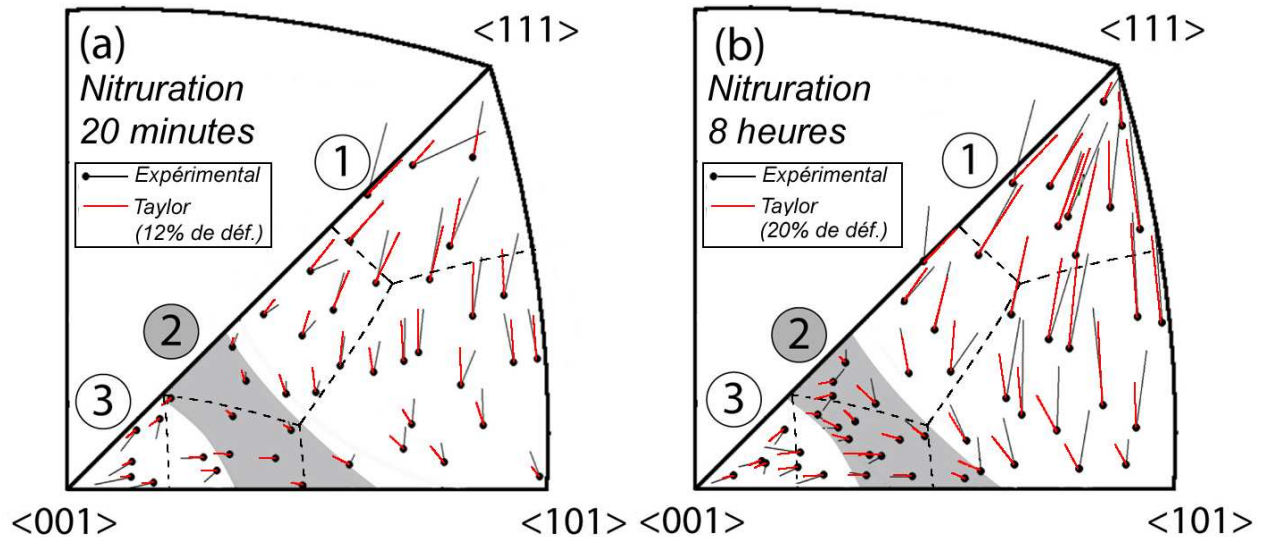


Figure 89: Figures de pôles inverses ND indiquant l'évolution de l'orientation cristallographique après nitruration, expérimentalement (trait noir) et simulé avec le modèle de Taylor (traits rouge).

La Figure 89 présente pour deux durées de traitement l'évolution de l'orientation cristallographique obtenue expérimentalement (trait noir) et avec le modèle de Taylor (trait rouge).

Contrairement au modèle précédent, le modèle de Taylor décrit correctement les directions et amplitudes de rotation. La correspondance est très satisfaisante pour des orientations initiales correspondant aux régions 2 et 3. Dans la région 1, les différences sont plus prononcées, et particulièrement quand l'orientation initiale est proche de  $\langle 101 \rangle$ .

Afin d'analyser plus précisément les différences d'amplitude entre les rotations expérimentales et les rotations calculées, nous avons recherché quelle était la déformation théorique nécessaire pour obtenir les amplitudes expérimentales observées. Pour cela, nous avons d'abord calculé pour chacun des grains la désorientation définie comme la différence entre les orientations expérimentales et théoriques à la surface des grains nitrurés. Sur la Figure 89, la désorientation pour un grain est représentée par l'écart entre les extrémités des

traits noir et rouge. Cette désorientation a été calculée pour plus de 500 grains et la valeur moyenne est tracée sur la Figure 90 en fonction de la déformation utilisée pour le calcul, pour quatre conditions de traitement.

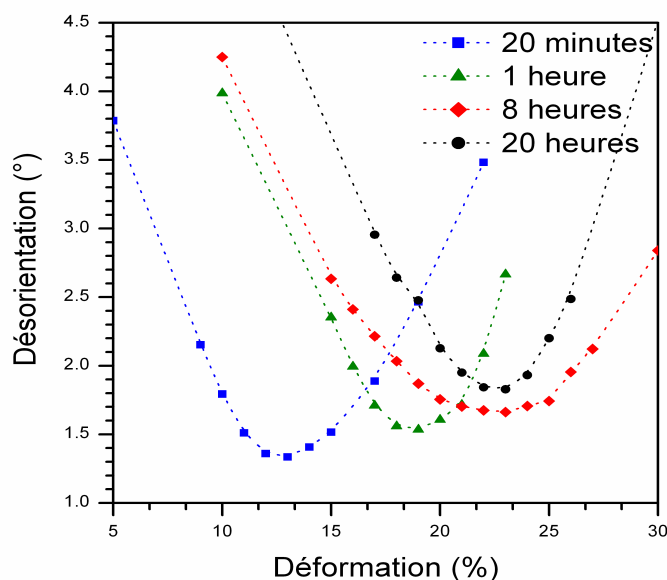


Figure 90: Détermination de la déformation (Taylor) pour quatre durées de traitement.

La déformation théorique la plus adaptée à décrire l'ensemble des rotations cristallographiques correspond à la déformation pour laquelle la désorientation est minimale. Ces valeurs sont reportées dans le Tableau 14.

**Tableau 14 : moyenne minimale des désorientations entre les résultats expérimentaux et ceux issus du modèle de Taylor, et déformation associée, pour les différents temps de traitement.**

Temps de traitement	Déformation la plus adaptée	Désorientation moyenne minimum
<i>20 minutes</i>	13 %	1,3°
<i>1 heures</i>	18,5 %	1,5°
<i>8 heures</i>	23 %	1,7°
<i>20 heures</i>	23 %	1,9°

Les déformations ainsi déterminées augmentent avec le temps de traitement jusqu'à 8 heures de nitruration puis se stabilisent à 23%. Cette évolution est totalement conforme à ce qui est observé expérimentalement sur les rotations en fonction du temps de traitement (II.C.1).

Les valeurs minimales des désorientations moyennes nous renseignent sur la validité du modèle de Taylor pour l'étude des rotations induites par nitruration. Ces valeurs minimales



sont de l'ordre de  $1,5^\circ$ , ce qui reste faible en comparaison des rotations observées qui peuvent être supérieures à  $10^\circ$ .

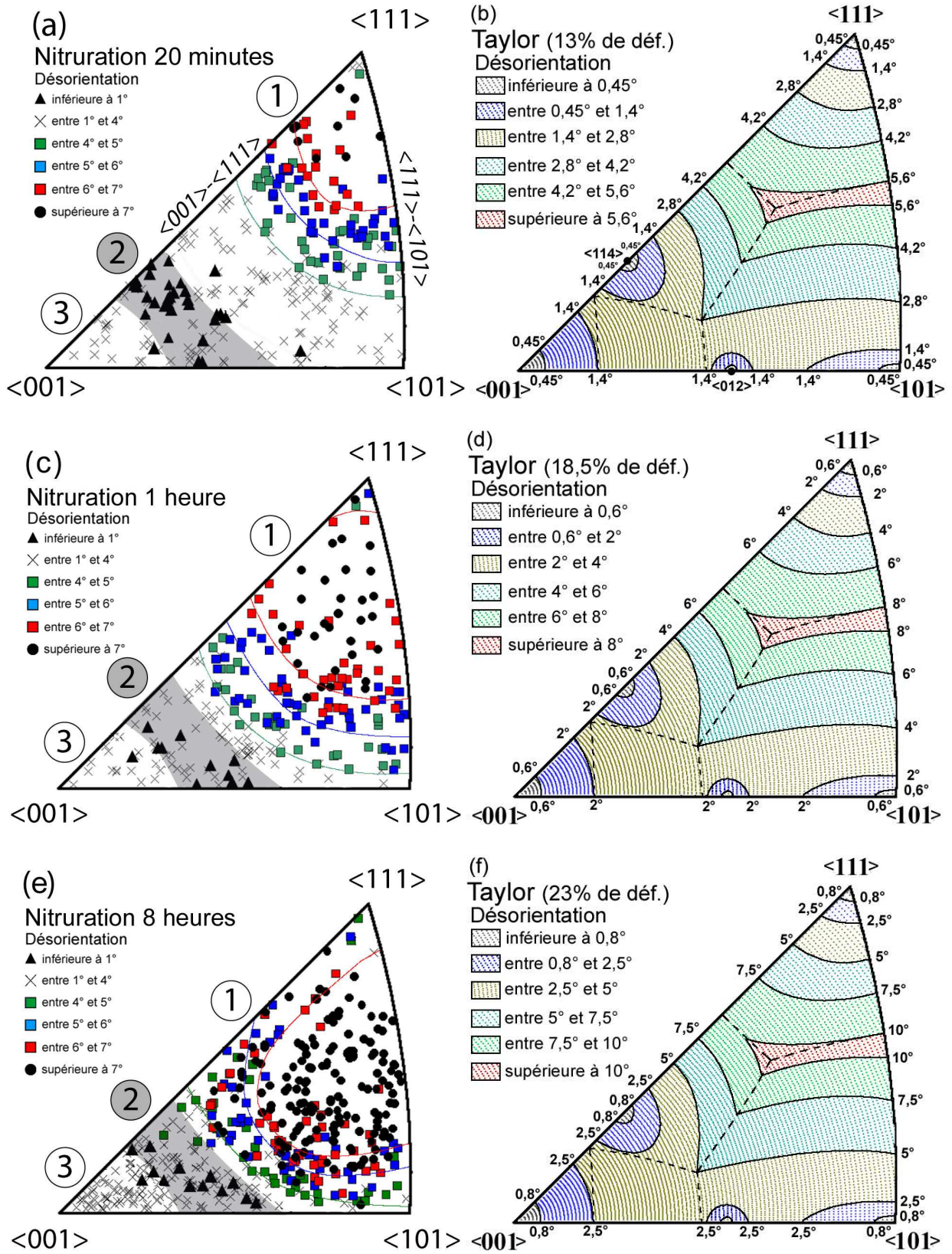


Figure 91: Amplitude des rotations expérimentales et calculées à l'aide du modèle de Taylor pour trois durées de traitement, représenté sur une figure de pôles inverse ND.



Les variations de l'amplitude des rotations en fonction de l'orientation cristallographique initiale sont représentées à l'aide d'une Figure de pôles inverse sur la Figure 91, pour trois durées de nitruration. La colonne de gauche rassemble les résultats expérimentaux (a, c, e) et les valeurs calculées sont dans la colonne de droite (b,d,f). Notons que dans ce mode de représentation les mêmes courbes d'iso-rotation théorique sont utilisées pour décrire les différents domaines dans la figure de pôles inverse pour les trois conditions de nitruration, alors qu'elles ne correspondent pas aux mêmes amplitudes de rotation.

Globalement, les rotations théoriques les plus faibles sont observées dans les régions 2 et 3 tandis que les valeurs les plus élevées correspondent à la région 1, en conformité avec l'expérience. Toutefois, des divergences peuvent être constatées. Expérimentalement, la localisation du maximum d'amplitude des rotations évolue avec le temps de traitement. Pour l'échantillon nitruré 20 minutes, les rotations les plus importantes sont observées pour des orientations proches de  $\langle 111 \rangle$ , ce qui ne correspond pas aux résultats du modèle. En outre, la région 3 n'est pas aussi clairement définie quand on utilise le modèle.

#### *II.D.1.2. Discussion/conclusion.*

Même si des différences existent, on peut considérer que les rotations cristallographiques observées expérimentalement en surface des échantillons sont correctement prédites avec celles déterminées avec une approche de type Taylor. On peut en conclure que ces rotations ont pour origine principale des phénomènes de plasticité associés à du glissement multiple dans l'ensemble des grains. La modélisation par l'utilisation d'un modèle similaire à celui de Sachs est inappropriée car la considération d'un unique système de glissement ne permet pas d'assurer la compatibilité des déformations entre les grains.

Les rotations observées sont en relativement bon accord avec une déformation importante axisymétrique suivant la normale à la surface. A partir des observations expérimentales, nous avons montré que la surface des échantillons est déformée essentiellement suivant la normale à la surface. En effet, un gonflement important est observé en surface (II.B.4.2) tandis que la morphologie des grains dans le plan de la surface nitrurée est inchangée. Les traces de glissement observées correspondent de fait à une déformation suivant la normale à la surface.

De telles évolutions des orientations cristallographiques ont déjà été observées pour de nombreux polycristaux de structure cubique soumis à des déformations importantes, comme l'aluminium et de cuivre [71][72][73].

A notre connaissance, ces évolutions n'avaient pas été observées sur le 316L. En effet le 316L présente plus généralement un seul (quelquefois deux) système(s) actif(s) au cours d'une déformation de type axisymétrique et cela même pour des déformations macroscopiques relativement importantes. La question se pose donc de savoir pourquoi de telles rotations cristallographiques sont observées au cours du traitement de nitruration. Différents faits expérimentaux peuvent être rappelés afin de répondre à cette question. Tout d'abord le traitement est effectué à 400°C, une température assez élevée pour favoriser les glissements déviés [58][59]. De plus la présence d'azote, même en faible quantité, dans le 316L est un facteur favorisant le glissement multiple [74].

Un autre paramètre pourrait également jouer un rôle important dans la compréhension de telles rotations. La déformation qui s'applique au cours du traitement n'a pas « d'origine » macroscopique. Elle est directement induite par l'insertion d'azote sur plusieurs microns, cette déformation est donc très homogène à l'échelle atomique, dans l'épaisseur traitée. Généralement les rotations cristallographiques expérimentales issues de l'application d'une déformation macroscopique présentent une dispersion importante [71], qu'on associe à la présence des grains voisins. Dans notre cas, les dispersions sont plutôt faibles (II.C.1.3), ce qui pourrait résulter du caractère très homogène de la déformation induite par le traitement à l'échelle microscopique, le phénomène étant « localisé » dans les couches traitées.

## II.D.2. De la cristallographie au gonflement

Les résultats obtenus en diffraction des rayons X (II.B.3) ont pu mettre en évidence une augmentation des distances entre les plans atomiques parallèles à la surface de l'ordre de 9 % après traitement de nitruration. Cependant les rotations cristallographiques observées en surface correspondent à des déformations de l'ordre de 20 % quand on utilise le modèle de Taylor. Ces observations ne semblent pas compatibles. Pour tenter de lever cette ambiguïté, nous avons élaboré un modèle simple qui donne un début d'explication.

Grâce à la technique plasma qui est utilisée, la nitruration s'effectue sans pulvérisation de la surface des échantillons traités, ce qui conduit à un gonflement en surface de la couche nitrurée. Nous nous proposons d'utiliser un modèle simple pour calculer théoriquement ce gonflement à partir des profils d'azote dans la couche nitrurée.

### II.D.2.1. Principe du modèle

On note Oz la direction normale à la surface d'un grain d'orientation donnée. On considère dans ce grain un volume élémentaire  $\Delta V = \Delta x \Delta y \Delta z$  avant nitruration qui est tout entier compris dans la zone nitrurée après nitruration. Après l'insertion d'azote dans les sites octaédriques, chacune des arêtes de ce parallélépipède rectangle est modifiée respectivement de  $\delta x$ ,  $\delta y$  et  $\delta z$  (Figure 92.a). Le volume  $\Delta V_E$  après insertion d'azote est donné par :

$$\begin{aligned} \Delta V_E &= (\Delta x + \delta x)(\Delta y + \delta y)(\Delta z + \delta z) = \Delta x \Delta y \Delta z \times \left(1 + \frac{\delta x}{\Delta x}\right) \left(1 + \frac{\delta y}{\Delta y}\right) \left(1 + \frac{\delta z}{\Delta z}\right) \\ &= \Delta V (1 + E_x)(1 + E_y)(1 + E_z) \end{aligned} \quad \text{Eq. 29}$$

où  $E_x = \delta x / \Delta x$ ,  $E_y = \delta y / \Delta y$  et  $E_z = \delta z / \Delta z$  sont les expansions relatives suivant les trois directions.

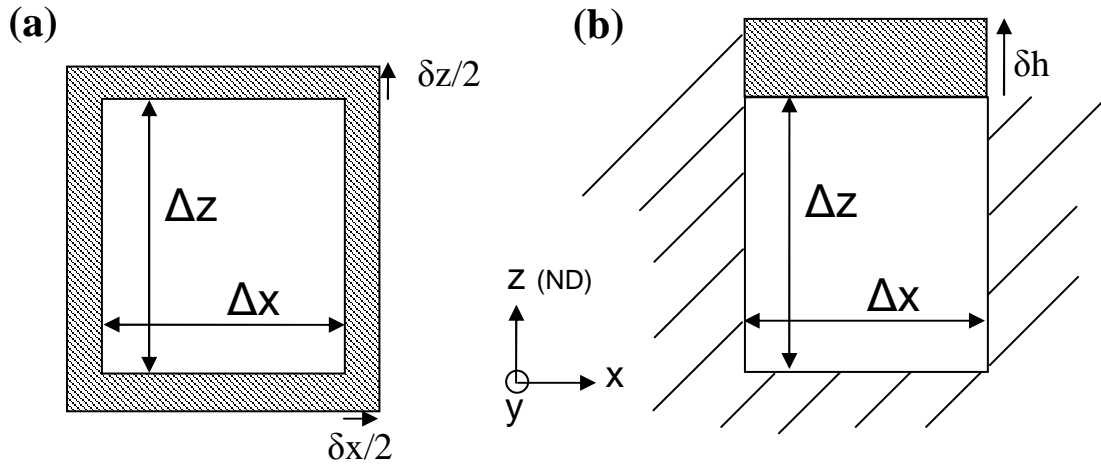


Figure 92: schéma du modèle utilisé : (a) expansion d'un volume non confiné par insertion d'azote, (b) la même expansion quand le volume est confiné suivant les directions x et y.

Mais la présence des autres grains interdit une augmentation de la surface  $\Delta x \Delta y$ . Expérimentalement on constate que la forme 2D des grains est inchangée après nitruration (II.B.5) ce qui indique qu'aucune expansion notable ne se produit parallèlement à la surface. Dès lors, le volume  $\Delta V_E$  qui provient de la dilatation de la maille cristalline de la matrice ne peut être obtenu que par une expansion  $\delta h$  dans la direction normale à la surface (Figure 92.b). On peut alors écrire :

$$\Delta x \Delta y (\Delta z + \delta h) = \Delta x \Delta y \Delta z (1 + E_x)(1 + E_y)(1 + E_z) \quad \text{Eq. 30}$$

On en déduit le gonflement relatif  $\Gamma$  du volume considéré:

$$\Gamma = \frac{\delta h}{\Delta z} = (1 + E_x)(1 + E_y)(1 + E_z) - 1 \quad \text{Eq. 31}$$

Pour aller plus loin, il nous faut trouver les expressions des expansions relatives  $E_x$ ,  $E_y$  et  $E_z$ .

#### II.D.2.1.1. Détermination des expansions induites par la nitruration

Nous utilisons la relation linéaire entre le paramètre de maille de la phase  $\gamma_N$  et la concentration en azote (Eq. 1) proposée par Christiansen et al. [28] avec un coefficient d'expansion  $\alpha = 9 \times 10^{-4} \text{ nm} / \% .at$  pour le 316L [28].

Il convient de noter que les valeurs des paramètres de maille ainsi calculées ne tiennent pas compte des contraintes de compressions résiduelles dans la couche nitrurée.

L'expansion relative  $A$  du paramètre de maille de la phase  $\gamma$  est alors:

$$A = \frac{\alpha}{a_\gamma} C_N \quad \text{Eq. 32}$$

Ce serait aussi l'expansion relative de chacune des arêtes du parallélépipède de volume  $\Delta V$  si la dilation était autorisée dans toutes les directions ( $E_x=E_y=E_z=A$ ). On peut alors écrire le gonflement sous la forme simplifiée suivante:

$$\Gamma = (1+A)^3 - 1 \quad \text{Eq. 33}$$

Dès lors, il est possible d'estimer le gonflement des grains à partir du seul profil d'azote dans les grains, qui dépend de leur orientation.

#### II.D.2.1.2. Prise en compte des contraintes résiduelles de compression

L'introduction d'azote dans la maille induit des contraintes importantes dans la couche nitrurée (II.B.3.5) qui sont en partie relaxées par plasticité. Les contraintes résiduelles sont de quelques GPa et elles ont pour conséquence une déformation élastique du volume élémentaire dans la phase nitrurée. Une représentation simple de ces contraintes résiduelles consiste en des contraintes de compression biaxiales, parallèles à la surface. Ces contraintes de compression induisent des déformations du volume élémentaire qui dépendent de l'orientation des plans cristallographiques qui le constituent. Ces dépendances sont données dans le cas du modèle d'interaction entre grains de Reuss par l'équation suivante [75]:

$$\varepsilon_\Psi^{hkl} = 2 S_{hkl}^{(1)} \sigma + \frac{1}{2} S_{hkl}^{(2)} \sigma \sin^2 \Psi_{hkl} \quad \text{Eq. 34}$$

où  $S_{hkl}^{(1)}$  et  $S_{hkl}^{(2)}$  sont les constantes élastiques radiocristallographiques,  $\Psi_{hkl}$  l'angle entre la normale au plan (hkl) et la normale à la surface de l'échantillon et  $\varepsilon_\Psi^{hkl}$  la déformation élastique suivant la direction  $\langle hkl \rangle$  induite par une contrainte biaxiale  $\sigma$  (Figure 93).

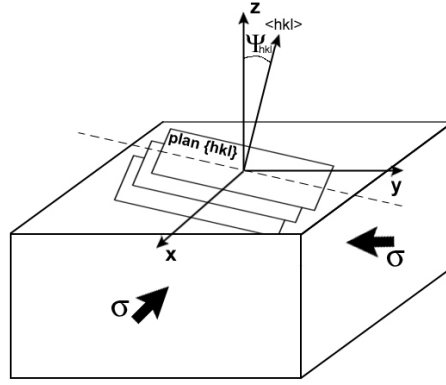


Figure 93: Représentation de l'angle  $\Psi_{hkl}$  dans la base associée à l'échantillon (x,y,z).

Les constantes élastiques radiocristallographiques sont reliées aux constantes élastiques  $S_{11}$ ,  $S_{12}$  et  $S_{44}$  du matériau par:

$$\begin{aligned}
 S_{hkl}^{(1)} &= S_{12} + \left[ (S_{11} - S_{12}) - \frac{S_{44}}{2} \right] A_{hkl} \text{ et} \\
 S_{hkl}^{(2)} &= 2(S_{11} + S_{12} - 3 \left[ (S_{11} - S_{12}) - \frac{S_{44}}{2} \right] A_{hkl}) \\
 \text{avec } A_{hkl} &= \frac{h^2 k^2 + h^2 l^2 + k^2 l^2}{(h^2 + k^2 + l^2)^2}
 \end{aligned} \tag{Eq. 35}$$

où  $A_{hkl}$  est un facteur d'orientation.

A partir de ces relations, on obtient pour un grain d'orientation donnée les déformations de la phase  $\gamma_N$  induites par les contraintes résiduelles de compression. La déformation élastique (positive) selon la normale à la surface (direction z) est notée  $\epsilon_{\perp}^{hkl}$  et elle est obtenue en prenant  $\Psi_{hkl}=0$  :

$$\epsilon_{\perp}^{hkl} = 2 S_{hkl}^{(1)} \sigma \tag{Eq. 36}$$

Les déformations (négatives) suivant les directions x et y sont plus difficiles à déterminer. Ce sont les « déformations » des plans perpendiculaires à la surface des grains d'orientation  $\langle hkl \rangle$  et on peut les estimer à l'aide de l'équation 34 avec  $\Psi_{hkl}=90^\circ$ . Cependant, la détermination de l'orientation des plans perpendiculaires à la surface n'est pas si simple. Prenons à titre d'exemple un grain d'orientation  $\langle 001 \rangle$  dont les plans parallèles à la surface sont des plans  $\{001\}$ . Il possède des plans  $\{001\}$  perpendiculaires à la surface ainsi que tous les plans  $\{hk0\}$ . Pour simplifier, on ne prendra que les constantes élastiques cristallographiques correspondant aux plans  $\{001\}$  et on notera  $\epsilon_{//}^{001}$  la déformation élastique:

$$\varepsilon_{//}^{001} = 2 S_{001}^{(1)} \sigma + \frac{1}{2} S_{001}^{(2)} \sigma \quad \text{Eq. 37}$$

Si on considère un grain d'orientation  $\langle 111 \rangle$ , il n'existe pas de plans  $\{111\}$  perpendiculaires à la surface. Cependant, certains des plans  $\{011\}$  sont perpendiculaires à la surface et pour estimer la déformation élastique  $\varepsilon_{//}^{111}$  parallèlement à la surface, on prendra:

$$\varepsilon_{//}^{111} = 2 S_{011}^{(1)} \sigma + \frac{1}{2} S_{011}^{(2)} \sigma \quad \text{Eq. 38}$$

Comme précédemment, on va d'abord considérer l'expansion du volume  $\Delta V$  sans tenir compte du confinement (mais avec des contraintes biaxiales de compression). Puis on écrira que la variation de volume ne se fait que par l'expansion dans la direction Oz pour trouver le gonflement.

L'expansion relative suivant z est maintenant notée  $E_{\perp}^{hkl}$  tandis que les expansions relatives suivant x et y, qui sont égales, sont représentées par l'expansion relative parallèle à la surface  $E_{//}^{hkl}$ . Ces expansions relatives sont obtenues en ajoutant à l'expression sans contraintes résiduelles un terme qui traduit l'effet élastique de ces contraintes :

$$\begin{aligned} E_{\perp}^{hkl} &= \frac{\delta z + \varepsilon_{\perp}^{hkl} (\Delta z + \delta z)}{\Delta z} = A + \varepsilon_{\perp}^{hkl} + A \varepsilon_{\perp}^{hkl} \\ E_{//}^{hkl} &= \frac{\delta z + \varepsilon_{//}^{hkl} (\Delta z + \delta z)}{\Delta z} = A + \varepsilon_{//}^{hkl} + A \varepsilon_{//}^{hkl} \end{aligned} \quad \text{Eq. 39}$$

Si on considère maintenant qu'il n'est pas possible d'avoir une expansion parallèlement à la surface et que celle-ci se fait entièrement vers la surface, la nouvelle expression du gonflement relatif  $\Gamma^{hkl}$  pour un grain orienté  $\langle hkl \rangle$  est :

$$\Gamma^{hkl} = (1 + E_{\perp}^{hkl})(1 + E_{//}^{hkl})^2 - 1 \quad \text{Eq. 40}$$



### II.D.2.2. Discussion du modèle

Cette schématisation simplifiée du gonflement requiert plusieurs hypothèses. Comme indiqué précédemment, on considère qu'il n'y a pas d'expansion parallèlement à la surface. Cette hypothèse repose sur la constatation expérimentale (imagerie MEB) que la morphologie des grains dans le plan de la surface n'est pas modifiée par le traitement de nitruration. L'expansion ne se produit que dans la direction normale à la surface de l'échantillon, qui est une surface mécaniquement libre.

Une seconde hypothèse concerne l'influence des contraintes sur l'insertion de l'azote. Dans ce modèle, on a supposé que dans une première étape, l'insertion d'azote qui produit la dilatation de la maille, se faisait en l'absence de contraintes résiduelles. Dans une deuxième étape indépendante, on a pris en compte les contraintes résiduelles pour calculer une déformation élastique du volume préalablement expansé. En réalité, tout se déroule de manière concomitante, les contraintes se développant tandis que l'azote est inséré.

On considère également que le coefficient de dilatation  $\alpha$  est indépendant de la concentration d'azote. Or Christiansen et al. [28] ont montré que si la relation entre la dilatation et la concentration peut toujours être décrite par une relation linéaire, le coefficient de proportionnalité  $\alpha$  est plus faible pour des concentrations inférieures à 13%.at. Comme le profil d'azote dans un grain présente un front rapidement décroissant à partir de cette concentration, cette variation de  $\alpha$  avec la concentration a très probablement un effet négligeable sur le calcul du gonflement.

Les joints de grains ne sont pas perpendiculaires à la surface. Comme les profils et les contraintes résiduelles varient d'un grain à l'autre, on a des « interactions » aux joints de grains. Czerwicz et al.[76] ont montré qu'il apparaît des discontinuités de déformation aux joints de grain. Cependant, comme on va mesurer le gonflement à partir de la position moyenne de la surface des grains, c'est-à-dire en faisant abstraction de ce qui se passe aux joints de grains, on peut utiliser un modèle qui n'en tient pas compte.

Afin de calculer les effets des contraintes résiduelles, il est nécessaire de connaître les constantes élastiques de la phase  $\gamma_N$ . Puisqu'elles ne sont pas connues, la plupart des auteurs utilisent celles de la matrice 316L. Nous montrerons à partir de mesures de dureté par nanoindentation que les modules élastiques d'indentation de la phase  $\gamma_N$  diffèrent de ceux de la matrice 316L (III.A.2), l'anisotropie élastique étant inversée après nitruration. La phase étudiée la plus similaire à la phase  $\gamma_N$  est la phase  $\text{Fe}_4\text{N}$  qui présente également un anisotropie élastique inversée par rapport à celle d'un acier austénitique. Les valeurs des

constantes élastiques ainsi que les modules d'élasticité pour les orientations  $\langle 111 \rangle$  et  $\langle 001 \rangle$  sont données dans le tableau ci-dessous pour l'acier 316L et la phase  $\text{Fe}_4\text{N}$ :

**Tableau 15 : constantes élastiques du 316L [77] et de la phase  $\text{Fe}_4\text{N}$  [78]. Modules élastiques des grains d'orientations  $\langle 001 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$  pour le 316L et la phase  $\text{Fe}_4\text{N}$ .**

	$S_{11}$ ( $10^{-3}\text{GPa}^{-1}$ )	$S_{12}$ ( $10^{-3}\text{GPa}^{-1}$ )	$S_{44}$ ( $10^{-3}\text{GPa}^{-1}$ )	$E_{\langle 001 \rangle}$ (GPa)	$E_{\langle 111 \rangle}$ (GPa)
<b>316L</b>	10,7	-4,25	8,6	93	278
<b><math>\text{Fe}_4\text{N}</math></b>	4,43	-1,35	21,7	230	130

Dans un article récent, Christiansen et Somers [79] ont montré qu'il existe un profil de contraintes résiduelles dans l'austénite expansée obtenue par carburation d'un acier 316L. Cependant, afin de ne pas compliquer inutilement le modèle, on considèrera des contraintes résiduelles constantes dans la couche nitrurée. Le niveau de ces contraintes dépend du temps de traitement comme cela a été montré au chapitre III (III.B.5).

### II.D.2.3. Premiers résultats

Le Tableau 16 présente les résultats des calculs du gonflement suivant les valeurs des paramètres utilisés, pour les deux orientations caractéristiques  $\langle 111 \rangle$  et  $\langle 001 \rangle$ . Les calculs ont été faits dans un premier temps sans tenir compte des contraintes résiduelles de compression puis en tenant compte de ces contraintes avec les coefficients d'élasticité du 316L puis de  $\text{Fe}_4\text{N}$ .

On obtient un gonflement  $\Gamma$  de 24,3% si on prend une concentration d'azote constante égale à 30%.at. Cette concentration correspond à celle observée en moyenne en surface des éprouvettes nitrurées pendant plus d'une heure. Quand on tient compte des contraintes résiduelles de compression (-2 GPa), les résultats sont peu modifiés, quel que soit le choix des constantes d'élasticité, même si les déformations  $\varepsilon_{\perp}^{hkl}$  et  $\varepsilon_{\parallel}^{hkl}$  présentent des différences notables. On constate qu'avec les constantes élastiques du 316L, on obtient une déformation plus importante pour les orientations  $\langle 001 \rangle$  que pour les orientations  $\langle 111 \rangle$ . On obtient un effet inverse avec les constantes élastiques de la phase  $\text{Fe}_4\text{N}$ , en relation directe avec l'inversion de l'anisotropie des constantes d'élasticité entre les deux phases.

**Tableau 16 : Résultats du modèle pour les différents paramètres considérés. A : expansion relative du paramètre de maille (Eq.32),  $\Gamma$  : gonflement relatif sans contrainte (Eq.31),  $\varepsilon_{\perp}^{hkl}$  : déformation élastique selon la normale à la surface induite par les contraintes résiduelles (Eq.36),  $\varepsilon_{//}^{hkl}$  : déformation élastique dans le plan de surface induite par les contraintes résiduelles (Eq.37-38),  $\Gamma^{hkl}$  : gonflement relatif avec prise en compte des contraintes résiduelles (Eq.40).**

	Sans contrainte		Constantes élastiques 316L			Constantes élastiques Fe <sub>4</sub> N		
	A (%)	$\Gamma$ (%)	$\varepsilon_{\perp}^{hkl}$ (%)	$\varepsilon_{//}^{hkl}$ (%)	$\Gamma^{hkl}$ (%)	$\varepsilon_{\perp}^{hkl}$ (%)	$\varepsilon_{//}^{hkl}$ (%)	$\Gamma^{hkl}$ (%)
	<b>Concentration en azote : 30%.at.</b>							
<b>&lt;001&gt;</b>	7,5	<b>24,3</b>	1,7	-1,3	<b>23,2</b>	0,54	-0,6	<b>23,5</b>
<b>&lt;111&gt;</b>	7,5	<b>24,3</b>	0,3	-0,7	<b>22,7</b>	1,2	-0,9	<b>23,6</b>
	<b>Concentration en azote : 13%.at.</b>							
<b>&lt;001&gt;</b>	3,3	<b>10,1</b>	1,7	-1,3	<b>9,1</b>	0,54	-0,6	<b>9,3</b>
<b>&lt;111&gt;</b>	3,3	<b>10,1</b>	0,3	-0,7	<b>9,7</b>	1,2	-0,9	<b>9,5</b>

Un calcul effectué avec une concentration de 13 %at montre que l'effet des contraintes résiduelles est aussi peu marqué pour les faibles valeurs de concentration.

Dans la suite de cette partie, on utilisera les constantes d'élasticité de la phase Fe<sub>4</sub>N qui semblent plus appropriées pour la description de la phase  $\gamma_N$  ainsi que des contraintes de compression moyenne variant entre 1,5 et 3 GPa. Ces dernières proviennent de calculs effectués dans la partie III.B.5. Clairement ces calculs montrent que l'évaluation directe du gonflement  $\Gamma$  sans tenir compte des contraintes résiduelles ne fait que surestimer très légèrement le gonflement.

#### II.D.2.4. Gonflement moyen.

Afin de confronter le modèle aux données expérimentales, il faut tenir compte du profil de concentration en azote dans la couche nitrurée. On calcule alors le gonflement d'une tranche d'un grain puis le gonflement total de la couche nitrurée.

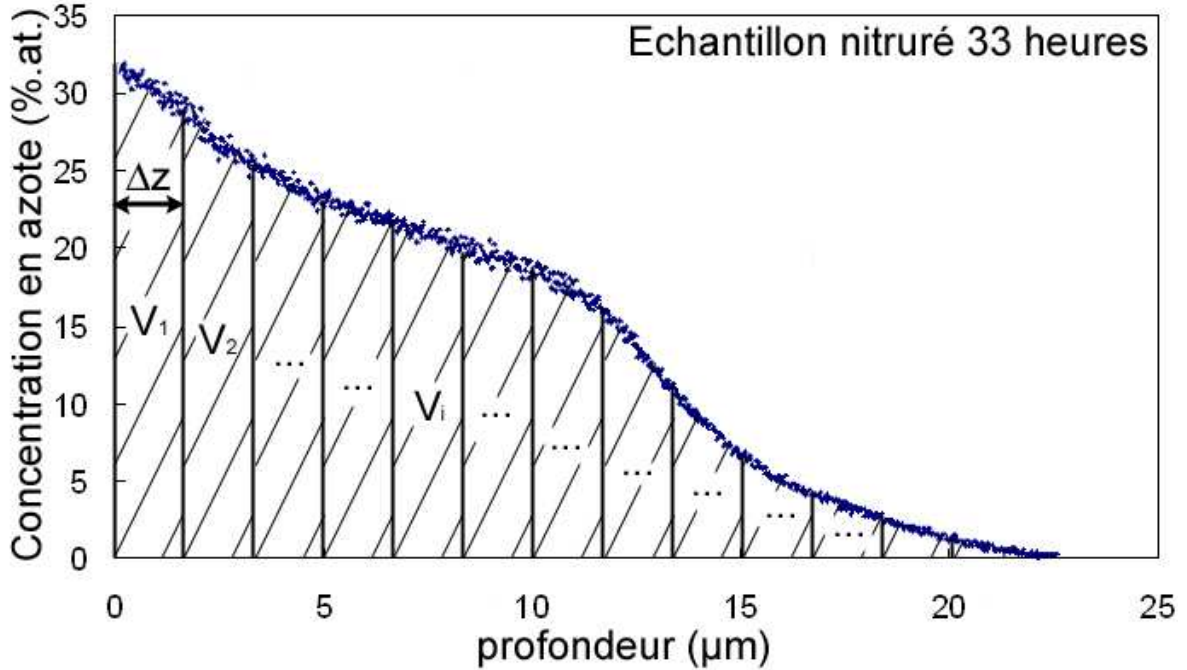


Figure 94: Principe de la détermination du gonflement totale à partir du profil en azote d'un échantillon nitruré 33 heures.

Pour obtenir les gonflements moyens, c'est-à-dire sans tenir compte de la variation de profil d'un grain à l'autre, on a utilisé les profils obtenus par SDL ou NRA qui correspondent à une moyenne sur un grand nombre de grains.

On définit un pas  $\Delta Z$  qui permet de diviser l'ensemble du profil en « tranches » de même épaisseur. Une illustration est donnée sur la Figure 94 pour un échantillon nitruré 33 heures. Le pas  $\Delta Z$  est le même que celui qui est associé aux mesures SDL, de l'ordre de 100 nm. A chaque tranche correspond une concentration moyenne  $C_i$  en azote et le gonflement est donné par l'équation suivante:

$$\Gamma_i = \sum_i \Gamma(C_i) \Delta Z \quad \text{Eq. 41}$$

où  $\Gamma(C_i)$  est le gonflement relatif défini par l'Eq. 33.

Le principe du calcul est représenté sur la Figure 95.

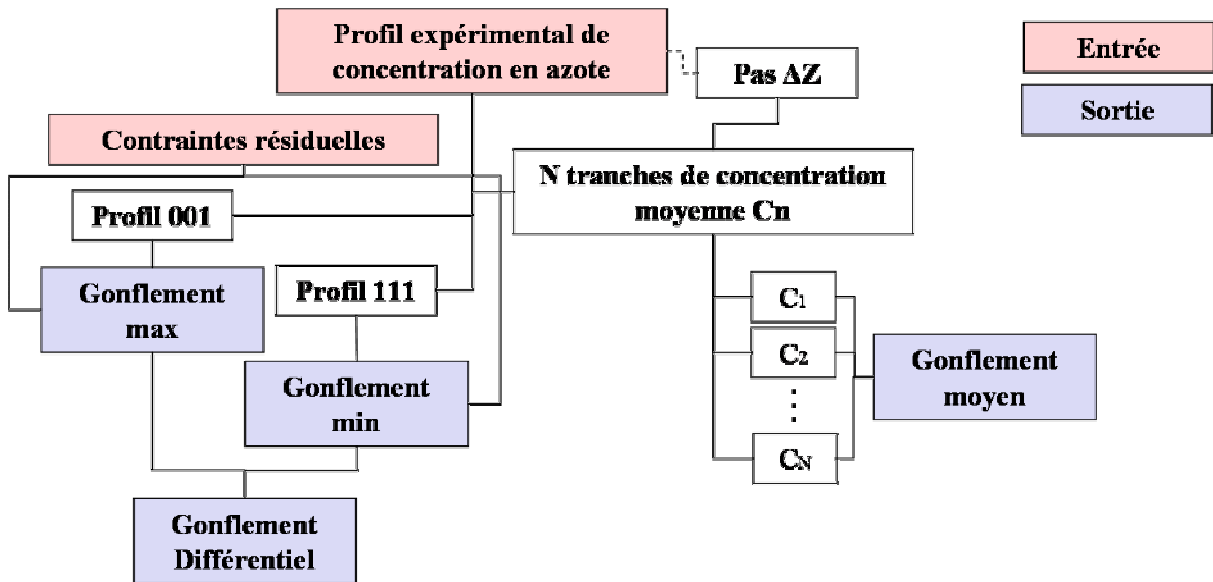


Figure 95 : Synoptique des différentes étapes de calcul des gonflements moyen,max,min et différentiel.

Les gonflements  $\Gamma_i$  ont tout d'abord été calculés pour les échantillons nitrurés de 1 heure à 33 heures, sans tenir compte des contraintes de compressions résiduelles. Le gonflement « moyen » ainsi calculé est donc très légèrement surestimé,

La Figure 96 présente les gonflements déduits du modèle ainsi que le gonflement moyen déterminé expérimentalement à partir des mesures de profilométrie (II.B.4.2).

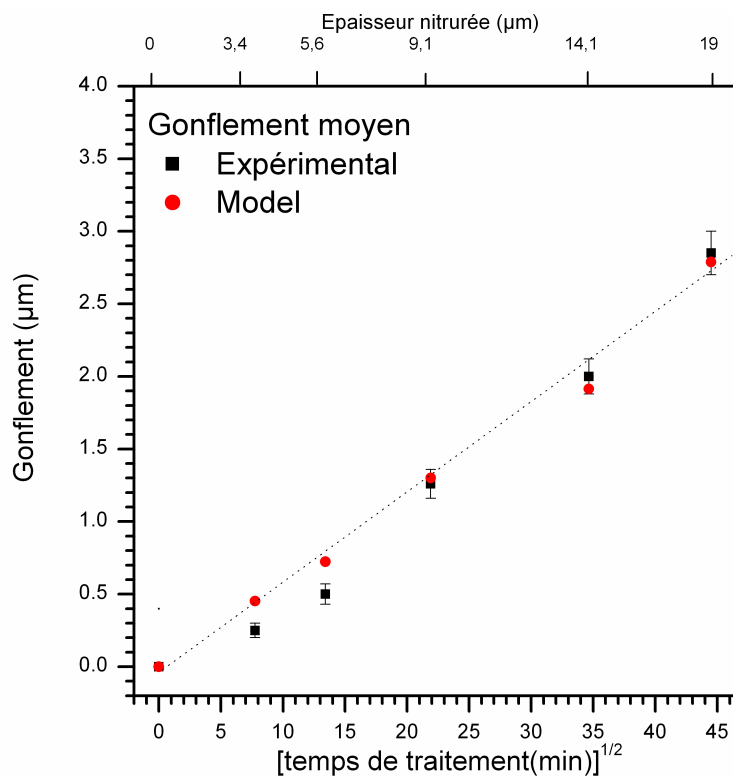


Figure 96: Gonflement moyen obtenu expérimentalement (Figure 35) et à partir du modèle en fonction de la durée du traitement.

On constate un accord très satisfaisant entre les résultats donnés par le modèle et les résultats expérimentaux, surtout pour les durées de traitement supérieures à 3 heures. Pour les durées égales ou inférieures à 3 heures, le modèle surestime légèrement les valeurs du gonflement.

Afin de vérifier que les contraintes résiduelles de compression dans la couche nitrurée influencent peu le gonflement total calculé avec le modèle proposé, celui-ci a été calculé en utilisant l'expression  $\Gamma^{hkl}$  (Eq. 40) et les contraintes résiduelles de compression associées aux différents temps de traitement. Les calculs ont été faits dans l'hypothèse où tous les grains avaient la même orientation, soit  $\langle 001 \rangle$  ou  $\langle 111 \rangle$  et ils sont donnés dans le Tableau 17 par comparaison avec le gonflement  $\Gamma_t$  calculé sans contraintes.

**Tableau 17 : influence des contraintes résiduelles de compression sur le gonflement totale.  $\Gamma_t$  : gonflement total sans prise en compte des contraintes résiduelles,  $\Gamma_t^{001}$  : gonflement totale avec prise en compte des contraintes résiduelles pour les grains d'orientation  $\langle 001 \rangle$ ,  $\Gamma_t^{111}$  : gonflement totale avec prise en compte des contraintes résiduelles pour les grains d'orientation  $\langle 111 \rangle$ . Artificiellement pour un temps de traitement donné, les mêmes profils sont considérés pour le calcul des différents gonflements.**

Temps de traitement	$\Gamma_t$ ( $\mu m$ )	$\Gamma_t^{001}$ ( $\mu m$ )	$\Gamma_t^{111}$ ( $\mu m$ )
1 heures	0,452	0,448	0,449
3 heures	0,723	0,732	0,730
8 heures	1,351	1,338	1,341
20 heures	1,915	1,903	1,906
33 heures	2,789	2,726	2,783

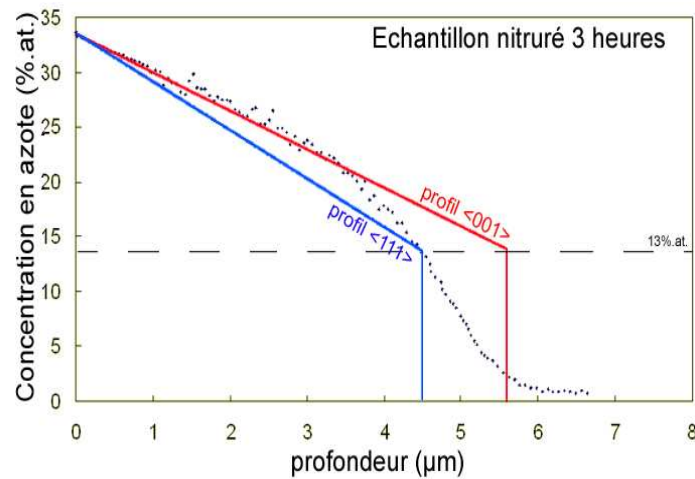
Ces calculs ne peuvent être directement comparés aux résultats expérimentaux car le profil d'azote dans les grains  $\langle 111 \rangle$  n'est pas le même que celui présent dans les grains  $\langle 001 \rangle$ . Malgré tout, ils permettent de constater que les contraintes résiduelles n'ont pas d'effet significatif sur le gonflement total.

#### II.D.2.5. Gonflement maximal, minimal et différentiel

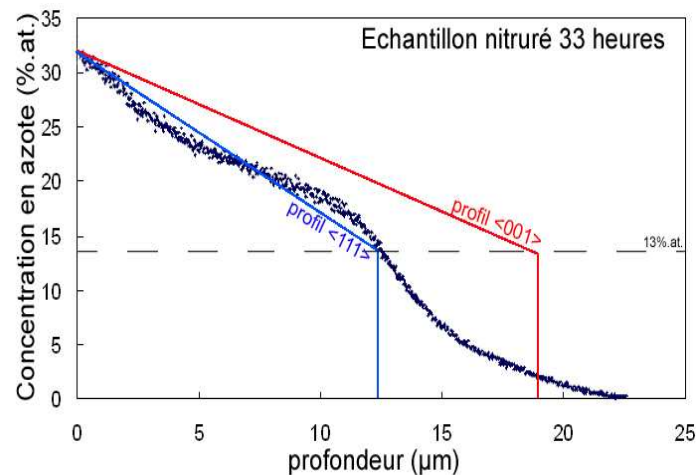
On a montré expérimentalement que l'épaisseur de la zone nitrurée est la plus grande dans les grains d'orientation  $\langle 001 \rangle$  et la plus faible dans les grains d'orientation  $\langle 111 \rangle$  (II.C.2.1). Cela se traduit par un gonflement des grains  $\langle 001 \rangle$  plus important que celui des grains  $\langle 111 \rangle$ . En d'autres termes, on observe un gonflement différentiel à la surface des échantillons nitrurés et nous allons voir s'il peut être décrit par le modèle proposé.

Pour cela, il est nécessaire d'estimer à partir des profils SDL et NRA les profils de concentration en azote dans les grains d'orientation  $\langle 001 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$ , pour les différents temps de traitement.

Pour simplifier, en s'appuyant sur les résultats expérimentaux de Martinavicius et al.[49], on choisit de décrire le profil de concentration dans un grain d'orientation donnée par une décroissance linéaire à partir de la concentration en surface (déduite des profils NRA) jusqu'à une concentration de 13 %at. Cette concentration de 13%at correspond au début de la décroissance rapide sur les profils expérimentaux obtenus avec le même type de traitement sur des monocristaux de 316L [80][81]. Nous négligerons l'épaisseur sur laquelle se produit cette décroissance rapide en écrivant que la concentration passe brusquement de 13 %at. à zéro (Figure 97).



(a)



(b)

Figure 97: Modélisation simplifiée des profils d'azote dans les grains d'orientation  $\langle 001 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$  pour deux temps de traitement.



Pour estimer l'épaisseur de la zone nitrurée dans les grains  $\langle 001 \rangle$ , nous avons pris sur les profils SDL la profondeur correspondant à une concentration en azote de 2%.at. En effet, la fin des profils SDL correspond aux grains pour lesquels la diffusion est la plus importante. Pour les grains d'orientation  $\langle 111 \rangle$ , nous avons pris la limite à 13%.at. C'est une estimation assez grossière mais il ne semble pas utile d'avoir des valeurs plus précises, ce qui nécessiterait de faire une statistique sur des images MEB de coupes transverses pour chacune des conditions de traitement. Si cela s'avérait nécessaire, on pourrait aussi modéliser l'effet de l'orientation en s'appuyant sur les travaux de He et al. [50] qui ont montré qu'on pouvait relier l'épaisseur de la zone nitrurée et le paramètre  $A_{hkl}$ .

A partir des estimations précédentes, le gonflement total a été calculé à partir du modèle pour les grains  $\langle 111 \rangle$  et  $\langle 001 \rangle$ . Même si les effets sont du second ordre, les contraintes résiduelles de compression ont été prises en compte dans le calcul.

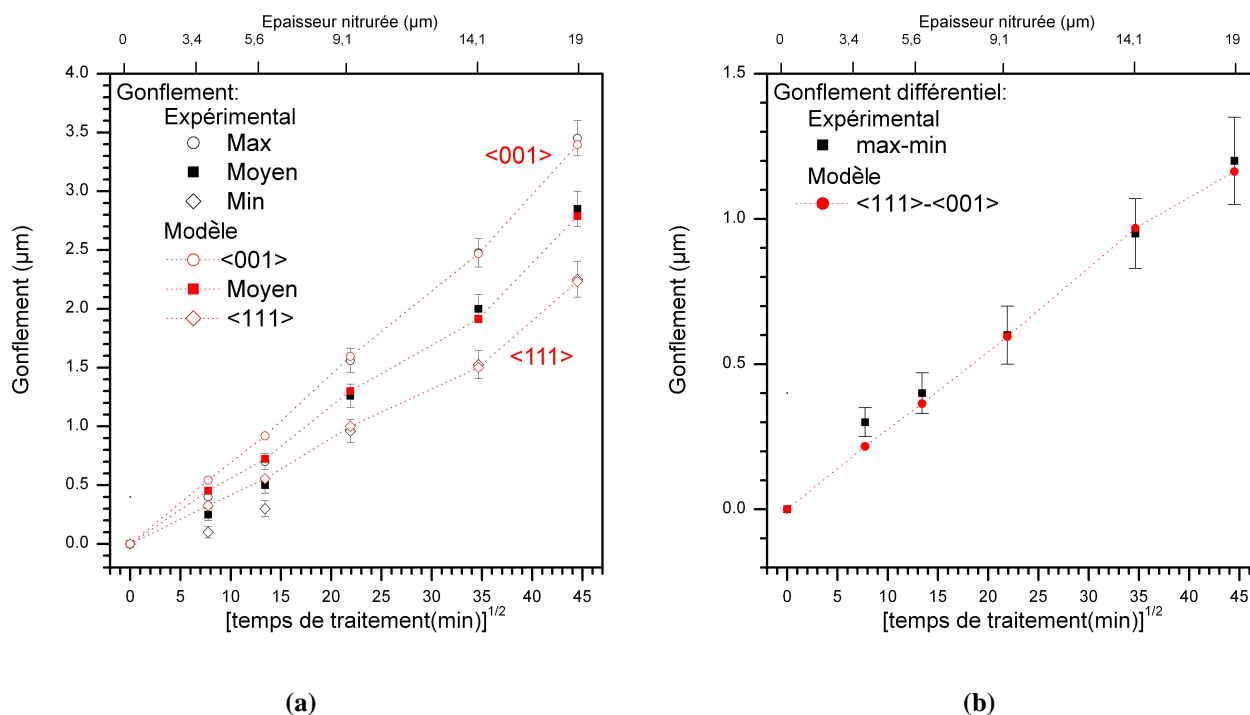


Figure 98 : (a) Gonflement total dans les grains d'orientation  $\langle 111 \rangle$  et  $\langle 001 \rangle$  en fonction du temps de traitement. (b) Différence entre le gonflement total dans les grains d'orientation  $\langle 001 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$  en fonction du temps de traitement. Les différents gonflements expérimentaux (moyen, maximum et minimum) sont reportés à titre de comparaison (II.B.4.2).

La Figure 98.a présente les gonflements obtenus à l'aide du modèle, pour les différents temps de traitement dans les grains d'orientation  $\langle 001 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$ , qui sont les orientations pour lesquelles le gonflement est respectivement maximal et minimal. Dès lors il est justifié de les comparer aux gonflements expérimentaux (II.B.4.2). On constate, comme pour le gonflement moyen, un bon accord entre les valeurs calculées et les valeurs expérimentales

quand le temps de traitement est supérieur à 3 heures. Les valeurs du gonflement sont légèrement surestimées par le modèle pour les temps de traitement plus courts.

La Figure 98.b présente les différences des gonflements (gonflement différentiel) entre les grains d'orientation  $\langle 001 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$  obtenus à partir du modèle ainsi que les valeurs expérimentales, en fonction du temps de traitement. Le modèle semble simuler très correctement les observations expérimentales.

#### II.D.2.6. Discussion/conclusion.

Basé sur des approximations très simplificatrices, le modèle utilisé donne cependant des résultats très cohérents avec les résultats expérimentaux. Il a permis de mettre en évidence le rôle secondaire des contraintes résiduelles de compression dans le gonflement, du moins dans le domaine de précision de nos techniques expérimentales. Il démontre ainsi que le gonflement différentiel observé en surface a essentiellement pour origine les différences d'épaisseur de la couche nitrurée suivant les orientations cristallographiques.

Ce modèle a pu mettre en évidence un gonflement important (>20%) en proche surface induit par nitruration. Dans le Tableau 18, nous comparons le gonflement obtenu à l'aide du modèle précédent et les déformations en surface, obtenues par le modèle de Taylor, qui sont nécessaires à l'obtention des rotations cristallographiques observées (II.D.1). Le calcul a été effectué sans utiliser les contraintes résiduelles et les concentrations en azote à la surface sont estimées à partir des profils NRA (II.B.2). Ces concentrations sont reportées dans le Tableau 18 pour trois temps de traitement. L'expansion relative A, calculée à l'aide du modèle résultant de l'insertion d'azote en surface ainsi que l'expansion relative déduite du paramètre de maille de la phase nitrurée (moyennée sur les différentes orientations) et du paramètre de la phase austénitique du 316L (II.B.3.4) y sont également reportés.

**Tableau 18 : différents paramètres en proche surface des échantillons, pour différents temps de traitement. Modèle : expansion relative A du paramètre de maille (Eq.32), gonflement relatif  $\Gamma$  sans contrainte (Eq.31). Expérimentations : concentration en surface d'azote (Tableau 5), expansion relative (Figure 27), déformation déduite des rotations cristallographiques (Tableau 14).**

Temps de traitement	Concentration en surface (%at.) (expérimental)	A (%) (modèle)	Expansion relative (%) (expérimental)	$\Gamma$ (%) (modèle)	Déformation(%) (Taylor)
20 minutes	23,2	5,8	5	18,5	13
1 heure	28,2	7,1	7,9	22,7	18,5
8 heures	34,1	8,5	8,9	27,8	23

On observe que le gonflement total  $\Gamma$  et la déformation du 316L nécessaire aux rotations cristallographiques ont des valeurs proches. Ceci tend à confirmer que l'origine des

déformations qui induisent les rotations cristallographiques est le gonflement de la matrice 316L. Cependant les rotations se produisent dans la phase nitrurée et celle-ci, qui a un paramètre de maille supérieur au 316L, n'est pas autant déformée. Cette ambiguïté est probablement à relier au fait que la plasticité à l'origine des rotations se produit progressivement pendant l'insertion de l'azote, ce qui correspond à une sollicitation croissante de la matrice. Le résultat serait différent si l'on produisait une phase  $\gamma_N$  sans contrainte qui serait pas la suite sollicitée dans la direction normale à la surface. En conséquence, si après nitruration la plasticité observée concerne la phase  $\gamma_N$ , modéliser les processus mis en jeu revient bien à considérer les déformations de la matrice initiale, déformation induites par le traitement.

La plasticité modifiant généralement très peu le volume [63], l'hypothèse de la conservation du volume expansé utilisée dans le modèle peut être justifiée. De même la plasticité ne modifie pas les distances entre les plans atomiques [63] et il est logique de retrouver des paramètres de maille en surface de la couche nitrurée dont l'expansion est similaire à celle obtenue par insertion d'azote, notée  $A$  dans le modèle utilisé. Les différences entre  $A$  et les expansions relatives expérimentales peuvent s'expliquer au moins partiellement par la présence des contraintes résiduelles de compression et de fautes d'empilement. Les différences observées entre les gonflements théoriques  $\Gamma$ , et les déformations nécessaires aux rotations observées obtenues par le modèle de Taylor sont pour les trois temps de traitement du même ordre de grandeur (environ 4,5%). Dans le modèle de Taylor, on considère pour le calcul des rotations un comportement purement plastique (pas de déformation élastique) et donc on sous-estime la déformation totale équivalente.

### II.D.3. Des rotations cristallographiques au paramètre de maille

L'étude par diffraction des rayons X a pu mettre en évidence certaines anomalies comme l'évolution très particulière du paramètre de maille effectif  $a_{220}$  en fonction du temps de traitement (II.B.3.4). Dans cette partie, on se propose de comparer les pics expérimentaux aux pics modélisés en prenant en compte les profils d'azote ainsi que les contraintes résiduelles de compression afin de proposer une explication à ces anomalies. L'évolution de l'orientation au cours du traitement va apparaître comme un facteur important pour la compréhension de la forme et la position des pics de diffraction de la phase  $\gamma_N$ .

#### II.D.3.1. Principe du modèle.

Le principe de la modélisation repose sur une approche déjà utilisée par Ozturk et Williamson [20], qui ont interprété les pics de diffraction 111 et 002 afin d'en déduire les concentrations en fonction de la profondeur. Une telle approche a été également utilisée par Rao et al.[82].

La méthode repose sur l'hypothèse que, l'échantillon étant découpé en « tranches », celles-ci diffractent indépendamment, la position et l'aire du pic de diffraction associé dépendant de la concentration en azote dans la tranche considérée et de sa position en profondeur.

##### II.D.3.1.1. Intensité diffractée

L'expression de l'intensité diffractée  $dI$  pour une tranche d'épaisseur  $dx$  à la profondeur  $x$  est donnée par l'équation suivante :

$$dI = F_d I_0 e^{-2\mu x} dx \quad \text{Eq. 42}$$

où  $F_d$  est lié au nombre de plans diffractants,  $I_0$  est l'intensité incidente et  $\mu$  le coefficient d'atténuation linéique.

Pour un échantillon homogène, l'intégration permet de calculer la contribution  $I(x)$  d'une couche d'épaisseur  $x$ :

$$I(x) = F_d I_0 \int_0^x e^{-2\mu x} dx = \frac{F_d I_0}{2\mu} (1 - e^{-2\mu x}) \quad \text{Eq. 43}$$

On peut écrire  $I(x)$  en fonction de l'intensité totale diffractée  $I_T$  en utilisant:

$$I_T = F_d I_0 \int_0^\infty e^{-2\mu x} dx = \frac{F_d I_0}{2\mu} \quad \text{d'où} \quad \frac{I(x)}{I_T} = (1 - e^{-2\mu x}) \quad \text{Eq. 44}$$

Dans le cas d'un échantillon nitruré de manière homogène sur une épaisseur nitrurée  $L$ , la contribution de la couche nitrurée à l'intensité diffractée notée  $I(\gamma_N)$  est :

$$\frac{I(\gamma_N)}{I_T} = (1 - e^{-\frac{2\mu L}{\sin\theta}}) \quad \text{Eq. 45}$$

Où  $\theta$  est l'angle de Bragg pour une réflexion donnée.

Cependant la couche nitrurée est inhomogène en concentration et donc en paramètre. Ozturk et Williamson [20] proposent alors de diviser la couche nitrurée en « tranches » de largeur  $L_n$  et d'y associer la concentration en azote correspondante  $C_n$ . Les pics de diffraction sont traités comme la somme des pics provenant des différentes tranches. La connaissance de la concentration dans la « tranche »  $n$  permet de préciser la position  $2\theta_n$  du pic correspondant. Dès lors, les intensités des différents pics sont liées aux angles  $\theta_n$  et aux largeurs  $L_n$  par les relations suivantes :

$$\begin{aligned} \text{Tranche 1 (surface)} : \frac{I_1}{I_T} &= (1 - e^{-\frac{2\mu L_1}{\sin\theta_1}}) \\ \text{Tranche 2} : \frac{I_2}{I_T - I_1} &= (1 - e^{-\frac{2\mu L_2}{\sin\theta_2}}) \\ \dots \text{ tranche } n : \frac{I_n}{I_T - \sum_{1}^{n-1} I_n} &= (1 - e^{-\frac{2\mu L_n}{\sin\theta_n}}) \end{aligned} \quad \text{Eq. 46}$$

#### II.D.3.1.2. Paramètre de la couche nitrurée

La dépendance de l'angle de Bragg avec la concentration en azote dans une « tranche » est obtenue par l'intermédiaire du paramètre de maille de la phase  $\gamma_N$  qui est supposé varier linéairement avec la concentration en azote selon l'Eq. 1 [28].

La position du pic RX associé à la tranche de concentration  $C_n$  pour une réflexion hkl donnée est telle que :

$$\sin\theta_n = \frac{\lambda}{2(a(\gamma) + \alpha C_n)} \sqrt{(h^2 + k^2 + l^2)} \quad \text{Eq. 47}$$

où  $a(\gamma_N)$  et  $a(\gamma)$  sont respectivement les paramètres libres de contrainte des phases  $\gamma_N$  et  $\gamma$  et  $\lambda$  la longueur d'onde des RX.

Les contraintes de compression peuvent également être prises en compte par l'intermédiaire de la formule suivante [75], qui découle de l' Eq. 34, pour des plans parallèles à la surface, i.e. pour la géométrie  $\theta$ - $2\theta$ :

$$a_c(\gamma_N) = a(\gamma_N)(1 + 2S_{hkl}^{(1)}\sigma) \quad \text{Eq. 48}$$

Pour ce que nous souhaitons illustrer, il n'est pas nécessaire de connaître très précisément les valeurs des constantes élastiques radiocristallographiques pour la phase  $\gamma_N$ . Aussi, nous utiliserons dans cette partie ceux de l'acier 316L.

Christiansen et Somers [79] ont montré qu'après carburation d'un acier 316L, il existait un gradient de contraintes résiduelles dans la couche traitée. Pour tenir compte de ce gradient, nous avons considéré des contraintes de  $-0,07$  GPa/%.at., ce qui donne une contrainte de  $-2,5$  GPa quand la concentration atteint de 35%.at, en accord avec la valeur estimée à partir des résultats de fatigue ( III.B.5).

#### II.D.3.1.3. Coefficient d'atténuation $\mu$ .

Dans l'acier 316L, de masse volumique  $\sim 8\text{g/cm}^3$ , la longueur d'atténuation  $\mu^{-1}$  est d'environ  $5 \mu\text{m}$ . Sur la base d'une atténuation de 99%, cela correspond à une profondeur sondée de  $\sim 4 \mu\text{m}$  pour les pics 111 et de  $\sim 8 \mu\text{m}$  pour les pics 113 et 222.

Bien que la masse volumique de la phase  $\gamma_N$  soit plus faible que celle de la phase  $\gamma$ , on a utilisé le même coefficient d'atténuation de  $0,20 \mu\text{m}^{-1}$  pour la suite de l'analyse.

#### II.D.3.1.4. Profils des concentrations en azote

Comme lors de l'étude du gonflement, les profils de concentration dans les grains sont modélisés par une décroissance linéaire de la concentration jusqu'à 13%.at. suivie d'une décroissance rapide de la concentration.

Afin de décrire le plus simplement possible les profils quand la concentration en surface est inférieure à 13 %at, on a pris une forme exponentielle pour la décroissance rapide telle que:

$$C = C_1 e^{-\beta(x-X_1)} \quad \text{Eq. 49}$$

où  $\beta$  règle la largeur de cette partie du profil (front de nitruration) et  $X_1$  est la profondeur qui correspond à une concentration de 13%at. Ce qui donne un profil théorique tel que celui illustré sur la Figure 99.

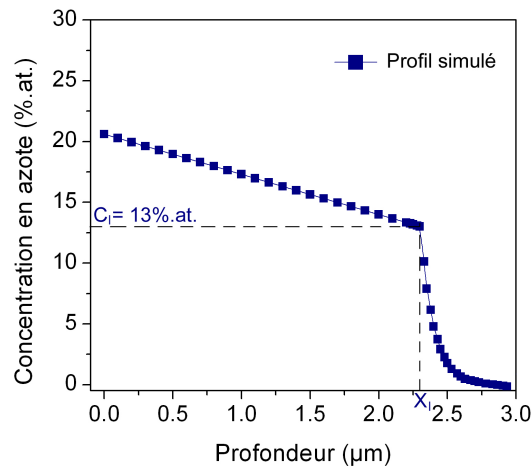


Figure 99 : Exemple de profil simulé.

#### II.D.3.1.5. Profils des pics de diffraction

Un pic de diffraction à la position  $2\theta$  correspondant à une concentration en azote dans une « tranche » est modélisé par une pseudo-Voigt symétrique : somme pondérée par un facteur de forme  $\eta$  (on a utilisé  $\eta=0.5$ ) d'une Gaussienne  $f_G$  et d'une Lorentzienne  $f_L$ . Les expressions des différentes fonctions sont données ci-dessous :

$$\text{Gaussienne : } f_G = \frac{2}{W} \left( \frac{\ln 2}{\pi} \right)^{\frac{1}{2}} e^{-4 \ln 2 \frac{(2\theta - 2\theta_0)^2}{W^2}}$$

$$\text{Lorentzienne : } f_L = \frac{2}{\pi W} \frac{1}{1 + 4 \frac{(2\theta - 2\theta_0)^2}{W^2}} \quad \text{Eq. 50}$$

$$\text{Pseudo-Voigt : } f_{PV} = (1 - \eta) f_G + \eta f_L$$

où  $W$  sont les largeurs à mi-hauteur qui sont considérées égales pour les deux fonctions.



### II.D.3.2. Procédure

Les échantillons sont « découpés » en 50 tranches d'épaisseur adaptée aux différentes profondeurs de nitruration. Les épaisseurs utilisées sont comprise entre 0,05 et 0,2  $\mu\text{m}$  suivant les temps de traitement.

Les différents paramètres sont rappelés dans le Tableau 19 ; y sont reportés les paramètres ajustables du modèle.

**Tableau 19 : Paramètres d'entrée du modèle (\*) déterminées en fonction des données expérimentales ou trouvés dans la littérature.**

	<b>Paramètre</b>	<b>Ajustable</b>	<b>Limite basse</b>	<b>Limite haute</b>
<b>Rayons X</b>	Atténuation $\mu$	Non*	-	-
<b>Profil de concentration en azote (pour une orientation donnée)</b>	Concentration en surface	Oui	Celle du profil expérimental NRA	idem
	Profondeur nitrurée	Oui	Celle du profil expérimental NRA	idem
	Epaisseur «tranche»	Manuellement, en fonction de l'épaisseur de la zone nitrurée	0,05 $\mu\text{m}$	0,2 $\mu\text{m}$
<b>Phase <math>\gamma_N</math></b>	Coefficient $\alpha$	Non*	-	-
<b>Paramètre des 50 pics de diffraction</b>	Aire totale	Non* (calculée)	-	-
	Position	Non* (calculée)	-	-
	Largeur	Oui pour celle, unique des pics $\gamma_N$ . Non pour les pics $\gamma$ .	0,5	2
	Paramètre $\eta$ de la pseudo-Voigt	Non (=0.5)	-	-

L'épaisseur des couches est choisie pour décrire correctement le profil et pour avoir au moins 3 couches localisées au-delà du front de nitruration. Pour éviter d'avoir un trop grand nombre de couches dans le substrat, qui donnent toutes un pic à la même position, la dernière couche est prise beaucoup plus large de manière à ce que l'aire totale calculée corresponde à l'aire expérimentale.

Les valeurs d'entrée des paramètres ajustables comme la concentration de surface et la profondeur nitrurée sont estimées à partir des profils de concentration expérimentaux (NRA et SDL). La valeur d'entrée de la largeur des pics  $\gamma_N$  est comprise entre 0.5 et 1.

Pour un pic hkl donné, on calcule la position ( $2\theta$ ) de chacun des 50 pics associés aux 50 tranches. La somme de ces pics est comparée au pic hkl expérimental et l'ajustement est réalisé à l'aide de la méthode des moindres carrés. La Figure 100 présente le synoptique du modèle proposé.

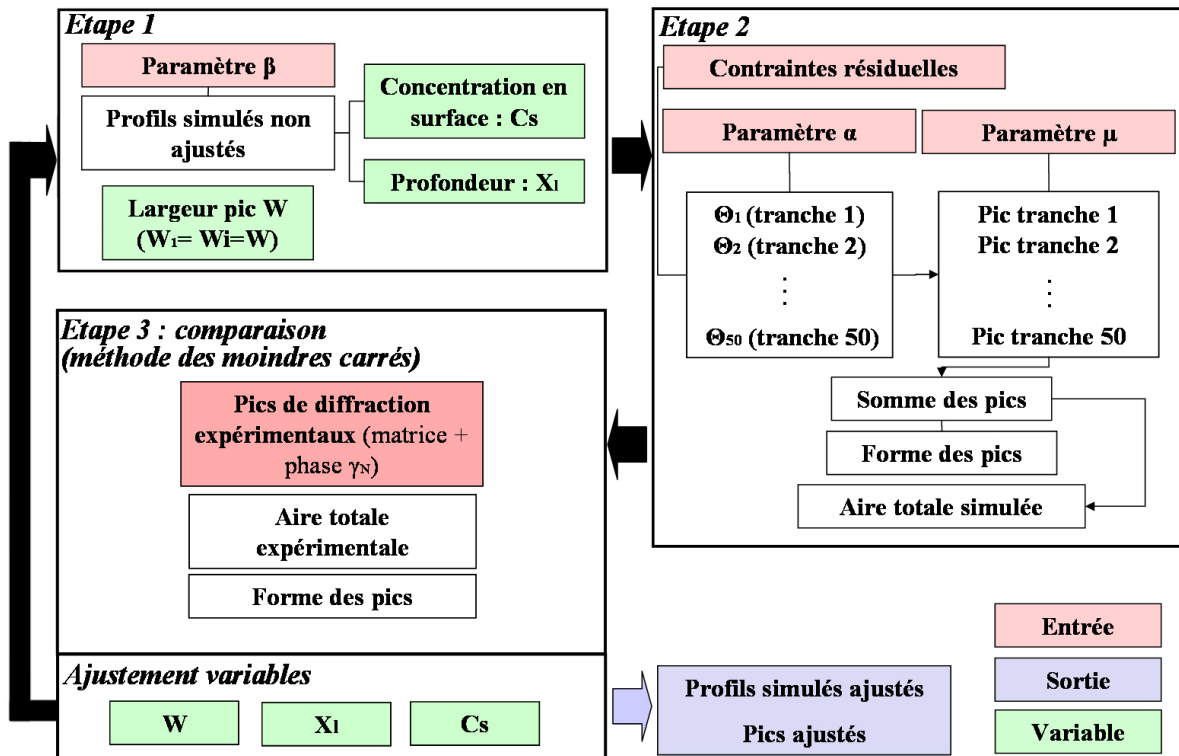


Figure 100 : Synoptique des différentes étapes de calcul.

La Figure 101 présente un exemple de résultat d'une simulation du pic expérimental 002 d'un échantillon nitruré pendant 40 min. Seuls quelques pics de diffraction associés aux tranches sont tracés.

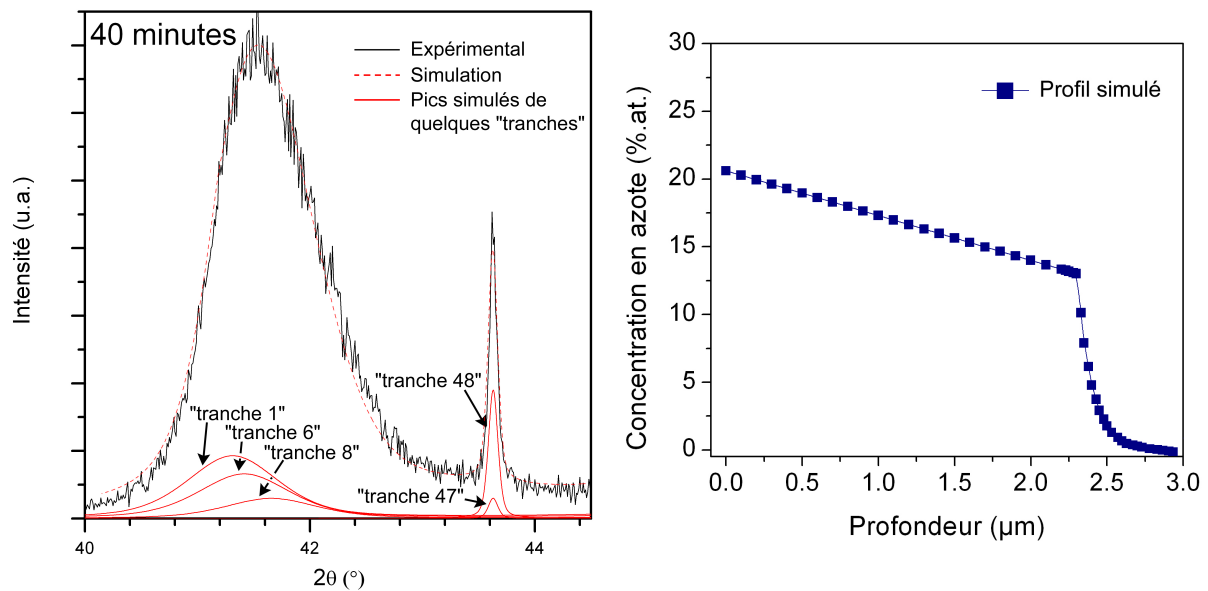


Figure 101 : Exemple de la modélisation du pic 002 d'un échantillon nitruré pendant 40 min à 400°C.

Il apparaît que le modèle permet un ajustement satisfaisant des pics de diffraction expérimentaux avec un profil qui a la forme des profils expérimentaux.

### II.D.3.3. Résultats

La procédure précédente a été appliquée aux échantillons nitrurés 5 minutes, 20 minutes et 40 minutes, pour lesquels l'épaisseur de la couche nitrurée est assez faible pour permettre l'observation par diffraction des rayons X de la couche nitrurée toute entière jusqu'à la matrice 316L. Les analyses ont porté plus particulièrement sur les pics 111, 200 et 220 qui sont identifiables sans ambiguïté, les pics 113 et 222 du  $\gamma_N$  commençant à se superposer à partir d'une heure de nitruration.

Après 5 minutes de traitement, les pics de la phase  $\gamma_N$  sont très proches de ceux de la matrice. Ils sont cependant facilement différenciés de ceux de la matrice même si la concentration en azote est faible (moins de 3 %at à la surface) et l'épaisseur nitrurée inférieure à 0.5  $\mu\text{m}$ . L'ajustement avec les pics expérimentaux (Figure 102.a,b,c,d,e) est obtenu avec les profils pour les différentes orientations qui sont présentés sur la Figure 102.f. On a ajouté à cette figure le profil expérimental obtenu par NRA.

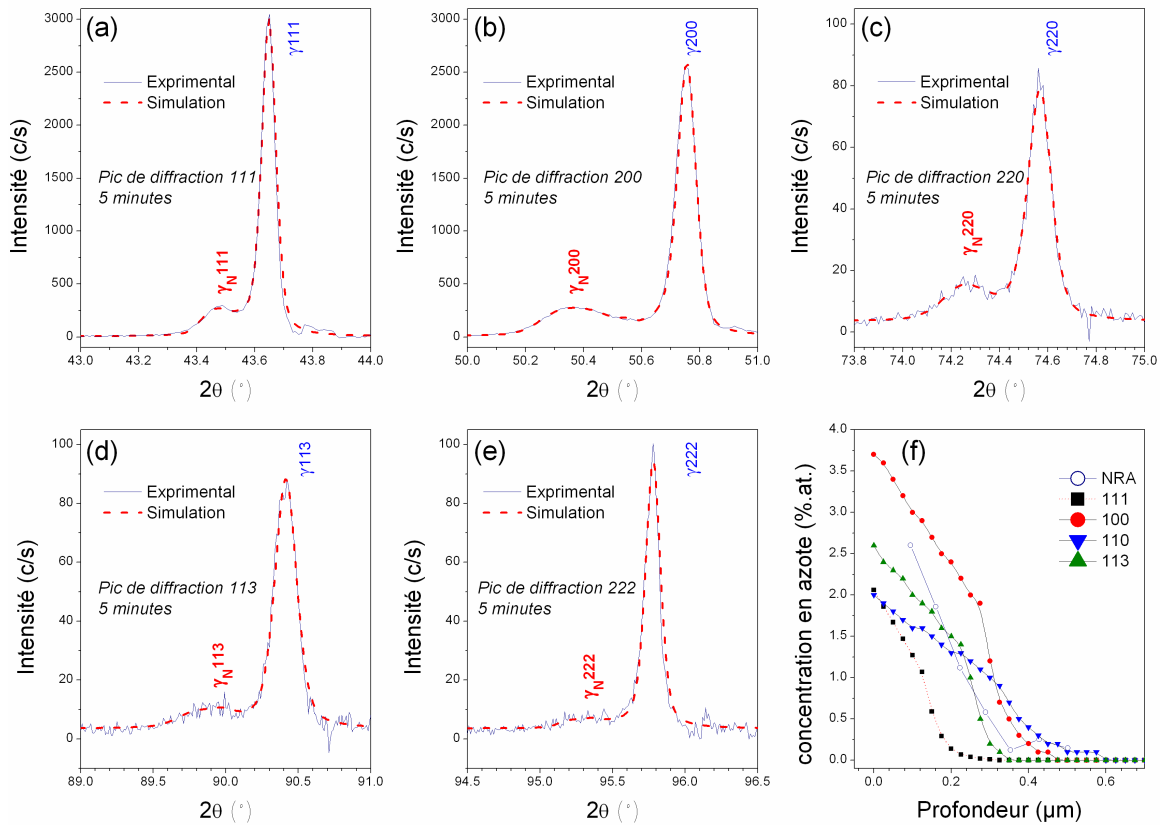


Figure 102: (a-e) Pics de diffraction expérimentaux et simulés pour un échantillon nitruré 5 minutes. (f) profils de concentration en azote associés aux différents pics simulés et profil de concentration expérimental obtenu par NRA.

Les pics expérimentaux sont correctement modélisés avec des profils qui ne s'éloignent pas trop du profil moyen obtenu par NRA. Le profil ajusté pour modéliser les pics 111 présente une concentration en surface et une profondeur nitrurée inférieures aux autres. A l'inverse, le profil ajusté pour la réflexion 200 a la concentration en surface la plus élevée et la profondeur nitrurée la plus importante.

La modélisation des pics de diffraction a été également réalisée sur les échantillons nitrurés pendant 20 et 40 minutes. Contrairement à l'échantillon nitruré pendant 5 minutes, il est nécessaire de considérer les contraintes résiduelles de compression, sinon l'ajustement conduit à des concentrations en surface anormalement élevées par rapport aux valeurs expérimentales. Les pics modélisés et les pics expérimentaux ainsi que les profils de concentration correspondants sont présentés respectivement sur les Figure 103 et Figure 105. Les pics 220 sont présentés en utilisant deux échelles pour faciliter la lecture des graphiques.

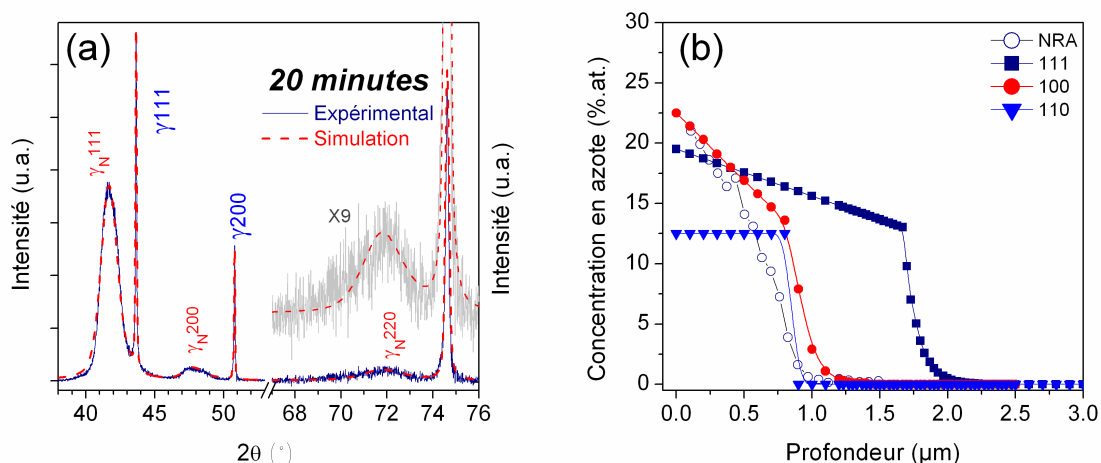


Figure 103 : (a) Pics de diffraction expérimentaux et simulés pour un échantillon nitruré 20 minutes. (b) profils de concentration en azote associé aux différents pics simulés et profil expérimental obtenu par NRA.

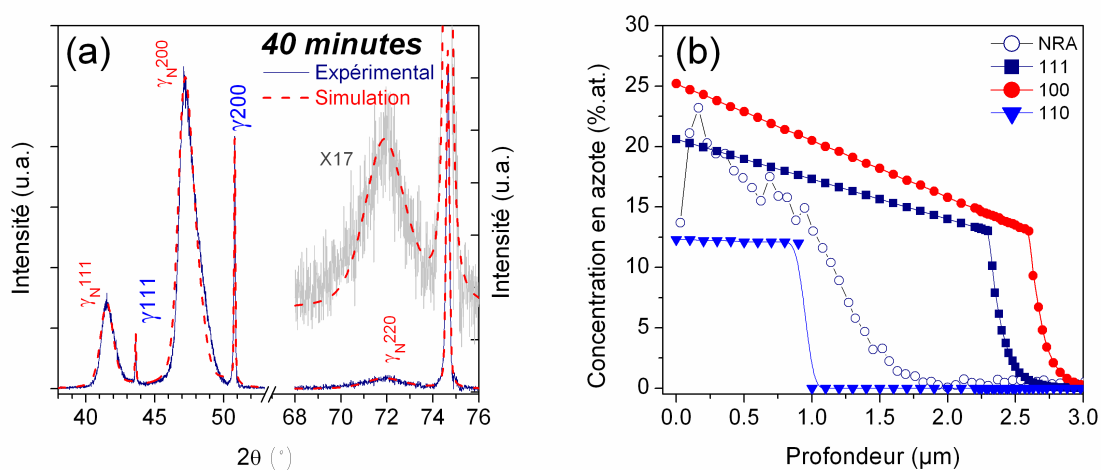


Figure 104 : (a) Pics de diffraction expérimentaux et simulés pour un échantillon nitruré 40 minutes. (b) profils de concentration en azote associé aux différents pics simulés et profil expérimental obtenu par NRA.

Les concentrations d'azote en surface pour les profils ajustés dans les grains orientés  $\langle 100 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$  sont en accord satisfaisant avec le profil expérimental pour les deux durées de traitement. Cependant deux différences majeures sont observées:

- Les profils simulés dans les grains  $\langle 111 \rangle$  pour les échantillons nitrurés 20 et 40 minutes ainsi que le profil dans les grains  $\langle 001 \rangle$  pour l'échantillon nitruré 40 minutes présentent une largeur de la zone nitrurée bien trop importante par rapport à la largeur mesurée expérimentalement.
- Les profils simulés pour les grains orientés  $\langle 110 \rangle$  ont une forme qui ne correspond pas à un profil expérimental. Les concentrations en surface tout comme la profondeur nitrurée sont trop faibles.

#### *II.D.3.4. Discussion/conclusion*

La méthode de modélisation considérée semble bien adaptée à la description des différents profils pour l'échantillon nitruré pendant le temps très court de 5 minutes. La moyenne des concentrations sur les différents profils simulés est équivalente aux valeurs des concentrations déterminées par NRA. De plus la simulation correspond à ce qui est constaté expérimentalement : la concentration en azote la plus élevée correspond aux orientations  $\langle 100 \rangle$  et la plus faible aux orientations  $\langle 111 \rangle$ . Il en est de même pour les largeurs de la couche nitrurée dont la variation avec l'orientation cristallographique des grains est conforme aux observations expérimentales décrites dans les travaux de He et al.[50] et Martinavičius et al.[49] ainsi que dans les parties II.C.2.1 et II.C.2.2.

En ce qui concerne les échantillons nitrurés 20 et 40 minutes, si le modèle semble adapté à la simulation des concentrations en surface pour les orientations  $\langle 100 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$ , il échoue dans la description des profondeurs nitrurées pour les profils  $\langle 111 \rangle$  pour les deux temps de traitement et pour le profil  $\langle 100 \rangle$  pour l'échantillon nitruré 40 minutes. Le modèle n'est également pas adapté pour décrire les profils  $\langle 110 \rangle$ . Ces écarts entre l'expérience et la simulation peuvent être expliqués en prenant en compte les rotations cristallographiques dans la zone nitrurée.

Avec le modèle utilisé, on fait l'hypothèse que l'intensité diffractée ne provient que des grains qui étaient initialement en position de Bragg (à  $\sim 0.1^\circ$  près). Avec l'ajustement en utilisant la largeur de la zone nitrurée, le modèle traduit une augmentation du rapport entre les intensités intégrées des pics  $\gamma_N$  et  $\gamma$  par une augmentation du volume diffractant, c'est-à-dire de la profondeur nitrurée. Si on compare aux profils expérimentaux, cette augmentation n'est pas acceptable et il faut trouver d'où vient l'excès de volume diffractant. Les études précédentes sur les rotations cristallographiques permettent de donner une réponse très plausible : c'est la contribution des plans cristallographiques qui arrivent en position de Bragg, lorsque la concentration en azote augmente.

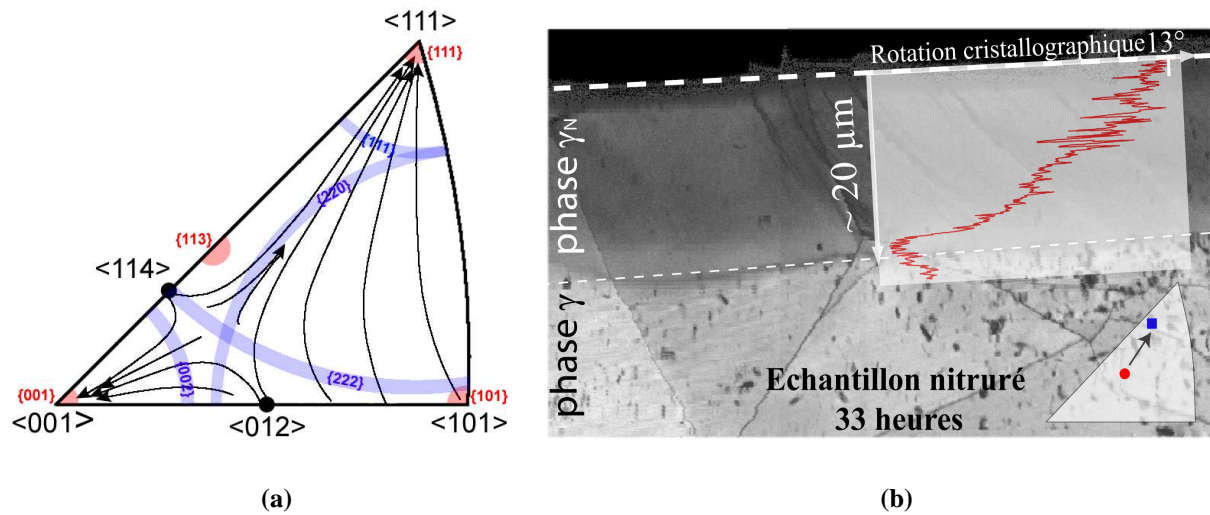


Figure 105 : (a) Figure de pôles inverse schématisant les évolutions des orientations cristallographiques au cours du traitement de nitruration ; en transparence rouge et bleu sont indiqués les plans contribuant à la diffraction des rayons X en configuration symétrique et asymétrique, respectivement, pour les différentes réflexions (l'échelle des angles n'est pas respectée). (b) évolution de la désorientation dans un grain en fonction de la profondeur de la zone nitrurée pour un temps de traitement de 33 heures (le zéro de la désorientation est pris au niveau de l'interface). En insert est indiquée l'évolution de l'orientation de ce grain avant et après traitement.

Prenons le cas de grains qui ont une orientation proche de  $\langle 111 \rangle$  ou  $\langle 100 \rangle$ . L'évolution des orientations, qui a pu être décrite par le modèle de Taylor, est schématiquement représentée en Figure 105.a. Dans les grains dont les plans  $\{111\}$  ou  $\{100\}$  sont à quelques degrés de la surface, i.e. dont les normales à la surface sur la figure de pôles inverse sont proches des directions  $\langle 111 \rangle$  ou  $\langle 100 \rangle$ , ces plans  $\{111\}$  ou  $\{100\}$  se réorientent parallèlement à la surface. Les directions  $\langle 100 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$  étant des directions de convergence, les plans  $\{111\}$  et  $\{100\}$  n'évoluent plus quand ils sont parallèles à la surface. Dès lors le volume diffractant de la phase  $\gamma_N$  est augmenté pour ces deux familles de plans. Puisque les amplitudes des rotations vers la direction  $\langle 111 \rangle$  sont plus importantes que celles vers la direction  $\langle 100 \rangle$ , l'effet est plus marqué et se produit plus rapidement pour les pics 111. De même les amplitudes de rotation augmentent avec le temps de traitement, dès lors cet effet sur le volume diffractant s'accroît aussi avec la durée du traitement.

Le comportement des pics 220 est l'indication la plus directe de l'effet des rotations cristallographiques. Au cours du traitement, dans les grains qui ont initialement des plans  $\{220\}$  pratiquement parallèles ( $\sim 0.1^\circ$  près) à la surface, la rotation dans la zone nitrurée est telle que la normale à ces plans  $\{110\}$  s'éloigne de la normale à la surface. En conséquence, ces plans ne sont plus en position de Bragg et cela se traduit par une diminution du volume diffractant. Avec le modèle utilisé, cela implique « artificiellement » une diminution de l'épaisseur simulée de la zone nitrurée.

Si on peut décrire qualitativement de manière correcte l'effet des rotations sur les pics de diffraction, une analyse quantitative reste cependant complexe, puisque la rotation dépend de la profondeur nitrurée (II.C.1.5). Ce fait est rappelé en Figure 105.b par l'observation de la désorientation dans un grain à partir de l'interface. Dans un grain qui contribuait initialement au pic 220, les plans {110} qui sont situés à proximité de l'interface couche nitrurée - matrice contribuent encore à la diffraction car l'amplitude des rotations est faible dans cette zone où la concentration en azote est autour de 13%at. Tant que l'épaisseur nitrurée ne dépasse pas 4-5  $\mu\text{m}$ , l'interface est sondée par les RX et les plans précédents participent au volume diffractant. Mais le pic 220 est fait aussi de la contribution des plans {110} qui ne tournent pas. Comme l'a montré l'étude à partir du modèle de Taylor, si l'axe de sollicitation (la normale à la surface pour la nitruration) est rigoureusement parallèle à la normale aux plans {110}, ceux-ci ne tournent pas. Parmi tous les grains dont les plans {110} sont initialement à  $0.1^\circ$  près en position de Bragg, il y en a dont la normale est « rigoureusement » confondue avec la direction  $\langle 110 \rangle$ . Pour ces grains, il n'y a pas de rotation dans la zone nitrurée.

Ainsi, les pics de diffraction 220 de la phase  $\gamma_N$  pour les échantillons nitrurés 20 et 40 minutes proviennent de toute la zone nitrurée des grains exactement orientés  $\langle 110 \rangle$  et de l'interface pour les grains d'orientation proche de  $\langle 110 \rangle$ . En considérant l'Eq. 48, la contribution des plans {110} proches de l'interface  $\langle 110 \rangle$ , où la concentration en azote est voisine de 13%.at, devrait donner un pic de diffraction  $P_{220}^a$  à la position  $2\theta \approx 71,5^\circ$ , indépendante de la durée de traitement. Les grains qui tournent présentent quant à eux des plans {220} qui contribuent à un pic de diffraction  $P_{220}^b$  qui se décale vers les petits angles quand on augmente le temps de traitement. Le pic observé expérimentalement est la somme de ces deux pics. A cause de l'atténuation, le pic  $P_{220}^a$  s'affaiblit quand l'épaisseur nitrurée augmente.

Pour les échantillons nitrurés pendant 20 et 40 minutes, la principale contribution au pic  $\gamma_N$  220 est  $P_{220}^a$  qui correspond à l'interface car la profondeur nitrurée est voisine de 1  $\mu\text{m}$ . On observe bien sur la Figure 103 et la Figure 104 que le pic est à la même position, autour de  $2\theta = 71,5^\circ$ . Cela explique pourquoi le modèle donne un profil simulé avec une concentration d'azote en surface de 13%.at.

Quand on augmente le temps de traitement, la contribution  $P_{220}^a$  diminue, ce qui permet de mieux observer la contribution  $P_{220}^b$ . Pour l'échantillon traité pendant 3 heures, on peut en effet déconvoluer le pic expérimental en deux pics à  $2\theta \approx 68,7^\circ$  et  $2\theta \approx 71,5^\circ$  (Figure 106). Si on utilise le modèle, le premier pic correspond à une concentration en azote proche de 35 %at,



comme dans les grains orientés  $\langle 111 \rangle$  et  $\langle 100 \rangle$ . Ce qui est en bon accord avec les considérations précédentes sur l'effet des rotations sur le pic 220 de la phase  $\gamma_N$ .

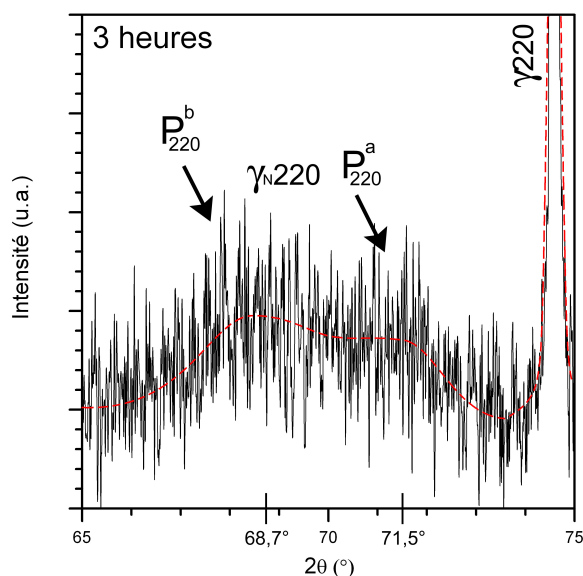


Figure 106 : Pics de diffraction des phases  $\gamma$  et  $\gamma_N$  expérimentaux et simulés pour un échantillon nitruré pendant 3 heures

Une autre observation expérimentale qui peut être interprétée en tenant compte des rotations cristallographiques est l'évolution des paramètres effectifs présentés dans la partie II.B.3.4. Ces évolutions sont de nouveau représentées sur la Figure 107.

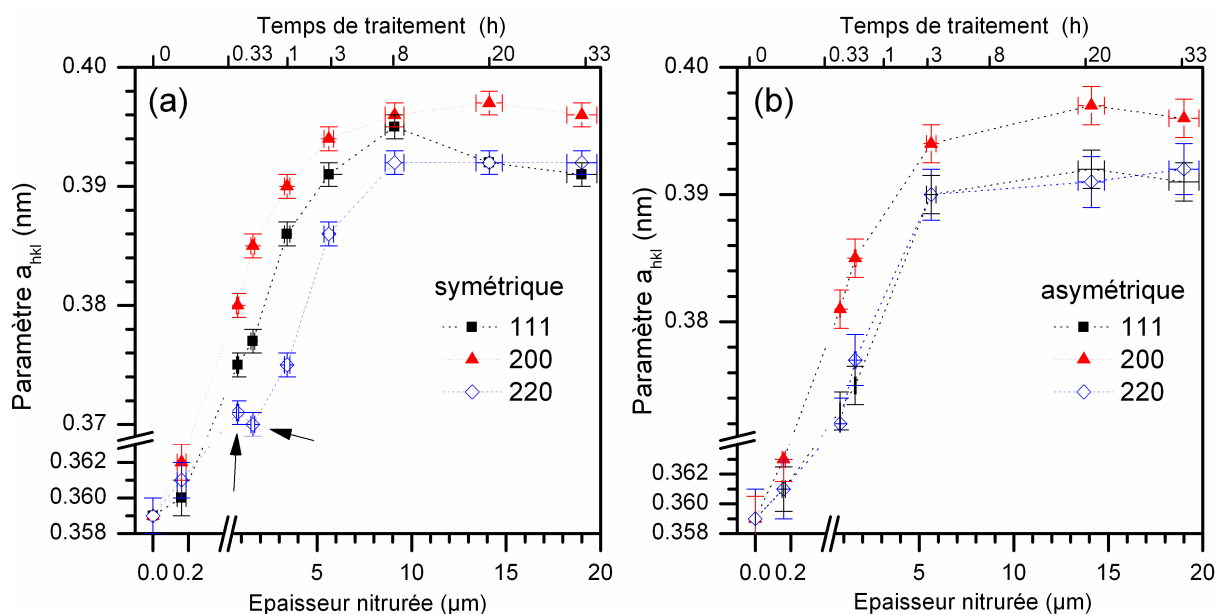


Figure 107: paramètres de maille effectifs en surface obtenue à partir des diffractogrammes DRX en configuration en mode (a) symétrique et (b) asymétrique.

En configuration en mode symétrique (Figure 107.a), on peut voir que pour des durées de traitement supérieures à 5 min. et inférieures à 3 heures, le paramètre de maille  $a_{220}$  est inférieur aux autres paramètres  $a_{hkl}$ . Comme précédemment, cela peut être expliqué par la contribution  $P_{220}^a$  qui s'affaiblit tandis la contribution  $P_{220}^b$  se décale vers les petits angles.

Le fait qu'en mode asymétrique (Figure 107.b) les paramètres effectifs soient regroupés (à l'exception du paramètre  $a_{200}$ ) s'explique en considérant les plans qui sont en position de Bragg dans cette géométrie. On a représenté par des zones bleues sur la Figure 105.a (figure de pôles inverse) les orientations des grains (normale à la surface) qui ont des plans  $\{hkl\}$  en position de Bragg. On voit clairement que pour un pic  $hkl$  donné, on a une population de grains avec des amplitudes de rotation cristallographique très diverses. On peut comprendre l'effet de lissage en considérant que l'indexation de la normale à la surface change quand les plans de la zone nitrurée tournent. Schématiquement, cela correspond à des points qui rentrent dans les zones bleues mais aussi à des points qui en sortent sur la figure de pôles inverse. Dans tous les grains qui contribuent à la diffraction en mode asymétrique, les plans  $\{111\}$ ,  $\{001\}$ ,  $\{110\}$  et  $\{113\}$  tournent. La contribution la plus importante provient des plans proches de la surface où la concentration en azote diffère peu de l'orientation initiale. Tous les paramètres effectifs apparaissent alors équivalents.

Le paramètre  $a_{200}$  est cependant systématiquement toujours supérieur aux autres paramètres. Pour l'interpréter, il faut prendre en compte les contraintes de compression et/ou les fautes d'empilement comme l'ont montré Fewell et Priest [19], Kahn et al.[83] et Christiansen et al.[84].

### ***II.D.4. Gradient de rotation cristallographique***

Dans ce qui précède, nous avons mis en évidence une relation entre l'amplitude des rotations cristallographiques et la concentration en azote dans la couche nitrurée. L'introduction de l'azote provoque l'expansion du paramètre de maille de la phase austénitique de manière quasi-linéaire. Et cette expansion a pour conséquence l'élongation de la couche nitrurée suivant la normale à la surface, qui est à l'origine des rotations cristallographiques. L'étude sur coupe transverse a clairement démontré que le gradient de concentration dans la couche nitrurée s'accompagne d'un gradient de désorientation cristallographique.

Dans cette partie, nous allons étudier plus précisément ce gradient de rotation dans des grains de différentes orientations, en éliminant progressivement la zone nitrurée par polissages successifs.

#### ***II.D.4.1. Procédé***

Une surface de 2 mm<sup>2</sup> d'un échantillon de 316L de type parallélépipède (22×18×4 mm<sup>2</sup>) a été caractérisée dans un premier temps par EBSD (cartographie d'orientation de 2mm<sup>2</sup>). Le positionnement de la zone ainsi étudiée a été repéré à partir des sommets de l'échantillon. Cet échantillon a été ensuite nitruré dans les conditions standard (400°C, 60-40 N<sub>2</sub>-H<sub>2</sub>) avec un temps de traitement de 3,5 heures. Puis il a été collé sur un porte-échantillon spécifique facilitant un polissage parallèle à la surface et permettant le même positionnement pour les observations successives par EBSD et diffraction des RX. La procédure, répétée plusieurs fois jusqu'à retirer entièrement la couche nitrurée, consistait en : i) un polissage pour enlever environ 1 µm, ii) une cartographie d'orientation de la zone de 2 mm<sup>2</sup> et iii) une diffraction des RX, toujours réalisée au même endroit sur une surface de ~40 mm<sup>2</sup>.

Le polissage effectué est un polissage mécano-chimique, à la silice colloïdale. A titre d'exemple, il faut environ 30 minutes pour retirer 0,5 µm d'épaisseur d'une couche nitrurée. Afin de contrôler l'épaisseur retirée, une série de 8 empreintes d'indentation Vickers a été réalisée autour de la zone de 2 mm<sup>2</sup> étudiée par EBSD. Après chaque étape, l'épaisseur retirée est déduite de la mesure des diagonales, par l'intermédiaire de la géométrie pyramidale à faces carrées de la pointe Vickers. Les mesures des différentes empreintes entre chaque étape ont montré que le polissage a été effectué en restant parallèle à la surface. L'incertitude de calcul de l'épaisseur retirée est de l'ordre de 0,1 µm.

Le premier polissage est particulier car la nitruration induit un gonflement qui dépend de l'orientation des grains, donc une rugosité qui est annulée par le premier polissage. Comme les grains d'orientation <001> présentent un gonflement plus important, ce sont ceux pour

lesquels l'épaisseur enlevée est la plus grande lors du 1<sup>e</sup> polissage. Pour une durée de nitruration de 3,5 heures, l'épaisseur nitrurée est proche de 8  $\mu\text{m}$  et la différence de gonflement entre les grains  $\langle 001 \rangle$  et les grains  $\langle 111 \rangle$  est de  $\sim 0,5 \mu\text{m}$ . Ainsi, lors du premier polissage pour lequel on a retiré en moyenne 0,9  $\mu\text{m}$ , on peut considérer en première approximation qu'on a enlevé 0,4  $\mu\text{m}$  dans les grains  $\langle 111 \rangle$  et 0,9  $\mu\text{m}$  dans les grains  $\langle 001 \rangle$ . Il n'y a plus de différence après ce premier polissage puisqu'il rend la surface totalement plane. Le tableau ci-dessous présente l'épaisseur retirée après chaque étape.

**Tableau 20 : Epaisseur retirée au cours des différentes étapes du polissage.**

n <sup>ème</sup> polissage	1 <sup>er</sup>	2 <sup>ème</sup>	3 <sup>ème</sup>	4 <sup>ème</sup>	5 <sup>ème</sup>	6 <sup>ème</sup>	7 <sup>ème</sup>	8 <sup>ème</sup>	9 <sup>ème</sup>	10 <sup>ème</sup>
<b>Epaisseur retirée (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	0,9	1,6	2,5	3,7	4,6	5	5,5	6,2	7	7,9

#### II.D.4.2. Résultats/discussion

##### II.D.4.2.1. Rotations cristallographiques

La Figure 108 rassemble les figures de pôles inverses, suivant la direction de laminage (RD) et la normale à la surface (ND), qui décrivent l'évolution de la texture cristallographique de surface avant et après nitruration pour les différentes étapes du polissage. Le codage couleur indique la valeur de la fonction de distribution des orientations associées aux figures de pôles inverses.

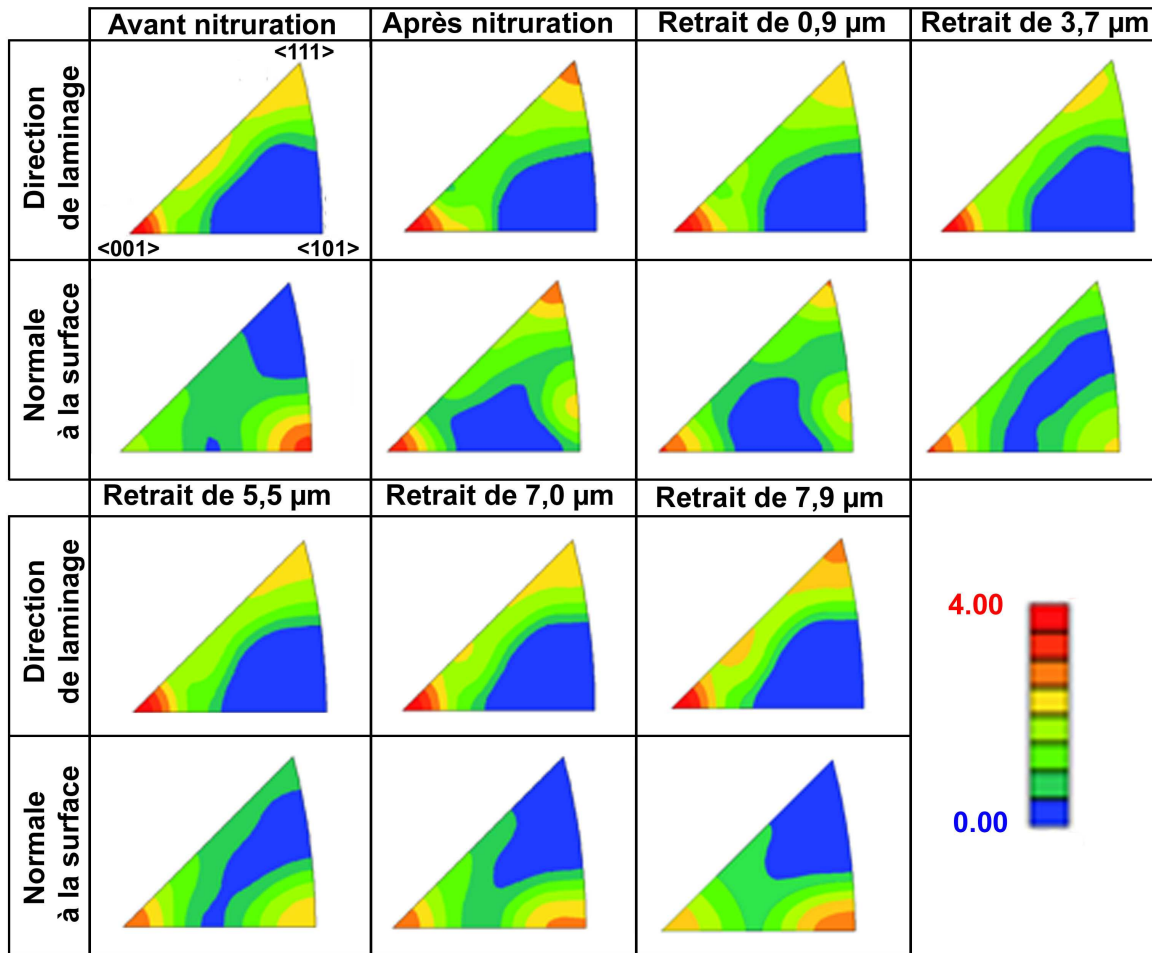


Figure 108: Evolution de la texture cristallographique au cours des différents polissages, avant et après nitruration, présentée en utilisant les figures de pôles inverses suivant la direction de laminage (RD) et suivant la normale à la surface (ND).

La texture suivant la direction de laminage reste quasiment identique, quelle que soit l'épaisseur enlevée. Ceci indique que les rotations cristallographiques dans un grain se font essentiellement autour d'un axe qui est parallèle à la surface, en conformité avec les observations statistiques reportées dans le paragraphe II.C.1.1.

La texture suivant la normale à la surface évolue très sensiblement. Après nitruration, on observe deux composantes de texture majeures qui sont la composante  $\langle 001 \rangle$  et la composante  $\langle 111 \rangle$ . Au fur et à mesure du polissage la composante  $\langle 001 \rangle$  s'atténue et la composante  $\langle 111 \rangle$  disparaît pour laisser apparaître la composante  $\langle 101 \rangle$ . La texture initiale est pratiquement retrouvée après un polissage de 7,9  $\mu\text{m}$ , ce qui correspond à l'épaisseur moyenne de la couche nitrurée.

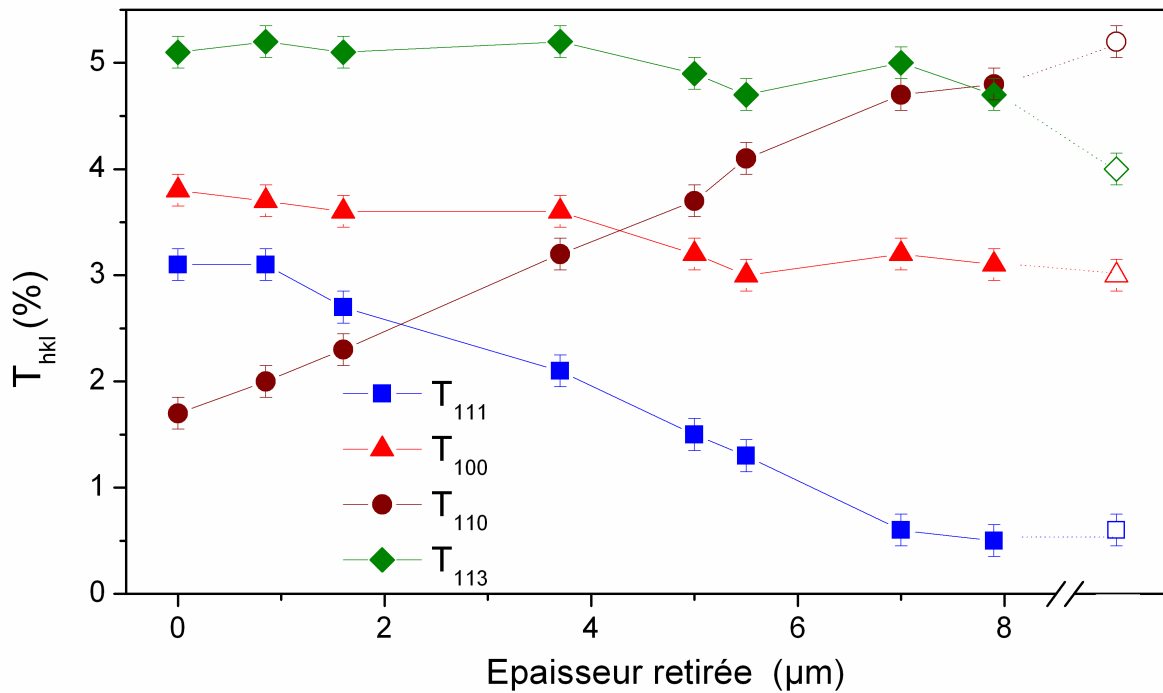


Figure 109: Evolution des composantes de texture cristallographique au cours des différents polissages. Les symboles ouverts présentent la valeur de ces composantes en surface avant nitruration.

Une étude quantitative de l'évolution de la texture dans la couche nitrurée est présentée sur la Figure 109 à l'aide des composantes de texture  $T_{hkl}$ . Ces composantes représentent le pourcentage de grains dont l'orientation correspond à la direction  $\langle hkl \rangle \pm 5^\circ$ . Les symboles ouverts donnent les composantes de texture avant nitruration.

En accord avec les précédentes observations, la composante de texture  $T_{100}$  diminue légèrement au cours des polissages, la composante  $T_{111}$  diminue de façon conséquente tandis que la composante  $T_{110}$  augmente. On s'est également intéressé à la composante de texture  $T_{113}$  qui, comme  $T_{100}$ , diminue très légèrement quand l'épaisseur enlevée augmente.

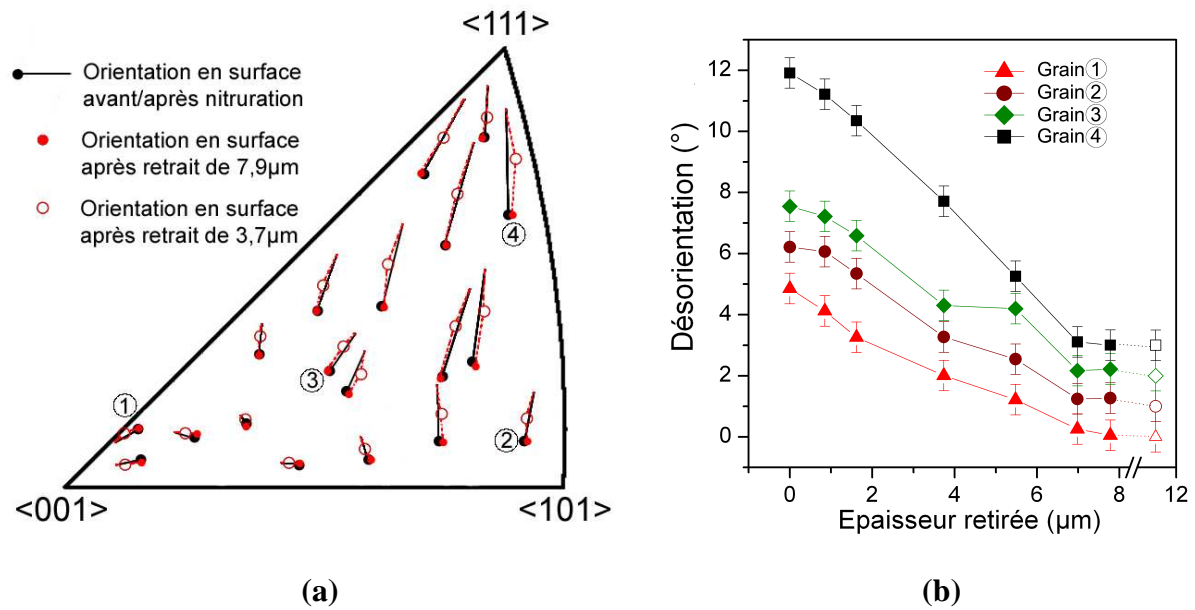


Figure 110: (a) Figure de pôles inverse ND indiquant l'évolution de l'orientation cristallographique avant et après nitruration (trait noir), au cours des différents polissages (trait rouge). (b) Evolution de la désorientation pour les différents étaps du polissage. La désorientation est calculée par référence aux orientations avant nitruration. Les courbes sont décalées de 1° pour une meilleure visualisation.

Les composants de texture sont le résultat d'une moyenne sur de nombreux grains. Leur évolution donne un comportement global qui peut ne pas être représentatif de ce qui se passe dans un grain. C'est pourquoi nous avons suivi individuellement jusqu'à 150 grains pour mesurer leur désorientation en fonction de l'épaisseur enlevée. Ces désorientations sont présentées pour quelques grains sur la Figure 110.

La Figure 110.a montre l'orientation avant et après nitruration dans la figure de pôles inverse suivant la normale à la surface. Les traits noirs sont représentatifs des orientations avant et après nitruration, tandis que les traits rouges décrivent les orientations après nitruration et après retrait complet de la couche nitrurée, les symboles ouverts dans cette figure correspondent à l'orientation des grains à mi-profondeur de la couche nitrurée. Il apparaît clairement que les orientations avant nitruration et après un retrait de 7,9 μm de la couche sont quasi identiques, ce qui confirme que l'épaisseur maximum de la couche nitrurée ne dépasse pas 8 μm.

La Figure 110.b présente la désorientation en fonction de l'épaisseur retirée pour 4 grains dont l'orientation est près de <001>, (grain ①), près de <101> (grain ②), quelconque (grain ③) ou près de <111> (grain ④). Cette désorientation est calculée en se référant à l'orientation avant nitruration (désorientation nulle qui correspond aux symboles ouverts). Pour permettre une meilleure comparaison les différentes courbes ont été décalées de 1° les unes par rapport aux autres. Les valeurs maximales des désorientations sont respectivement de 5°, 5,2°, 5,6° et 9° pour les grains notés de 1 à 4.

On voit que dans chacun de ces grains, la désorientation diminue quasi linéairement avec l'épaisseur enlevée. L'amplitude de désorientation dépend de l'orientation initiale du grain. Il faut également remarquer que la désorientation pour les grains ②, ③ et ④ n'évolue pratiquement plus après avoir enlevé 7  $\mu\text{m}$  tandis que celle dans la zone nitrurée du grain ① évolue jusqu'à 7,9  $\mu\text{m}$ .

Ces tendances ont été vérifiées pour l'ensemble des 150 grains considérés dans la zone étudiée. La Figure 111 présente pour l'ensemble des grains étudiés la part de désorientation qui reste à effectuer entre les deux derniers polissages (de 7 à 7,9  $\mu\text{m}$ ), i.e. la variation de l'orientation dans un grain divisée par la désorientation maximale dans ce grain.

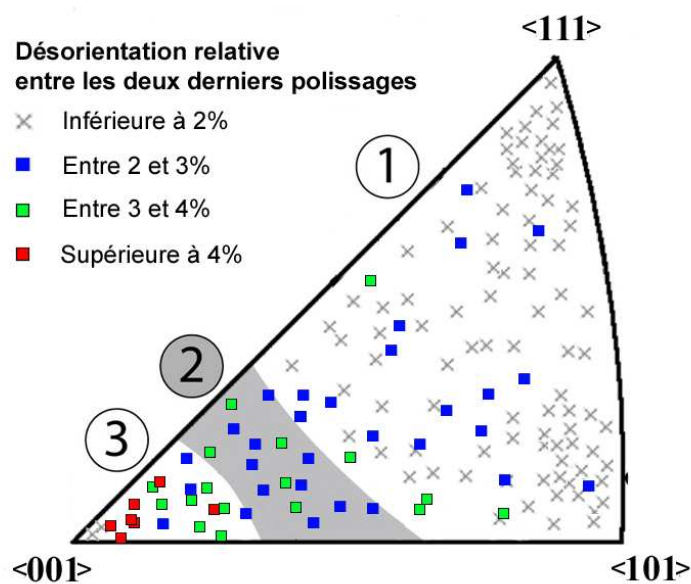


Figure 111: Figure de pôles inverse suivant la normale à la surface, indiquant pour chaque grain, en pourcentage de la désorientation maximale, la variation d'orientation entre les deux derniers polissages.

Même si les variations de désorientation mesurées entre les deux derniers polissages sont faibles et proches dans les limites accessibles par EBSD, on voit apparaître une tendance : plus l'orientation est éloignée de  $\langle 001 \rangle$ , plus la variation est faible entre les deux derniers polissages. Ceci correspond à la relation entre l'orientation d'un grain et l'épaisseur de sa zone nitrurée. Dans l'Inconel, 690, He et al.[50] ont montré que l'épaisseur est une fonction décroissante de l'angle entre la direction  $\langle 001 \rangle$  et la direction  $\langle hkl \rangle$ , avec une étude impliquant 90 grains de diverses orientations sur une coupe transverse. Dans le 316L, des résultats équivalents ont été obtenus par Martinavičius et al. [49] sur des monocristaux. Les grains d'orientation proche de  $\langle 001 \rangle$  ayant la couche nitrurée la plus épaisse, les désorientations affectent une profondeur plus importante.



Lors de l'étude des désorientations à la surface des échantillons, nous avons montré qu'elles pouvaient être décrites à l'aide du modèle de Taylor. Pour cela, il est nécessaire d'utiliser pour le calcul de la déformation de chacun des grains l'élongation totale de la zone nitrurée suivant la normale à la surface.

A partir des orientations en surface après avoir enlevé une épaisseur donnée, on peut rechercher la déformation nécessaire pour obtenir par le modèle de Taylor l'amplitude des rotations cristallographiques observées. La méthode utilisée est la même que celle utilisée dans la partie II.D.1.1.7.2. Pour retrouver par le modèle la désorientation expérimentale observée après nitruration, il faut utiliser une déformation de 22 % (Figure 112.a). Quand on enlève environ la moitié de la couche nitrurée, il ne faut plus qu'une déformation de 12% pour retrouver les rotations à cet endroit de la couche nitrurée (Figure 112.b).

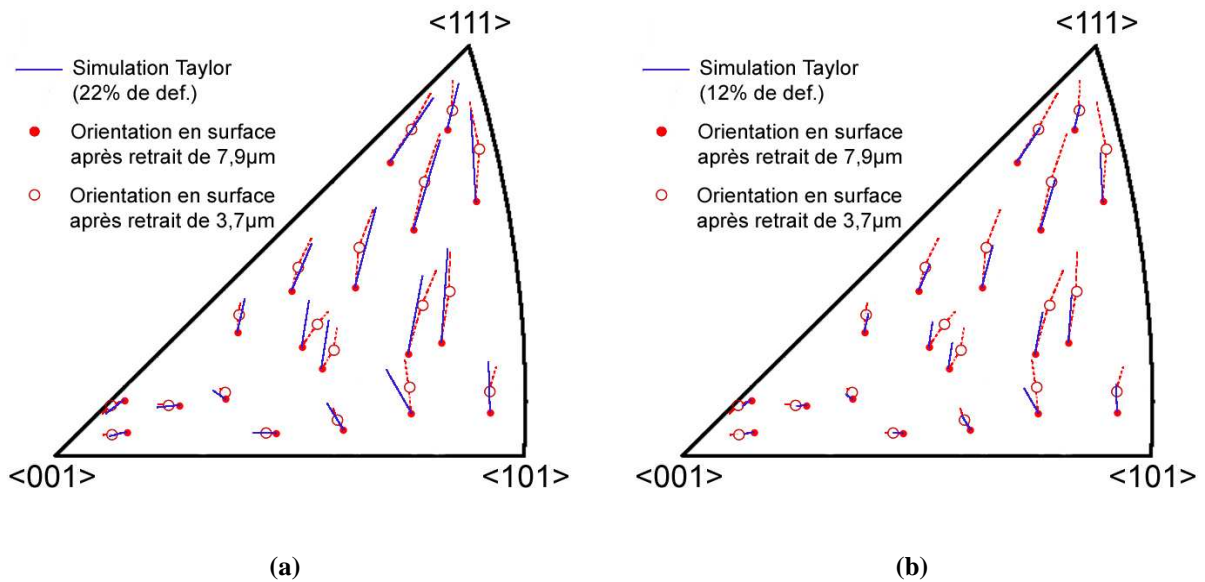


Figure 112: Figure de pôles inverse indiquant l'évolution des orientations cristallographiques expérimentales et simulées par le modèle de Taylor dans le cas d'une déformation de 22% (a) et de 12% (b).

Le Tableau 21 rassemble les déformations adaptées à la description des rotations cristallographiques pour les différents polissages. Un gradient de déformation apparaît au travers de la couche nitrurée.

**Tableau 21 : Déformation trouvée à l'aide du modèle de Taylor pour les différentes épaisseurs retirées (II.D.1.1.7.2)**

Épaisseur retirée (µm)	0 (Après nitruration)	0,9	1,6	2,5	3,7	5	6,2	7
Déformation (Taylor)	22%	19%	17%	16%	12%	9,5%	2,5%	0,5%

Ces données seront utilisées par la suite pour comparer avec le gonflement déduit du profil de concentration en azote estimé à partir de l'étude par RX.

II.D.4.2.2. Etude par diffraction RX

Les diffractogrammes RX réalisés avant et après nitruration et entre les différents polissages sont présentés sur la Figure 113. L'intensité des différents pics de diffraction pour les grands angles ( $65-100^\circ$ ) a été multipliée par 20 pour faciliter la lecture du graphique.

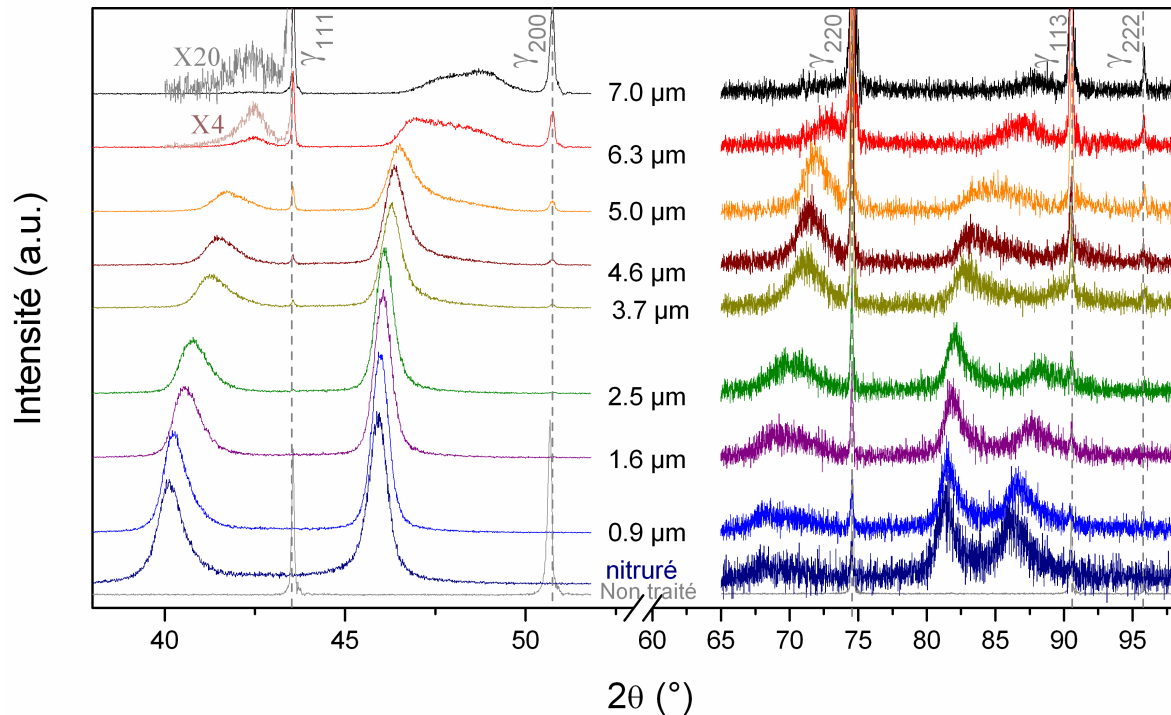


Figure 113: Diffractogrammes en configuration en mode symétrique réalisés avant et après nitruration, puis entre les différents polissages.

L'ensemble des pics représentatifs de la phase  $\gamma_N$  se décale vers les grands angles au fur et à mesure que l'on diminue l'épaisseur de la couche nitrurée. Cela correspond à la diminution de la concentration en azote à la surface de ce qui reste de la couche nitrurée, conformément à la forme des profils de concentration en azote dans un grain. Le paramètre de maille de la phase  $\gamma_N$  étant une fonction linéaire croissante de la concentration en azote (Eq. 1), la diminution de la concentration entraîne la décroissance des distances interplanaires et donc un décalage vers les grands angles des pics de la phase  $\gamma_N$ .

En utilisant le critère limite de 1% en intensité, on a vu que la profondeur sondée par les rayons X correspond respectivement à  $4 \mu\text{m}$  et  $8 \mu\text{m}$  pour les plans  $\{111\}$  et  $\{222\}$ . Les pics de la phase  $\gamma$  sont encore visibles pour les grands angles de Bragg ( $65-100^\circ$ ) tandis que pour les petits angles ( $35-55^\circ$ ), ils n'apparaissent qu'après un polissage de  $3,7 \mu\text{m}$ . Très logiquement, l'intensité des pics de la phase  $\gamma$  augmente d'un polissage à l'autre tandis que celle des pics de la phase  $\gamma_N$  diminue. Mais cette diminution de l'intensité des pics  $\gamma_N$  n'est

pas observée pour le pic 220 qui fait exception. Au contraire, on observe une augmentation jusqu'au polissage de 5  $\mu\text{m}$ . Une autre observation remarquable est l'apparent dédoublement des pics 200 et 113 à partir du polissage de 5 $\mu\text{m}$ . Ce dédoublement apparaît lorsque la profondeur sondée par les RX est telle que l'interface entre la couche nitrurée et la matrice devient une part non négligeable du volume diffractant.

#### II.D.4.2.2.1. Aire des pics

Afin de quantifier les observations précédentes, nous avons étudié l'évolution de l'aire des pics des phases  $\gamma$  et  $\gamma_N$  au cours des différents pics polissages. Ceci a été possible, même pour cet échantillon texturé, car les diffractogrammes ont été réalisés avec toujours le même positionnement de l'échantillon, donc à partir de la même population de grains.

Les aires expérimentales ont été obtenues à partir d'un ajustement des pics expérimentaux avec une fonction de Voigt asymétrique. Sur la Figure 114, les courbes en traits pleins respectivement bleues et rouges présentent les évolutions des aires des pics  $\gamma_N$  et  $\gamma$  pour les 4 pics 111, 200, 220 et 113. Les courbes pour les aires des pics expérimentaux de la phase  $\gamma_N$  (triangles bleus et traits pleins) ont été tracées avec une échelle différente (à droite des graphiques).

Quand on a enlevé 5  $\mu\text{m}$  de la phase nitrurée, la variation de l'aire des pics  $\gamma_N$  est respectivement d'environ -80%, -35%, +30% et -25% pour les pics 111, 200, 220 et 113. Quand 7  $\mu\text{m}$  ont été retirés, on peut considérer que seuls les pics 200 et 113 subsistent pour la phase nitrurée.

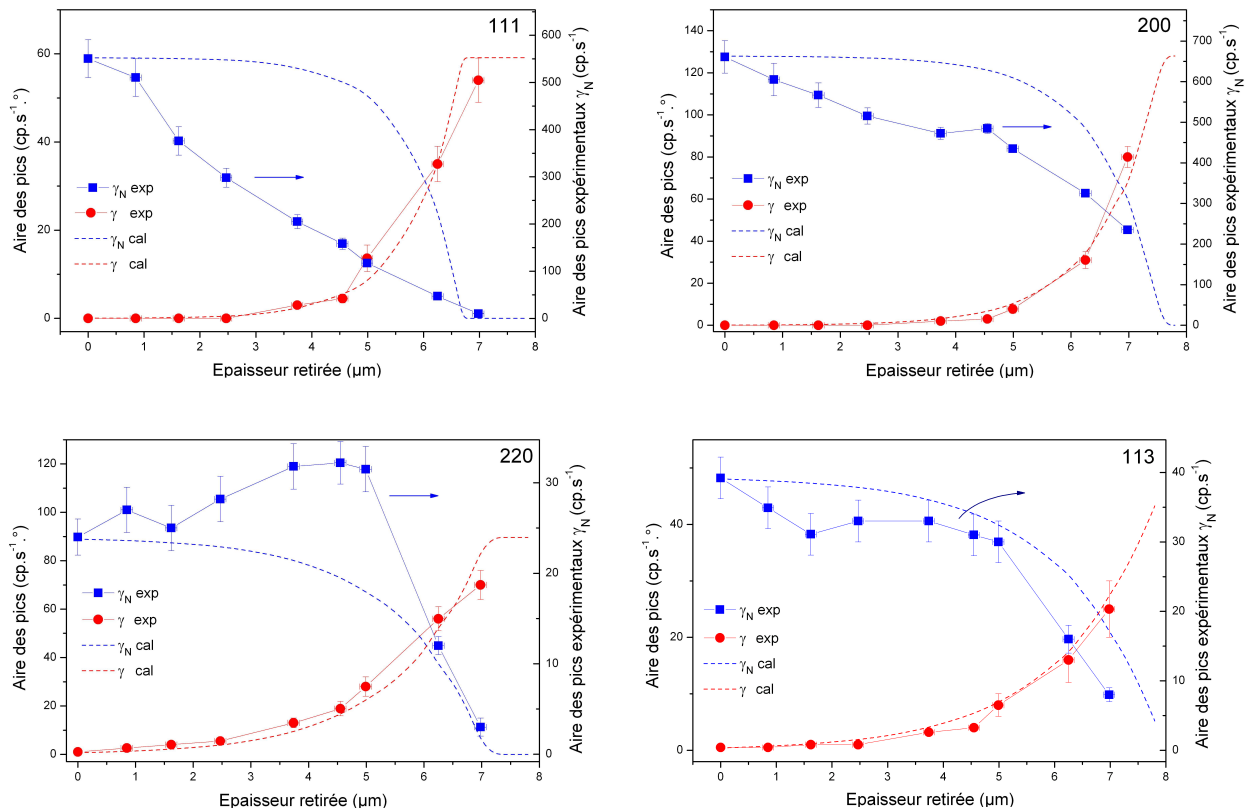


Figure 114: Evolution des aires expérimentales et calculées des différents pics en fonction de la profondeur retirée

Pour faciliter la compréhension des figures et mettre en avant l'écart entre les aires théoriques (pointillés) et expérimentales (traits pleins), l'échelle associée aux aires expérimentales de la phase  $\gamma_N$  a été choisie pour que les courbes théoriques et expérimentales coïncident pour 0  $\mu\text{m}$ , c'est-à-dire après nitruration. Le rapport entre les deux échelles donne ainsi directement le rapport entre les aires.

En l'absence de rotations cristallographiques, un modèle simple comme celui qui a été utilisé pour modéliser les pics à partir de profils de concentration en azote (II.B.2), devrait donner les bons rapports entre les aires des pics de la matrice et des pics de la phase nitrurée.

- Même si leur prise en compte n'est pas utile pour calculer les aires théoriques car elles agissent seulement sur la position des pics  $\gamma_N$ , nous avons utilisé des contraintes de compression biaxiales. Suite aux travaux récents de Christiansen [79] nous avons considéré un gradient de  $-0,07 \text{ GPa}/\%.\text{at}$  qui conduit à une contrainte de  $\sim 2.5 \text{ GPa}$  à la surface.
- Afin de calculer les aires théoriques des pics de la phase nitrurée, il fallait une référence pour prendre en compte l'intensité du faisceau incident. Pour cela nous avons pris l'aire des pics de la matrice. Cependant, l'aire de ces pics est trop faible pour les grands angles, quand ils sont toujours présents sur les diffractogrammes. Il

nous a semblé plus raisonnable d'utiliser les pics  $\gamma$  pour les petits angles quand l'épaisseur enlevée est supérieure ou égale à 3,7  $\mu\text{m}$ . L'aire de ces pics dépend évidemment de l'épaisseur de la couche nitrurée à cause de l'absorption. Il fallait donc évaluer cette épaisseur pour les 4 orientations étudiées. Pour simplifier, puisqu'il ne s'agit pas de modéliser la forme des pics mais de trouver leur aire, nous avons recherché quelles étaient les deux épaisseurs qui permettaient de modéliser au mieux l'évolution des pics de la matrice entre deux polissages, pour les pics 111 et 220 d'une part, et les pics 200 et 113 d'autre part. Nous avons obtenu respectivement 6.2  $\mu\text{m}$  et 7  $\mu\text{m}$  qui correspondent respectivement à la profondeur où la concentration en azote atteint 13 %at dans les grains orientés  $\langle 111 \rangle$  &  $\langle 101 \rangle$  et  $\langle 100 \rangle$  &  $\langle 113 \rangle$ .

- Pour trouver la concentration en surface, nous avons recherché celle qui correspondait à la position des pics expérimentaux de la phase  $\gamma_N$  juste après nitruration, les contraintes étant prises en compte. On a trouvé une concentration d'environ 34 %at. pour les 4 orientations étudiées. Ce résultat est en très bon accord avec les études précédentes où l'on observe qu'après 3 heures de nitruration, la concentration en surface reste proche de 35 %at (voir II.C.2.2).

Dans ces conditions, les profils théoriques dont les caractéristiques sont déduites des observations expérimentales en RX sont représentés sur la Figure 115.

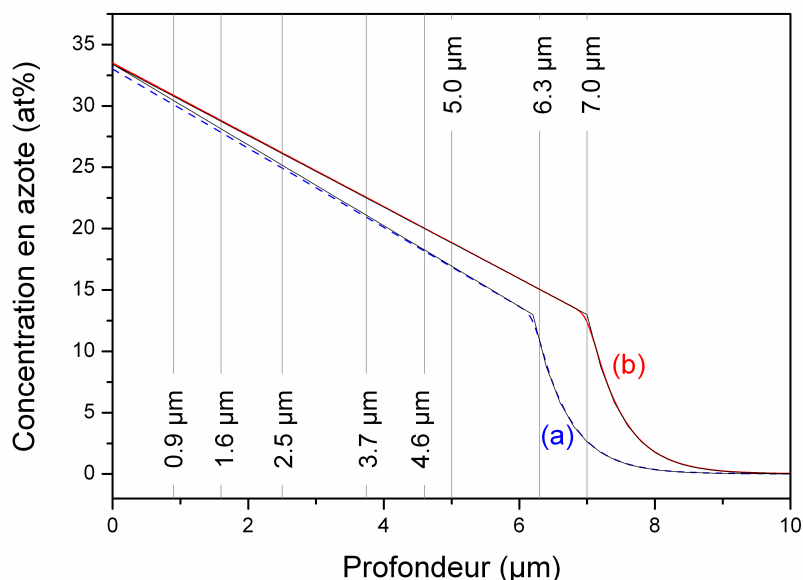


Figure 115 : Profils théoriques de la concentration en azote dans les grains orientés  $\langle 111 \rangle$  &  $\langle 101 \rangle$  (courbes (a) en traits pointillés) et dans les grains orientés  $\langle 100 \rangle$  et  $\langle 113 \rangle$  (courbes (b) en traits pleins).

### **Analyse des résultats :**

On voit que la prise en compte de l'absorption permet de décrire très correctement l'évolution de l'aire des pics de la matrice (traits rouges), les seules variables d'ajustement ayant été l'intensité diffractée sans couche nitrurée et la profondeur de la zone nitrurée. Par

contre l'évolution de l'aire des pics de la couche nitrurée réserve quelques surprises qui méritent d'être analysées :

Le pic 111 de la phase  $\gamma_N$  (Figure 114) présente une aire expérimentale après nitruration considérablement plus élevée (environ 10 fois) que celle donnée par le modèle. On observe aussi que, proportionnellement, la diminution expérimentale est très rapide comparée à la diminution de l'aire simulée.

On observe pour le pic 200 un comportement similaire, quoique moins marqué. L'aire expérimentale n'est que 5 fois supérieure à l'aire attendue et si elle diminue également plus rapidement que celle qui est calculée, la variation est un peu plus lente que celle du pic 111.

Contrairement aux pics précédents, c'est l'aire expérimentale qui est inférieure à l'aire calculée pour le pic 220, jusqu'au polissage de  $\sim 5 \mu\text{m}$ . De plus, elle augmente au lieu de diminuer pendant ces 5 premiers  $\mu\text{m}$ , puis elle chute brusquement pour atteindre une valeur proche de zéro à  $7 \mu\text{m}$ .

L'évolution de l'aire expérimentale pour le pic 113 de la phase  $\gamma_N$  est très voisine de celle donnée par le modèle. On a quasiment la même valeur de l'aire expérimentale (multipliée par seulement 1,2) et les décroissances sont similaires.

Si la grande valeur associée aux aires expérimentales des pics 111 et 200 de la phase  $\gamma_N$  est surprenante, ce n'est toutefois pas la première fois qu'elle est observée. Des augmentations similaires ont été reportées en 2000 par Mändl et Rauschenbach [39] lors de la nitruration plasma à  $380^\circ\text{C}$  d'un acier inoxydable austénitique. A partir de l'analyse des figures de pôles, ces auteurs ont trouvé une augmentation de 3,3 des intensités diffractées après nitruration. Même en prenant en compte le facteur de diffusion atomique de l'azote dans la zone nitrurée, cela est très insuffisant pour expliquer une telle augmentation de l'intensité.

Mändl et Rauschenbach [39] n'étaient pas très éloignés de la nature de l'explication que l'on propose à l'aide des rotations cristallographiques quand ils écrivaient que cela devait avoir un rapport avec une modification de la « qualité cristallographique » de l'échantillon. Nous avons suivi par EBSD l'orientation de quelques grains particuliers dont l'orientation finale est proche des orientations  $\langle 111 \rangle$ ,  $\langle 001 \rangle$ ,  $\langle 011 \rangle$  et  $\langle 113 \rangle$  associées aux différents pics de diffraction. Compte tenu de la précision angulaire qui est voisine de  $0.5^\circ$  avec cette technique, nous avons considéré les grains dont l'orientation finale est à  $\pm 2^\circ$  des orientations précédentes. On peut très raisonnablement accepter que l'on observerait le même comportement si l'on était capable d'étudier avec précision les grains dont l'orientation est à  $0.2^\circ$  des orientations étudiées par RX.

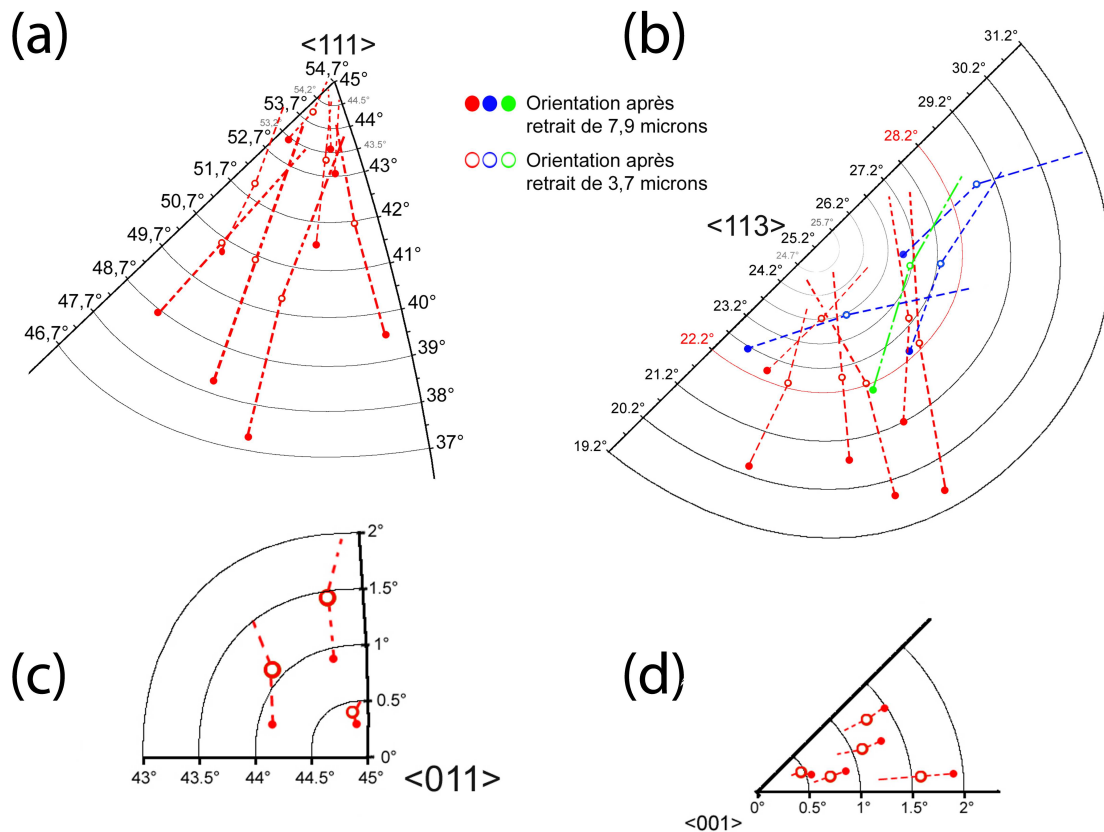


Figure 116: Parties de la figure de pôles inverse ND indiquant l'évolution de l'orientation cristallographique au cours des différents polissages ; orientations proches des pôles (a)  $\langle 111 \rangle$  (b)  $\langle 113 \rangle$  (c)  $\langle 011 \rangle$  et (d)  $\langle 001 \rangle$ . L'extrémité des traits donne l'orientation en surface après nitruration.

L'évolution de ces grains est représentée sur des figures de pôles inverses ND autour des 4 directions. Les cercles pleins représentent les orientations initiales avant nitruration (ou après avoir enlevé  $7.9 \mu\text{m}$ ), les cercles ouverts sont des orientations intermédiaires (après avoir enlevé environ la moitié de la couche nitrurée), et la fin des lignes représente l'orientation après nitruration.

Comme le montre la Figure 116.a, la nitruration a pour conséquence d'augmenter le nombre de grains qui ont une orientation proche de  $\langle 111 \rangle$ . Cela veut dire qu'il y a nettement plus de plans  $\{111\}$  parallèles à la surface pour la phase  $\gamma_N$  qu'il n'y en a pour la phase  $\gamma$ . L'effet est analogue à une augmentation du volume diffractant. Cette augmentation est considérable ( $\sim X10$ ). Il faut se rappeler que certains des plans dont la normale se rapproche au final de  $\langle 111 \rangle$  ont subi une rotation de 8 à  $9^\circ$ . En d'autres termes, la population de grains susceptibles d'atteindre l'orientation  $\langle 111 \rangle$  dans leur zone nitrurée est très élevée.

Au cours des différents polissages, l'orientation en surface de ces grains s'éloigne de la position de Bragg. Les grains sont donc de moins en moins nombreux à participer à la diffraction puisque l'amplitude des rotations cristallographiques diminue avec la profondeur dans la couche nitrurée. Cela correspond à une diminution du volume diffractant au cours des polissages successifs.

Les mêmes explications valent pour les grains avec une orientation proche de  $\langle 001 \rangle$  après nitruration. Cependant l'effet des rotations cristallographiques est moins prononcé puisque les amplitudes de rotation sont plus faibles (Figure 110 et Figure 116.d).

Les rotations cristallographiques ont un effet opposé pour les grains qui ont une orientation assez proche de  $\langle 110 \rangle$  avant nitruration pour participer à la diffraction. Dans la zone nitrurée de ces grains, les plans atomiques  $\{220\}$  ne tendent pas à devenir parallèles à la surface. Au contraire, l'angle entre leur normale et la normale à la surface augmente quand on se rapproche de la surface. Ainsi, pour ces grains, seuls les plans proches de l'interface entre la région nitrurée et la matrice restent en condition de Bragg et participent donc à l'intensité diffractée ; nous noterons ces plans  $\{220\}^a$ . Les autres plans  $\{110\}$  qui participent à la diffraction sont ceux des grains orientés exactement  $\langle 110 \rangle$ , ces grains ne subissant pas de rotation (voir II.D.1.1.7.2) ; ils seront notés  $\{220\}^b$ . Après nitruration, il y a donc moins de plans  $\{220\}$  en position de Bragg dans la zone nitrurée qu'il n'y en a dans la phase  $\gamma$ . D'où une apparente diminution (de 25%) du volume diffractant. Les polissages successifs de la couche nitrurée ne vont pas modifier le nombre de plans  $\{220\}^a$  en position de Bragg et localisés proche de l'interface. Cependant les polissages vont les rapprocher de la surface et renforcer ainsi leur contribution au pic 220. Dans le même temps, on enlève des plans  $\{220\}^b$  dans la couche nitrurée des grains orientés quasi-exactement  $\langle 110 \rangle$ , ce qui correspond à une diminution du volume diffractant pour la phase  $\gamma_N$ . On a donc une compétition qui se traduit par l'apparition d'un maximum sur l'évolution de l'aire du pic  $\gamma_N$  220 en fonction de l'épaisseur enlevée. La contribution des deux populations de plans  $\{220\}$ , l'une,  $\{220\}^a$ , avec une distance interréticulaire correspondant à 13 %at, l'autre,  $\{220\}^b$ , avec une distance interréticulaire qui dépend de la concentration en azote à la surface, entraîne un élargissement du pic  $\gamma_N$  220. On constate effectivement sur la Figure 117 que la largeur à mi-hauteur de ce pic est la plus élevée et que, conformément à la discussion précédente, elle diminue au cours des polissages successifs.



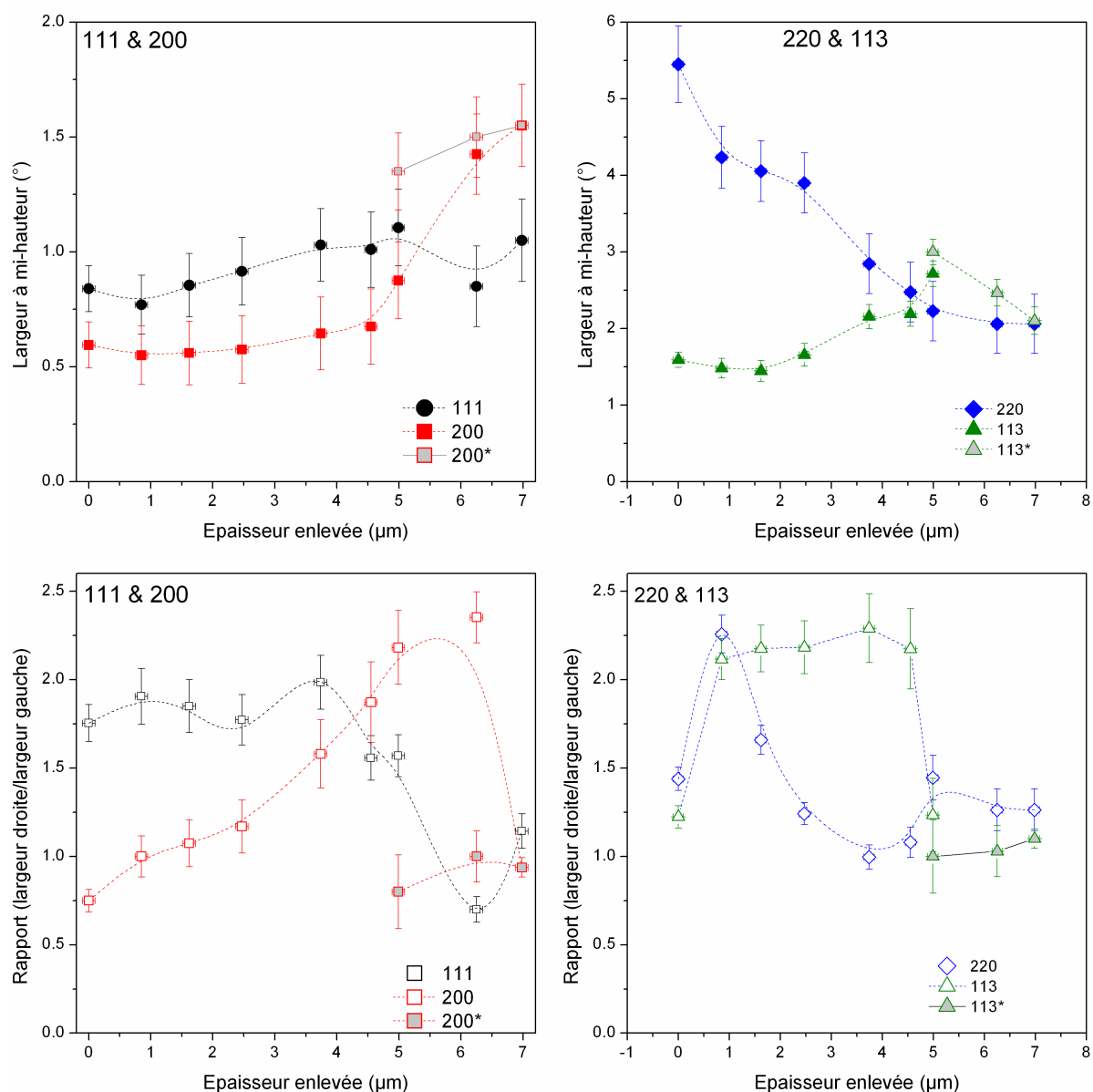


Figure 117: Largeur à mi-hauteur et asymétrie des différents pics de la phase nitrurée. Le symbole \* se rapporte aux seconds nécessaires à l'ajustement des pics expérimentaux 200 et 113 quand le polissage dépasse 5μm.

L'évolution de l'aire du pic  $\gamma_N$  113 est elle aussi singulière car les rotations dans la zone nitrurée des grains dont l'orientation est voisine de  $\langle 113 \rangle$  sont particulières: des plans  $\{113\}$  presque parallèles à la surface s'en éloignent (traits bleus sur la Figure 116.b), d'autres s'en approchent (traits rouges). Dans certains cas, ils s'éloignent après s'être rapprochés (trait vert sur la Figure 116.b). Si l'on considère en moyenne ces effets au voisinage de  $\langle 113 \rangle$ , le volume diffractant doit peu changer. C'est pourquoi les aires théoriques et expérimentales sont proches (Figure 114).

Enfin, il est intéressant de remarquer que les courbes représentant les évolutions des aires expérimentales des pics de diffraction (Figure 114) ressemblent beaucoup à celles présentant les évolutions des composantes de texture présentées sur la Figure 109. En quelque sorte cette

similitude constitue une forme de validation des explications précédentes sur l'effet des rotations sur le « volume diffractant apparent ».

#### II.D.4.2.2.2. Paramètres de maille effectifs

Si les rotations cristallographiques modifient très fortement l'intensité intégrée des pics de la phase nitrurée, leur influence sur la position des pics de cette phase n'est pas aussi directe. Celle-ci dépend d'autres facteurs comme les fautes d'empilement ainsi que les contraintes résiduelles et leur gradient. Comme l'étude précédente a montré la possibilité d'estimer très raisonnablement le profil d'azote dans la couche nitrurée, nous avons comparé les paramètres effectifs expérimentaux aux paramètres théoriques déduits de ce profil, en utilisant le même modèle qui tient compte de l'absorption et des contraintes résiduelles.

Les paramètres de maille effectifs  $a_{hkl}$  présentés sur la Figure 118 (symboles pleins) ont été déduits de la position du maximum des pics hkl de la phase  $\gamma_N$ , en considérant la structure c.f.c., après ajustement avec une fonction pseudo-Voigt asymétrique. Les paramètres notés 200\* et 113\* se rapportent au maximum des pics secondaires nécessaires à l'ajustement des pics expérimentaux 200 et 113 quand le polissage dépasse 5  $\mu\text{m}$ , quand les plans de l'interface participent en proportion non négligeable, aux pics de diffraction (Figure 119).

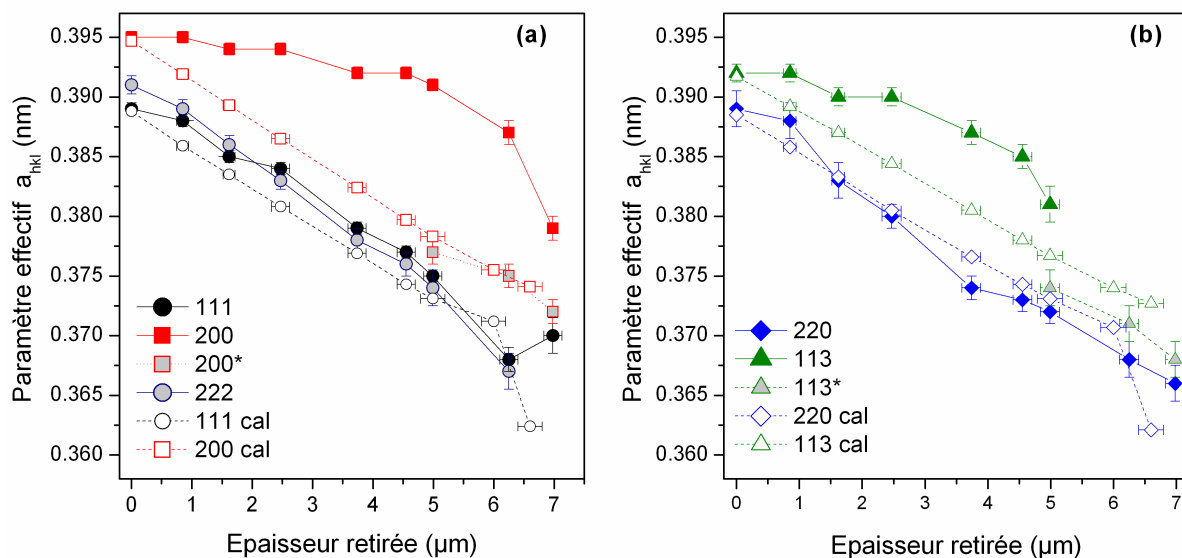


Figure 118: Paramètres de maille effectifs expérimentaux et calculés en fonction de l'épaisseur retirée.

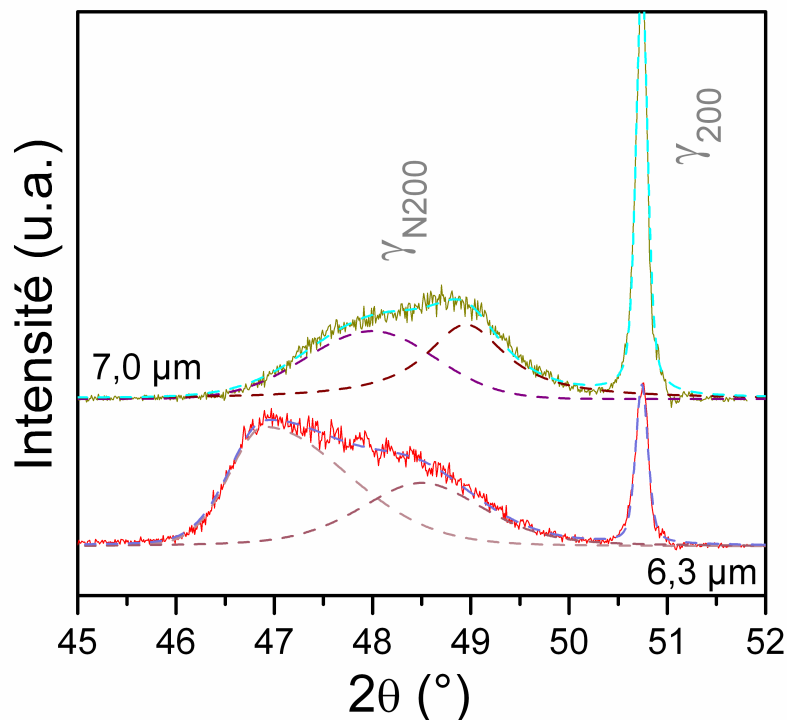


Figure 119 : Pics 200 des phases  $\gamma_N$  et  $\gamma$  obtenus en configuration symétrique après les polissages de 6.3  $\mu\text{m}$  et 7.0  $\mu\text{m}$ . Les courbes noires sont les 2 pics nécessaires à l'ajustement pour les pics de  $\gamma_N$ .

En observant l'évolution des paramètres effectifs expérimentaux sur la Figure 118, on s'aperçoit que les courbes pour les paramètres  $a_{111}$  et  $a_{220}$  ont une forme qui rappelle celle des profils d'azote dans ces grains : une décroissance quasi-linéaire jusqu'à environ 6  $\mu\text{m}$  puis une décroissance rapide sur une très faible épaisseur. Les courbes des paramètres  $a_{200}$  et  $a_{113}$  sont un peu différentes : ils diminuent relativement peu sur les 5 premiers  $\mu\text{m}$  et sont bien plus élevés que les autres paramètres effectifs. Les paramètres effectifs  $a^*_{200}$  et  $a^*_{113}$ , obtenus avec le 2<sup>e</sup> pic nécessaire à l'ajustement, ont quant à eux des valeurs plus proches des autres paramètres effectifs.

Pour aider à l'interprétation des évolutions de ces différents paramètres en fonction de l'épaisseur retirée, nous avons calculé les profils théoriques des pics puis les paramètres effectifs correspondant à leur maximum. Ces valeurs sont reportées avec des symboles ouverts joints par des lignes en pointillés sur Figure 118. Comme on a estimé les profils théoriques à partir des diffractogrammes réalisés après nitruration, les paramètres effectifs expérimentaux et calculés coïncident pour 0  $\mu\text{m}$ , ce qui facilite la comparaison directe de leur évolution au cours des polissages.

La Figure 118 ne peut pas être directement interprétée comme la variation des paramètres de maille effectifs en fonction de la profondeur nitrurée. Une approche plus sophistiquée doit être considérée, avec la « reconstruction » des profils de concentration en azote et des profils

de contraintes [85][86] comme indiqué dans le récent papier de Christiansen et Somers [79] sur une étude de la carburation du 316L.

Les paramètres de maille effectifs expérimentaux ne sont pas associés aux seuls grains d'orientation  $\langle hkl \rangle$  avant nitruration mais à tous les grains qui ont, dans une partie de leur zone nitrurée, des plans  $\{hkl\}$  parallèles à la surface, suite aux rotations cristallographiques. Les plans  $\{hkl\}$  en position de Bragg, qui appartiennent à des grains différents, ont des distances inter-réticulaires différentes et cela doit affecter la localisation du maximum des différents pics.

Cela pourrait être une des raisons pour lesquelles les paramètres effectifs calculés diminuent plus vite que les paramètres effectifs expérimentaux, à l'exception de  $a_{220}$ . Cependant, il est nécessaire de ne pas oublier la considération des fautes d'empilement qui influent également sur les différents paramètres [87][88][84]. D'un autre côté, le comportement particulier du paramètre  $a_{220}$  pourrait être lié à un effet des rotations. On a vu précédemment que ce pic était le résultat de la contribution de deux populations de plans  $\{220\}$ . La contribution des plans  $\{101\}^a$  est évidemment faible après nitruration car il faut tenir compte de l'atténuation sur une distance de deux fois la profondeur de la région nitrurée. En conséquence le pic 220 est localisé « correctement » mais il est peu intense car peu de plans  $\{220\}^b$  y contribuent. Quand on réduit l'épaisseur de la zone nitrurée par polissage, la contribution des plans  $\{101\}^a$  augmente, ce qui provoque un déplacement du pic vers les grands angles, une diminution de la largeur à mi-hauteur (Figure 119) et se traduit par un plus faible paramètre effectif expérimental. Quand l'épaisseur retirée est telle que la concentration d'azote en surface approche 13 %at, les plans  $\{220\}^a$  et  $\{220\}^b$  ont à peu près la même distance interréticulaire, ce qui donne un pic bien moins large et une position « correcte ».

#### II.D.4.2.2.3. Le 2<sup>e</sup> pic pour l'ajustement des pics 200 et 113

Quand l'épaisseur retirée égale ou dépasse 5  $\mu\text{m}$ , c'est-à-dire quand il reste moins de 3  $\mu\text{m}$  de zone nitrurée, il est nécessaire d'introduire un 2<sup>e</sup> pic pour ajuster les pics expérimentaux 200 et 113 de la phase nitrurée (Figure 119). Comme on l'a écrit précédemment, la contribution à un pic  $hkl$  vient d'une population de grains ayant des orientations initiales différentes. Pour le pic 200, on peut définir une population A (hétérogène) des grains dont les plans  $\{002\}$  tournent vers la surface dans la zone nitrurée et d'une population B (homogène) dont les plans ne tournent pas, car ils étaient initialement quasi-parallèles à la surface. La profondeur de la zone nitrurée est la plus élevée pour la population B (II.C.2).

Tant que l'épaisseur de la zone nitrurée est assez élevée, l'interface n'est sondée dans aucun des grains et la distance interréticulaire moyenne des plans {200} est semblable pour les deux populations. Le pic 200 est un peu plus large que celui qui est attendu théoriquement du fait du gradient de composition en profondeur mais cela n'affecte pas fondamentalement sa forme. Quand l'interface, qui correspond à une concentration en azote de 13 %at, commence à contribuer à la diffraction pour certains des grains de la population B, cela se traduit par l'apparition d'un épaulement vers les grands angles et donc à une largeur à mi-hauteur qui augmente (Figure 119). Enfin, quand on réduit encore l'épaisseur, on obtient deux pics distincts avec celui de droite positionné à un angle  $2\theta$  qui correspond plus ou moins à 13 %at en azote.

L'existence de deux populations de grains peut aussi expliquer la nécessité du 2<sup>e</sup> pic pour le pic 113 de la phase nitrurée. Et on observe effectivement qu'il est localisé à des angles  $2\theta$  qui correspondent à une concentration en azote entre 7 et 13 %at.

On peut aussi étendre cette analyse au pic 111, en tenant compte du fait que ce sont les grains quasi-orientés  $\langle 111 \rangle$  qui présentent la profondeur nitrurée la plus faible. Dans ce cas, il faut s'attendre à un épaulement vers les petits angles dès que la contribution de la population A diminue. Un seul pic correspond aussi à une concentration de 13 %at. en azote lorsque toute la région nitrurée des grains de la population A a été éliminée. C'est ce qui est montré sur la Figure 113 (dans l'encart  $\times 20$ ) associé au pic 111 pour les polissages de 6.3 et 7  $\mu\text{m}$ . Les asymétries représentées sur la Figure 119 pour les pics 111 et 200 illustrent bien l'apparition des épaulements respectivement vers les grands angles et vers les petits angles.

Nous avons vu précédemment que les diffractogrammes réalisés en configuration asymétrique avec un angle fixe de  $10^\circ$  résultaient de la contribution de plans d'orientations initiales par rapport à la surface beaucoup plus variées. Cela permettait de « gommer » l'effet des rotations observé en configuration  $\theta$ - $2\theta$ , en particulier pour les pics 220 et 113 (voir Figure 107). La Figure 120 présente les évolutions des paramètres effectifs obtenus à partir des diffractogrammes réalisés en configuration asymétrique, entre les différents polissages. Comme ces acquisitions ont été faites à la suite des acquisitions en mode symétrique, c'est la même surface de l'échantillon qui est explorée.

Les intensités étant beaucoup plus faibles, l'incertitude sur les mesures est plus élevée. On constate cependant sur la Figure 120.a que, à l'exception de  $a_{200}$ , les autres paramètres effectifs sont équivalents. En configuration asymétrique, l'évolution du paramètre  $a_{113}$  en fonction de l'épaisseur retirée ne se distingue plus vraiment de l'évolution des paramètres  $a_{111}$  et  $a_{220}$ . Ceci suggère que le « plateau » observé sur la Figure 118.b pour le paramètre  $a_{113}$  a

comme origine principale les rotations. Par contre, le paramètre  $a_{220}$  obtenu en mode asymétrique est plus grand que celui calculé à partir des observations en mode Bragg-Brentano (BB) comme le montre sur la Figure 120.b où figurent les résultats pour les deux modes. En mode symétrique, la contribution des plans  $\{110\}$  proches de l'interface, qui sont à l'origine de l'augmentation de l'intensité intégrée, tend à décaler le pic 220 vers les grands angles, donc vers des plus petites valeurs  $a_{220}$ . Ces plans ne jouent plus de rôle particulier en configuration asymétrique, ce qui conduit à un paramètre  $a_{220}$  plus faible.

On voit aussi sur la Figure 120.b que les paramètres  $a_{111}$  et  $a_{200}$  calculés à partir des résultats des deux configurations sont quasiment identiques. Ce n'est pas surprenant car les plans  $\{111\}$  qui font un angle de  $\sim 10^\circ$  se comportent plus ou moins de la même manière du point de vue des rotations. Il n'y a alors pas d'effet de « lissage ». Il en est de même pour les plans  $\{220\}$  qui font un angle de  $\sim 13^\circ$  avec la surface.

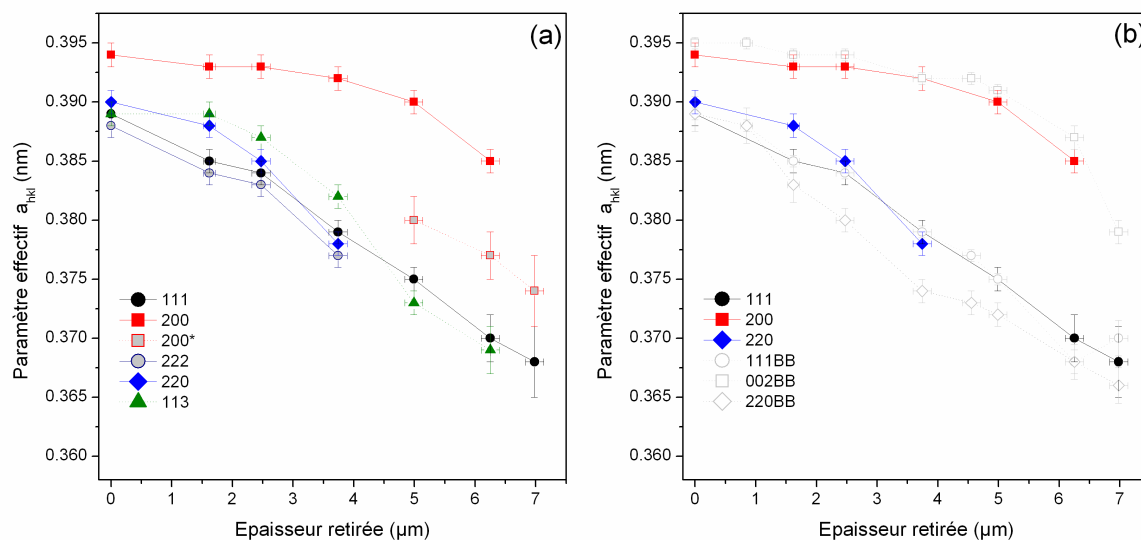


Figure 120: (a) Paramètres de maille effectifs expérimentaux en mode asymétrique et (b) comparaison des paramètres obtenus avec les 2 modes.

Si nos observations expérimentales montrent clairement que les rotations cristallographiques agissent sur la forme et la position des pics, cela ne doit être considéré que comme un effet qui s'ajoute à ceux des contraintes résiduelles et des fautes d'empilement [87][88][84].

Les Figure 118 et Figure 120 ne peuvent pas être correctement interprétées si tous les paramètres ne sont pas pris en compte. Nous n'avons pas utilisé les fautes d'empilement dans notre modèle. Or, leur présence se traduit par un décalage du pic 200 vers les petits angles [88], donc par une plus grande valeur de  $a_{200}$ , en accord avec l'observation. On peut encore

citer quelques hypothèses simplificatrices utilisées dans la plupart des analyses qu'il conviendrait de mieux vérifier :

- On a postulé que les contraintes résiduelles s'exercent parallèlement à la surface. Si ces contraintes ont une composante suivant la normale à la surface, celle-ci est nulle à la surface après chacun des polissages. Cela pourrait conduire à une interprétation erronée des distances interréticulaires dans la couche nitrurée.
- Le gradient de contrainte peut être différent de celui que nous avons utilisé pour le modèle, basé sur la carburation du 316L [79].
- Nous avons utilisé les constantes élastiques de la matrice 316L. Or, la présence d'azote dans les sites interstitiels modifie les constantes élastiques et même l'anisotropie comme l'ont observé Gressmann et al.[78] avec du fer contenant 20%at d'azote, résultats confirmés par des calculs ab-initio. L'utilisation de nouvelles constantes élastiques modifierait les profils d'azote estimés ainsi que les paramètres effectifs calculés.

Les paramètres effectifs déduits de nos observations sont en réalité des paramètres effectifs apparents. A ce jour, on a une assez bonne idée des effets qu'il faudrait prendre en compte pour les corriger (gradients de concentration, de contraintes, défauts de structure). Mais le poids relatif de chacun de ces effets, qui sont probablement interconnectés, reste encore à préciser pour déterminer sans ambiguïté la structure de l'austénite expansée.

#### II.D.4.2.2.4. Gradient de déformation et rotations cristallographiques

L'étude par diffraction des RX permet d'estimer les profils d'azote dans les grains d'orientations  $\langle 111 \rangle$  et  $\langle 001 \rangle$ . On peut alors estimer, à l'aide de la modélisation proposée dans la partie II.D.2, le gonflement (précédemment noté  $\Gamma^{hkl}$ ) dans ces grains en fonction de la profondeur. Les contraintes de compression ont été prises en compte dans le calcul. Ces gonflements peuvent être directement reliés aux « élancements » de la partie nitrurée des grains dans la direction normale à la surface et donc à des « déformations ». Les résultats du calcul sont présentés sur la Figure 121.

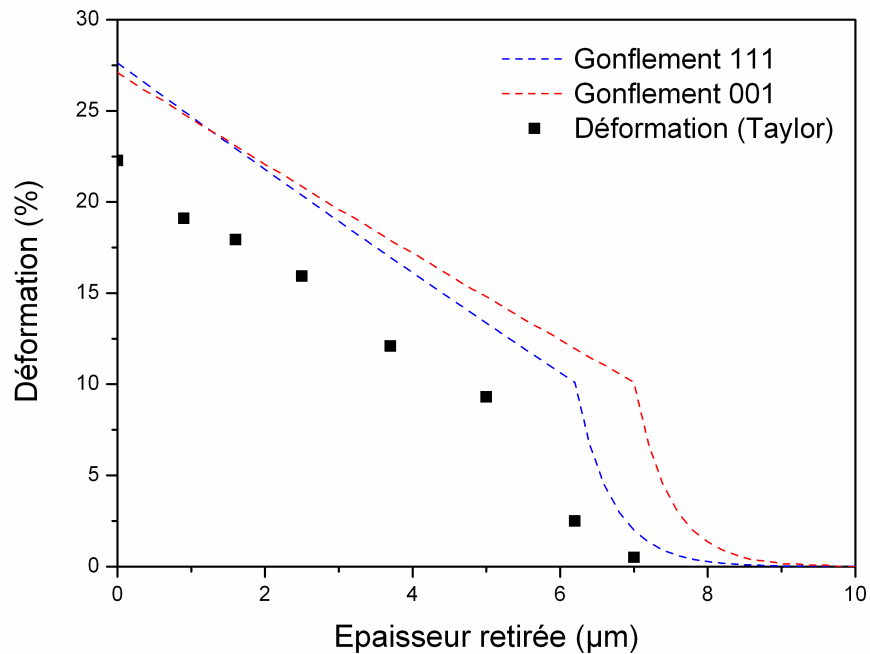


Figure 121: Déformations calculées à partir des concentrations en azote (courbes en pointillé) et à partir des rotations cristallographiques par l'intermédiaire du modèle de Taylor.

Lors de l'étude des désorientations à la surface des échantillons, nous avons montré qu'elles pouvaient être décrites à l'aide du modèle de Taylor. On pourrait donc utiliser les déformations calculées puis en déduire les rotations cristallographiques. Pour simplifier, nous avons choisi une démarche « inverse » en recherchant la déformation nécessaire pour obtenir par le modèle de Taylor l'amplitude des rotations cristallographiques observées expérimentalement. Les valeurs calculées ont été reportées sur la Figure 121. Si les déformations estimées à partir du modèle de Taylor sont plus faibles que les déformations estimées à partir des RX, on constate cependant que les courbes ont la même allure. Le gradient de concentration en azote conduit à un gradient « d'élongation » de la matrice dans la direction normale et donc à un gradient de rotation.



## II.E Conclusion

Les observations réalisées à « grande échelle » ont permis de mettre en évidence différentes caractéristiques de la couche traitée et notamment de préciser les évolutions de la surface en termes de texture cristallographique et de gonflement. Cependant, l'analyse de ces seuls résultats ne permet pas une compréhension satisfaisante des mécanismes mis en jeu par le traitement de nitruration. Les caractérisations conduites à l'échelle des grains ont précisé l'origine des observations à « grande échelle ». Ainsi, les rotations cristallographiques dues au traitement sont relativement homogènes à l'échelle du grain et dépendent directement de son orientation initiale, expliquant de fait les évolutions de texture observées. De même, le gonflement d'un grain dépend indirectement de son orientation par l'intermédiaire de l'épaisseur de la région nitrurée, ce qui explique la topographie observée à « grande échelle » avec des gonflements variables d'un grain à l'autre.

Les observations à l'échelle du grain ont été analysées à l'aide de modèles simples. Ainsi l'origine des évolutions de texture a pu être associée à des phénomènes de plasticité à l'aide du modèle de Taylor. Du point de vue de la plasticité, l'effet de l'insertion des atomes d'azote dans le réseau cristallin du 316L peut être assimilé à une déformation équivalente de type traction uniaxiale perpendiculaire à la surface. La modélisation du gonflement de surface, validée par les données expérimentales, a justifié notre hypothèse sur l'origine des rotations cristallographiques puisqu'elle conduit à des déformations supérieures à 20 % de la couche de surface du 316L. A partir de ces données expérimentales, on a pu montrer en outre combien est complexe l'analyse par DRX de la structure de l'austénite expansée et comment la prise en compte des rotations de réseau permet d'affiner ces analyses.

En s'appuyant sur l'ensemble des données obtenues dans ce chapitre, nous allons maintenant aborder les répercussions de ce type de traitement sur les propriétés mécaniques du 316L. Nous tenterons de répondre à quelques interrogations qui apparaissent à ce stade de l'étude, notamment sur les traces de plasticité visibles en surface et sur le fait que l'on observe souvent des traces de glissement sur un unique système de glissement alors que les rotations mesurées impliquent l'activation de multiples systèmes.





## **CHAPITRE III**

# **INFLUENCE DU TRAITEMENT SUR LE COMPORTEMENT EN FATIGUE DU 316L**



En l'absence de défauts métallurgiques majeurs tels que des pores ou inclusions, l'apparition des fissures de fatigue dans les matériaux métalliques se fait généralement à partir de la surface libre des pièces. Par conséquent, toute modification des propriétés mécaniques et/ou physicochimiques des couches superficielles du matériau est susceptible d'influencer les processus de plasticité cyclique au voisinage de la surface, au point même de modifier les conditions d'amorçage de fissures. D'éventuelles répercussions en terme de durée de vie, favorables ou défavorables, peuvent alors être attendues. La nitruration plasma étudiée dans ce travail ne devrait pas faire exception. Dans le chapitre précédent, il a été montré qu'un des effets de ce traitement est l'apparition d'une plasticité marquée dans les couches de surface, pouvant aboutir sous certaines conditions à la création de fissures. Dans ce cas, ces défauts initiaux pourraient directement avoir un effet nuisible à la résistance en fatigue du 316L. Cependant la nitruration induit d'autres effets dont le durcissement de la surface et l'introduction de contraintes résiduelles de compression importantes dans les couches de surface. Ces deux effets sont généralement associés en fatigue à des améliorations de la durée de vie. Il est donc au premier abord difficile de conclure à l'avance sur l'influence du traitement de nitruration, sur les propriétés en fatigue du 316L.

Ce chapitre présente donc les essais mécaniques qui ont été réalisés pour analyser les effets de la nitruration sur le comportement en fatigue du 316L.

Le domaine concerné est celui de la fatigue oligocyclique (LCF pour Low Cycle Fatigue) à 20°C. Le matériau est soumis à des chargements cycliques dont l'amplitude est de l'ordre de la limite d'élasticité ( $\varepsilon_p = 0,2\%$ ). Les processus d'endommagement résultent alors de l'accumulation locale de déformation plastique notamment sous la forme de bandes de glissement conduisant progressivement à la formation de microfissures puis au final à la ruine du matériau pour un relativement faible nombre de cycles de déformation ( $10^4$ - $10^6$ ). Dans ce domaine les mécanismes de plasticité constituant clairement l'origine principale des processus d'endommagement au sens de la création de fissures, la déformation plastique a été choisie comme paramètre d'asservissement des essais. Le suivi de l'évolution de la contrainte tout au long de la durée de vie renseigne alors sur les processus de durcissement/ adoucissement cycliques. Ce choix ne décrit en rien les chargements que subissent les matériaux lors de leur utilisation réelle dans les pièces de structure (chargement plutôt à contrainte ou déformation totale imposée). Cette procédure a cependant l'avantage d'imposer constant le paramètre gouvernant les processus d'endommagement et ceci tout au long des essais, favorisant ainsi les interprétations. Toujours dans l'optique de simplifier l'analyse des résultats, nous avons choisi un chargement symétrique de traction-compression ( $R=-1$ ). A la campagne d'essais de

fatigue qui a été mise en place viennent s'ajouter des essais de traction et compression monotone, des essais de traction in situ sous MEB, ainsi que des essais de dureté.

L'ensemble des résultats d'essais mécaniques sera analysé en intégrant certains aspects développés dans le chapitre II concernant directement les couches nitrurées. Des interprétations des effets induits par ce traitement sur les modes de déformation et d'endommagement pourront alors être proposées. Inversement les données issues de ces essais seront exploitées pour répondre à certaines interrogations posées précédemment ou parfois pour compléter/améliorer les méthodes d'analyse présentées au chapitre II.

## III.A Caractéristique mécanique du 316L nitruré : traction et compression monotone - dureté.

Cette première partie est consacrée à l'analyse du comportement sous chargement mécanique monotone du 316L nitruré. D'une part, des essais conventionnels de traction et de compression ont été menés avec pour objectif d'évaluer les répercussions macroscopiques du traitement (III.A.1.1). Ils sont complétés par des expériences conduites in situ sous MEB permettant l'analyse des modes de déformation et d'endommagement sous charge à l'échelle microscopique (III.A.1.2). D'autre part, le comportement mécanique de la couche nitrurée est étudié indépendamment du substrat par la pratique d'essais de dureté (ultramicrodureté et nanoindentation) (III.A.2).

### *III.A.1. Essais de traction et de compression monotone*

#### *III.A.1.1. Caractérisation mécanique macroscopique*

##### *III.A.1.1.1. Moyens expérimentaux*

Les essais de traction et de compression monotone ont été réalisés sur une machine électromécanique INSTRON de type 1362 d'une capacité de 100 kN, qui sera également utilisée en fatigue. Les essais ont été réalisés à température ambiante sous air à vitesse de déformation totale imposée. La géométrie des éprouvettes employées et leur préparation sont décrites au paragraphe III.B.2. La mesure de déformation au cours des essais a été réalisée à l'aide d'un extensomètre à jauges, fixées sur la partie utile des éprouvettes. Deux vitesses de déformation ont été utilisées : une première relativement faible de  $8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et une seconde plus élevée de  $5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Cette dernière a été choisie pour permettre directement la comparaison avec les résultats obtenus en fatigue. Elle correspond en effet en première approximation à la vitesse de déformation totale lors du premier quart de cycle d'un essai de fatigue pour une vitesse de déformation plastique imposée de  $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . L'objectif premier de ces essais étant d'étudier les éventuelles répercussions macroscopiques de la nitruration en termes de comportement mécanique dans le domaine d'amplitude de déformation concerné par la fatigue, les essais ont été stoppés à 1% de déformation totale.



### III.A.1.1.2. Résultats

La Figure 122 reporte les courbes de traction et compression obtenues lors des essais réalisés sur des éprouvettes nitrurées 33 heures et des éprouvettes non traitées pour les deux vitesses de traction. Les contraintes ainsi que les déformations sont données en valeur absolue pour les essais de compression.

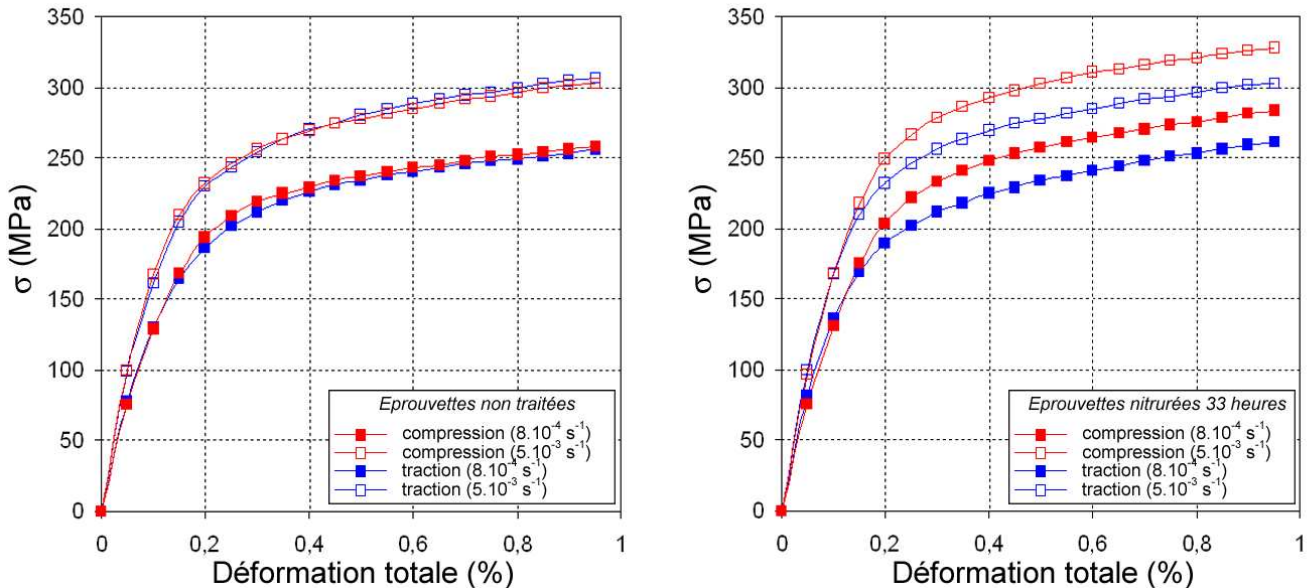


Figure 122: Courbes de traction et compression d'éprouvettes de 316L non traitées (a) et nitrurées 33 heures (b) pour deux vitesses de déformation totale. Contraintes et déformations sont données en valeur absolue.

Un effet de la vitesse de déformation est mis en évidence : les seuils d'écoulement plastiques sont plus importants dans le cas des éprouvettes déformées à  $5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  que l'on considère le matériau vierge ou traité. Cet effet classique est intrinsèque au comportement viscoplastique du 316L[89][90].

Ce comportement est symétrique en traction et compression dans le cas du 316L non traité. Par contre on observe pour les éprouvettes de 316L nitrurées une asymétrie traction/compression à vitesse de déformation égale. Plus précisément les valeurs des contraintes en compression (en valeur absolue) sont systématiquement plus élevées que celles obtenues en traction ; ces dernières étant équivalentes à celles obtenues pour l'état non traité de référence. Cette asymétrie de comportement apparaît progressivement. Au delà d'une déformation totale d'environ 0,3% les différences de contraintes en compression et traction restent constantes dans le domaine plastique au cours de la déformation.

Ces premiers résultats ont été complétés par des essais concernant une nitruration plus modérée de 8 heures.

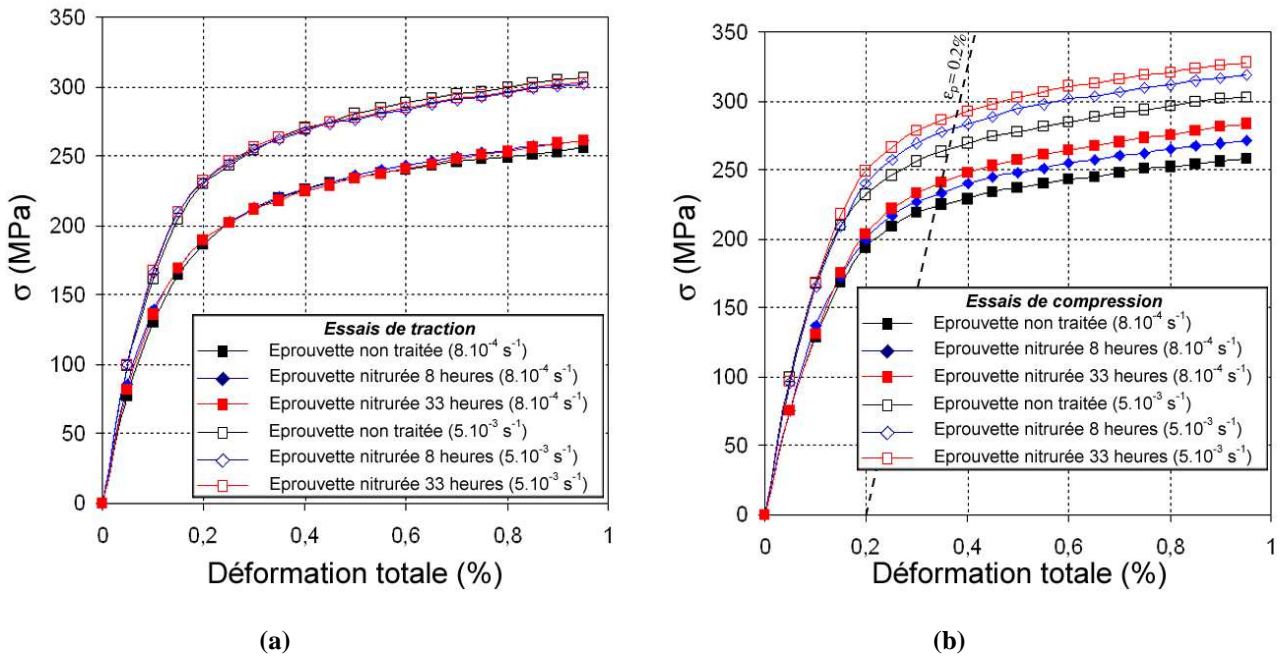


Figure 123: Courbes de traction (a) et compression (b) d'éprouvettes de 316L non traitées, nitrurées 8 heures et 33 heures pour deux vitesses de déformation. Contraintes et déformations sont données en valeur absolue.

Les courbes contrainte-déformation totale en traction (a) et en compression (b) sont données sur la Figure 123 pour les deux temps de traitement : 8 et 33 heures, et pour les deux vitesses de traction/compression précédemment considérées. Les courbes des éprouvettes non traitées sont également représentées. A nouveau, à vitesse de déformation égale, le comportement en traction des éprouvettes nitrurées est identique à celui des éprouvettes non traitées et cela quel que soit le temps de nitruration.

A noter qu'aucune évolution significative du module d'Young en fonction du temps de traitement n'est relevée (Tableau 22). Cette apparente absence d'effet de la nitruration sur le comportement élastique du 316L se retrouve en compression (Tableau 22) quel que soit le temps de traitement. Par contre un écrouissage plus important est constaté pour les états traités dès l'entrée dans le domaine plastique. Pour quantifier cet effet, les seuils d'écoulement plastique définis à 0,2% mais aussi à 0,066% de déformation plastique ont été calculés et reportés dans le Tableau 23. Les différences des seuils d'écoulement plastique en traction et compression sont données entre parenthèses en fonction du temps de traitement. L'asymétrie de comportement, qui est négligeable pour l'état non traité, de référence, devient importante pour les états nitrurés et ceci d'autant plus que le temps de traitement est long.

**Tableau 22 : Modules d'Young**

Module d'Young (GPa)	Eprouvettes non traitées	Eprouvettes nitrurées 8 heures	Eprouvettes nitrurées 33 heures
traction	188	186	189
compression	186	179	180

**Tableau 23 : Seuils d'écoulement plastique Re (en valeur absolue) à 0,066% et 0,2% pour différents temps de traitement. Entre parenthèse sont indiquées les différences entre les seuils en compression et traction.**

	Essais de traction		Essais de compression	
	Re <sub>0,066%</sub> (MPa)	Re <sub>0,2%</sub> (MPa)	Re <sub>0,066%</sub> (MPa)	Re <sub>0,2%</sub> (MPa)
<b>Temps de traitement</b>	<b>Vitesse de traction : <math>8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}</math></b>			
<i>non traitées</i>	169	214	172 (+3)	218 (+4)
<i>8 heures</i>	171	215	178 (+7)	230 (+15)
<i>33 heures</i>	173	214	184 (+11)	239 (+25)
	<b>Vitesse de traction : <math>5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}</math></b>			
<i>non traitées</i>	224	261	227 (+3)	261 (+0)
<i>8 heures</i>	226	260	234 (+8)	276 (+16)
<i>33 heures</i>	227	261	242 (+15)	288 (+27)

De plus ces différences entre le comportement en traction et compression sont indépendantes de la vitesse de déformation (Tableau 23). Ainsi les valeurs des différences des seuils d'écoulement plastique (entre parenthèse dans le Tableau 23) sont très proches pour les deux vitesses de déformation à temps de traitement identique.

### III.A.1.1.3. Discussion

Une différence de seuil d'écoulement plastique en traction et compression peut avoir différentes origines. Cet effet est souvent mentionné sous le nom de « stress differential effect » ou « strenght differential effect » (effet SD) [91]. Une telle asymétrie entre le comportement en traction et compression a été observée pour de nombreux matériaux

métalliques comme dans les alliages : Fe-10Cu [92], Al-Fe-Cr-Ti [93], les alliages de zirconium [94] et également dans les aciers inoxydables 304L [95] et 316L [96]. Pour ce dernier cas qui nous concerne directement, Yapici et al.[96] montrent que les contraintes internes quelle qu'en soit l'origine, sont les raisons de l'effet d'asymétrie en traction-compression. Turner et al.[97] ont également corrélé la différence du seuil d'écoulement en compression et traction avec les contraintes internes pour un alliage de zirconium traité. Dans ce cas précis les contraintes internes étaient d'origine thermique, plus précisément dues à l'anisotropie de la dilatation thermique. Les contraintes résiduelles élevées de compression évaluées précédemment (II.B.3.5) dans la couche nitrurée sont donc très probablement à l'origine de l'asymétrie du comportement en traction et compression constaté dans notre cas.

De façon très schématique, une éprouvette nitrurée peut être considérée simplement comme l'assemblage du substrat de 316L non traité et de la couche nitrurée, représenté schématiquement sur la Figure 124. La couche nitrurée présente des contraintes résiduelles en compression (II.B.3.5) qui augmentent son seuil d'écoulement plastique apparent en traction et diminuent celui en compression. Quant à elle, la zone non traitée du substrat présente des contraintes résiduelles de traction qui assurent l'équilibre mécanique à l'échelle de l'éprouvette. Cette zone de cœur présente alors un seuil d'écoulement plastique apparent en traction inférieur à celui en compression.

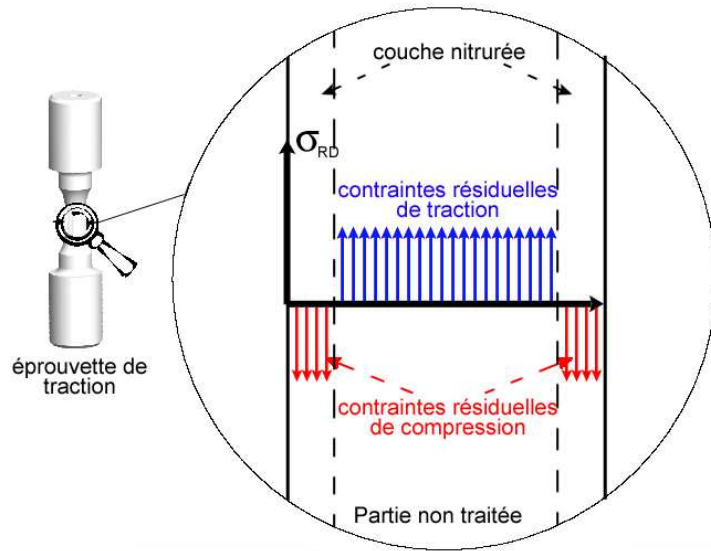


Figure 124: Schématisation de l'équilibre mécanique entre la couche traitée et le cœur de l'éprouvette.

Cet équilibre mécanique entre le substrat et la couche traitée répond à l'équation suivante :

$$\sigma_{Sub} S_{Sub} = -\sigma_{Nit} S_{Nit} \quad Eq. 51$$

où  $\sigma_{Sub}$  et  $\sigma_{Nit}$  sont respectivement les contraintes au sein du substrat et de la couche et  $S_{Sub}$  et  $S_{Nit}$  sont les sections correspondantes.

Pour améliorer la lisibilité des schémas, l'épaisseur de la couche nitrurée est volontairement exagérée à environ la moitié du rayon de l'éprouvette. Plus précisément cette épaisseur est choisie de telle sorte que les « sections » du substrat non traitée et de la couche traitée soient identiques. Cette configuration correspond à un cœur non traité dont le rayon est de  $R/\sqrt{2}$  (R étant le rayon de l'éprouvette)

Pour approfondir l'analyse du comportement mécanique du 316L nitruré, il est utile de reconstruire schématiquement et séparément les courbes de comportement associées au substrat et à la couche nitrurée, comme proposé sur la Figure 125. Le comportement du composite est obtenu par sommation des comportements séparés. En effet la contrainte globale  $\sigma$  appliquée au composite de section  $S$  peut s'exprimer par une loi des mélanges :

$$\sigma = \sigma_{Sub} \frac{S_{Sub}}{S} + \sigma_{Nit} \frac{S_{Nit}}{S} \quad Eq. 52$$

Pour faciliter la représentation sur la Figure 125, on a toujours « artificiellement » utilisé  $S_{Sub} = S_{Nit}$ .

Le comportement d'un état nitruré « 1 » est représenté sur la Figure 125.a et l'effet SD apparaît clairement sur la Figure 125.c. Le surplus de contrainte de compression (en valeur absolue) par rapport à la contrainte de traction croît progressivement dans un premier temps pour rester constant par la suite dans le domaine plastique. Sur la Figure 125.b, l'effet d'une couche plus épaisse est schématisé indirectement par l'augmentation symétrique du décalage des limites élastique par rapport à la référence. En effet, si l'on considère un niveau de contraintes résiduelles de compression dans la couche indépendant de son épaisseur, les contraintes induites en tension pour le cœur non traité sont fonction de l'épaisseur de la zone traitée. L'augmentation de l'épaisseur de la couche se traduit bien par un effet SD plus marqué comme ce qui est constaté expérimentalement.

A noter que cette description schématique de l'effet SD nécessite pour la couche nitrurée et le substrat de référence un comportement plastique différent (écrouissage plus fort).

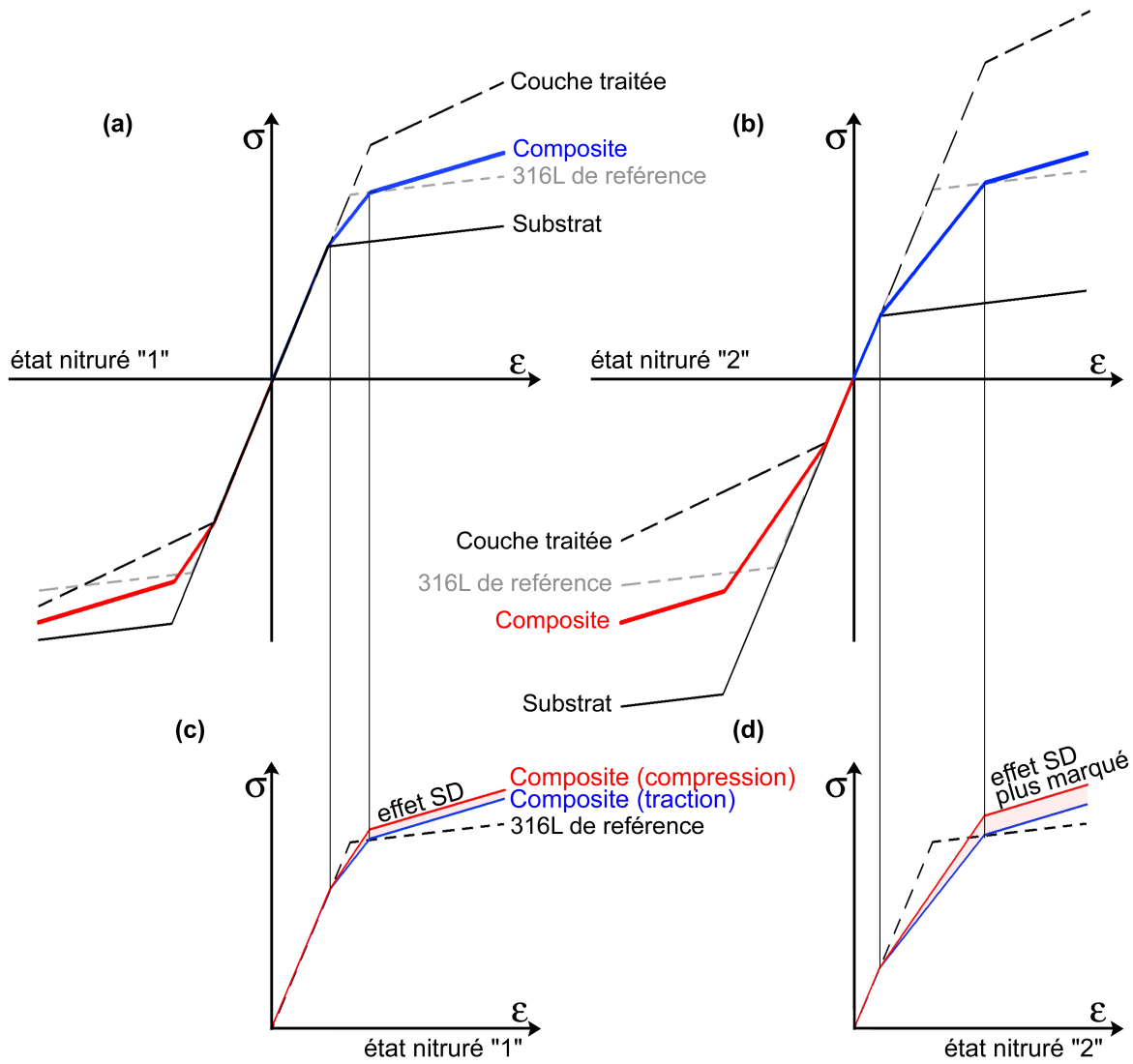


Figure 125: représentation schématique des comportements individuels de la couche traitée, du cœur non traité et du composite pour deux états nitrurés, c'est-à-dire des rapports de sections différents. Les modules du substrat et de la couche nitrurée sont équivalents. Le décalage de la limite d'élasticité dû au traitement est symétrique par rapport à la limite d'élasticité de référence et équivalent aux contraintes résiduelles de traction vues par le cœur non traité ( $S_{Sub} \gg S_{Nit}$ ).

A partir des données expérimentales relatives à cet effet SD, il est possible d'estimer le niveau de contraintes résiduelles de compression  $\sigma_c^R$  au sein de la couche nitrurée. Pour ce faire, il suffit d'exprimer  $\sigma_c^R$  en fonction des sections du substrat et de la couche nitrurée (II.B.2) et du décalage  $\Delta\sigma$  entre contrainte de compression et de tension (Tableau 23) :

$$\sigma_c^R = \Delta\sigma \frac{S_{sub}}{S_{nit}} \quad \text{Eq. 53}$$

Les sections sont calculées à partir des épaisseurs des couches nitrurées déterminées dans le chapitre précédent (Figure 21)

**Tableau 24 : moyennes des contraintes résiduelles de compression calculées à partir de l'équation 53, pour les deux vitesses de traction.**

	$\Delta\sigma$ (MPa)	Contraintes de compression résiduelles: $ \sigma_c^R $ (GPa)
<b><i>Temps de traitement</i></b>	<b><i>Vitesse de traction : <math>8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}</math></i></b>	
<i>8 heures</i>	15	2,4
<i>33 heures</i>	25	1,9
	<b><i>Vitesse de traction : <math>5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}</math></i></b>	
<i>8 heures</i>	16	2,4
<i>33 heures</i>	27	2

Les contraintes résiduelles de compression ainsi calculées sont reportées dans le Tableau 24. Elles sont du même ordre de grandeur que celles obtenues par diffraction des rayons X dans le chapitre précédent (II.B.3.5). A noter un niveau de contrainte de compression légèrement moins élevé pour l'éprouvette nitrurée 33 heures. Les contraintes ainsi obtenues seront plus amplement discutées suite à la présentation des résultats de fatigue.

### III.A.1.2. Essais de déformation *in situ* : indentification du dommage de la couche nitrurée au cours de la déformation.

Afin d'étudier le comportement de la couche nitrurée au cours de la déformation, des essais mécaniques spécifiques ont été réalisés *in situ* sous MEB. Ces expériences consistent à suivre l'évolution à l'échelle microscopique de l'état de la couche nitrurée tout au long d'un essai de traction. Les processus de plasticité et d'endommagement induits par déformation dans la couche peuvent être ainsi analysés.

#### III.A.1.2.1. Moyens expérimentaux

##### III.A.1.2.1.1. Eprouvette de déformation *in situ*

Les éprouvettes de traction utilisées (Figure 126) sont plates ce qui permet l'analyse EBSD et facilite les observations au MEB. Elles sont prélevées dans la tôle de 316L suivant la direction de laminage (RD). Un polissage mécanique progressif a été effectué au papier abrasif puis au spray diamanté jusqu'à  $1\mu\text{m}$ . Il a été suivi d'un polissage mécano-chimique à la silice colloïdale pour permettre l'analyse EBSD. Une zone d'étude ( $\sim 1\text{ mm}^2$ ) au centre de la partie utile a alors été cartographiée par EBSD avant nitruration afin de connaître les orientations cristallographiques des grains observés lors des essais de traction.

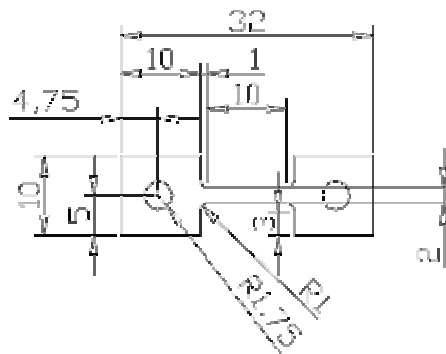


Figure 126: Caractéristiques géométriques des éprouvettes de déformation *in situ*.

##### III.A.1.2.1.2. La machine de déformation *in situ*

La machine de déformation *in situ* DEBEN utilisée permet la réalisation d'essais de traction avec un déplacement de traverse maximal de 10 mm. Elle est équipée d'une cellule de force de 5000 N et la vitesse de déplacement de traverse peut varier de 0,02 mm/min à 1,5 mm/min (Figure 127).



Le mouvement des deux traverses est symétrique ce qui permet de garder la zone centrale de l'éprouvette au centre de la plage d'observation tout au long de l'essai.

Cet aspect associé aux très faibles vitesses de déformation en fait une machine bien adaptée aux observations sous chargement continu « à fort grandissement » dans un MEB.

Un capteur placé parallèlement à l'éprouvette permet de suivre le déplacement relatif des mors. Un graphe force-élongation se construit en temps réel sur un écran de contrôle. L'essai peut être arrêté à tout instant permettant ainsi de plus amples investigations. A chaque arrêt, le déplacement des traverses peut être bloqué (relaxation avec enregistrement de la force) ou la force peut être maintenue constante (fluage). Dans le cadre de ce travail, nous avons fait le choix de ne pas introduire d'élongation supplémentaire lors des arrêts et donc de bloquer le déplacement des traverses.

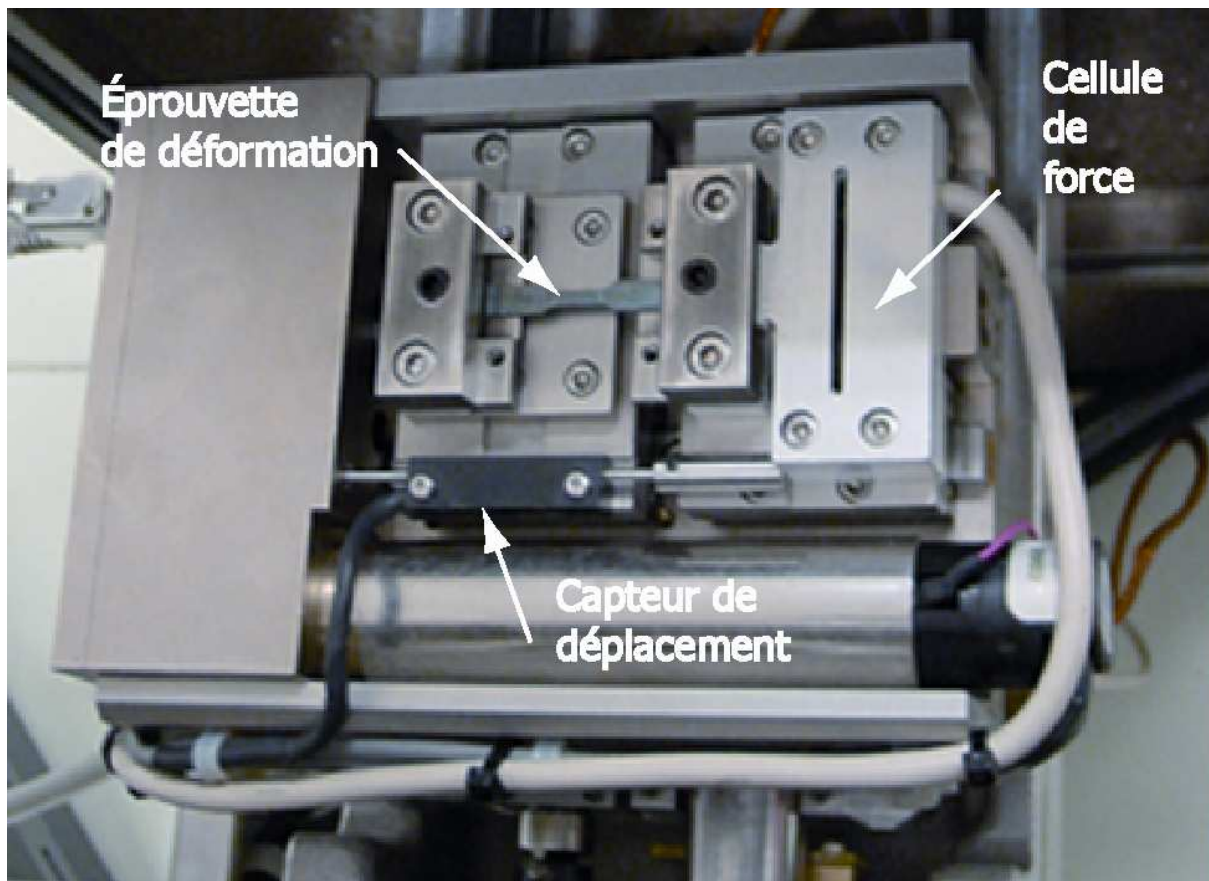


Figure 127: Machine de déformation in situ DEBEN.

#### III.A.1.2.1.3. Démarche expérimentale.

Cette étude a été effectuée sur des éprouvettes nitrurées pendant 1 heure ou 8 heures. Ces deux durées de traitements entraînent différents significatives du point de vue de l'épaisseur de la couche nitrurée et de l'effet de l'endommagement initial avant les tests de déformation.

Le comportement mécanique d'une éprouvette non traitée a été également étudié afin de servir de référence. Tous les essais de traction in situ ont été réalisés à la même vitesse de déplacement de la traverse de 0,1 mm/min. Ces conditions « lentes » permettent une observation continue sous MEB des phénomènes apparaissant en surface. Des arrêts sont effectués à différents niveaux de charge, ce qui permet d'observer l'évolution de l'état de déformation en surface des éprouvettes. Pour des déformations plastiques supérieures à  $\varepsilon_p = 0,2\%$ , une relaxation progressive de la contrainte est relevée.

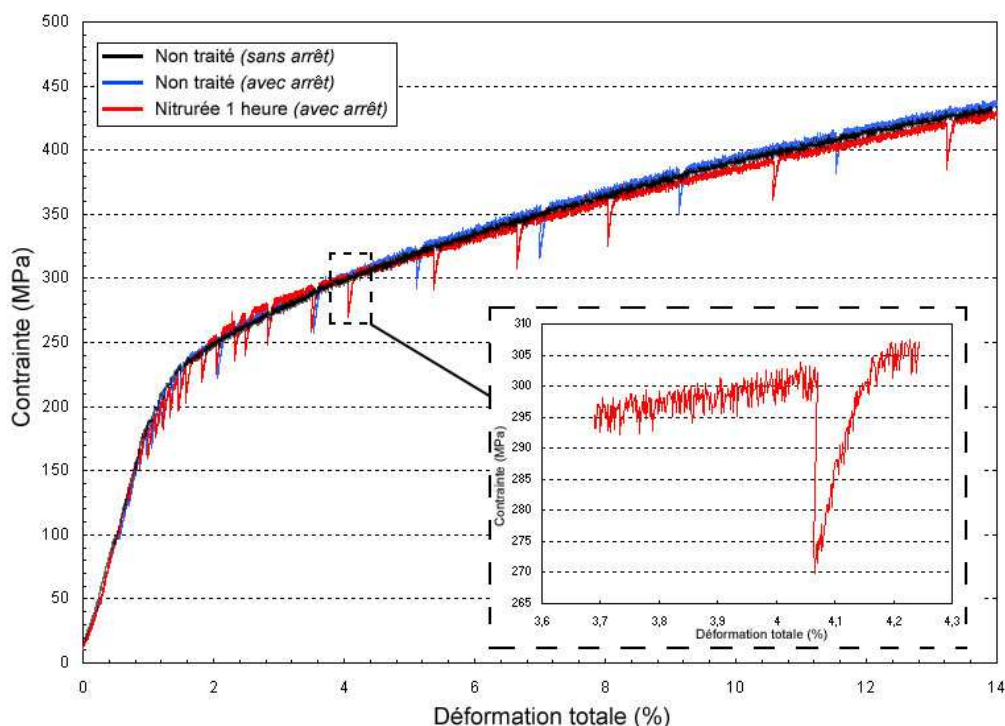


Figure 128: Comportement mécanique du 316L traité et non traité en traction, influence de la remise en charge de l'éprouvette après arrêt (vitesse de 0,1 mm/min).

Lors de la remise en charge, la courbe contrainte-déformation rattrape rapidement la courbe réalisée sans arrêt (Figure 128) sans aucune conséquence sur le comportement global. Il est à noter que les courbes en traction pour les éprouvettes traitées et non traitées ont un comportement similaire. Ces résultats confirment ceux déduits des essais de traction monotone présentés précédemment sur la Figure 123.

### III.A.1.2.2. Résultats

#### III.A.1.2.2.1. Eprouvette non traitée

Les résultats des essais en traction sont présentés sur la Figure 129 et reportés dans le Tableau 25. La Figure 130 présente une série d'images concernant une partie de la surface étudiée d'une éprouvette non traitée pour différents stades de l'essai de traction in situ. Les premières traces détectées de déformation plastique correspondent à l'apparition de bandes de glissement pour une déformation totale de 1,2%. Une observation minutieuse de la surface avait été réalisée à l'étape précédente pour une déformation de 1,05% sans qu'aucune trace de glissement n'ait été observée. Les premières traces de glissement apparaissent donc entre ces deux étapes pour une déformation plastique de l'ordre de  $\varepsilon_p = 0,15\%$ , valeur légèrement inférieure à celle communément utilisée pour définir le seuil d'écoulement plastique conventionnel  $\varepsilon_p = 0,2\%$ . Ce seuil d'écoulement plastique est évalué à 220 MPa à partir de la courbe contrainte-déformation totale. Cette valeur est en accord avec celles données dans la littérature pour une vitesse de traction de 0,1 mm/min [89].

A l'étape 13, correspondant à une déformation totale de 3,7%, les traces de glissement sont généralisées à l'ensemble des grains quelle que soit leur orientation. De plus, on voit apparaître pour certains grains du glissement sur deux systèmes, alors que jusqu'à ce stade l'essentiel des grains déformés ne mettait en jeu qu'un seul système. A partir de cette étape de déformation des contrastes marqués apparaissent sur les images au sein des différents grains. Ces variations d'intensité du signal mesuré et utilisé pour construire les images sont distribuées de façon inhomogène dans les grains, et souvent localisées au voisinage des joints. L'intensité de ces contrastes augmente au fur et à mesure des étapes de l'essai. A partir de  $\varepsilon \approx 7\%$  (étape 15) le phénomène envahit l'ensemble des grains. Pour les étapes ultérieures on assiste à une complexe redistribution de ces contrastes de grain à grain ainsi qu'au sein même des grains.

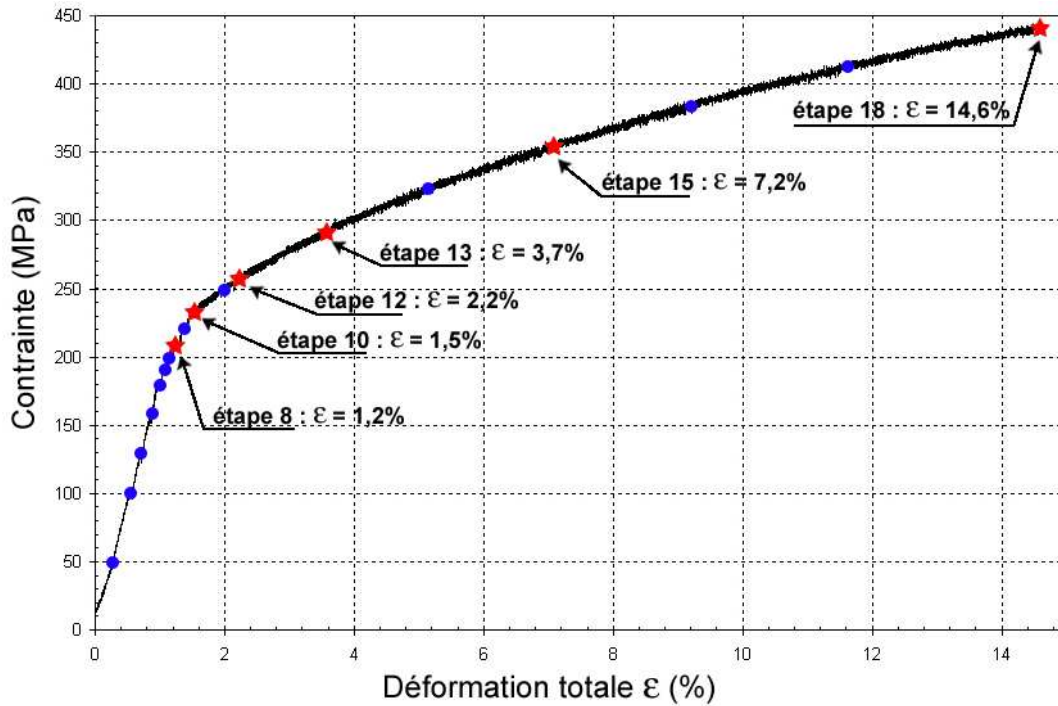


Figure 129: Comportement mécanique en traction du 316L non traité (vitesse de 0,1 mm/min). Les différents points (bleus et rouges) correspondent aux arrêts effectués lors des essais.

Pour expliquer l'origine de ces contrastes, il est nécessaire de rappeler que les images MEB présentées sur la Figure 130 sont issues de l'émission des électrons rétrodiffusés, qui est sensible (à composition chimique fixée) à l'orientation cristallographique et aux différents défauts présents sur quelques dizaines de nanomètres de profondeur. Les « champs » de contraste ainsi constitués pourraient décrire la présence de dislocations en plus ou moins grande densité dans un même grain, en particulier au voisinage des joints de grains. Plus précisément l'apparition et l'évolution de ces contrastes pourraient correspondre au développement de cellules de dislocations qui se forment typiquement pour les forts taux de déformation au-delà des bandes de glissement persistante [98][99].

Tableau 25 : valeur de la déformation totale  $\epsilon$ , déformation plastique  $\epsilon_p$  et contrainte macroscopique  $\sigma$  pour les différents arrêts (étapes). Les colonnes grisées correspondent aux étoiles rouges sur la courbe de traction et aux images présentées sur la Figure 130.

<i>Etape n°</i>	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>	<i>5</i>	<i>6</i>	<i>7</i>	<i>8</i>	<i>9</i>
$\epsilon$ (%)	0,25	0,5	0,7	0,9	1	1,1	1,15	1,2	1,4
$\epsilon_p$ (%)	--	--	--	--	--	--	0,1	0,15	0,2
$\sigma$ (MPa)	50	100	130	160	180	190	200	210	220

<i>Etape n°</i>	<i>10</i>	<i>11</i>	<i>12</i>	<i>13</i>	<i>14</i>	<i>15</i>	<i>16</i>	<i>17</i>	<i>18</i>
$\epsilon$ (%)	1,5	2	2,2	3,7	5,1	7,2	9,1	11,5	14,6
$\epsilon_p$ (%)	0,25	0,6	0,85	2,1	3,4	5,3	7,1	9,4	12,2
$\sigma$ (MPa)	230	250	260	290	320	360	380	410	440



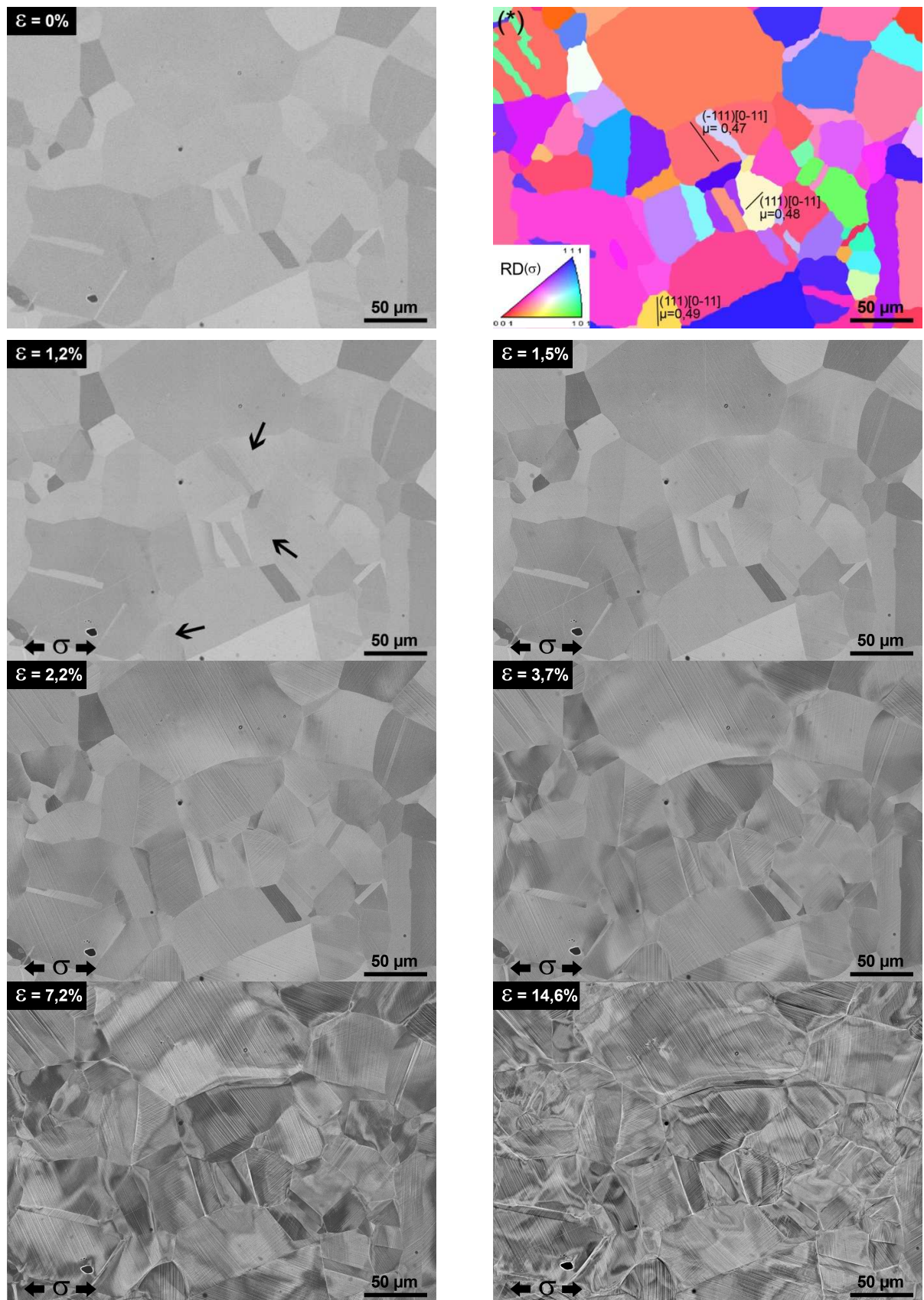


Figure 130: Images MEB (BE) d'une même zone au cours d'un essai de traction in situ d'une éprouvette non traitée pour différents stades de la déformation totale (\*) Cartographie EBSD associée avec identification théorique des traces de glissement correspondant au facteur de Schmid le plus élevé pour un chargement suivant RD.

La Figure 130 contient également une cartographie d'orientation de la surface étudiée avant déformation, associée à la première image MEB. Cette cartographie est codée suivant l'axe de sollicitation qui est également dans notre cas la direction de laminage (RD). La connaissance de l'orientation cristallographique permet l'identification des systèmes de glissement effectivement activés ainsi que le calcul des facteurs de Schmid correspondant à une sollicitation suivant RD. Les systèmes qui s'activent sont du type  $\{111\}\langle 110\rangle$  et pour une grande majorité des grains, le premier système activé dans le temps correspond à celui dont le facteur de Schmid est le plus important. La Figure 131 illustre ce point à l'aide d'une figure de pôles inverse. L'orientation des grains pour lesquels les premières traces de glissement apparaissent y est codée suivant la direction de sollicitation.

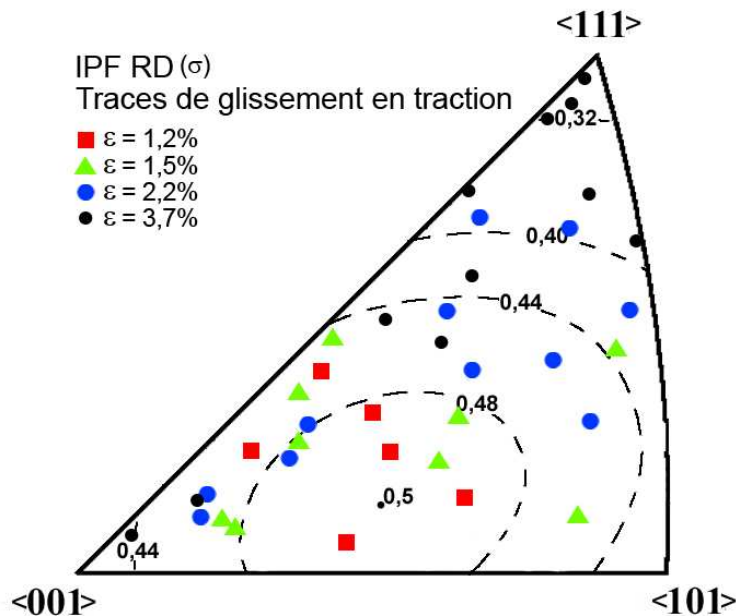


Figure 131: Figure de pôles inverse codée suivant RD (direction de sollicitation) indiquant les grains présentant du glissement suivant la déformation totale imposée au cours d'un essai de traction in situ pour une éprouvette de 316L non traitée.

Clairement, plus une orientation correspond à un fort facteur de Schmid, plus faible est le taux de déformation pour lequel on détecte l'activation des glissements. Avec l'augmentation de la déformation, des traces de glissement apparaissent dans les grains associés à de plus faibles facteurs de Schmid. Pour résumer, la loi de Schmid est particulièrement bien adaptée à la description de la plasticité pour les faibles taux de déformation. Elle reste satisfaisante pour des taux de déformation plus importants ( $\epsilon > 3,7\%$ ) même si les configurations micromécaniques se complexifient comme en attestent les « champs de contraste » associés aux densités de dislocations ainsi que l'apparition de nombreux cas de glissement multiples

(deux ou trois systèmes activés par grain). Aller plus loin dans ce type d'analyse nécessiterait de mettre en place des calculs d'agrégats polycristallins s'appuyant sur une approche de plasticité cristalline. Ce type de simulation numérique ne fait pas partie des objectifs de cette thèse.

#### III.A.1.2.2.2. Faibles durées de traitement

La Figure 132 illustre le comportement mécanique en traction d'une éprouvette nitrurée pendant 1 heure et les résultats des essais en traction sont rassemblés dans le Tableau 26. La Figure 133 présente l'état de déformation et d'endommagement pour différents stades de l'essai de traction in situ dans le cas d'une éprouvette nitrurée 1 heure. Les premières traces détectées au cours de l'essai correspondent à des fissures pour une déformation totale de 2,2% ( $\varepsilon_p = 0,7\%$ ). Les fissures qui apparaissent instantanément sont relativement rectilignes et perpendiculaires à la direction macroscopique de traction. Avec l'augmentation de la déformation au fil des différents stades de l'essai, de nouvelles fissures se créent et les premières se propagent plus au moins. Si certaines d'entre elles restent bloquées, la plupart s'étendent en longueur pour dépasser largement la taille moyenne des grains. La densité de fissures évolue progressivement pour finalement se stabiliser au delà de  $\varepsilon \approx 25\%$ .

L'ensemble de ces caractères indique un comportement d'endommagement typique de couches dures et relativement fragiles.

Les observations réalisées dans les premiers stades de l'essai montrent que l'amorçage des fissures se fait préférentiellement à partir de défauts locaux à la surface liés au pré-endommagement induit par la nitruration. Ces défauts concernent en particulier des amorces de fissures au niveau des joints de grains résultant de déchaussements très localisés (II.C.4.2). Un exemple est donné sur la Figure 134 où deux amorçages de fissures localisées au niveau de joints de grains sont matérialisés.

Notons que seule la fissure n°2 se propage (Figure 134.c). Nous nous sommes plus particulièrement intéressés aux configurations microstructurales locales qui favorisent ou non le développement de ces fissures. A partir des données cristallographiques obtenues par EBSD, il apparaît clairement que l'apparition et la croissance des fissures sont favorisées au sein des grains dont la normale à la surface est proche d'une direction de type  $\langle 001 \rangle$ . Une façon de quantifier cet effet a été de reporter sur une figure de pôles inverse les orientations suivant la normale à la surface des grains au sein desquels les fissures apparaissent pour les différents stades de l'essai. L'observation de la Figure 135.a montre ainsi que les fissures apparaissent en premier lieu dans les grains d'orientation proche de  $\langle 001 \rangle$  dès le stade

$\varepsilon = 2,2\%$  , les grains d'orientation plus éloignée de  $\langle 001 \rangle$  n'étant progressivement concernés par ce processus qu'au fur et à mesure de l'augmentation des taux de déformation. A noter que sur cette figure, seuls les grains de rayon supérieur à  $10 \mu\text{m}$  sont pris en compte.

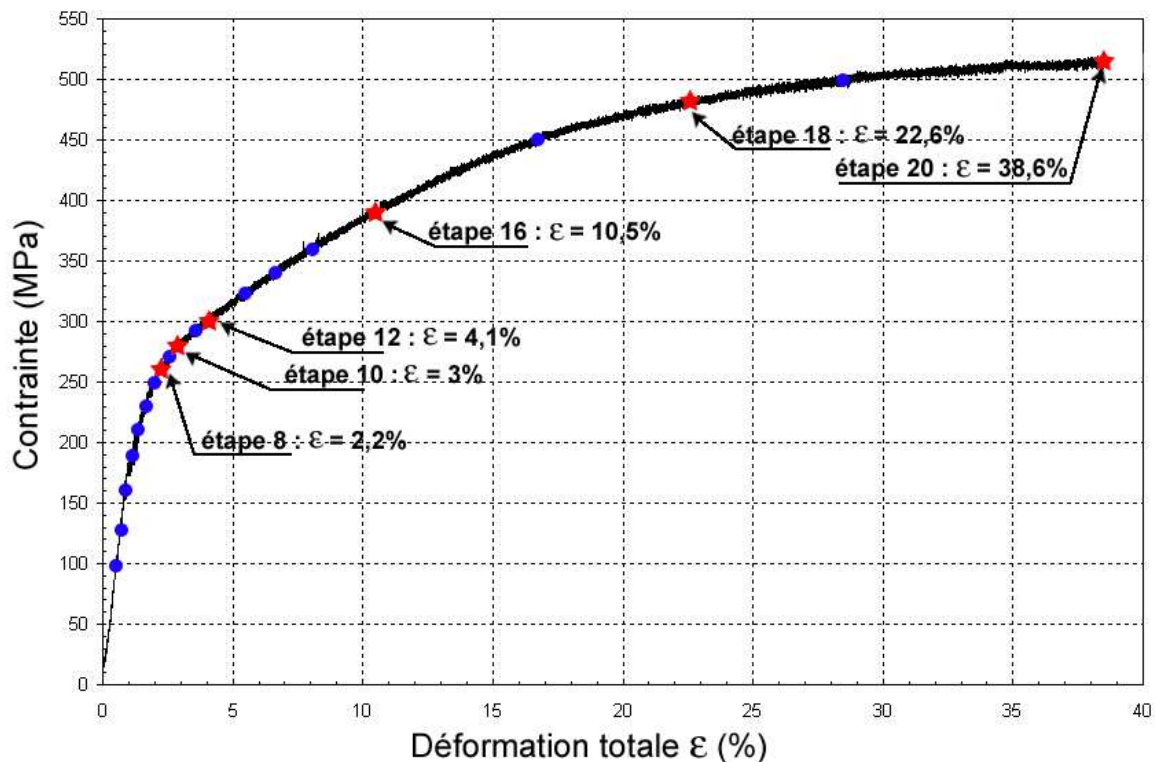


Figure 132: Comportement mécanique en traction du 316L traité 1 heure (vitesse de  $0,1 \text{ mm/min}$ ). Les différents points (bleus et rouges) correspondent aux arrêts effectués lors des essais.

Tableau 26: Valeurs de la déformation totale  $\varepsilon$ , de la déformation plastique  $\varepsilon_p$  et de la contrainte macroscopique  $\sigma$  pour les différents arrêts (étapes). Les colonnes grisées correspondent aux étoiles rouges sur la courbe de traction et aux images présentées sur la Figure 132.

Etape n°	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
$\varepsilon$ (%)	0,5	0,7	0,9	1,15	1,3	1,6	2	2,2	2,6	3
$\varepsilon_p$ (%)	--	--	--	0,1	0,2	0,3	0,55	0,7	1	1,5
$\sigma$ (MPa)	100	130	160	190	210	230	250	260	270	280

Etape n°	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
$\varepsilon$ (%)	3,4	4,1	5,4	6,5	8	10,5	16,6	22,6	28,8	38,6
$\varepsilon_p$ (%)	1,75	2,65	3,7	4,7	6,1	8,25	14,1	19,55	25,8	35,75
$\sigma$ (MPa)	290	300	320	340	360	390	450	480	500	510



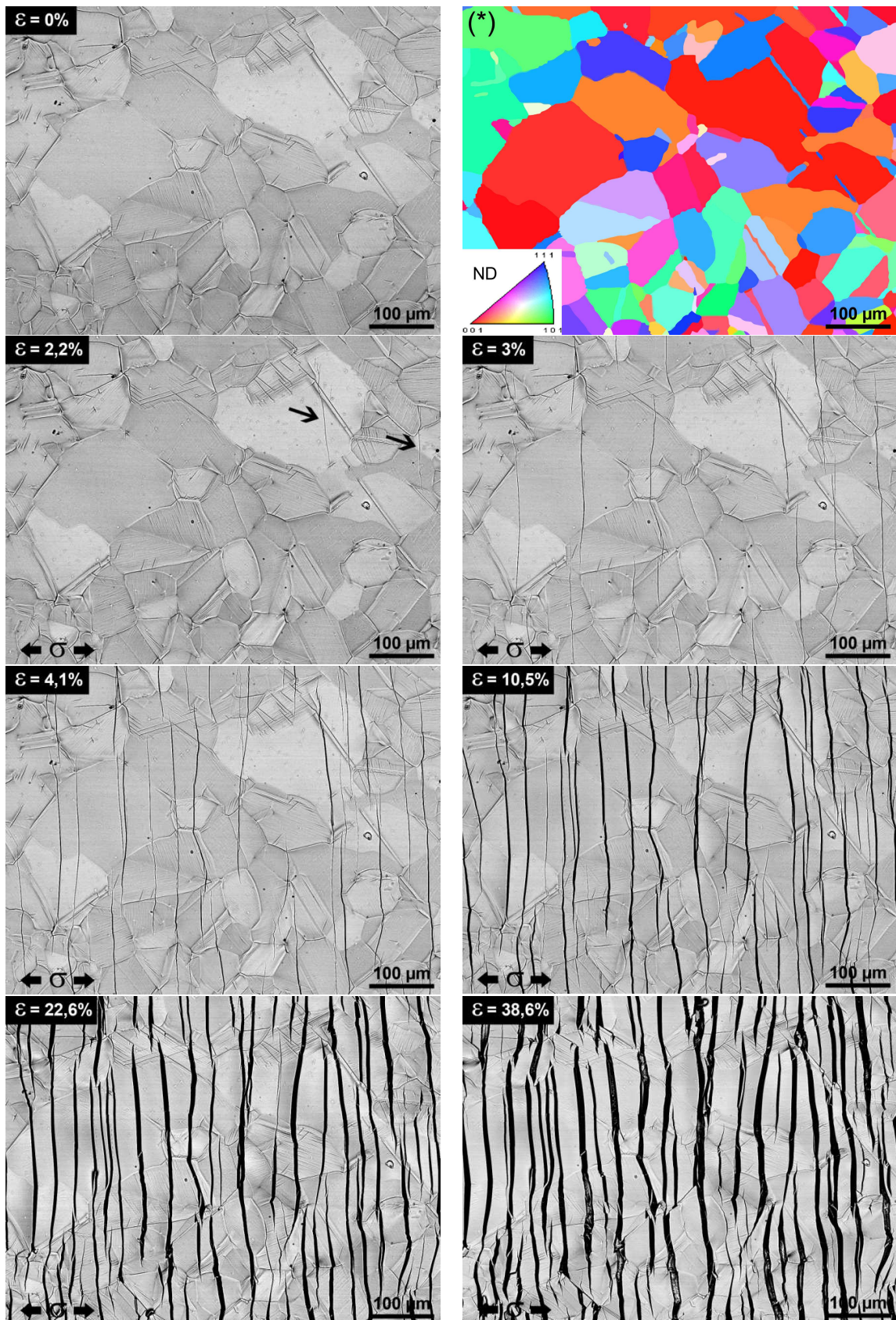


Figure 133: Images MEB (électrons rétrodiffusés) d'une même zone au cours d'un essai de traction in situ d'une éprouvette nitrurée 1 heure pour différents stades de la déformation totale (\*) Cartographie EBSD associée suivant la normale à la surface (ND).



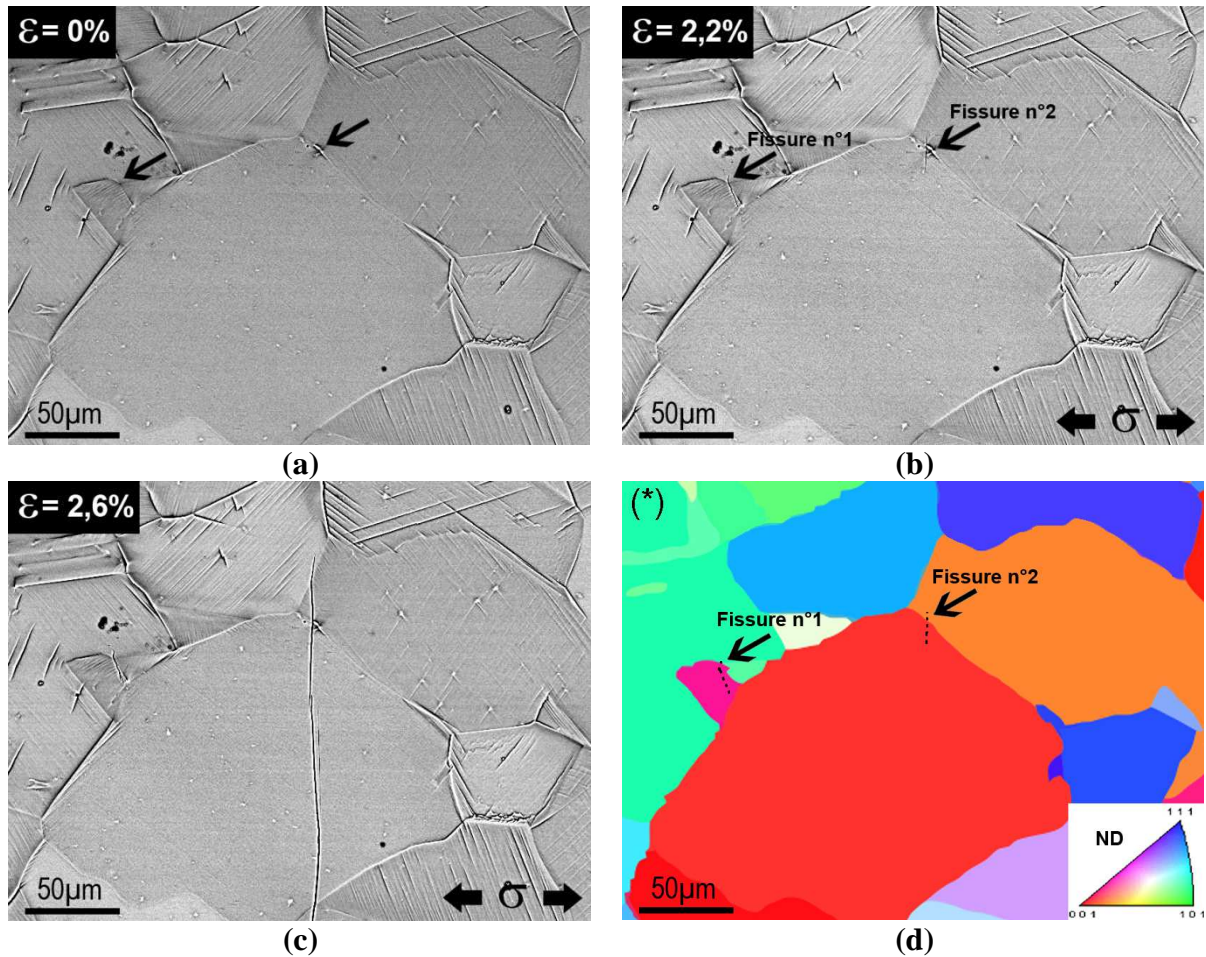


Figure 134: Images MEB (électrons rétrodiffusés) d'une même zone au cours d'un essai de traction in situ d'une éprouvette nitrurée 1 heure pour différents stades de la déformation totale (\*) Cartographie EBSD associée suivant la normale à la surface (ND).

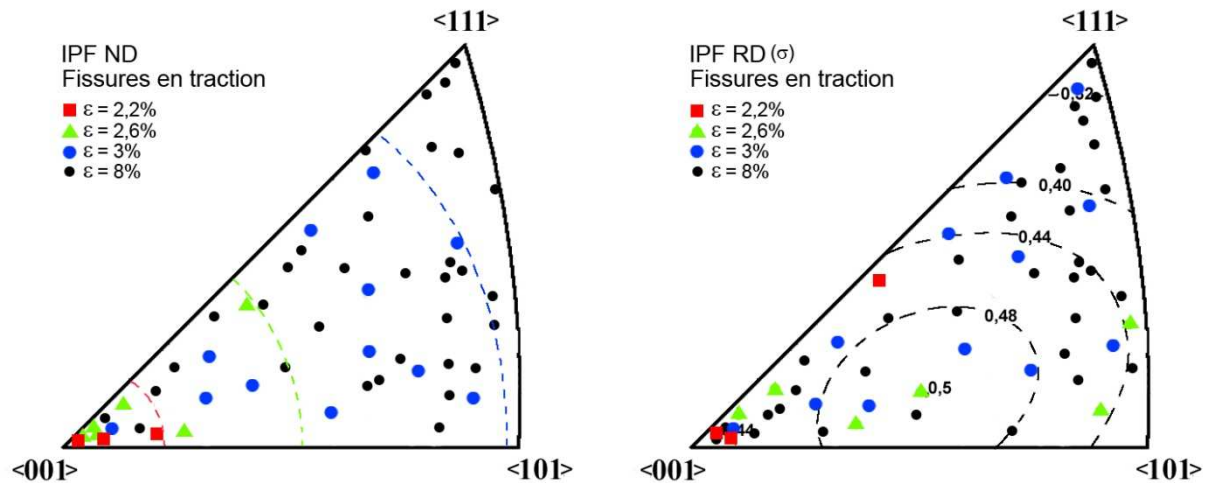


Figure 135: Figures de pôles inverses ND et RD (direction de sollicitation) indiquant les grains présentant une ou plusieurs fissures les traversant, pour différentes valeurs de la déformation totale imposée, au cours d'un essai de traction in situ pour une éprouvette de 316L nitrurée 1 heure.

La Figure 135.b représente l'orientation des grains définis précédemment suivant la direction de sollicitation  $\sigma$ . Aucune relation évidente n'apparaît entre le développement des fissures et l'orientation du grain suivant  $\sigma$ .

L'ensemble des observations qui viennent d'être décrites met en avant le caractère relativement fragile de la couche nitrurée au travers du développement d'un réseau de fissures perpendiculaires à la direction de traction.

Il est cependant intéressant de noter que cette couche peut également se déformer plastiquement. La Figure 136 montre un exemple de grain de surface au sein duquel se développent des bandes de glissement. Ce processus n'apparaît que pour de forts taux de déformation, jamais en dessous de  $\varepsilon = 10\%$ . Ce processus n'est observé que pour un nombre assez restreint de grains.

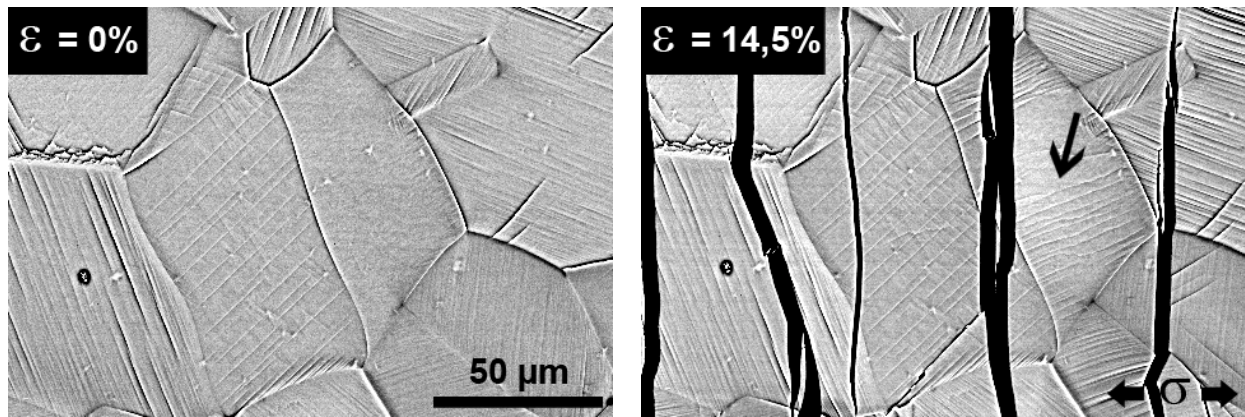


Figure 136: Images MEB (électrons rétrodiffusés) d'une même zone au cours d'un essai de traction in situ d'une éprouvette nitrurée 1 heure avant déformation et après une déformation totale de 14,5%.

### III.A.1.2.2.3. Traitements de longue durée

La Figure 137 représente le comportement lors d'un essai en traction in situ d'une éprouvette nitrurée pendant 8 heures. Les images sur la Figure 138 correspondent à différents stades de déformation.. Les premières traces visibles sont des fissures pour une déformation totale de 1,4% ( $\varepsilon_p = 0,25\%$ ). L'observation de la surface réalisée à l'étape précédente ( $\varepsilon = 1,3\%$ ,  $\varepsilon_p = 0,2\%$ ) ne révélait aucune fissure induite par déformation. Ce qui indique que pour cette déformation de 1,3% les fissures initiales induites par la nitruration ne se sont pas propagées. Avec l'augmentation de la déformation, le nombre de fissures croît pour finalement se stabiliser pour les grandes déformations. Les fissures observées sont systématiquement transverses, perpendiculaires à la direction de sollicitation. Pour une déformation totale de 6%, l'endommagement se traduit, en plus des fissures, par un écaillage des grains en proche surface. La Figure 139 présente un exemple de ce processus et on y

observe la présence de traces de glissement au sein du grain dans la partie en « sous couche », ce qui tend à montrer que la plasticité en volume dans ce grain a participé à l'écaillage.

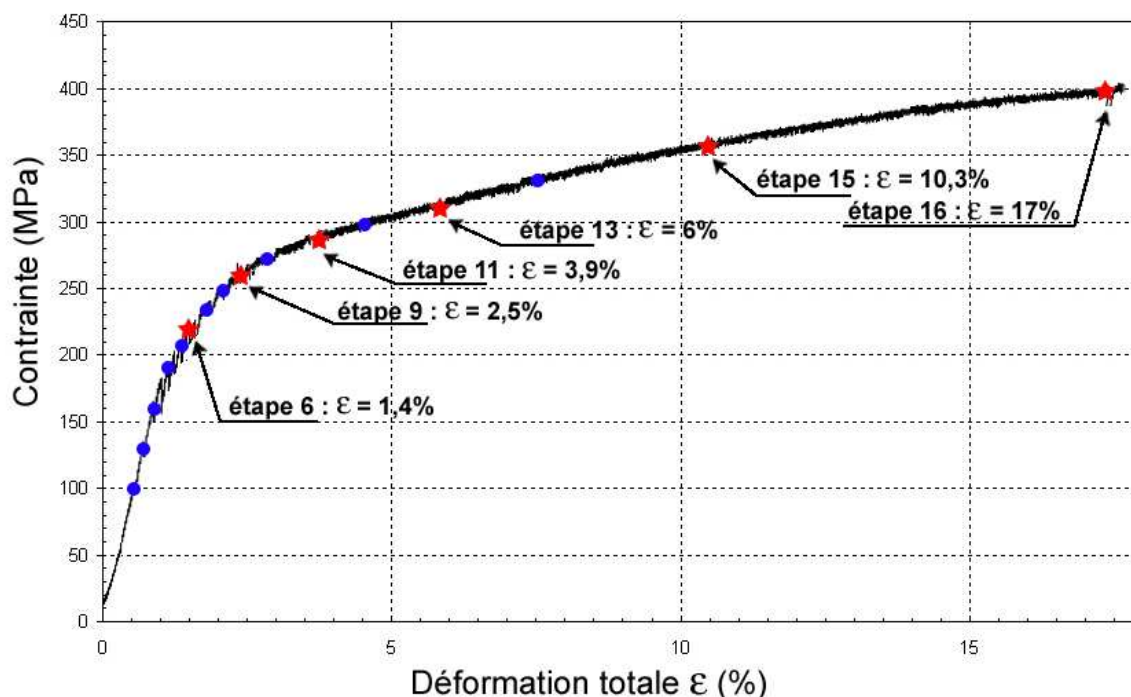


Figure 137: Comportement mécanique en traction du 316L, traité 8 heures (vitesse de 0,1 mm/min). Les différents points (bleus et rouges) correspondent aux arrêts effectués lors des essais.

Tableau 27: valeur de la déformation totale  $\varepsilon$ , déformation plastique  $\varepsilon_p$  et contrainte macroscopique  $\sigma$  pour les différents arrêts (étapes). Les colonnes grisées correspondent aux étoiles rouges sur la courbe de traction et aux images présentées en Figure 136.

Etape n°	1	2	3	4	5	6	7	8
$\varepsilon$ (%)	0,5	0,7	0,9	1,1	1,3	1,4	1,7	2,3
$\varepsilon_p$ (%)	--	--	--	0,05	0,2	0,25	0,35	0,8
$\sigma$ (MPa)	100	130	160	190	210	220	230	250

Etape n°	9	10	11	13	13	14	15	16
$\varepsilon$ (%)	2,5	2,8	3,9	4,5	6	7,6	10,3	17
$\varepsilon_p$ (%)	0,95	1,25	2,2	2,8	4,2	5,6	7,95	14,05
$\sigma$ (MPa)	260	270	280	300	310	330	360	400



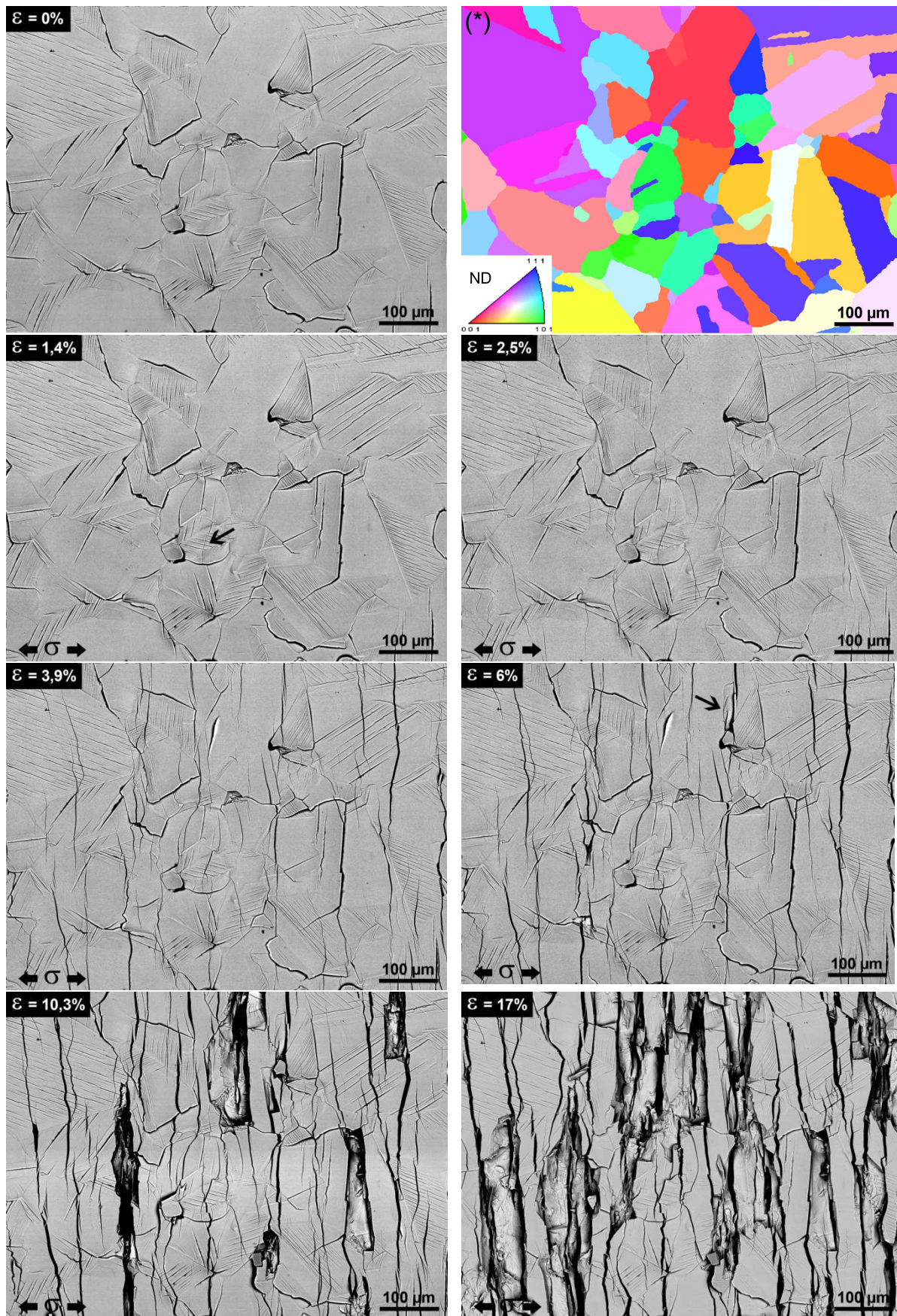


Figure 138: Images MEB (électrons rétrodiffusés) d'une même zone au cours d'un essai de traction in situ d'une éprouvette nitrurée 8 heures pour différents stades de la déformation totale (\*) Cartographie EBSD associée suivant la normale à la surface (ND).



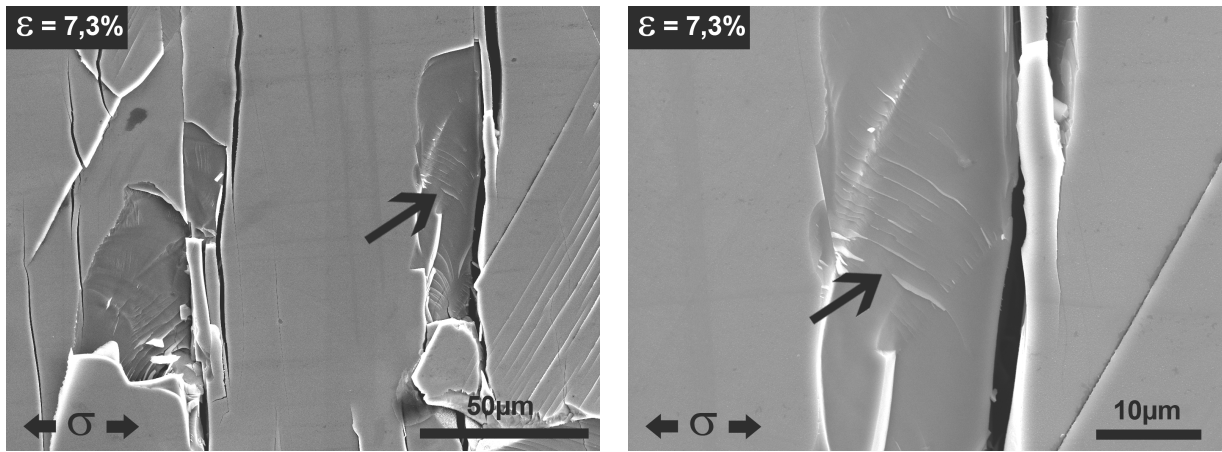


Figure 139: Images MEB (électrons secondaires) de la surface d'une éprouvette nitrurée 8 heures pour une déformation totale de 7,3%. La zone fléchée est indiquée sur la Figure 138 pour le stade précédent ( $\epsilon=6\%$ ).

L'observation détaillée des lieux d'amorçage des fissures transverses induites par traction indique qu'elles résultent le plus souvent d'une propagation à partir des fissures préexistantes comme illustré en ① sur la Figure 140. On observe également l'apparition de fissures à partir de joints de grains déchaussés ② ou d'une zone écaillée ③.

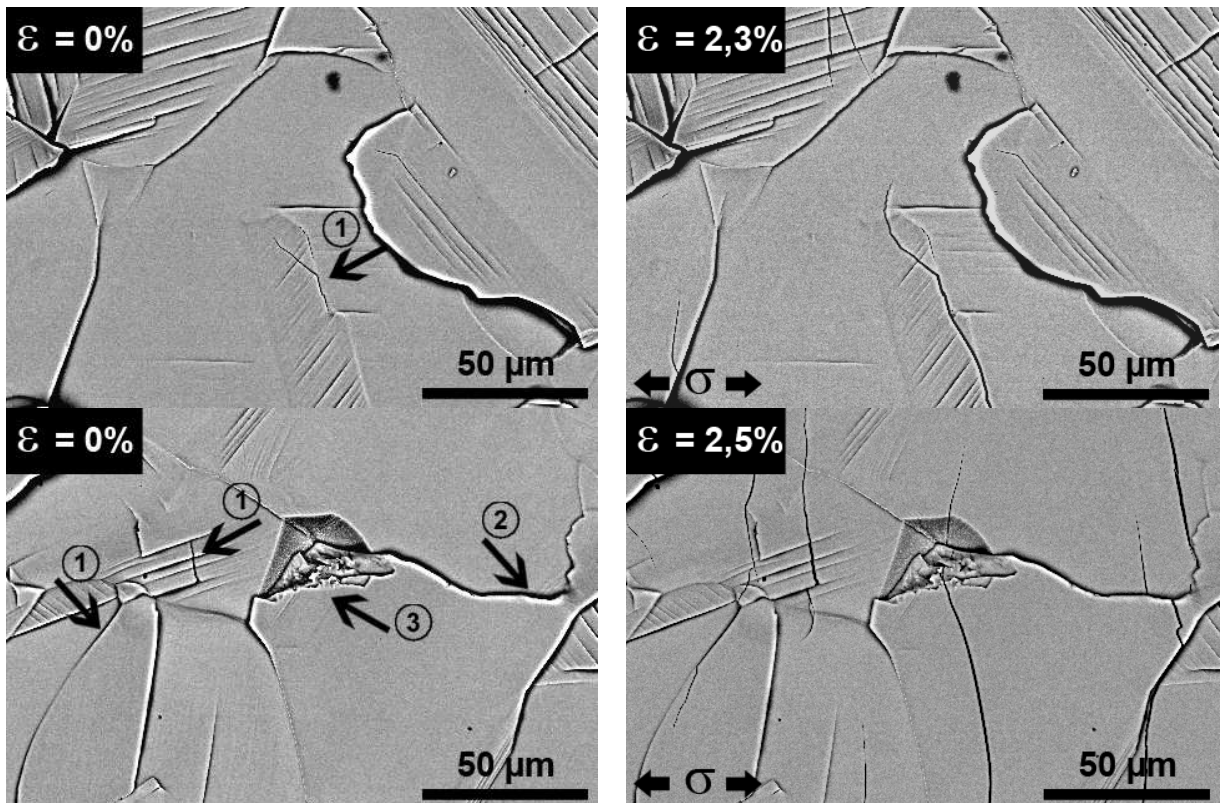


Figure 140: Images MEB (électrons rétrodiffusés) de la surface d'une éprouvette nitrurée 8 heures avant essai de déformation (gauche) et pour une déformation totale de 2,5% (droite).

De façon similaire à ce qui a été réalisé pour l'éprouvette nitrurée 1 heure, l'orientation des grains où les fissures se sont développées a été considérée. La Figure 141 présente les figures

de pôles inverses selon ND (Figure 141.a) ou selon la direction de sollicitation RD (Figure 141.b) où sont reportées les orientations des grains présentant des fissures traversantes.

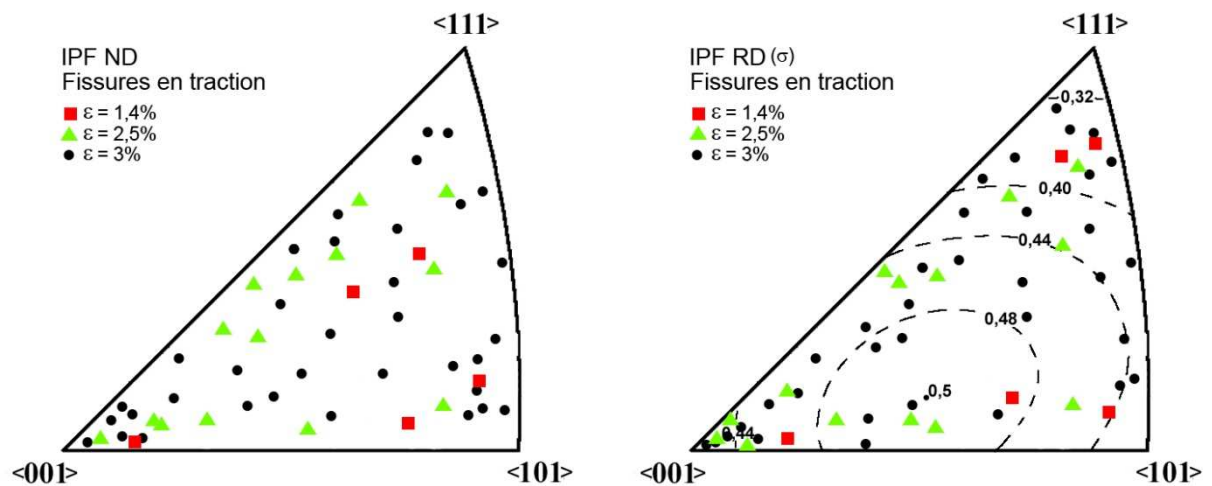


Figure 141: Figure de pôles inverse ND et RD (direction de sollicitation) indiquant les grains présentant une ou plusieurs fissures les traversant, pour différentes valeurs de la déformation totale imposée au cours d'un essai de traction in situ pour une éprouvette de 316L nitrurée 8 heures.

Contrairement au cas précédent (éprouvette nitrurée pendant 1 heure), aucun lien évident n'apparaît entre l'orientation cristallographique des grains de surface et la création de fissure par traction dans la couche nitrurée.

Par ailleurs, aucune trace de glissement plastique autre que celui induit par la nitruration au sein des grains nitrurés n'a été mise en évidence contrairement à ce que l'on avait pu détecter pour une couche traitée moins épaisse.

### III.A.1.2.3. Discussion

Le comportement macroscopique en traction (courbe contrainte – déformation Figure 128) n'est pas modifié par le traitement de nitruration. Par contre l'accommodation locale de la déformation induite par la traction dans les grains de surface pour les éprouvettes traitées ou non traitées se traduit par des phénomènes physiques complètement différents. L'apparition des différents types d'événement est reportée dans le Tableau 28 et matérialisée sur la courbe de traction reportée sur la Figure 142.

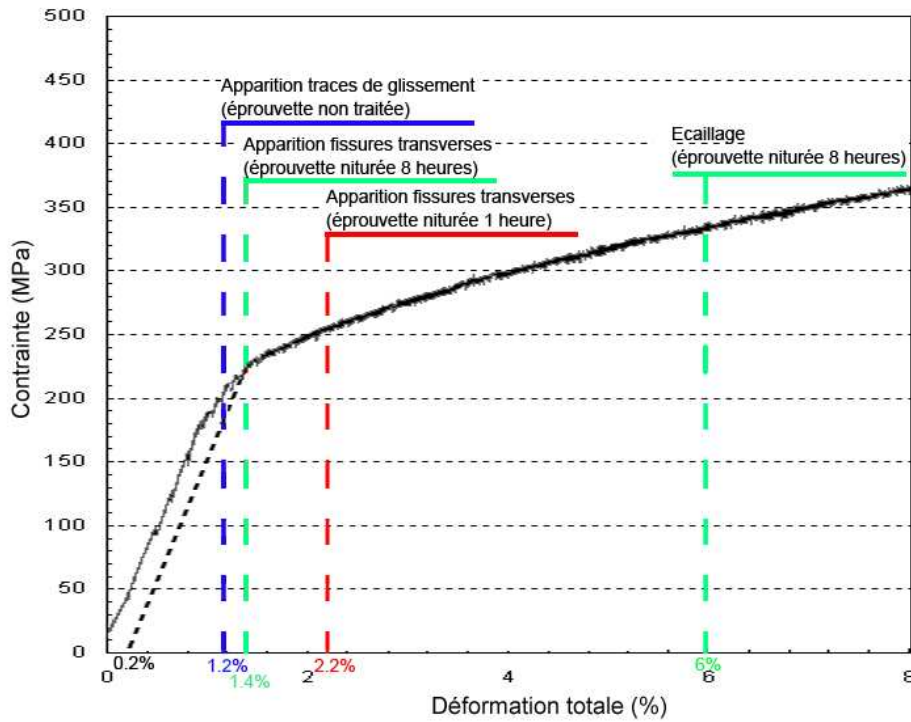


Figure 142: Processus d'accommodation de la déformation pour des éprouvettes niturées et non niturées.

**Tableau 28 : Processus d'accommodation de la déformation pour les différents états.**

Temps de traitement	premières traces de glissement		premières fissures induites par traction		écaillage	
	$\epsilon$	$\epsilon_p$	$\epsilon$	$\epsilon_p$	$\epsilon$	$\epsilon_p$
<i>non traitée</i>	1,2 %	0,15 %	--	--	--	--
<i>1 heure</i>	10,5 %	8,9 %	2,2 %	0,85 %	--	--
<i>8 heures</i>	--	--	1,4 %	0,2 %	6 %	4,45 %

Pour l'état non traité, la plasticité se traduit sans surprise par l'apparition progressive de bandes de glissement. Pour des faibles déformations (<4%) un seul réseau de bandes de glissement est généralement constaté. L'analyse EBSD montre que les systèmes activés sont en accord avec la loi de Schmid. Plus précisément l'apparition des bandes de glissement se fait en premier lieu dans les grains présentant les facteurs de Schmid les plus importants. Puis à mesure que la déformation macroscopique augmente, des bandes de glissement apparaissent au sein de nouveaux grains pour un niveau de facteur de Schmid qui décroît progressivement. Cette évolution est en accord avec l'approche classique de type loi de Schmid.

Dans le cas des éprouvettes niturées, la surface ne présente pas de plasticité supplémentaire à celle induite initialement par le traitement et ceci jusqu'à de relativement forts taux de déformation macroscopique (<10%). L'allongement de la couche est



accommodé par des processus d'endommagement, et notamment par l'apparition généralisée de fissures transverses à partir d'une déformation. Au delà de ce seuil, on assiste à une augmentation progressive de la densité de fissures jusqu'à saturation. Cette densité a été déterminée en fonction du taux de déformation pour les éprouvettes nitrurées 1 heure et 8 heures (Figure 143). A chaque étape de l'essai in situ, la longueur cumulée de l'ensemble des fissures présentes sur la surface étudiée ( $0,44 \text{ mm}^2$ ) a été déterminée afin d'estimer la densité de fissures.

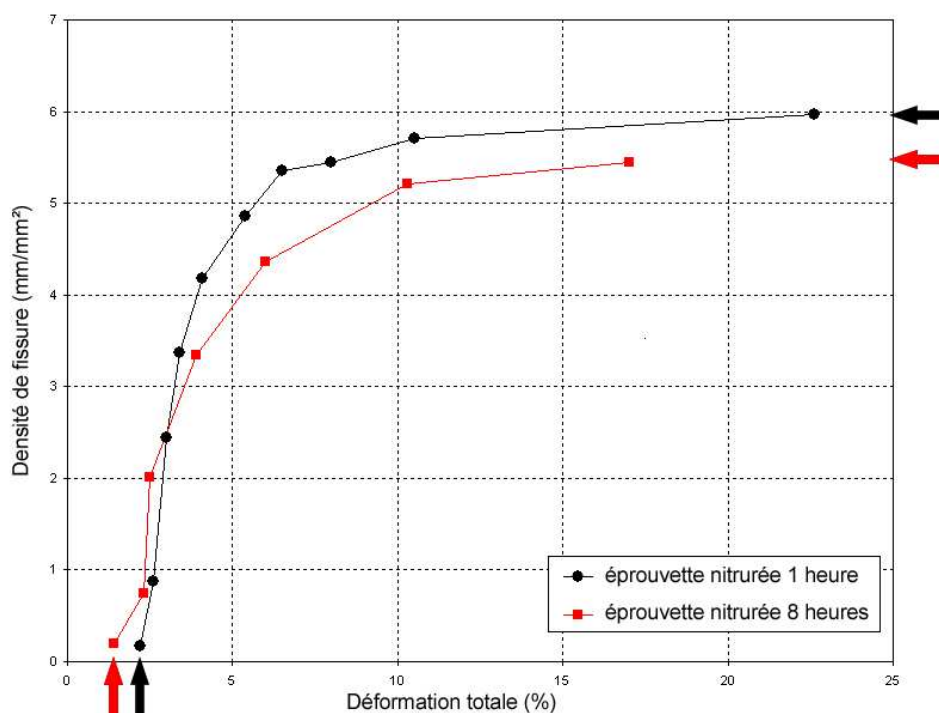


Figure 143: Densité de fissure en fonction de la déformation totale pour les éprouvettes nitrurées 1 heure et 8 heures.

Dans les deux cas une augmentation brusque de cette densité est relevée dans les premiers stades de la déformation et finalement une stabilisation. Les différences concernent un seuil d'apparition plus précoce dans le cas de l'éprouvette nitrurée 8 heures, ainsi qu'une densité à saturation plus faible.

De manière générale les aciers inoxydables austénitiques riches en azote ( $>1,5 \text{ \%at}$ ) présentent déjà un comportement relativement plus fragile [100][101] que celui des alliages moins chargés. A température ambiante il y a parfois apparition d'une transition ductile-fragile lorsque l'azote contenu dans l'acier excède plus de  $1,5 \text{ \%at}$  [102]. Les mécanismes de fissuration fragile des aciers inoxydables enrichis en azote ont été souvent attribués à des microstructures de déformation particulières par différents auteurs (fautes d'empilement,

réseaux de dislocations,...) (voir l'article de K.H. Lo et al.[102] pour une bibliographie complète).

Le comportement « fragile » apparent de la couche nitrurée n'est pas une surprise en tant que tel. En effet l'insertion de l'azote dans les couches de surface se traduit par une déformation très importante (>20%) qui a pour conséquence la formation de nombreuses bandes de glissement, l'apparition de déchaussements au voisinage des joints de grains voire dans certains cas l'émergence même de microfissures. De ce point de vue, il s'agit d'une « fragilisation » apparente, conséquence des multiples processus de plasticité induits par le traitement.

D'autres traitements induisant des déformations importantes par insertion d'éléments telle que la carburation conduisent également à un comportement « fragile » de cette nature dans les aciers inoxydables austénitiques [103].

Les processus de multifissuration unidirectionnelle de couches fragiles ont fait l'objet de nombreuses études [104][105][106][107][108]. Une sollicitation uniaxiale de type traction simple appliquée à un tel cas se traduit le plus souvent par l'apparition de fissures parallèles, longues, et perpendiculaires à la direction de sollicitation. Avec l'augmentation de la déformation appliquée, la densité de fissures croît jusqu'à atteindre une valeur critique, au delà de laquelle elle se stabilise. Les modèles proposés dans la littérature (les plus souvent issus des travaux de Hu & Evans[107] et Agawal & Raj [108]) permettent de décrire de façon précise les mécanismes observés, de telle sorte que l'étude de la fissuration des revêtements soumis à une sollicitation unidirectionnelle s'est développée comme un outil d'investigation des propriétés mécaniques du revêtement et de l'interface [109][110][111]. L'aspect de réseau (distance entre les fissures à saturation, contrainte pour laquelle les premières fissures apparaissent...) dépend des caractéristiques mécaniques du revêtement, de l'interface et du substrat. Nous proposons ici de considérer les éprouvettes nitrurées comme un ensemble constitué d'une couche nitrurée fragile adhérente sur un substrat ductile.

Dans ce cadre général, l'origine des fissures est souvent liée à l'existence microscopique de défauts locaux (microfissures, joints de grains...), ce qui donne à la rupture un caractère aléatoire. Cependant certains mécanismes confèrent au phénomène de multifissuration un aspect statistique. Le nombre et la position des fissures les unes par rapport aux autres peuvent être prédits. Inversement la détermination expérimentale de telles grandeurs permet l'évaluation de certaines caractéristiques mécaniques des couches de surface.

Ainsi, la connaissance des contraintes résiduelles et des contraintes à rupture de la couche nitrurée permet, en utilisant l'approche de Hu et Evans [107], d'évaluer la ténacité de la

couche. En effet ces auteurs, dans le cadre d'études concernant la contrainte critique de rupture statique pour des films minces adhérents, ont établi à partir du taux d'énergie restituée le long d'une fissure (gouvernée par l'épaisseur du film et la longueur de la fissure) la relation suivante:

$$K_c = \Omega \sigma \sqrt{h} \tag{Eq. 54}$$

où  $\Omega$  est un paramètre critique sans dimension dépendant du rapport des modules élastiques du substrat et du film,  $K_c$  est la ténacité du film,  $\sigma$  est la contrainte dans le film (contrainte à rupture  $\sigma_R$  + contrainte résiduelles  $\sigma_{Résid}$ ), et  $h$  est l'épaisseur du film. La contrainte à rupture  $\sigma_R$  désigne dans notre cas la contrainte associée à l'apparition de la première fissure. Elle est calculée en considérant la déformation pour laquelle les premières fissures sont détectées. Les grandeurs nécessaires au calcul de ténacité  $K_c$  des couches nitrurées sont regroupées dans le tableau suivant :

**Tableau 29 : paramètres associés aux couches nitrurées.  $h$  : épaisseur nitrurée,  $\Omega$  : paramètre critique dépendant du rapport des modules élastiques[107],  $\sigma_R$  : contrainte à rupture,  $\sigma_{Résid}$  : contraintes résiduelles de compression (III.B.5),  $\sigma = \sigma_R + \sigma_{Résid}$  : contrainte dans la couche et  $K_c$  : ténacité de la couche.**

	$h$ (μm)	$\Omega$	$\sigma_R + \sigma_{Résid} = \sigma$ (MPa)			$K_c$ (MPa.√m)
Eprouvette nitrurée 1 heure	3,4	1,4	4100	-2000	2100	5,5
Eprouvette nitrurée 8 heures	9,1	1,4	3000	-2400	600	2,5

Les modules élastiques de l'acier 316L et de la phase nitrurée ont été considérés égaux, imposant ainsi le paramètre  $\Omega$  égal à 1,4 [107]. Les contraintes résiduelles de compression  $\sigma_{Résid}$  sont déterminées dans la suite du manuscrit. La contrainte à rupture  $\sigma_R$  représente la contrainte dans le film pour la première fissure visible. Elle a été considérée comme le produit de la déformation totale par le module d'Young de la couche (égal à celui du 316L). L'application de l'Eq. 54 conduit à des valeurs de ténacité pour les couches nitrurées de l'ordre de 4 MPa√m. Ces valeurs sont tout à fait cohérentes avec le comportement constaté. Une ténacité variant de 2,6 à 2,9 MPa√m a par exemple été trouvée pour un film fragile de Cr/Al élaboré sur un acier inoxydable [107]. La ténacité de la couche nitrurée est plus faible dans le cas de l'éprouvette nitrurée durant 8 heures. Ce résultat est cohérent avec l'existence d'un pré-endommagement plus marqué (bandes de glissement, microfissures) que dans le cas de l'éprouvette nitrurée pendant 1 heure.

Cette analyse est globale et se fonde sur l'identification des conditions d'apparition des premières fissures pour une épaisseur de couche nitrurée moyenne. Or nous avons vu

auparavant que cette épaisseur dépend de l'orientation des grains. En particulier, les grains d'orientation proche <001> suivant la normale à la surface présentent une épaisseur de la zone nitrurée plus importante (Figure 49). Partant du principe que la ténacité devrait être indépendante de l'épaisseur, cela revient à considérer que les grains d'orientation <001> devraient présenter la contrainte à rupture de la couche nitrurée la plus faible. Ceci se vérifie effectivement dans le cas de l'éprouvette nitrurée durant 1 heure qui ne présente que peu d'endommagement initial. Ce lien profondeur traitée-orientation-contrainte d'apparition de la rupture n'est pas mis en évidence dans le cas de l'éprouvette nitrurée durant 8 heures. L'endommagement initial important induit par le traitement devient le facteur prépondérant masquant l'effet de l'épaisseur suivant les grains.

Par ailleurs Agrawal et Raj[108], dans le cadre d'une étude des mécanismes de rupture aux interfaces entre deux matériaux présentant des propriétés mécaniques différentes, ont établi une relation permettant de déterminer la résistance à la rupture par cisaillement d'une interface métal-céramique. Comme on a pu le voir précédemment, lorsqu'un métal revêtu d'un film mince fragile est étiré, des fissures orientées perpendiculairement à la direction de sollicitation se développent dans le film. Ces auteurs supposent une répartition sinusoïdale des contraintes de cisaillement induites au niveau de l'interface (Figure 144).

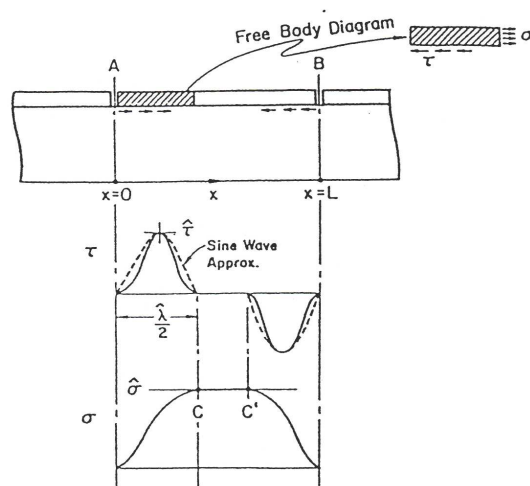


Figure 144: Répartition des contraintes à l'interface quand les fissures transverses se créent (interface métal- film céramique [112]).  $\tau$  contrainte de cisaillement au niveau de l'interface,  $\sigma$  contrainte normale dans le film.

La densité de fissures augmente au cours de la traction jusqu'à atteindre un état de saturation. Dans cet état, on peut déterminer l'écart moyen entre fissures  $\lambda$  et le relier à la résistance au cisaillement maximal de l'interface  $\hat{\tau}$  de la façon suivante [112] :

$$\hat{\tau} = \frac{\pi}{1,5} \frac{h}{\lambda} \sigma \quad \text{Eq. 55}$$

où  $\sigma$  est la contrainte dans le film (contrainte à rupture  $\sigma_R$  + contraintes résiduelles  $\sigma_{Résid}$ ) et  $h$  l'épaisseur du film. Les valeurs de  $\lambda$  ont été déterminées à partir des densités de fissures à saturation (à forte déformation) afin de moyenniser les valeurs sur toute la surface. Le Tableau 30 récapitule les données.

**Tableau 30 : paramètres associés aux couches nitrurées.  $h$  : épaisseur nitrurée,  $\sigma = \sigma_R + \sigma_{Résid}$  : contrainte dans la couche,  $\lambda$  : écart moyen entre les fissures et  $\hat{\tau}$  : cisaillement maximal à l'interface.**

	$h$ ( $\mu\text{m}$ )	$\sigma$ (MPa)	$\lambda$ ( $\mu\text{m}$ )	$\hat{\tau}$ (MPa)
Eprouvette nitrurée 1 heure	3,4	2100	76	190
Eprouvette nitrurée 8 heures	9,1	600	82	140

Une valeur relativement équivalente de  $\hat{\tau}$  est ainsi obtenue pour les deux temps de traitement. Ce résultat n'est pas surprenant puisqu'à l'interface substrat/couche nitrurée les caractéristiques physicochimiques sont similaires quel que soit le temps de traitement.

Ces résultats confirment donc le fait que pour une contrainte interfaciale donnée, l'espacement entre fissures lorsqu'on atteint le seuil de fissuration lors d'un essai de traction monotone varie avec l'épaisseur des films [112].

L'endommagement en surface des éprouvettes « in situ » nitrurées durant 1 et 8 heures est plus important que celui observé pour les mêmes temps de traitement sur les échantillons parallélépipédiques ( $22 \times 18 \times 4 \text{ mm}^3$ ) (II.C.4.2). A titre d'exemple un déchaussement d'une partie d'un grain est observé après 8 heures (Figure 140) sur une éprouvette de traction « in situ » alors qu'un tel endommagement n'est observé qu'après 33 heures sur des éprouvettes de type parallélépipède. Cette différence est probablement liée à l'épaisseur des éprouvettes considérées. Les éprouvettes de traction in situ sont relativement fines (1 mm) au point que les contraintes résiduelles de compression dans la couche nitrurée les font se courber légèrement lors de la nitruration, ce qui n'est pas le cas des échantillons parallélépipédiques. Cette flexion favorise un pré-endommagement plus marqué.

### III.A.2. Essais de dureté

La couche nitrurée présente des propriétés de dureté et d'élasticité particulières qui peuvent être étudiées à l'aide d'indentations. Au-delà des valeurs de dureté, nous nous attacherons dans cette partie à extraire des caractéristiques mécaniques locales telle que le module, ainsi qu'à décrire les modes de déformation et d'endommagement de la couche nitrurée.

Deux outils différents et complémentaires ont été utilisés: un micro-indenteur H100 (FISHER) et un nano-indenteur NHT (CSM Instruments). Ils correspondent à des échelles d'étude différentes, mais leurs principes restent globalement identiques.

#### III.A.2.1. Principe de l'indentation

Il consiste à enfoncer une pointe dure dans un matériau afin d'en évaluer certaines caractéristiques mécaniques à une échelle plus ou moins locale. L'instrumentation des appareils modernes permet de mesurer la force appliquée au cours de la pénétration de l'indenteur. On définit alors la dureté ( $H$ ) par la pression moyenne de contact exercée par l'indenteur, elle correspond à la dureté Meyer et est définie comme suit:

$$H = \frac{P_{\max}}{A} \quad \text{Eq. 56}$$

où  $P_{\max}$  est la charge maximale appliquée et  $A$  l'aire de contact entre l'indenteur et le matériau, projetée sur la surface de l'échantillon. Cette valeur de dureté ne doit pas être assimilée à la dureté Vickers évaluée lors des tests plus classiques de dureté. Dans ce dernier cas la dureté est calculée à partir de la taille de l'aire de l'empreinte résiduelle, la relaxation à la décharge n'étant pas prise en compte.

La réalisation d'un cycle complet de charge et de décharge permet d'établir les courbes force-pénétration (Figure 145). On évalue  $A$  connaissant précisément la forme de l'indentation puis on en déduit la dureté  $H$ . Les propriétés élastiques de l'échantillon sont également quantifiées. La courbe de décharge est en effet supposée purement élastique et sa pente initiale, appelée aussi raideur de contact, peut être reliée au module élastique d'indentation  $E$  du matériau à partir de la formule de Sneddon [113]:

$$S = 2a \frac{E}{1-\nu^2} \quad \text{Eq. 57}$$

$\nu$  étant le coefficient de Poisson du matériau indenté et  $a$  le rayon de contact entre l'indenteur et le matériau, calculé à  $P=P_{\max}$ .

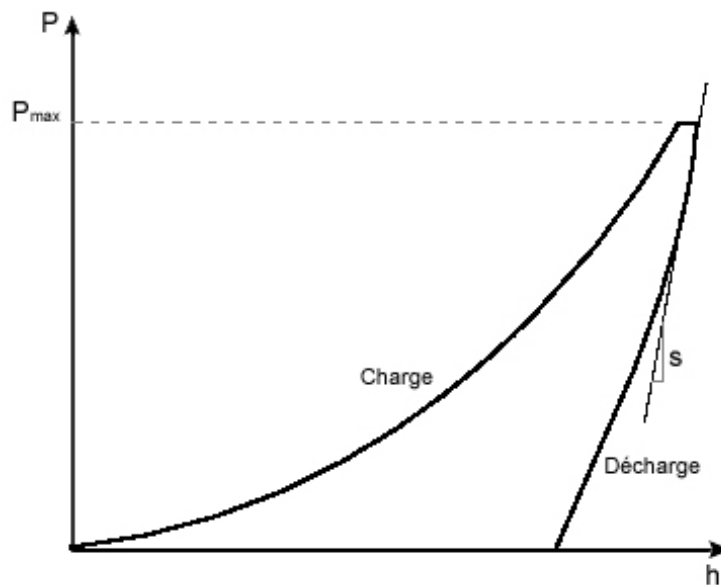


Figure 145: Courbe force-pénétration d'un essai d'indentation sur un cycle complet charge-décharge

A noter que lors de ce type d'expérience, la charge maximale peut être maintenue un certain temps pour suivre le comportement dans des conditions proches du fluage.

La différence essentielle entre les deux techniques réside principalement dans la gamme de charges qu'il est possible d'appliquer lors de l'indentation et indirectement dans le volume de matière concerné par le chargement. Les résultats obtenus avec le micro-indentateur seront présentés dans un premier temps, puis ceux obtenus par nano-indentation.

### III.A.2.2. Micro-indentateur

#### III.A.2.2.1. Moyens expérimentaux

Le « microindentateur » est un indentateur H100 de chez Fischer, équipé d'une pointe Vickers (pyramide à base carrée), qui permet d'appliquer des charges allant de 0,4 mN à 1000 mN. Dans ce domaine on utilise souvent le terme d'ultramicrodureté. Les charges appliquées au cours des essais ont été choisies égales à 100 mN et 500 mN correspondant à des empreintes respectives d'environ 0,6 et 1,3  $\mu\text{m}$  de profondeur dans l'acier 316L nituré. La mise en charge, le maintien à charge maximale puis la décharge durent respectivement 20,5 et 20,0 secondes. L'analyse de la courbe charge-pénétration se fait par la méthode d'Oliver et Pharr [114].

La géométrie des échantillons est semblable à celle utilisée au chapitre précédent (parallélépipèdes rectangles de 22\*18\*4  $\text{mm}^3$ ). La zone d'étude a été cartographiée par EBSD avant traitement afin de disposer de l'orientation des grains où vont être ultérieurement effectuées les empreintes. L'objectif est alors de corréler les propriétés mécaniques déduites



par indentation dans un grain avec son orientation cristallographique. Les échantillons ainsi cartographiés sont ensuite nitrurés. Les deux durées de traitement choisies de 8 heures et 33 heures donnent des épaisseurs de la couche nitrurée assez importante pour éviter que l’empreinte soit sensible à l’influence du substrat ou du gradient de concentration. Un rapport minimum de 7 est respecté entre l’épaisseur de la couche nitrurée et la profondeur d’indentation. Un échantillon de 316L non traité a été également étudié afin de servir de référence.

Entre deux et quatre empreintes ont été réalisées dans chacun des grains étudiés. Pour éviter toute interaction entre les empreintes, elles ont été effectuées à des distances supérieures à 4 fois leur diamètre.

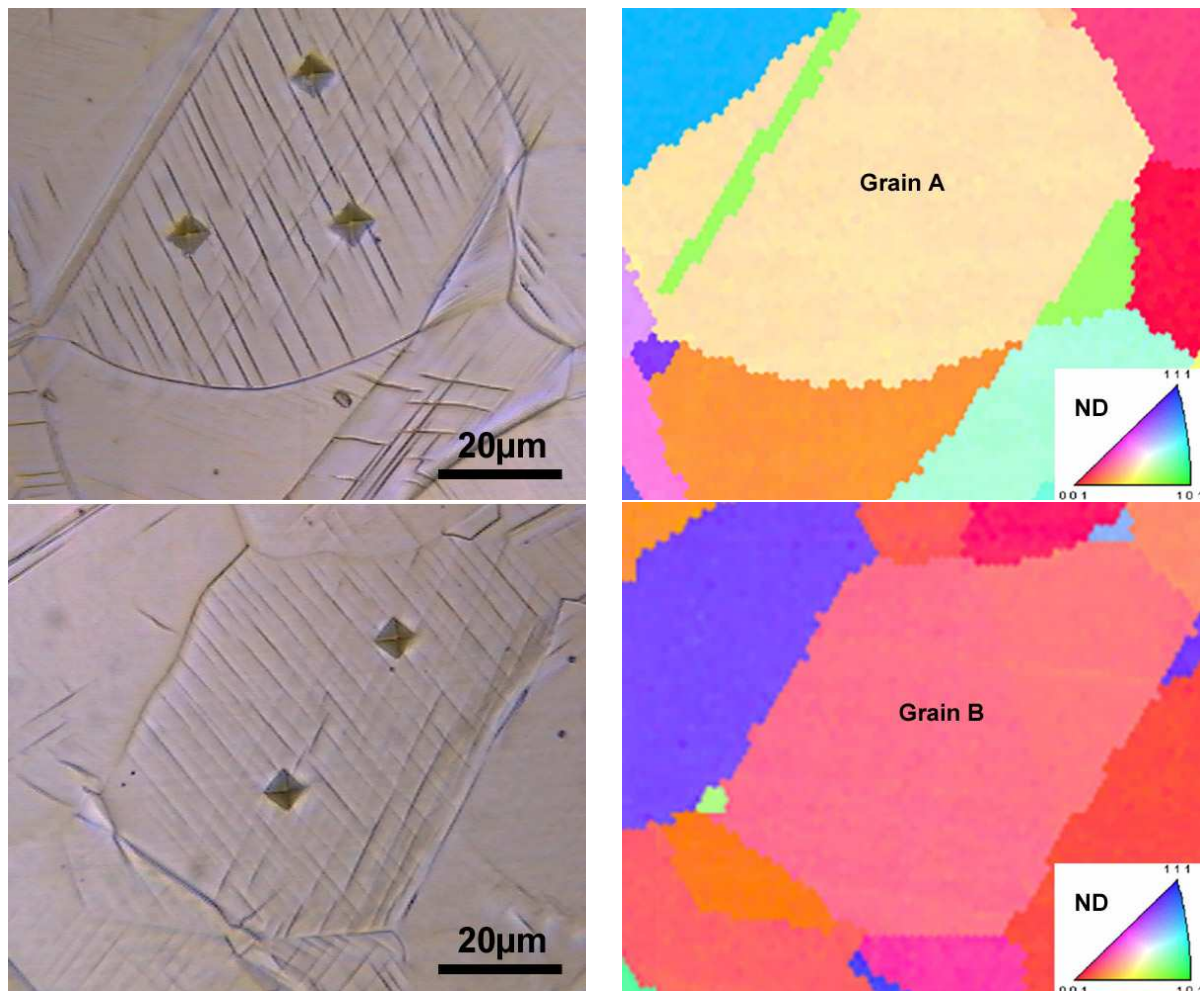


Figure 146: Images optiques de grains indentés ( $P_{\max} = 500$  mN) pour un échantillon nitruré 8 heures (à gauche). Cartographies EBSD associées, suivant la normale à la surface (à droite).

La Figure 146 présente deux exemples de micrographies de grains indentés pour un échantillon nitruré 8 heures ainsi que les cartographies EBSD correspondantes réalisées avant nitruration avec un codage suivant la direction normale à la surface.

Pour les deux durées de nitruration ainsi que pour l'état non traité, les essais d'indentation sont réalisés sur 30 grains ou plus, choisis afin de décrire de façon relativement homogène l'ensemble des orientations possibles sur la figure de pôles inverse ND.

### III.A.2.2.2. Résultats

La Figure 147 donne les courbes force-pénétration à  $P_{\max} = 500\text{mN}$  pour un ensemble représentatif de grains pour l'échantillon non traité (500mN-316L) et pour l'échantillon nitruré 8 heures (500Mn-316L nitruré 8 heures). Pour un échantillon donné, l'écart entre les courbes est représentatif de l'effet de l'orientation sur le comportement mécanique sous indentation. Cet écart est beaucoup plus marqué dans le cas de l'éprouvette nitrurée.

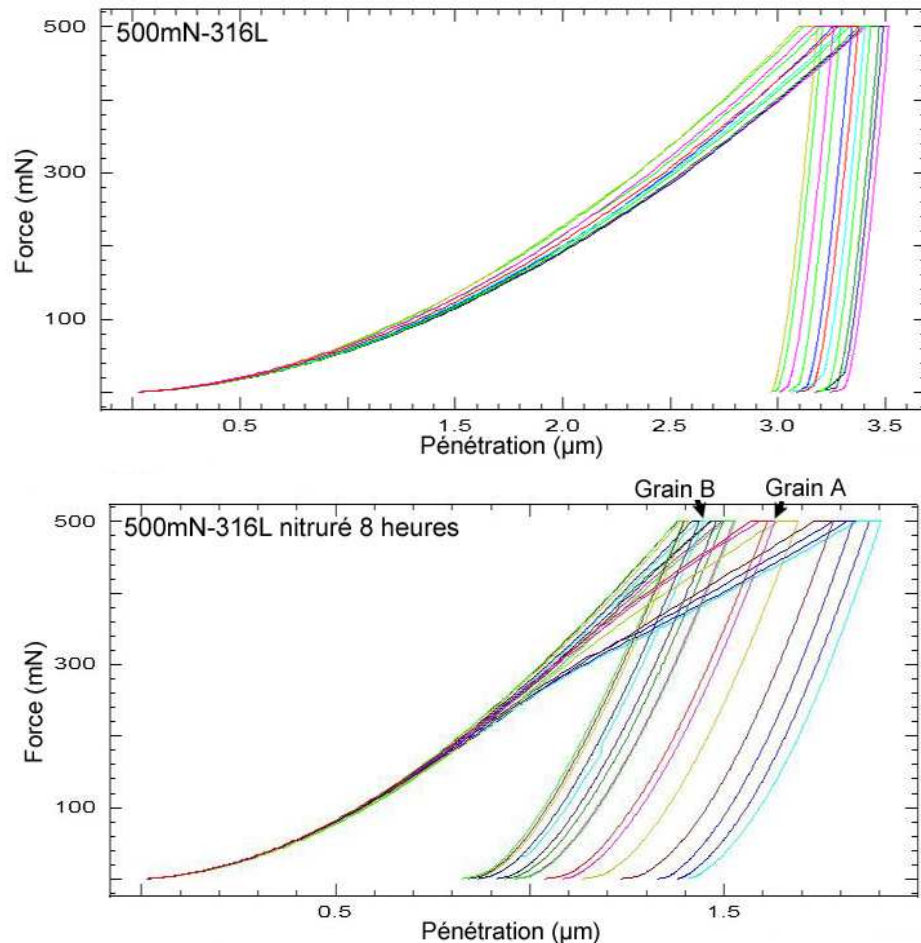


Figure 147: Courbe force-pénétration ( $P_{\max}=500\text{ mN}$ ) pour un ensemble représentatif de grains pour les échantillons non traités et nitrurés 8 heures

Les courbes force-pénétration correspondant aux grains nommés A et B sur la Figure 146 sont repérées par des flèches sur la Figure 147. Le grain A dont la normale à la surface est plus éloignée de la direction  $\langle 001 \rangle$  que le grain B présente une pénétration maximale à

charge donnée plus importante. De ce fait le grain A présente une dureté plus faible que le grain B.

Afin d'étudier l'effet de l'orientation cristallographique sur les caractéristiques mécaniques évaluées à partir des essais d'indentation, la dureté et le module d'indentation sont présentés en fonction du facteur d'orientation  $A_{hkl}$  défini en annexe A. Ce paramètre  $A_{hkl}$  a été choisi compte tenu de l'expression du module élastique  $E_{hkl}$  défini par l'équation suivante [63] :

$$\frac{1}{E_{hkl}} = S_{11} + (2S_{12} - 2S_{11} + S_{44})A_{hkl} \quad \text{Eq. 58}$$

où  $S_{11}, S_{12}, S_{44}$  sont les complaisances du matériau considéré. Une valeur nulle de  $A_{hkl}$  décrit les orientations  $\langle 001 \rangle$  tandis que les orientations  $\langle 111 \rangle$  correspondent à la valeur maximale de 0,33.

La Figure 148 présente donc la dureté ainsi que le module d'indentation en fonction de  $A_{hkl}$  pour l'ensemble des grains étudiés sur les échantillons non traités, nitruré durant 8 heures et 33 heures. Ces résultats correspondent à des mesures effectuées avec une force maximale de 500 mN. Chaque point des graphiques représente la moyenne sur l'ensemble des empreintes faites dans le grain ; les barres d'erreur indiquent l'écart type obtenu entre les différentes mesures effectuées dans le grain.

La lecture de ces graphes montre une nette dépendance de la dureté et du module d'indentation à l'orientation des grains, y compris dans le cas du substrat pour lequel cependant les variations de dureté demeurent relativement faibles. A l'état non traité, les grains de facteur  $A_{hkl}$  élevé présentent les duretés et les modules les plus élevés. La tendance est inversée pour les états nitrurés. Les variations de dureté sont nettement plus importantes que pour l'état de référence. A noter que pour l'échantillon nitruré 33 heures, la dureté maximale ne correspond plus aux grains de plus faible facteur d'orientation  $A_{hkl}$  mais à ceux pour lesquels  $A_{hkl}$  est de l'ordre de 0,1. Les courbes en pointillés rouges donnent les tendances générales.

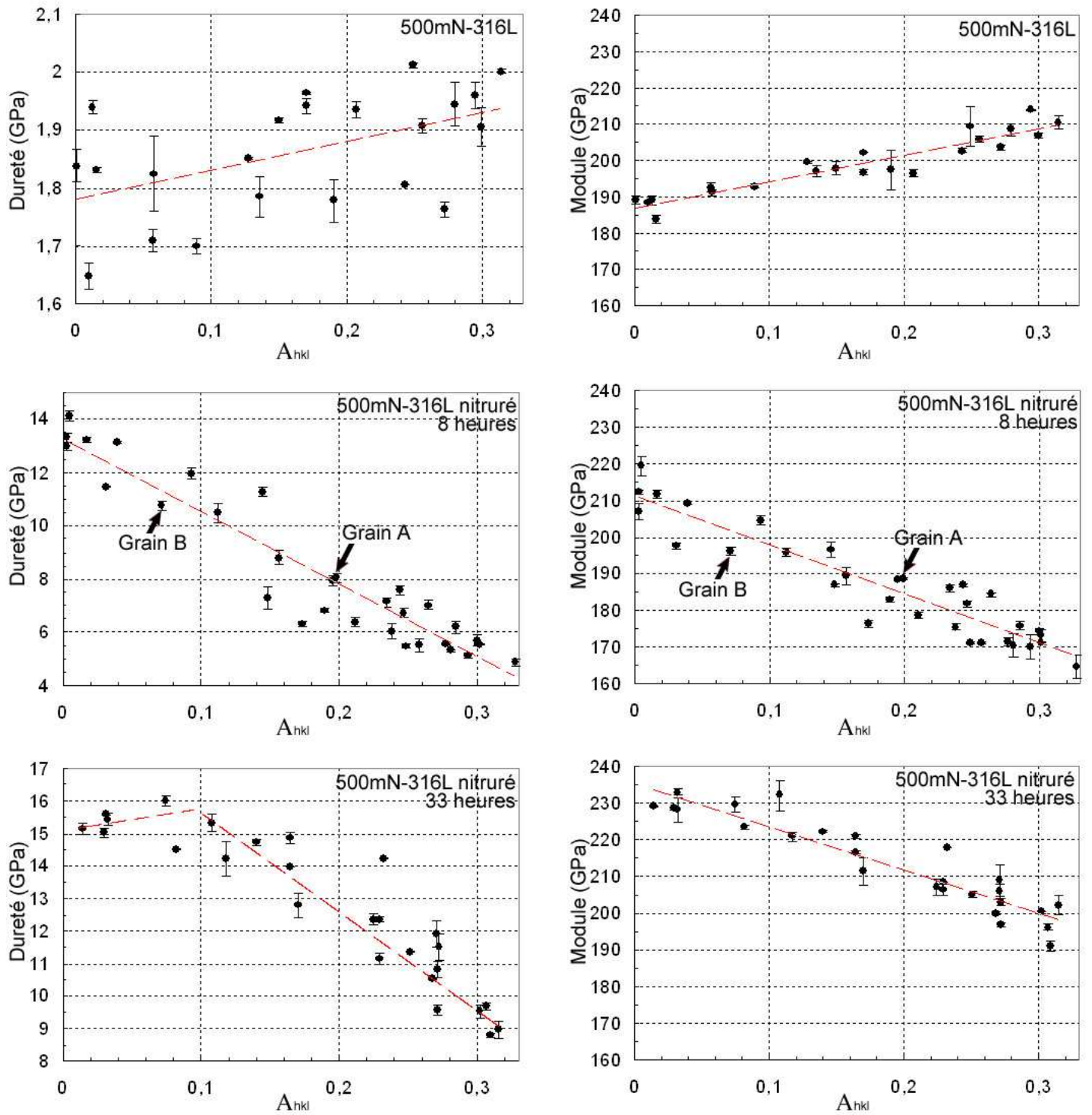


Figure 148: Dureté (à gauche) et module d'indentation (à droite) en fonction du facteur d'orientation  $A_{hkl}$  pour les échantillons non traité, nitruré durant 8 heures et 33 heures dans le cas d'une force maximale de 500 mN.

La même démarche a été menée dans le cas d'indentations réalisées avec une force maximale de 100 mN. La Figure 149 présente les résultats correspondant dans le cas des échantillons non traité et nitruré durant 8 heures.



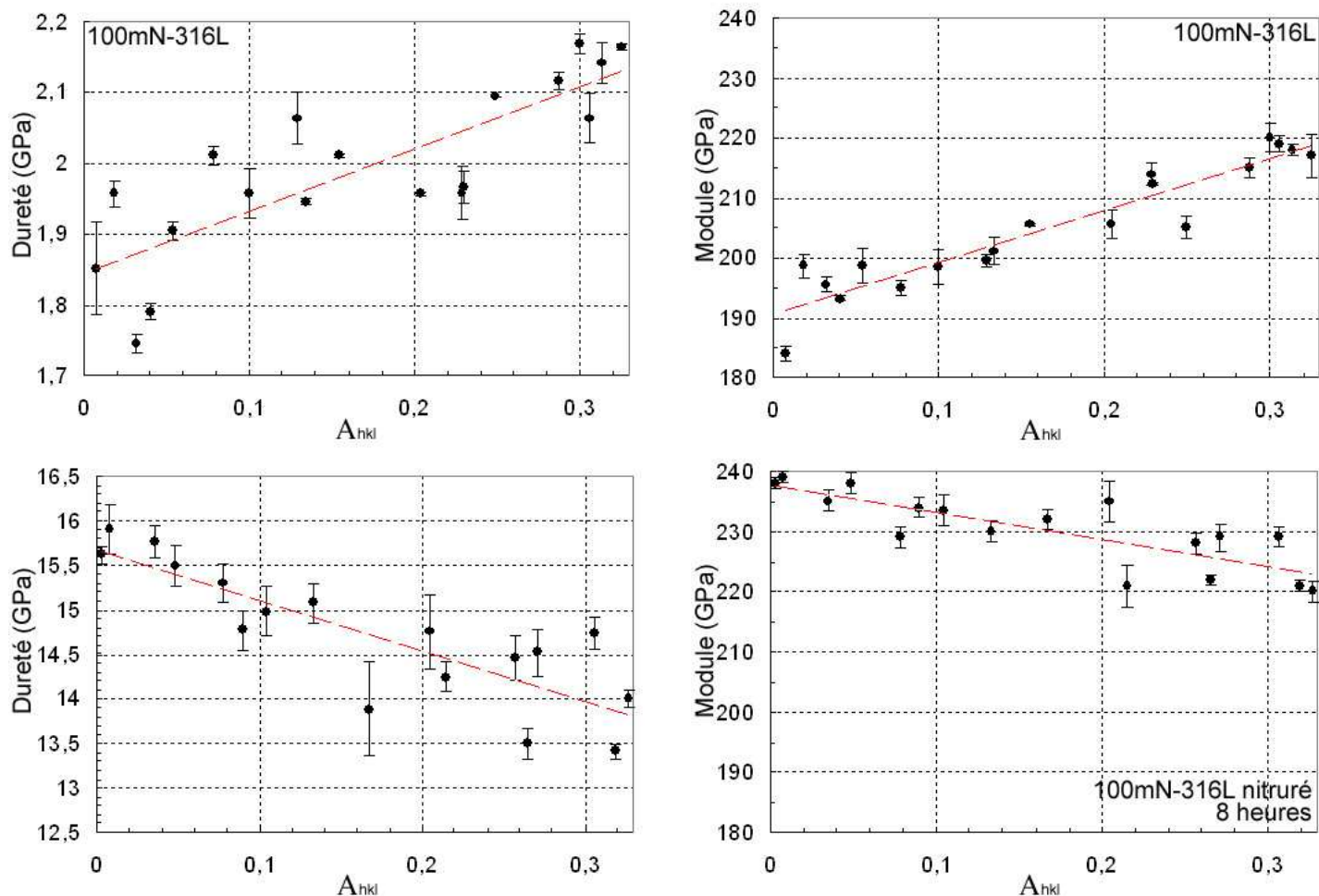


Figure 149: Dureté (gauche) et module d'indentation (droite) en fonction du facteur d'orientation  $A_{hkl}$  pour les échantillons non traité et nitruré 8 heures dans le cas d'une force maximale de 100mN

Des tendances similaires sont observées. En particulier on retrouve l'inversion de la dépendance du module et de la dureté avec le facteur d'orientation  $A_{hkl}$  entre l'état non traité et nitruré. Pour les deux types de mesures, les valeurs de dureté pour les échantillons nitrurés sont évidemment nettement plus élevées que pour l'état de référence et, pour une orientation donnée, la dureté est plus importante après une nitruration pendant 33 heures. Le Tableau 31 présente les valeurs moyennes des modules et duretés calculées pour l'ensemble des grains pour les différents échantillons et forces maximales appliquées lors des essais.

**Tableau 31 : Valeurs moyennes de dureté, de module et des écarts types associés, pour les différents échantillons et forces maximales appliquées.**

	H (GPa)	Ecart type H (GPa)	E (GPa)	Ecart type E (GPa)
<i>Force appliquée : 500 mN</i>				
<b>316L</b>	1,8	<b>0,04</b>	198,9	<b>2,6</b>
<b>316L nitruré 8 heures</b>	8,2	<b>0,31</b>	186,5	<b>2,4</b>
<b>316L nitruré 33 heures</b>	12,7	<b>0,34</b>	213,3	<b>2,7</b>
<i>Force appliquée : 100 mN</i>				
<b>316L</b>	2,1	<b>0,16</b>	205,0	<b>3,3</b>
<b>316L nitruré 8 heures</b>	14,7	<b>0,47</b>	230	<b>3,8</b>

A noter que les écarts types associés aux mesures effectuées au sein d'un même grain augmentent avec le temps de traitement (8 heures  $\rightarrow$  33 heures) où quand on diminue la force maximale appliquée lors des indentations (500 mN  $\rightarrow$  100 mN). Malgré tout, ces écarts restent faibles en comparaison des valeurs de dureté et module (moins de 5% par rapport à la valeur moyenne). L'origine de ces écarts est associée à l'incertitude de mesure due à l'appareillage, mais aussi à la présence de plasticité en surface dans le cas des éprouvettes nitrurées. Les nombreuses bandes de glissement induites par le traitement peuvent en effet modifier localement les conditions de pénétration de l'indenteur et donc la dureté (Figure 146).

L'analyse de l'ensemble des courbes force – pénétration (Figure 150, Figure 147) pour les essais d'indentation menés jusqu'à 500 mN sur les échantillons nitrurés (8 heures et 33 heures) fait apparaître un comportement particulier.

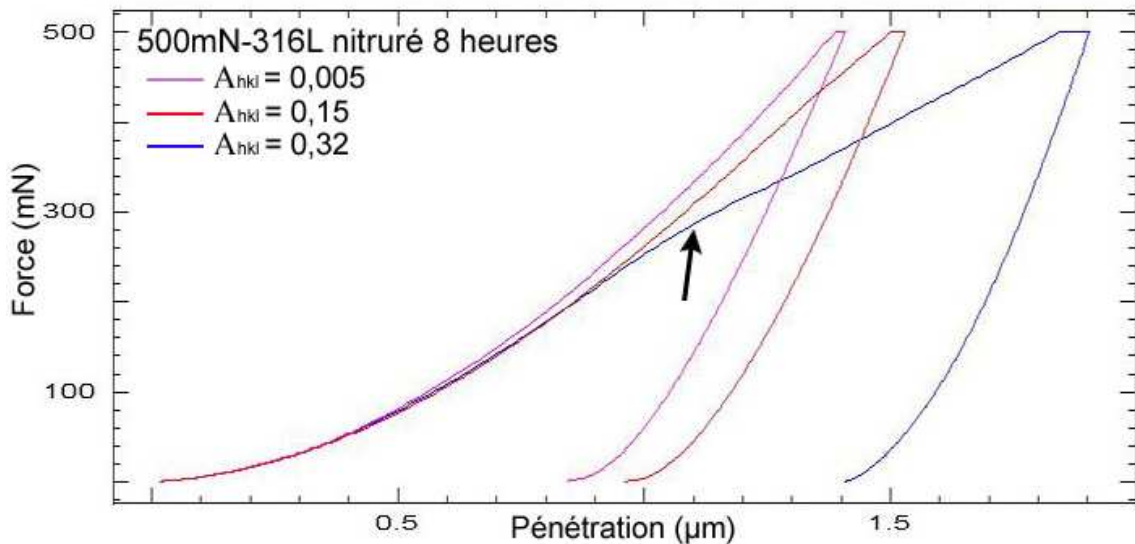


Figure 150: Courbe force-pénétration ( $P_{\max}=500\text{mN}$ ) pour un échantillon nitruré 8 heures.

En effet, une rupture de pente est clairement visible lors de la mise en charge. Cet événement est d'autant plus marqué que le facteur d'orientation  $A_{hkl}$  est élevé. Le changement de pente se produit relativement brusquement, systématiquement autour d'une valeur de la force de l'ordre de 300 mN. Aucune rupture de pente n'est d'ailleurs observée lors de la mise en charge sur les courbes force-pénétration pour les essais menés à 100mN. Des comportements similaires ont été observés pour dans le cas d'alliage base cobalt [115] et restent à ce jour inexplicables.

Des essais spécifiques ont été réalisés pour identifier l'origine de ce phénomène. La Figure 151 présente ainsi les courbes force – pénétration pour des essais menés jusqu'à une force de

1000 mN avec et sans cyclage. On entend par cyclage le fait de décharger puis de remettre en charge l'indenteur au sein de la même empreinte. A noter que la décharge réalisée à chaque cycle n'est pas complète (arrêt pour une force non nulle de 40 mN) afin de conserver le contact parfait entre l'indenteur et le matériau. Les cycles choisis ont été réalisés à charge maximale croissante, respectivement de 200, 400, 700 et 1000 mN. Les courbes obtenues se superposent aux courbes des essais non cyclés menés jusqu'à 1000 mN dans les mêmes grains.

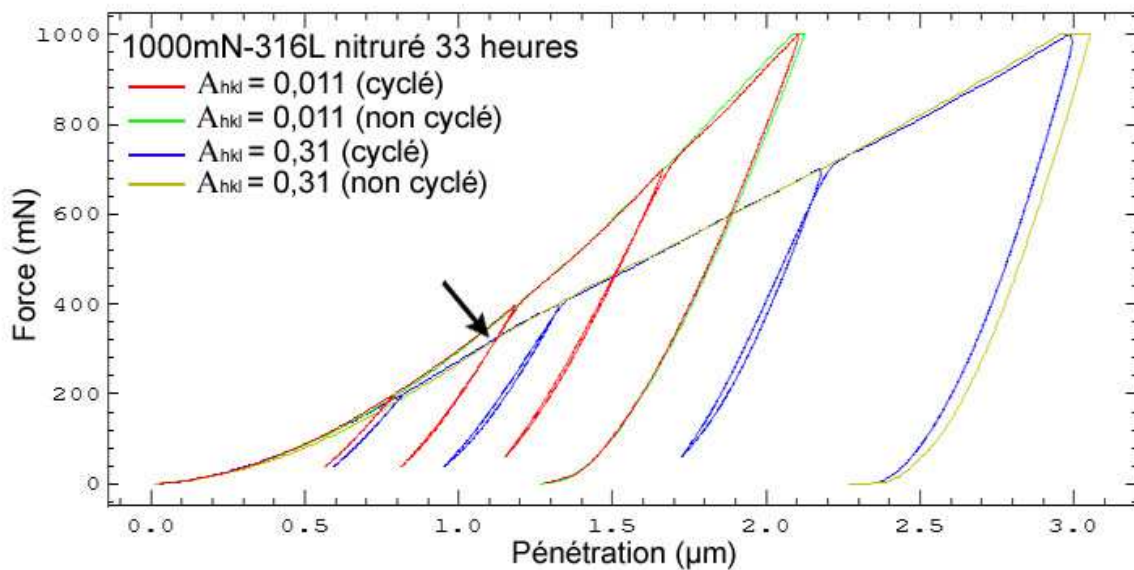


Figure 151: Courbe force-pénétration ( $P_{\max}=1000\text{mN}$ ) pour un échantillon nitruré durant 33 heures

Les cycles réalisés pour des forces supérieures à 300 mN sur les grains associés à cette rupture de pente présentent une hystérèse significative. Ce phénomène est constaté pour des grains dont le facteur d'orientation  $A_{hkl}$  est supérieur à 0,2. Les cycles ne présentant pas de rupture de pente sont quant à eux associés aux grains pour lesquels  $A_{hkl} < 0,2$  et ils ne présentent pas d'hystérèse. A noter que les mesures réalisées sur le matériau non traité (non présenté dans le manuscrit) ne présentent jamais ce phénomène. Il faut remarquer que ce phénomène influe directement sur les valeurs des caractéristiques mécaniques déterminées par indentation pour les grains le présentant, au moins sur la dureté. En d'autres termes si ce phénomène n'est pas intrinsèque au comportement du matériau, les valeurs des duretés établies à 500 mN pourraient ne pas être représentatives de la dureté et du module pour ces grains orientés tels que  $A_{hkl} > 0,2$ . Généralement la formation de boucle d'hystérésis durant les cycles décharge-charge pendant un test d'indentation est associée à l'apparition d'un écrouissage cinématique [116][117]. La particularité de nos mesures est que l'hystérèse

n'apparaît qu'à partir d'un seuil de chargement. Un phénomène lié aux modes de déformation plastique sous indenteur pourrait expliquer ce comportement.

Afin de compléter ces résultats concernant le comportement mécanique sous indentation des couches nitrurées, les empreintes ont été observées au MEB pour l'échantillon nitruré durant 33 heures (Figure 152).

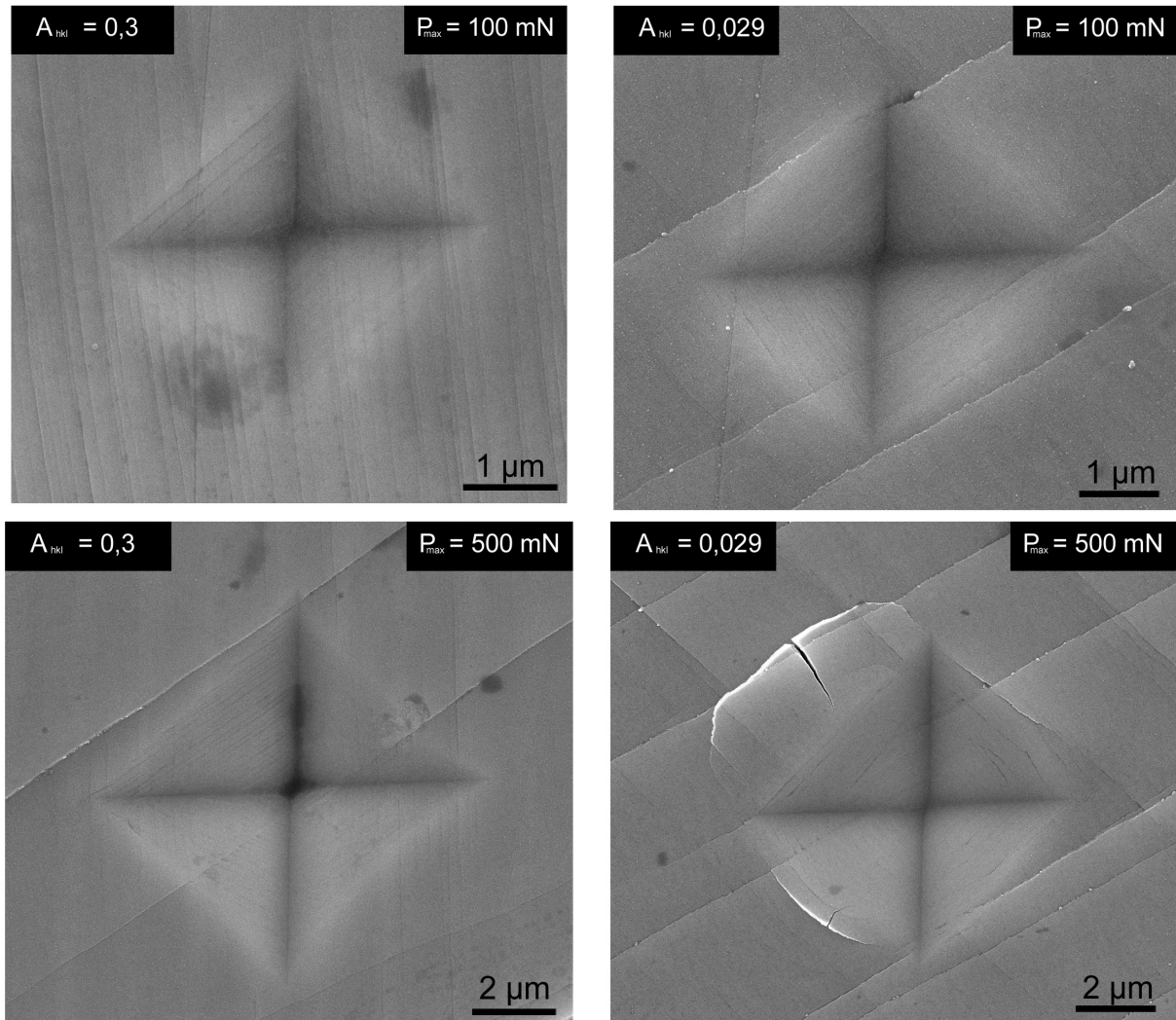


Figure 152: Observation MEB des empreintes de microindentation effectuées sur un échantillon nitruré 33 heures pour des forces de 100 et 500 mN pour deux grains d'orientation différente.

Pour une force appliquée de 100 mN, les empreintes ne diffèrent que par leur taille et aucune trace de plasticité au sens par exemple de la formation de bandes de glissement ou d'endommagement n'est observée autour des empreintes. Un comportement différent est observé quand on applique une charge de 500 mN sur les grains présentant un facteur  $A_{hkl}$  faible, ayant donc une dureté importante. Des « bourrelets » ainsi que des fissures apparaissent alors sur le pourtour des empreintes.



Pour compléter l'ensemble de ces résultats, des mesures effectuées par nano-indentation ont été réalisées. Elles font l'objet du paragraphe suivant.

### III.A.2.3. Nanoindentation

#### III.A.2.3.1. Moyens expérimentaux [118]

L'appareil utilisé est un nanoindenteur NHT de chez CSM Instruments. Il utilise une pointe de type Berkovich (pyramide à base triangulaire). L'analyse de la courbe charge-pénétration se fait par la méthode de Woirgard et Dargenton [119][120]. Un étalonnage préalable de l'appareil est nécessaire afin de prendre en compte la forme imparfaite de la pointe. Cela se fait par une série d'indentations sur un matériau dont les caractéristiques mécaniques sont parfaitement connues.

Les essais de nano-indentation ont été réalisés sur un échantillon nitruré durant 8 heures. Afin d'éviter les effets des extrusions des bandes de glissement et de l'endommagement, la surface a été légèrement polie après nitruration. Un soin tout particulier a été porté à ce polissage afin d'obtenir un état de surface adapté à ces mesures ( $R_a$  de quelques nm) tout en s'assurant de rester dans la couche nitrurée. Plus précisément, un retrait de 5  $\mu\text{m}$  en surface a été obtenu par polissage mécano-chimique (polissage final réalisé avec de la suspension d'oxyde d'aluminium sur une polisseuse automatique). Une image AFM de la surface est donnée sur la Figure 153. Dans ces conditions l'épaisseur de ce qui reste de la couche nitrurée est de l'ordre de 5  $\mu\text{m}$  ce qui ne pose aucun problème vis-à-vis de la profondeur sondée lors des mesures par nanoindentation.

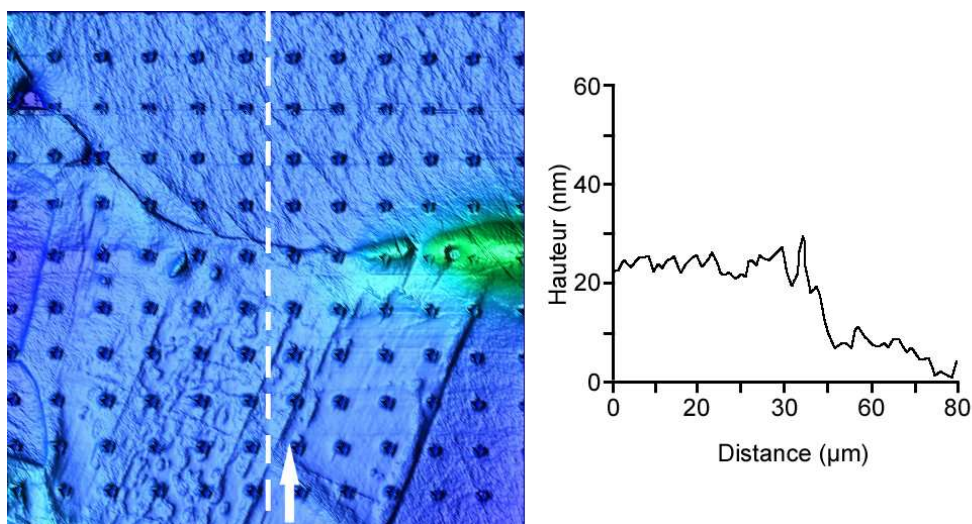


Figure 153: observation AFM de la surface de l'échantillon après nitruration, polissage et indentation (mise en évidence de la rugosité de surface et du réseau d'empreinte).

Après polissage un réseau d'empreintes a été réalisé à la surface de l'échantillon (Figure 154.a). Il comporte environ 1000 empreintes (de profondeur d'environ 170 nm et de charge de

l'ordre de la dizaine de mN) sur une surface de  $220\mu\text{m}\times 220\mu\text{m}$ . La zone a été choisie de telle sorte que l'orientation des grains la composant soit représentative des principales orientations cristallographiques. Pour cela, une cartographie d'orientation EBSD avait été préalablement réalisée avant polissage (Figure 154.b).

De plus, afin d'obtenir des résultats de nanoindentation pour l'état non nitruré et pour des orientations identiques, la surface de l'échantillon a été polie à nouveau jusqu'au retrait complet de la couche nitrurée. Le polissage a été poursuivi jusqu'à plus de  $5\mu\text{m}$  après l'interface substrat/couche nitrurée. Un réseau similaire d'empreintes a alors été réalisé sur le substrat. Sur cette nouvelle surface, les grains n'ont que relativement peu changé de forme. Une analyse EBSD a de nouveau été pratiquée pour intégrer les effets du polissage sur la microstructure de la zone étudiée (Figure 154.d).

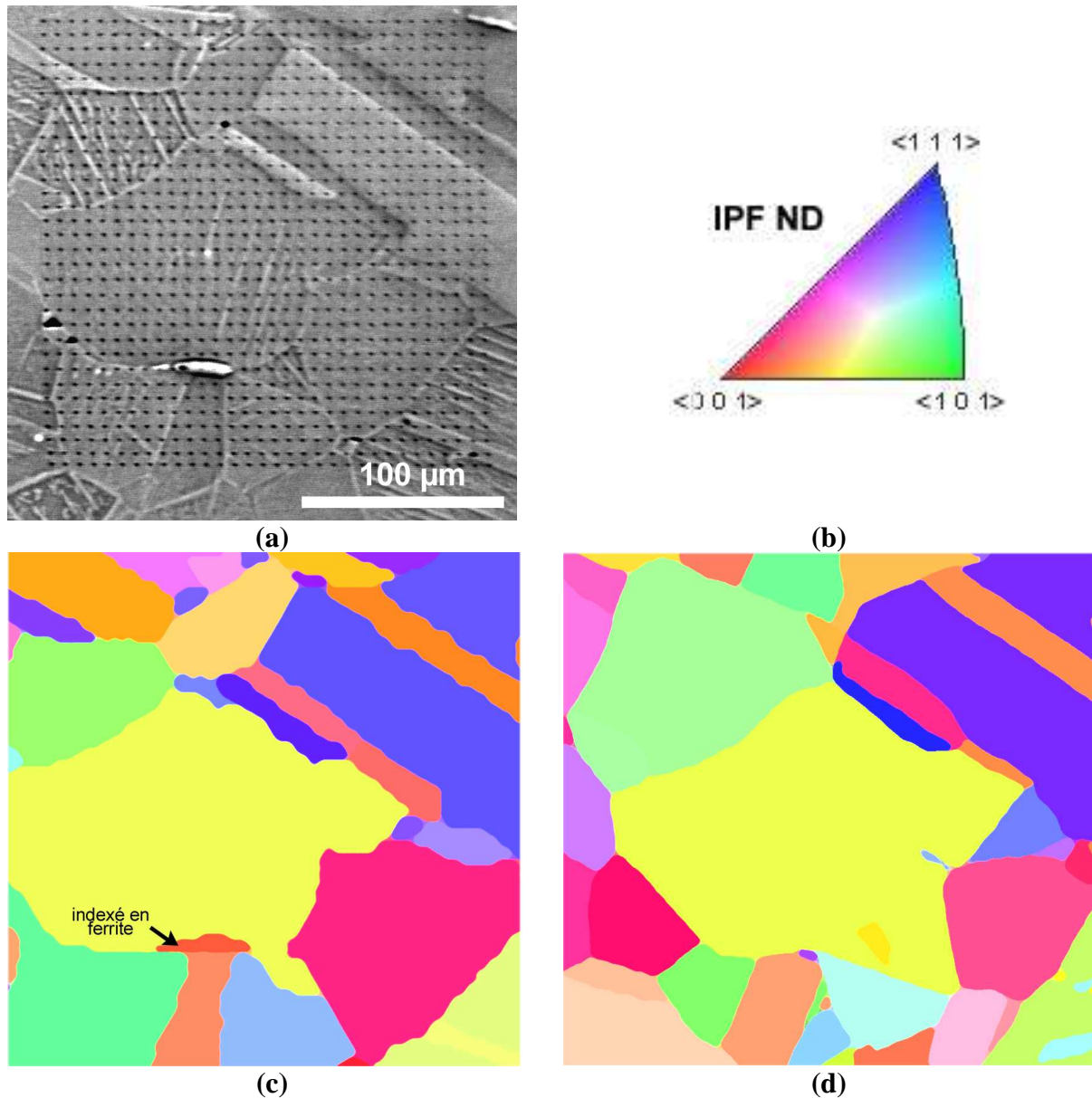


Figure 154: (a) Image optique du réseau d'indentation, (b) codage couleur pour les cartographies EBSD de la zone étudiée par nanoindentation avant nitruration (c) et après polissage jusqu'au substrat (d).



### III.A.2.3.2. Résultats

Les résultats des mesures de dureté et de module effectués dans la couche nitrurée et dans le substrat sont présentés sous forme de cartographies. Un niveau de couleur est associé à chaque valeur de la dureté et du module du réseau d'indentation. Une interpolation bicubique des valeurs du réseau est ensuite appliquée afin d'améliorer le rendu visuel de la cartographie de dureté et de module. La Figure 155 présente les cartographies ainsi obtenues dans la couche nitrurée et dans le substrat.

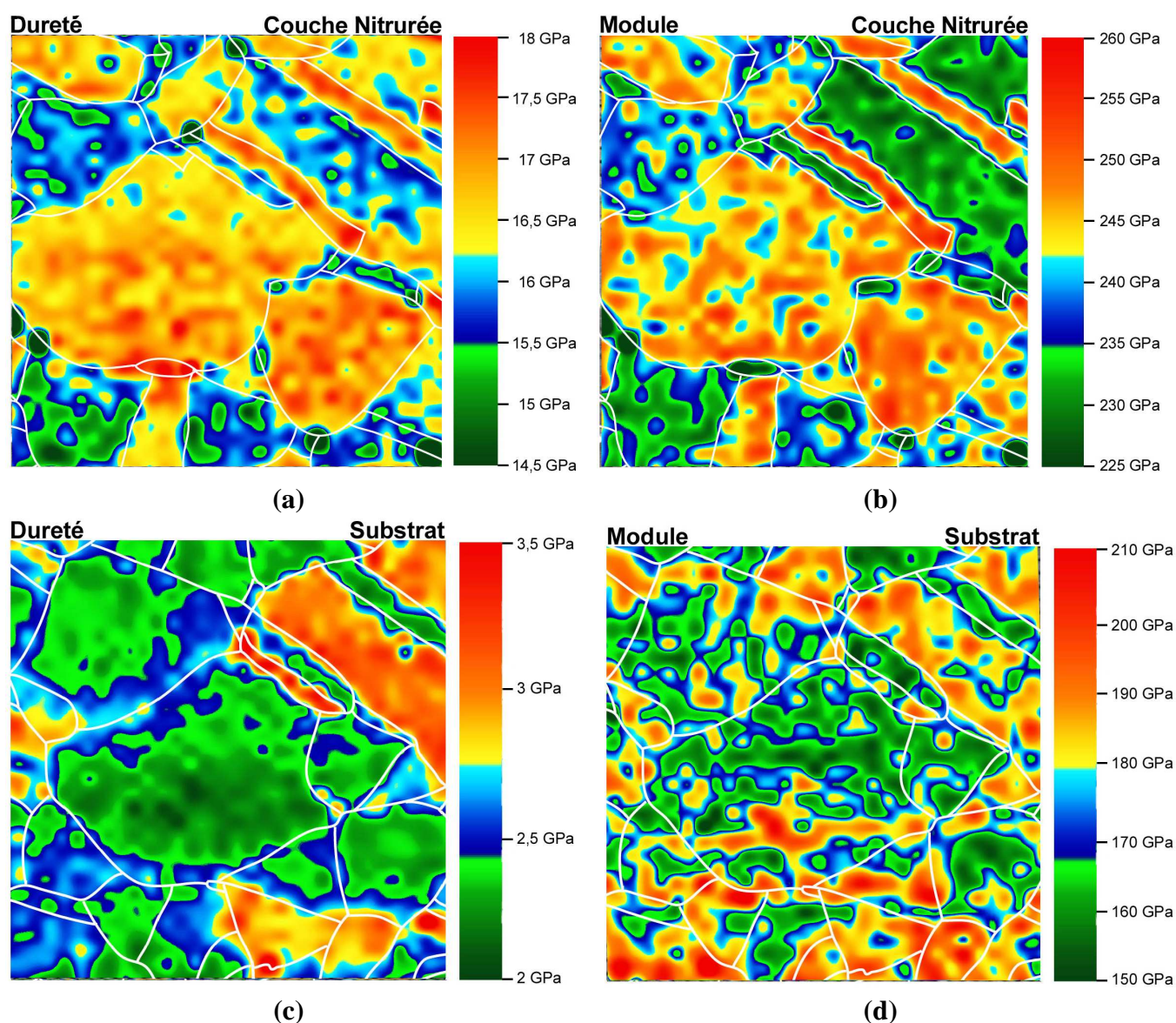


Figure 155: Cartographie de dureté (a et c) et de module (b et d) du réseau d'indentation réalisé dans la couche nitrurée et dans le substrat. Les joints de grain sont superposés en traits blancs.

Une dépendance du module et de la dureté suivant les grains apparaît clairement. Au vue de la cartographie EBSD associée (Figure 154), les modules et les duretés les plus élevés sont

obtenus pour les grains d'orientation proche de  $\langle 001 \rangle$  (indexée en rouge) dans le cas de la couche nitrurée et d'orientation proche de  $\langle 111 \rangle$  (indexée en bleu) dans le cas du substrat.

La Figure 156 présente les résultats précédent sous forme de graphiques : dureté et module moyen en fonction du facteur d'orientation  $A_{hkl}$  pour chaque grain de la zone étudiée. Comme pour les résultats d'ultramicrodureté, la moyenne des valeurs obtenues pour l'ensemble des points de mesure effectués au sein d'un même grain est retenue. Les barres d'erreur indiquent l'écart type associé aux valeurs obtenues dans chaque grain. Pour les mesures effectuées dans la couche nitrurée les écarts sont dus, outre le fait des incertitudes de mesure intrinsèques aux conditions expérimentales, à la localisation de la plasticité dans les grains sous la forme des bandes de glissement.

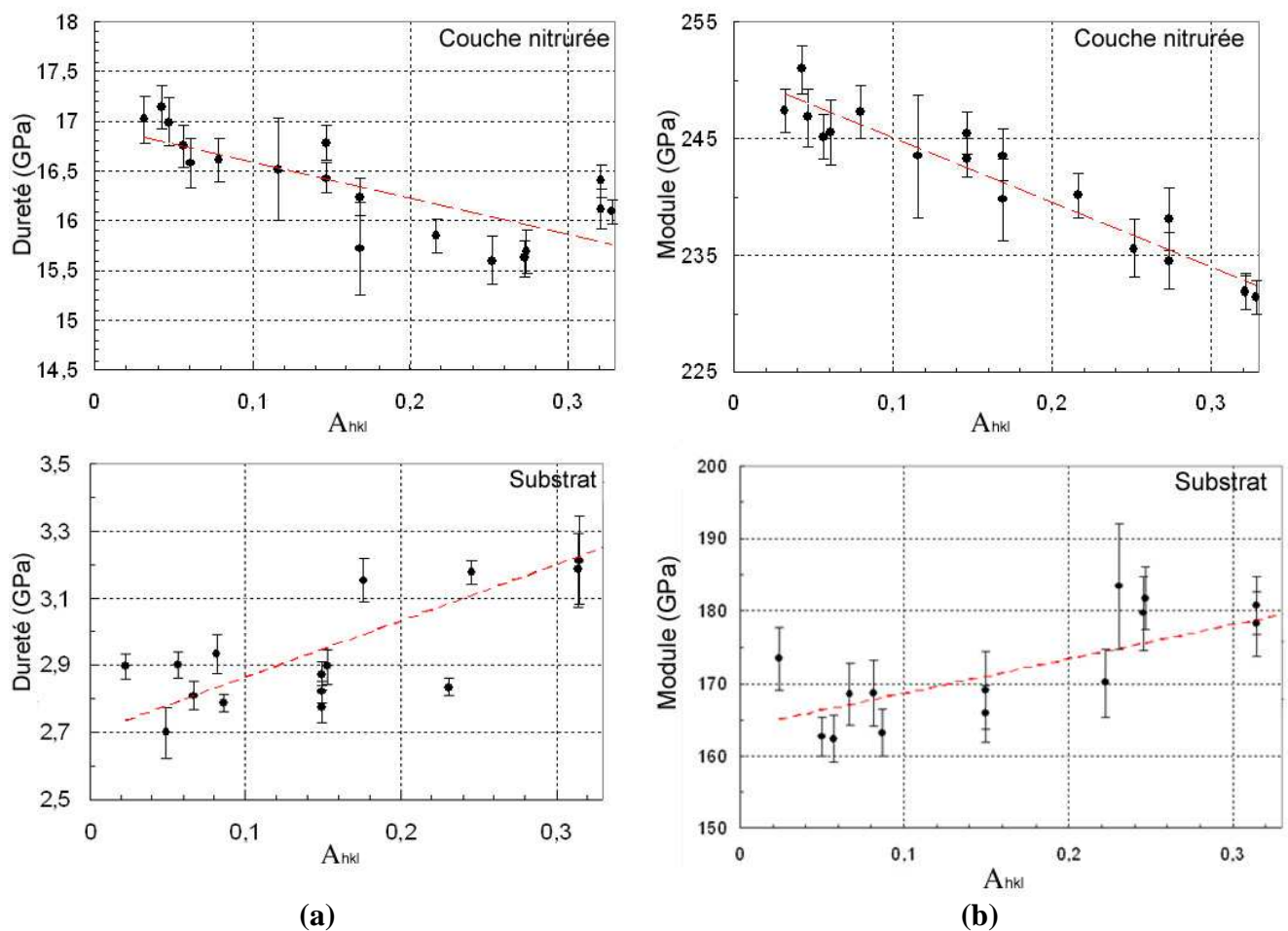


Figure 156: dureté (a) et module d'indentation (b) en fonction du facteur d'orientation  $A_{hkl}$  pour la couche nitrurée et pour le substrat.

De façon similaire aux expériences menées en microindentation, la dureté et le module décroissent de façon linéaire avec le facteur  $A_{hkl}$  dans la couche nitrurée. L'évolution est inversée dans le substrat : le module et la dureté augmentent avec le facteur  $A_{hkl}$ .

**Tableau 32 : Valeur moyenne de dureté, de module et écarts types pour les essais réalisés dans la couche nitrurée et dans le substrat.**

	H (GPa)	Ecart type H (GPa)	E (GPa)	Ecart type E (GPa)
	<i>Nanoindentation; échantillon nitruré 8 heures</i>			
<b>Couche nitrurée</b>	16,3	<b>0,46</b>	241,2	<b>4,6</b>
<b>Substrat</b>	2,9	<b>0,12</b>	171,9	<b>9,8</b>

### III.A.2.4. Discussion

#### III.A.2.4.1. Les effets moyens sur la dureté

Les éprouvettes nitrurées présentent une dureté moyenne bien supérieure au 316L non traité. Ce résultat est en accord avec ceux de la littérature qui indiquent que les différents traitements de nitruration induisent généralement une amélioration des propriétés de surface et notamment de la dureté en surface [121]. Il est malgré tout difficile d'indiquer une unique valeur de dureté moyenne, les mesures étant très dépendantes du niveau de chargement (effet de taille des empreintes [114]). La dureté évaluée augmente en effet avec la diminution de la charge maximale appliquée. C'est ainsi que l'on obtient des duretés plus importantes en microindentation pour les mesures effectuées à force maximale de 100 mN en comparaison de celles réalisées à force maximale de 500 mN. C'est aussi la raison des duretés apparentes plus élevées établies par nanoindentation pour un niveau de charge encore plus faible de 8 mN.

L'effet de taille des empreintes agit également sur le module d'indentation. Cet effet qui a déjà été mentionné dans les aciers inoxydables [122][123] reste très faible (Tableau 31). Il est par contre plus marqué dans le cas de la couche nitrurée : une diminution de la charge de 500 mN à 100 mN s'accompagne d'une augmentation moyenne de l'ordre de 40 GPa.

#### III.A.2.4.2. Dureté dépendante de l'orientation cristallographique locale

Un des éléments importants émergeant des essais d'indentation (ultramicro et nanoindentation) est la forte dépendance des caractéristiques mécaniques locales (H, E) et du comportement (courbes charge-décharge) à l'orientation cristallographique. Cette anisotropie des propriétés de dureté a été déjà mentionnée pour des états non traités [124][125]. Elle est analysée en se référant au système de glissement primaire mis en jeu dans la structure cristalline étudiée sous l'indenteur. Dans le cas des éprouvettes nitrurées la dépendance de la dureté avec l'orientation est inversée par rapport à l'état non traité. Le problème est complexe puisque différents facteurs peuvent intervenir.

D'une part la dureté est probablement liée au pourcentage d'azote contenu dans les grains, ce dernier étant dépendant de l'orientation cristallographique (II.C.2.2). Pour les échantillons nitrurés 33 heures, la concentration en azote évolue en effet de façon similaire à la dureté, en fonction du facteur d'orientation  $A_{hkl}$  (Figure 21). Malgré tout, l'évolution de la concentration ne peut expliquer à elle seule les valeurs de dureté obtenues, puisque pour les échantillons nitrurés 8 heures elle est globalement identique suivant l'orientation cristallographique alors qu'une anisotropie de dureté est relevée. De plus, alors que les échantillons nitrurés 8 heures et 33 heures présentent des concentrations moyennes en azote identiques à la surface, la dureté moyenne est plus importante quand la nitruration dure 33 heures.

D'autre part les processus de plasticité induite en surface par nitruration dépendent aussi de l'orientation cristallographique. Des configurations de glissement simple ou multiple pourraient modifier les conditions de pénétration des différents indenteurs.

Enfin, l'état des contraintes résiduelles pourrait également dépendre de l'orientation cristallographique et contribuer à l'anisotropie de dureté, ou tout au moins de dureté apparente. Il est à ce jour difficile de conclure sur l'origine principale de cette inversion d'anisotropie de dureté par rapport au substrat 316L.

#### III.A.2.4.3. Anisotropie élastique

Les mesures d'indentation, qu'elles soient réalisées par microdureté ou par nanoindentation, ont permis de mettre en évidence une forte anisotropie relative à l'orientation cristallographique. Cet effet est à rapprocher de l'anisotropie élastique des structures cristallines cubiques. Il est en effet classique de relier le module d'élasticité  $E_{hkl}$  aux caractéristiques élastiques du matériau par l'intermédiaire de l'équation suivante [63]:

$$\frac{1}{E_{hkl}} = S_{11} + (2S_{12} - 2S_{11} + S_{44})A_{hkl} \text{ avec} \quad \text{Eq. 59}$$

$$A_{hkl} = \frac{h^2l^2 + k^2l^2 + h^2k^2}{(h^2 + k^2 + l^2)^2}$$

où  $S_{11}, S_{12}, S_{44}$  sont les complaisances du matériau considéré. Les valeurs de ces différentes constantes sont indiquées dans le Tableau 33 pour l'acier 316L [77], où les valeurs minimales et maximales de  $E_{hkl}$  sont également reportées.

**Tableau 33 : Complaisances et module d'élasticité de l'acier 316L [77].**

$S_{11}$ ( $10^{-3}\text{GPa}^{-1}$ )	$S_{12}$ ( $10^{-3}\text{GPa}^{-1}$ )	$S_{44}$ ( $10^{-3}\text{GPa}^{-1}$ )	$E_{001}$ (GPa)	$E_{111}$ (GPa)
10,7	-4,25	8,6	93,5	277,8



Connaissant ces valeurs, il est possible de déterminer l'évolution du module élastique  $E_{hkl}$  en fonction de l'orientation cristallographique. La Figure 157 présente cette évolution à l'aide de la figure de pôles inverse et en fonction du paramètre  $A_{hkl}$ .

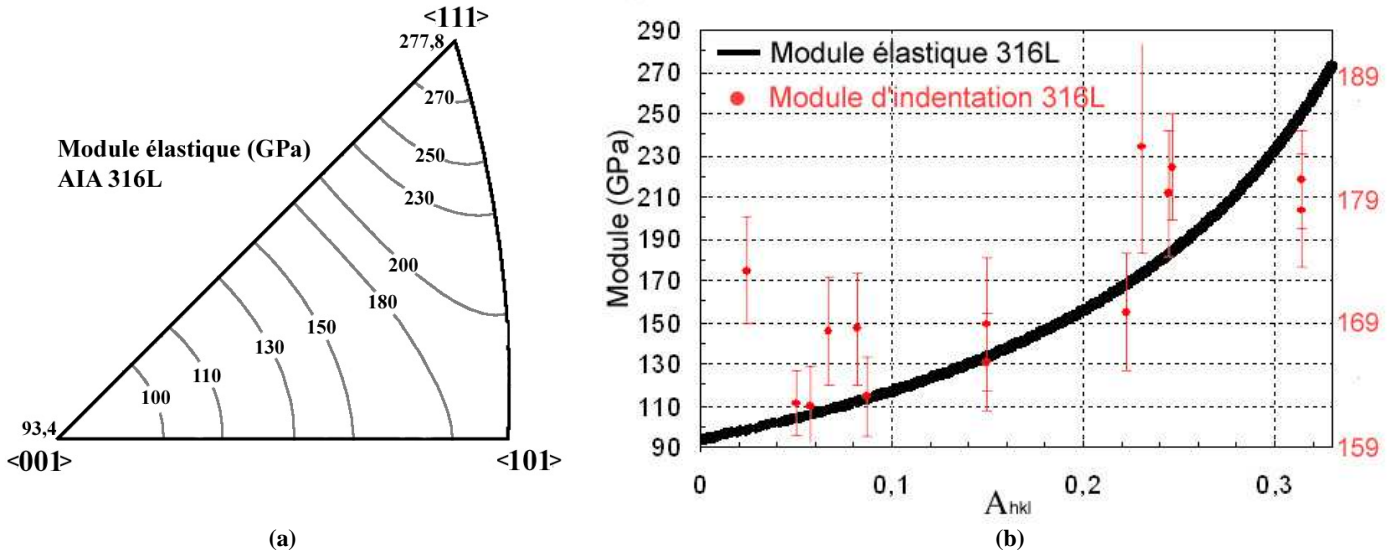


Figure 157: Dépendance du module élastique à l'orientation cristallographique pour le 316L, représenté (a) sur la figure de pôle inverse et (b) en fonction du paramètre  $A_{hkl}$ .

Bien évidemment le chargement complexe sous indentation ne permet pas de corrélérer de façon très précise le module d'indentation au module élastique. Mais l'évolution de l'un est directement liée aux variations de l'autre, puisque la déformation des faces des empreintes est directement liée au retour élastique du matériau. Dans ces conditions nous reportons sur la Figure 157.b les modules apparents calculés à partir des mesures de nanoindentation avec une échelle de mesure différente de celle correspondante au module  $E_{hkl}$  et adaptée pour la comparaison. Clairement l'évolution du module apparent en fonction de  $A_{hkl}$  est du même type que celle calculée pour  $E_{hkl}$ . L'intensité de cette anisotropie est communément décrite par la valeur du facteur de Zener  $A$  défini comme suit :  $A = 2(S_{11} - S_{12}) / S_{44}$ . Il est tel que pour un module indépendant de l'orientation, sa valeur est unitaire. Pour les structures cubiques, le facteur de Zener est le plus souvent supérieur à 1 [63]. Dans le cas du 316L il est de l'ordre de 3,48. Certains auteurs s'étant intéressés à cet aspect pour la phase  $\gamma_N$  de structure cubique considèrent alors ce facteur similaire à celui de la phase austénitique et de ce fait supérieur à 1. Cependant, à notre connaissance, aucune valeur des complaisances élastiques de la phase  $\gamma_N$  n'a été déterminée expérimentalement et n'est disponible actuellement. Les variations inverses du module d'indentation que nous avons obtenues expérimentalement dans le cas des éprouvettes nitrurée nous amènent alors à considérer un



facteur de Zener  $A$  inférieur à 1. Une structure « similaire » à celle de la phase  $\gamma_N$  a été étudiée par Gressmann et al.[78]. Ces auteurs montrent théoriquement et expérimentalement que la phase  $\gamma'-Fe_4N$  obtenue par nitruration à haute température (550°C) dans  $\alpha$ -Fe présente un facteur de Zener inférieur à 1. La phase  $\gamma'-Fe_4N$  a en effet dans ce cas une structure c.f.c avec des atomes d'azote en position octaédrique, comme pour la phase  $\gamma_N$ . Ils expliquent l'anisotropie inverse par la présence de ces atomes d'azote en insertion qui implique une augmentation de la rigidité dans la direction  $\langle 001 \rangle$ . D'autres structures cubiques présentant des atomes en position octaédrique montre également des facteurs de Zener inférieures à 1 [126].

La Figure 158 présente l'évolution théorique du module de la phase  $\gamma'-Fe_4N$  avec l'orientation cristallographique. L'évolution est semblable à celle observée pour les résultats d'indentation obtenues sur les éprouvettes traitées.

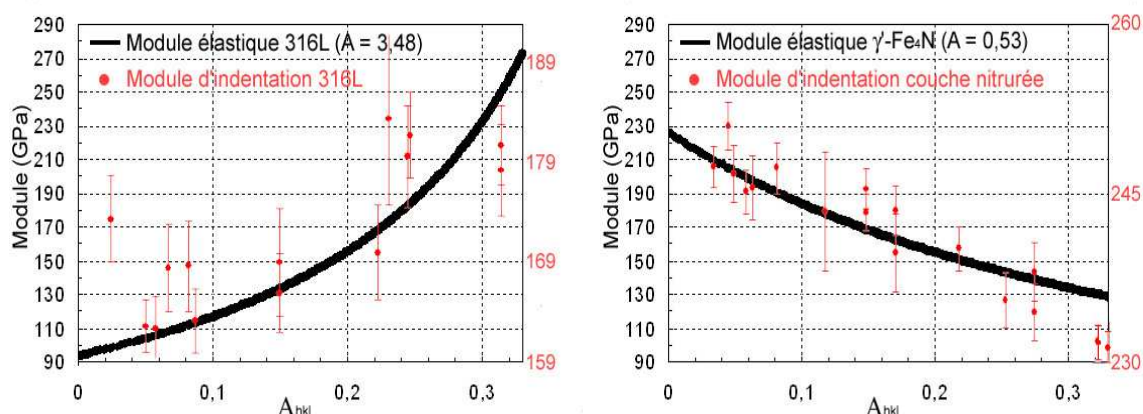


Figure 158: Dépendance du module élastique à l'orientation cristallographique pour les phase  $\gamma$  et  $\gamma'-Fe_4N$  en fonction du facteur d'orientation  $A_{hkl}$  [78].

La comparaison des valeurs des modules d'indentation et d'élasticité pour les éprouvettes nitrurées reste là encore problématique car en plus de la différence qui existe entre le module d'indentation et le module élastique, il se peut qu'il y ait des effets dus aux variations de concentration en azote et de contraintes résiduelles d'un grain à un l'autre. Pour comparaison et après adaptation des échelles, les données relatives aux mesures par nanoindentation sur la couche nitrurée sont également reportées sur la Figure 158.

Si l'ensemble de ces analyses permet de proposer une explication cohérente de l'effet d'anisotropie et de son inversion dans la comparaison état de référence/état nitruré, le fait que la dureté maximale soit atteinte pour des grains de facteur d'orientation  $A_{hkl}$  proche de 0,1 (Figure 148) reste inexpliqué. Ce phénomène rappelle celui du gonflement plus important de ces mêmes grains (II.C.3) et sera discuté plus loin dans le manuscrit.

## **III.B Comportement et endommagement en fatigue du 316L nitruré**

### ***III.B.1. Introduction***

La ruine par fatigue mécanique d'un matériau est la conséquence de la répétition d'un cycle de déformation ou de contrainte. Elle résulte d'un long processus d'endommagement qui peut se dérouler à la fois en surface et dans le volume du matériau sollicité. Cet endommagement se caractérise par des évolutions à l'échelle microscopique et macroscopique du matériau qui ne font que traduire les moyens mis en œuvre par ce dernier pour accommoder les sollicitations imposées. Ces moyens passent par différentes étapes. La formation de structures de dislocations spécifiques à la fatigue constitue une des premières évolutions de la structure du matériau. Durant les premiers cycles, il y a multiplication des dislocations et accumulation de celles-ci. Avec la poursuite du cyclage, les dislocations formées s'organisent en structures particulières tridimensionnelles plus ou moins complexes [98][99]. La production de dislocations ne s'arrête pas pour autant, la densité de dislocations continuant à croître tout au long du cyclage. Les nouvelles dislocations renforcent progressivement les structures formées mais peuvent aussi conduire à de nouvelles configurations. L'ensemble de ces processus est complexe et fortement dépendant du matériau et des conditions de chargement (type de sollicitation, température, ...).

La formation de ces microstructures de déformation a pour conséquence une évolution des caractéristiques mécaniques macroscopiques du matériau. Ainsi, pour le 316L qui nous concerne, des essais pratiqués à déformation plastique imposée se traduisent dans un premier temps par un durcissement primaire associé à la multiplication et à l'arrangement des dislocations [127]. Dans un second temps, un adoucissement cyclique plus ou moins long se met en place suivi d'une stabilisation du comportement. Cette seconde étape est associée à l'arrangement des dislocations en structures plus élaborées comme la localisation de la déformation plastique au niveau de bandes de glissement persistantes. Sous certaines conditions, pour l'acier 316L, un durcissement secondaire peut également être observé [128].

Au fur et à mesure qu'elles se forment, les bandes de glissement émergent en surface sous la forme d'extrusions-intrusions. L'activité de glissement qui se cumule progressivement le long de ces bandes a pour conséquence l'apparition de microfissures. Les configurations favorables à leur formation ont été précisées pour cet alliage [90][89] (facteur de Schmid élevé, glissement simple au sein des grains, inclinaison des extrusions). Ce type

d'endommagement intervient le plus souvent très tôt (~10%) par rapport à la durée de vie [90].

Les interactions entre bandes de glissement et joints de grains conduisent à des incompatibilités de déformation locales telles que l'amorçage de fissures se produit aussi le long de certains joints de grains [90]. Enfin, des fissures se créent également au niveau de certaines macles favorablement orientées [90].

Ces différents processus d'endommagement qui apparaissent et se développent en parallèle ont pour point commun d'avoir pour origine la surface. De ce point de vue toute modification des propriétés mécaniques, physiques ou chimiques de la proche surface est susceptible d'influencer les conditions d'amorçage de fissures et donc de favoriser d'éventuels gains en terme de durée de vie. C'est dans ce sens que se développent de nombreuses études ayant pour objectif la mise en œuvre de traitements de surface pour limiter, retarder ou éviter la formation de fissures de fatigue.

Quels que soient les procédés de traitements envisagés, il convient de prendre en compte les propriétés mécaniques des couches traitées (module, contraintes internes ainsi que leur caractère plus ou moins ductile ou fragile). L'introduction de contraintes résiduelles de compression est un des moyens les plus classiquement proposés pour limiter la formation des fissures. A titre d'exemple, le processus de grenailage permet d'induire de telles contraintes en surface et par conséquent de retarder l'amorçage et la propagation des fissures [129][130]. De Los Rios et al.[129] précise que le phénomène d'amorçage se localise alors dans ce cas souvent sous la surface, et plus précisément aux profondeurs où les contraintes résiduelles de compression sont les plus importantes. Des amorçages de fissures en sous couche ont déjà été observés en fatigue dans l'acier 316L traité par grenailage[131] ou par cémentation de la surface[132][133].

Berrios et al. [134] et Puchi-Cabrera [135] désigne également les contraintes résiduelles comme un facteur influençant le comportement en fatigue et plus spécifiquement la durée de vie dans le cas de revêtements TiN également sur le 316L. Des contraintes résiduelles de compression contribuent également dans ce cas à limiter la propagation des fissures dans le revêtement et retarder leur passage dans le substrat.

Tokajii et al.[132] montrent dans le cas de la cémentation du 316L que l'amorçage de fissures s'effectue à cœur du matériau proche de l'interface. Les fissures se propagent par la suite dans la couche traitée qui présente un comportement fragile. Ils observent une augmentation de la durée de vie qu'ils corrèlent aux valeurs de dureté élevées dans la couche

traitée. Augmentant la dureté avec le temps de traitement, ils obtiennent des durées de vie encore plus importantes.

Dans ce cadre général, ce chapitre a pour objectif de montrer et d'analyser les effets induits par les couches nitrurées sur les modes de déformation et d'endommagement en fatigue à 20°C du 316L.

### III.B.2. Essais de fatigue oligocyclique

#### III.B.2.1. Les éprouvettes

Les éprouvettes utilisées, toutes prélevées suivant le sens de laminage de la tôle (RD), comportent une partie utile cylindrique de diamètre 6 mm. Les épaulements entre têtes filetées et congés de raccordement torique à la partie utile permettent le positionnement des extensomètres à couteaux. Sur certaines de ces éprouvettes des méplats de 2,5 mm de large et 8 mm de long sont usinés (Figure 159). Ils sont régulièrement répartis sur la circonférence de l'échantillon de façon à assurer un bon équilibre des contraintes sur la section utile. Ils sont utilisés pour permettre les mesures d'orientation cristallographique par EBSD.

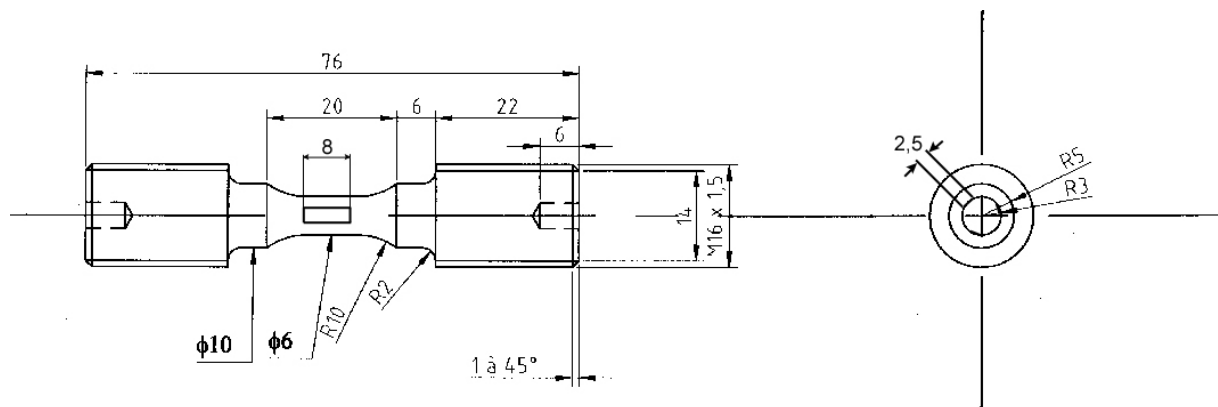


Figure 159: Forme et dimensions des éprouvettes de fatigue oligocyclique avec méplats

Après usinage, les éprouvettes subissent un traitement thermique individuel de trempe à l'eau après maintien à 1050°C sous vide secondaire pendant 1 heure. Après trempe, les éprouvettes sont polies mécaniquement en associant une phase de polissage mécanique au papier abrasif de granulométrie progressive 320, 500, 1000, 2400, 4000 suivie d'un polissage mécanique au spray diamanté 3  $\mu\text{m}$  et 1  $\mu\text{m}$ .

Pour les éprouvettes étudiées par la suite en EBSD (éprouvettes avec méplats) il est essentiel d'éliminer tout écrouissage de surface dû aux conditions de préparation de façon à obtenir une bonne qualité des diagrammes de Kikuchi. Pour ces éprouvettes nous avons

enlevé approximativement une dizaine de nanomètres d'épaisseur par polissage électrolytique dans une solution froide composée de 10% d'acide perchlorique et 90% d'acide acétique sous une tension de 45V.

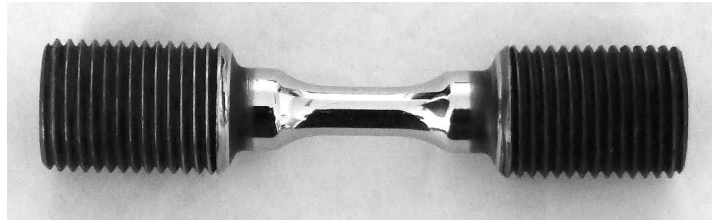


Figure 160: Image d'une éprouvette de fatigue (sans méplat) après préparation.

Les éprouvettes ainsi préparées sont ensuite nitrurées avec des temps de traitement allant de 1 heures à 160 heures.

### *III.B.2.2. Machine de fatigue*

Les essais de fatigue oligocyclique, traction-compression symétrique ( $R=-1$ ) à température ambiante sous air, ont été réalisés sur une machine électromécanique INSTRON type 1362 d'une capacité de 100 kN. Ils ont été conduits à déformation plastique imposée et à vitesse de déformation plastique constante  $\dot{\epsilon}_p = 2.10^{-3} s^{-1}$ . Les amplitudes de déformation plastique ont été choisies égale à  $\Delta\epsilon_p / 2 = 2.10^{-3}$  et  $\Delta\epsilon_p / 2 = 6.6.10^{-4}$ . Les fréquences de sollicitation sont alors respectivement de 0,25 Hz et 0,76 Hz.

#### *III.B.2.2.1. Extensométrie*

La mesure de la déformation au cours de l'essai est réalisée à l'aide de deux extensomètres à jauges fixés par des couteaux sur les épaulements des éprouvettes afin d'éviter l'amorçage prématuré de fissures sous les couteaux. Un étalonnage est réalisé pour établir la correspondance entre les mesures effectuées au niveau des épaulements et celles effectuées directement sur la partie utile.

#### *III.B.2.2.2. Asservissement en déformation plastique*

La machine est équipée d'un calculateur numérique permettant de retrancher au signal fourni par les capteurs (déformation totale) une tension proportionnelle à la force mesurée par la cellule et correspondant à la déformation élastique. Le coefficient de proportionnalité est ajusté au début de l'essai par un cyclage dans le domaine élastique. Ainsi, on maintient tout au long de l'essai une amplitude de déformation plastique constante quel que soit le

comportement du matériau (consolidation, adoucissement). Un système numérique permet de relever les boucles d'hystérésis force-allongement pour chaque cycle au cours de l'essai.

### III.B.3. Comportement cyclique

Il s'agit dans cette partie d'étudier comment le traitement de nitruration affecte le comportement cyclique du 316L. De façon générale on étudiera les courbes de consolidation cyclique ainsi que les boucles d'hystérésis.

#### III.B.3.1. Résultats

Des essais en fatigue ont été réalisés, pour plusieurs temps de traitement de nitruration et deux amplitudes de déformation plastique imposées :  $\Delta\varepsilon_p/2 = 2.10^{-3}$  et  $\Delta\varepsilon_p/2 = 6.6.10^{-4}$ . L'évolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles est présentée sur la Figure 161 pour des éprouvettes nitrurées durant 8 heures. Pour comparaison, le comportement des éprouvettes non traitées est également reporté. A noter que la contrainte reportée sur ce graphique correspond à la moyenne  $\frac{\Delta\sigma}{2} = \frac{\sigma_c + \sigma_t}{2}$  où  $\sigma_c$  et  $\sigma_t$  correspondent aux contraintes maximales mesurées à chaque cycle respectivement en compression et en traction.

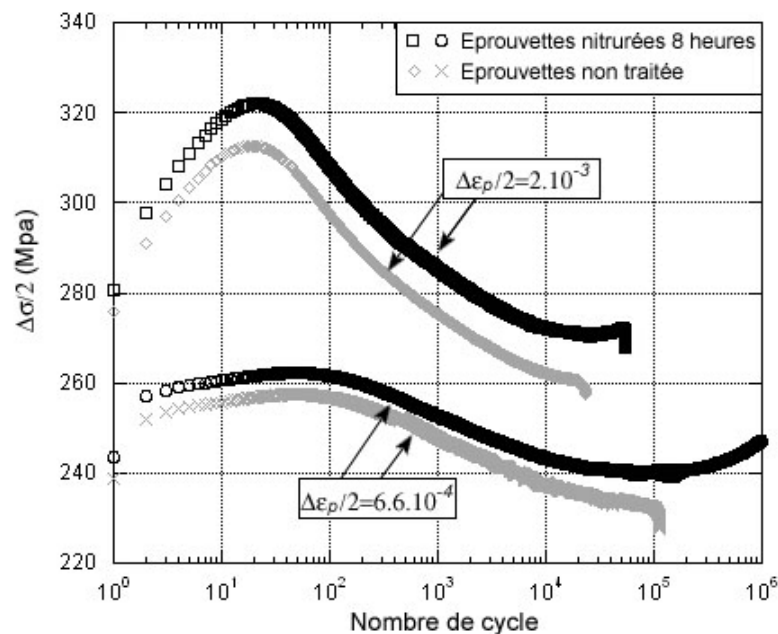


Figure 161: Courbes de consolidation cycliques. Essais à  $\Delta\varepsilon_p/2 = 2.10^{-3}$  et  $\Delta\varepsilon_p/2 = 6.6.10^{-4}$  à l'air à 20°C. Le nombre de cycles est représenté en échelle logarithmique.

Pour les deux amplitudes de déformation plastique le comportement cyclique des éprouvettes non traitées est caractérisé par une courte période de durcissement primaire suivie d'une période d'adoucissement puis d'une quasi stabilisation de la contrainte. Pour les éprouvettes nitrurées le comportement mécanique macroscopique est similaire jusqu'au nombre de cycles équivalent à la rupture des éprouvettes non traitées. Au-delà on remarque un durcissement secondaire nettement plus marqué dans le cas de l'essai à faible amplitude de déformation imposée ( $\Delta\epsilon_p / 2 = 6.6.10^{-4}$ ). L'autre point marquant qui ressort de ces essais est l'augmentation de l'amplitude de contrainte due à la nitruration. L'effet est plus marqué pour la plus forte amplitude de sollicitation. Pour les deux amplitudes, l'effet perdure tout au long de la durée de vie.

Par soucis de clarté et du fait que les effets observés en fatigue pour les deux amplitudes de déformation plastique imposées sont identiques, les résultats présentés sur les graphiques par la suite concernent uniquement les essais réalisés pour la déformation plastique imposée de  $\Delta\epsilon_p / 2 = 2.10^{-3}$ .

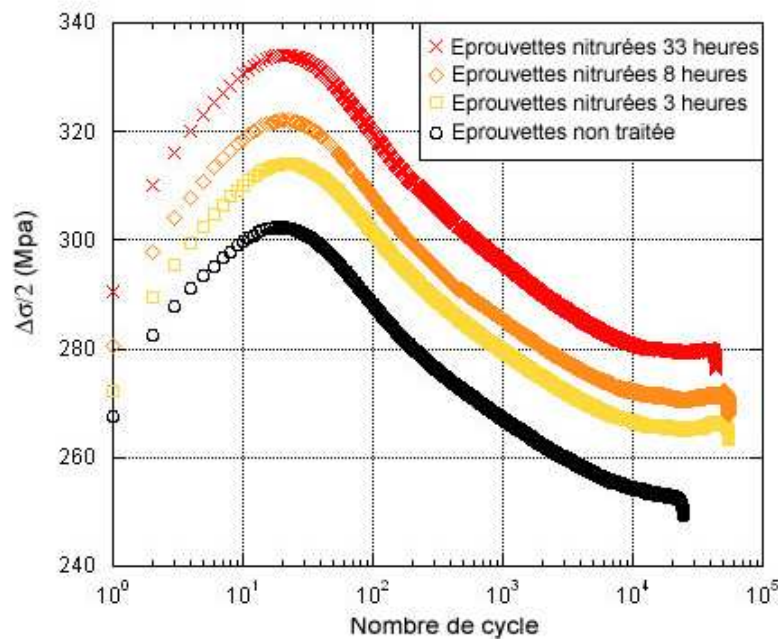


Figure 162: Effet du traitement sur les courbes de consolidation cycliques. Essais à  $\Delta\epsilon_p / 2 = 2.10^{-3}$  à l'air à 20°C. Le nombre de cycles est représenté en échelle logarithmique.

La Figure 162 présente les résultats pour différents temps de traitement (3, 8 et 33 heures). On retrouve dans tous les cas une augmentation de l'amplitude de contrainte tout au long de la durée de vie. Clairement, plus le temps de nitruration est élevé, plus l'augmentation de contrainte est importante.

Les écarts observés sur la contrainte cyclique entre les différents temps de traitement sont significatifs et ne peuvent pas être attribués à une dispersion expérimentale. En effet, il est



important de préciser que pour chaque temps de traitement, de nombreux essais de fatigue similaires ont été réalisés (entre 3 ou 4 essais pour chaque temps). Le comportement cyclique est toujours le même et les variations de contraintes sur les courbes de consolidation cyclique n'ont jamais dépassé 5 MPa. Cette valeur sera considérée comme notre incertitude.

Les boucles d'hystérésis ont été étudiées afin de préciser l'effet de l'augmentation de l'amplitude de contrainte au cours du cyclage avec le temps de traitement. Elles représentent ici l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation totale au cours d'un cycle en fatigue. Les boucles d'hystérésis pour le 200<sup>ème</sup> cycle pour une éprouvette non traitée et des éprouvettes nitrurées durant 8 heures et 33 heures sont reportées sur la Figure 163.

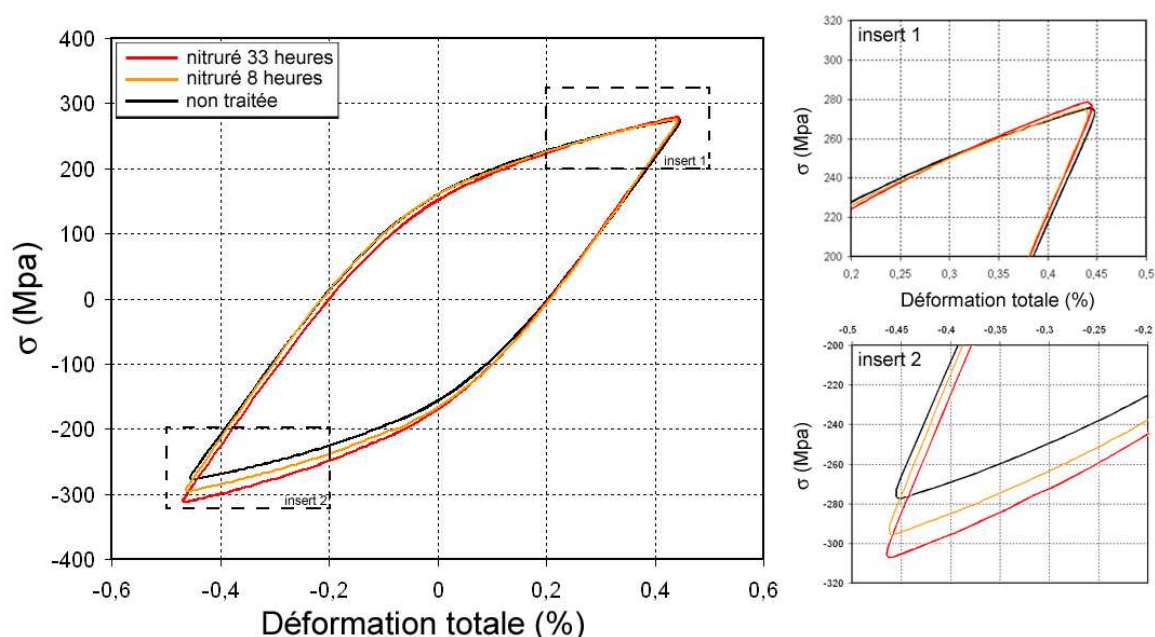


Figure 163: 200<sup>ème</sup> boucles d'hystérésis contrainte-déformation totale pour une éprouvette non traitée et pour deux éprouvettes traitées 8 heures et 33 heures. Essais à  $\Delta\varepsilon_p / 2 = 2.10^{-3}$  à l'air à 20°C.

Les contraintes maximales atteintes pour assurer une déformation plastique de  $\pm 0,2\%$  sont identiques en compression (en valeur absolue) et en traction pour l'éprouvette non traitée, tandis que pour les éprouvettes nitrurées on voit apparaître une dissymétrie. Une valeur de contrainte plus importante (en valeur absolue) est nécessaire en compression pour atteindre une déformation plastique de  $-0,2\%$  sur les éprouvettes nitrurées. Cet effet est d'autant plus marqué que le temps de traitement est important. En traction aucune différence significative des valeurs des contraintes n'est détectée entre les différents temps de traitement et l'état non traité.

Afin de quantifier cet effet, l'évolution tout au long de la durée de vie de la différence entre la valeur maximale en compression (en valeur absolue,  $\sigma_c$ ) et celle en traction ( $\sigma_t$ ) est

reportée sur la Figure 164.a pour l'ensemble des temps de traitements. La Figure 164.b quant à elle présente les valeurs maximale  $\sigma_c$  et  $\sigma_t$  en fonction du temps de traitement et cela pour trois fractions différentes de la durée de vie : 50, 75 et 90 %.

L'analyse de ces figures montre clairement que les contraintes maximales en tension restent constantes quel que soit le temps de traitement alors qu'au contraire celles en compression augmentent. En d'autres termes l'effet de dissymétrie de comportement s'intensifie avec le temps de nitruration. Cet effet, quel que soit le temps de traitement, est globalement conservé tout au long de la durée de vie. Les seules nuances à apporter concernent les temps de traitement très importants et les tout premiers stades de la fatigue. En particulier pour un traitement extrême de 160 heures, l'écart  $\sigma_c - \sigma_t$  diminue de 20 MPa dans les 10000 premiers cycles pour se stabiliser à 30 MPa.

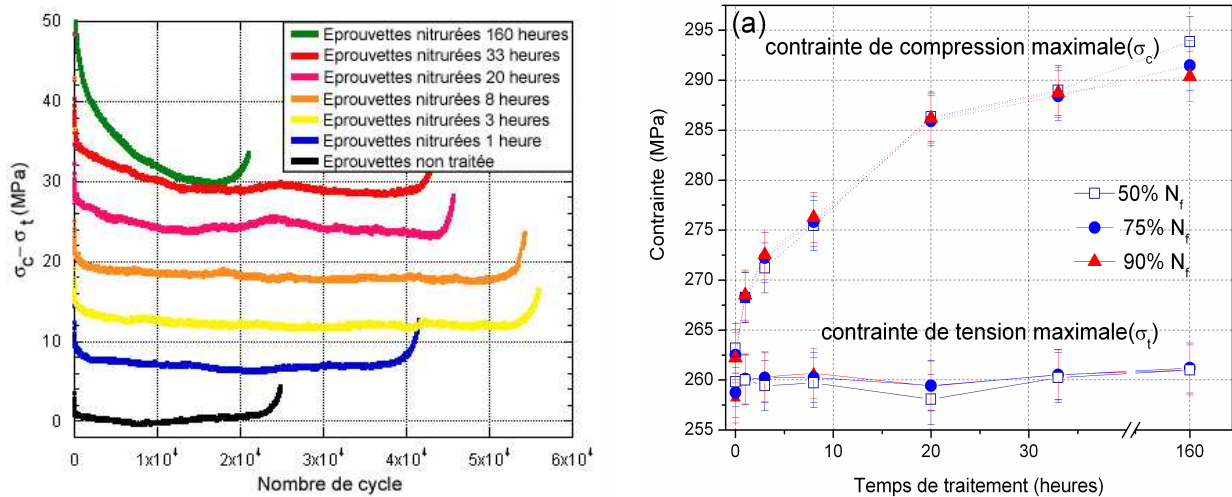


Figure 164: (a) Evolution de la différence entre contrainte maximale de compression et tension au cours des essais de fatigue pour différents temps de traitement (b) contrainte maximale de tension et compression au cours des essais de fatigue pour différents pourcentages de la durée de vie, en fonction du temps de traitement.

L'écart de contrainte  $\sigma_c - \sigma_t$  relatif à ces essais est reporté dans le Tableau 34 pour les différents temps de traitement et pour différentes fractions de la durée de vie. Les résultats établis à  $\Delta \varepsilon_p / 2 = 6.6 \cdot 10^{-4}$  y sont également consignés.

La comparaison des résultats pour les deux amplitudes de sollicitation montre un effet de dissymétrie compression-traction de même nature. Seule son amplitude est affectée, un rapport moyen de 1,9 étant relevé pour l'ensemble des temps de traitement comme le montre la Figure 165.

**Tableau 34: ( $\sigma_c - \sigma_t$ ) pour les essais à amplitude de déformation plastique de  $\Delta\varepsilon_p / 2 = 2.10^{-3}$  et  $\Delta\varepsilon_p / 2 = 6.6.10^{-4}$  pour différentes fractions de la durée de vie en fatigue.**

	Essais à amplitude de déformation plastique de $\Delta\varepsilon_p / 2 = 2.10^{-3}$						
	Eprouvette non traitée	Temps de traitement (heures)					
		1	3	8	20	33	160
50% $N_f$	3,4	8,2	11,8	15,7	27,2	28,7	32,8
75% $N_f$	2,1	8,2	12	15,6	25,5	27,9	30,3
90% $N_f$	2,8	8,5	12,2	15,6	25,8	28,2	29,4
<b>Moyenne</b>	<b>2,8</b>	<b>8,3</b>	<b>12</b>	<b>15,6</b>	<b>26,2</b>	<b>28,3</b>	<b>30,8</b>
Essais à amplitude de déformation plastique de $\Delta\varepsilon_p / 2 = 6.6.10^{-4}$							
50% $N_f$	1,5	3,9*	6*	8,2*	13,5*	14,3*	15,2
75% $N_f$	3	4,2*	6,1*	8,9*	12,9*	14,2*	16,1
90% $N_f$	2,1	4,3*	5,9*	8,5*	13,2*	14,5*	15,9
<b>Moyenne</b>	<b>2,2</b>	<b>4,1</b>	<b>6</b>	<b>8,5</b>	<b>13,2</b>	<b>14,3</b>	<b>15,7</b>

(\*) Il n'y a pas eu rupture de l'éprouvette au cours de l'essai. L'essai est stoppé à  $10^6$ , et ce nombre de cycle est considéré comme la durée de vie.

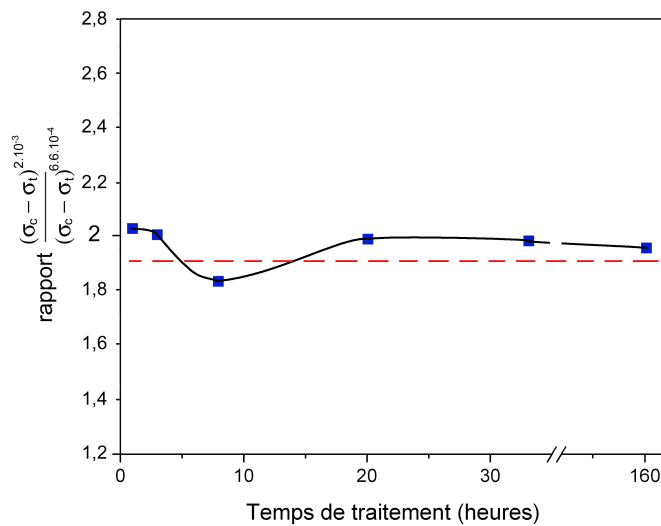


Figure 165: influence de l'amplitude de déformation sur la valeur ( $\sigma_c - \sigma_t$ ).

Il faut noter que les écarts relevés dans le cas des éprouvettes non traitées sont caractéristiques de la dispersion expérimentale, le comportement macroscopique du 316L ne présentant a priori aucune dissymétrie de comportement.

### III.B.3.2. Synthèse

Le comportement cyclique macroscopique des éprouvettes nitrurées est de même nature. Il se caractérise par le même type d'enchaînement : un durcissement primaire durant les premiers cycles, suivi d'un adoucissement puis d'une stabilisation de l'amplitude de contrainte. Ces différentes phases du comportement correspondent à la mise en place et à l'évolution progressive des structures de dislocations en volume. Il n'est donc pas surprenant

de constater que des couches nitrurées de quelques  $\mu\text{m}$  en surface ne modifient en rien les évolutions de comportement à cœur des éprouvettes.

La seule différence concerne l'apparition d'un durcissement secondaire juste avant la rupture des éprouvettes, en particulier dans le cas des essais menés à faible amplitude de déformation plastique imposée. Ce durcissement secondaire est aussi observé lors d'essais de fatigue concernant le 316L non traité sollicité à déformation plastique imposée de  $\Delta\varepsilon_p / 2 = 6.6.10^{-4}$  sous vide [90], et également lors d'essais de fatigue sur des éprouvettes de 316L revêtues d'une couche superficielle de NiTi conduisant à des gains de durée de vie importants [136]. Gerland et al.[128] ont mis en évidence le fait que ce processus est associé à un arrangement très particulier des dislocations qui a été nommé structure en « côtes de velours ». Dès lors, l'apparition de ce processus lors de nos essais ne doit pas être directement associé à un effet mécanique de la couche nitrurée. Il est la conséquence d'un prolongement de la durée de vie des éprouvettes par nitruration, qui révèle ainsi le comportement cyclique intrinsèque du 316L.

La dissymétrie observée pour les éprouvettes nitrurées entre les contraintes maximales en compression et traction, à nombre de cycles fixé, est à rapprocher des résultats obtenus lors des essais de traction et de compression monotone (III.A.1). On peut de nouveau associer ce résultat à un effet SD directement lié aux contraintes résiduelles de compression importantes dans la couche nitrurée. Dans le cas d'alliages de zirconium la présence d'une telle dissymétrie lors de différents cycles de fatigue a été montrée et associée également aux contraintes résiduelles [94]. Aucun effet de cette nature n'avait auparavant été montré dans le cas de la fatigue des aciers inoxydables austénitiques.

Le Tableau 35 reprend les différentes valeurs obtenues concernant cet effet SD dans le cas des essais de traction et de compression monotone réalisés pour une vitesse de déformation égale à celle des essais de fatigue pour permettre la comparaison directe avec les résultats obtenus en fatigue.

Les valeurs obtenues par les deux types d'essais sont particulièrement proches. Cette comparaison étant faite pour des résultats établis à 50% de la durée de vie, cela nous indique qu'aucun phénomène de relaxation majeur n'intervient entre les premiers cycles de fatigue et la mi-durée de vie. La seule exception concerne les éprouvettes nitrurées 160 heures pour lesquelles on montra par la suite que des processus d'endommagement viennent modifier l'analyse.

**Tableau 35 : dissymétrie du comportement en traction et compression lors d'essais de fatigue et de traction/compression monotone.**

	<b>Asymétrie traction-compression</b>	
	<b>Essais de traction/compression monotone (<math>5 \times 10^{-3} s^{-1}</math>)</b>	<b>Essais de fatigue (50% <math>N_f</math>)</b>
	<i>Déformation plastique de <math>\pm 0,2\%</math></i>	
<b>Eprouvette nitrurée 8 heures</b>	15,6 MPa	15,7 MPa
<b>Eprouvette nitrurée 33 heures</b>	26,7 MPa	28,7 MPa
	<i>Déformation plastique de <math>\pm 0,066\%</math></i>	
<b>Eprouvette nitrurée 8 heures</b>	8,4 MPa	8,2 MPa
<b>Eprouvette nitrurée 33 heures</b>	14,9 MPa	14,3 MPa

### III.B.4. Durée de vie

Au-delà de l'effet de la nitruration sur le comportement cyclique du 316L au sens des contraintes, une amélioration de la durée de vie est constatée. Cette partie décrit l'amplitude de ces améliorations en fonction notamment du temps de traitement.

#### III.B.4.1. Résultats

La courbe de Manson-Coffin (Figure 166.a) reporte le nombre de cycles à rupture ( $N_f$ ) en fonction de l'amplitude de déformation plastique imposée pour l'ensemble des éprouvettes nitrurées.  $N_f$  a été défini comme le nombre de cycles correspondant à une chute de l'amplitude de contrainte de 7% sur les courbes de consolidation cyclique. La Figure 166.b quant à elle propose l'évolution du nombre de cycles à rupture en fonction du temps de traitement pour les essais réalisés à déformation plastique de  $\Delta\epsilon_p / 2 = 2.10^{-3}$ .

Les valeurs correspondent à des moyennes calculées sur l'ensemble des éprouvettes (3 à 4 par conditions) traitées et testées de façon similaire. Les barres d'erreur sont représentatives des écarts maximums observés entre les différentes éprouvettes nitrurées pour un temps de traitement donné. Les valeurs numériques sont reportées dans le Tableau 36.

En premier lieu, on note une augmentation importante du nombre de cycles à rupture pour les éprouvettes nitrurées pour des temps de traitement allant de 1 heure à 33 heures. Pour une amplitude de déformation plastique de  $\Delta\epsilon_p / 2 = 6.6.10^{-4}$ , le gain de durée de vie est tel que les essais ont été stoppés à  $10^6$  cycles (1,2 seconde par cycles  $\rightarrow$  ~14 jours d'essai) sans aucun signe d'endommagement. Pour une amplitude de déformation plastique de  $\Delta\epsilon_p / 2 = 2.10^{-3}$ , le gain de durée de vie est maximal pour les éprouvettes nitrurées durant 3 heures. Le nombre de cycle à rupture est alors multiplié par environ 2,2, par rapport à la durée de vie de référence. Au-delà de 3 heures de traitement, le gain en nombre de cycles à rupture diminue

progressivement avec le temps de traitement. Il reste relativement important pour ce domaine de sollicitation particulièrement sévère.

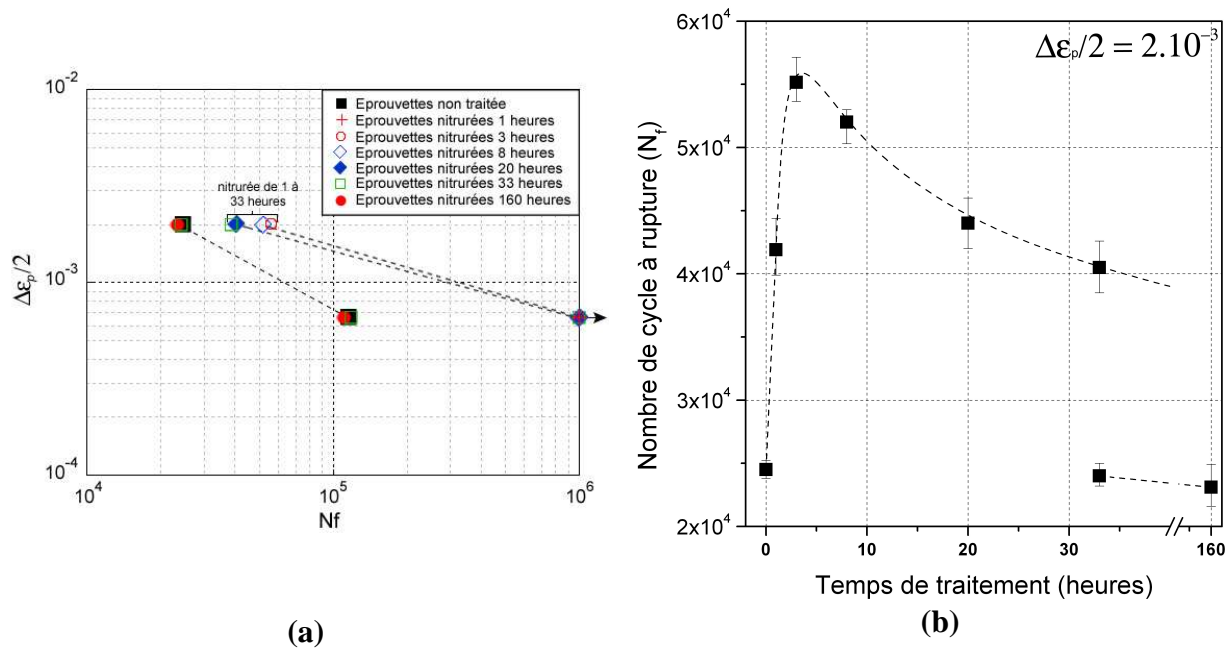


Figure 166: (a) Courbe de Manson-Coffin pour l'ensemble des éprouvettes niturées et non traitées. (b) évolution de la durée de vie des éprouvettes niturées en fonction du temps de traitement pour les essais menés à amplitude de déformation plastique de  $2.10^{-3}$ .

Tableau 36 : Durée de vie en fatigue pour les différents temps de traitement.

	Essais à amplitude de déformation plastique de $\Delta \epsilon_p / 2 = 2.10^{-3}$						
	Eprouvette non traitée	Temps de traitement (heures)					
		1	3	8	20	33	160
Nombre de cycle à rupture ( $N_f$ )	24500	41900	55100	52000	44000	40500-24000	23100
<i>Ecart max.</i>	1400	4500	3500	2700	4000	4100 -1800	3300
	Essais à amplitude de déformation plastique de $\Delta \epsilon_p / 2 = 6.6.10^{-4}$						
Nombre de cycle à rupture ( $N_f$ )	116000	$1.10^6*$	$1.10^6*$	$1.10^6*$	$1.10^6*$	$1.10^6*$ - 114000	112000
<i>Ecart type</i>	7000	-	-	-	-	$1.10^6*$ - 9000	-

(\*) Il n'y a pas eu rupture de l'éprouvette au cours de l'essai.

Pour les deux amplitudes de déformation plastique considérées, deux ensembles de durée de vie ont été trouvés pour les éprouvettes niturées 33 heures. Un premier ensemble (3 éprouvettes) où les nombres de cycles à rupture sont environ doublés par rapport à ceux des éprouvettes non traitées et un second (2 éprouvettes) pour lequel aucun gain de durée de vie n'est constaté.

Il n'y a aucune amélioration de la durée de vie pour une durée de traitement de 160 heures.

Plusieurs auteurs ont déjà mentionné le fait qu'un traitement de nitruration peut conduire à des améliorations de la résistance en fatigue des aciers s'accompagnant d'une forte dispersion sur les gains de durée de vie [137][138][139].

Analyser ce type de dispersion et en comprendre l'origine dans le cas des éprouvettes nitrurées 33 heures nécessitent de rappeler l'apparition d'un pré-endommagement de type écaillage ou déchaussement de grains en surface pour ces conditions. Les zones ainsi pré-endommagées sont susceptibles de développer un comportement local similaire à celui du 316L non traité (émergence de bande de glissement,...) favorisant l'amorçage de fissures. La dispersion peut alors être reliée au fait que les zones « dénudées » par l'écaillage correspondent ou non à des configurations locales intrinsèquement favorables à l'amorçage de fissures. Lorsque l'endommagement initial devient important comme pour les éprouvettes nitrurées (nombreux écaillages), la probabilité qu'une zone dénudée corresponde à de telles configurations favorisant l'amorçage augmente au point qu'aucun gain de durée de vie ne peut plus être espéré.

### ***III.B.5. Influence des contraintes résiduelles***

Les valeurs de contrainte maximale atteinte en compression et traction durant les essais de fatigue peuvent être utilisées pour estimer les contraintes résiduelles moyennes de compression dans la couche nitrurée. En effet, de façon similaire à l'analyse qui a été proposée concernant les essais de traction et de compression monotone (III.A.1), la différence entre la contrainte maximale de compression  $\sigma_c$  (en valeur absolue) et de tension  $\sigma_t$ , associées aux boucles d'hystérésis, peut être liée à la moyenne des contraintes résiduelles de compression dans la couche nitrurée par la relation suivante:

$$\sigma_c^R = (\sigma_c - \sigma_t) \frac{S_{sub}}{S_{nit}} \quad Eq. 60$$

avec  $S_{nit}$  la section de la couche nitrurée sur une coupe transverse de la partie utile et  $S_{sub}$  la section de la partie non traitée sur cette même coupe.

La Figure 167.a reporte la moyenne des contraintes de compression calculées à l'aide de l'Eq. 60 pour les différents temps de traitement et pour trois pourcentages de la durée de vie en fatigue dans le cas des essais réalisés à  $\Delta\epsilon_p / 2 = 2.10^{-3}$ . On constate une évolution avec le temps de traitement similaire à celle des durées de vie en fatigue (Figure 166.b). En particulier le maximum des contraintes résiduelles correspond aux éprouvettes nitrurées 3 heures, qui présentent le maximum de gain de durée de vie. Pour les temps de traitement de 8 heures à 20



heures les contraintes résiduelles diminuent pour ensuite se stabiliser à un niveau modéré d'environ 1,7 GPa. Aucune évolution importante de ces contraintes résiduelles n'est constatée au cours du cyclage (comparaison des résultats établis à 50%, 75% et 90% de  $N_f$ ).

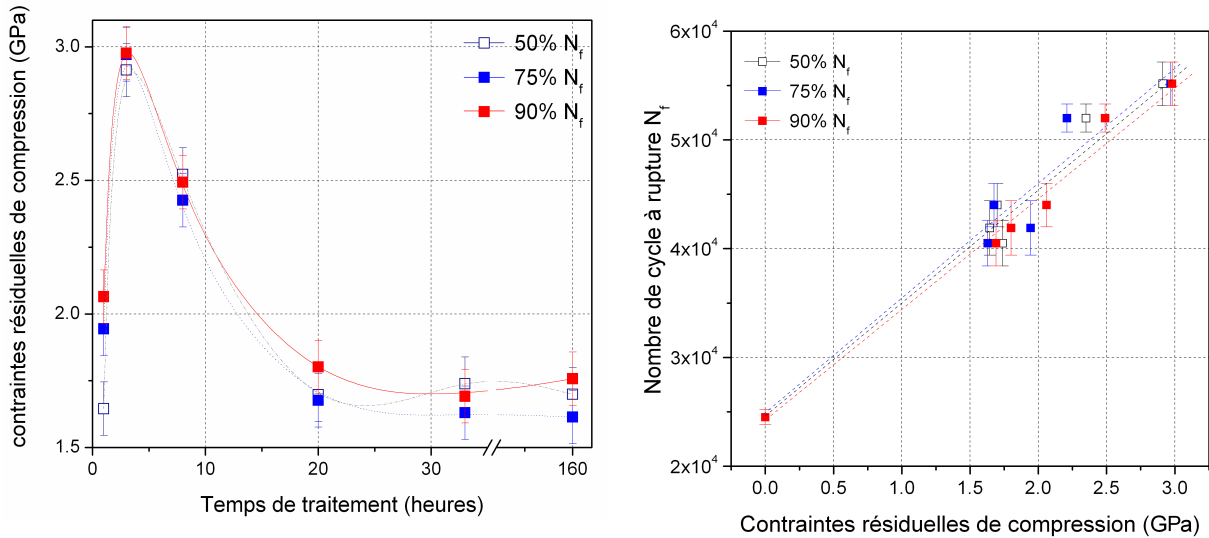


Figure 167: (a) Variation de la contrainte moyenne de compression résiduelle en fonction du temps de traitement pour différents pourcentages de la durée de vie en fatigue et (b) nombre de cycles à rupture en fonction de la contrainte moyenne de compression résiduelle dans la couche nitrurée.

La similitude entre les courbes  $\sigma_c^R$  / temps de traitement (Figure 167.a) et  $N_f$  / temps de traitement (Figure 166.b) nous a conduit à représenter l'évolution de la durée de vie en fatigue en fonction de la moyenne des contraintes résiduelle de compression pour les différents temps de traitement (Figure 167.b). Sur ce graphique, seules les éprouvettes nitrurées présentant une amélioration de la durée de vie en fatigue ont été prises en compte (exclusion des essais pour lesquels l'absence d'effet sur la durée de vie est associé à l'écaillage). On peut raisonnablement dire qu'il existe une relation quasi-linéaire entre la durée de vie en fatigue et les contraintes résiduelles de compression.

Des expériences spécifiques ont été menées afin de compléter l'étude de l'influence des contraintes résiduelles de compression, notamment pour les (relativement) faibles valeurs de ces contraintes (<1,5GPa),

La première série d'expériences a constitué à effectuer un recuit de 7 heures à 400°C sur des éprouvettes de fatigue nitrurées durant 3 heures afin de relaxer une partie des contraintes. Une conséquence directe du recuit est la diffusion de l'azote en profondeur, qui modifie les profils d'azote de la couche nitrurée [140]. Le Tableau 37 indique l'épaisseur de la couche nitrurée obtenue par SDL, ainsi que la concentration d'azote en surface déterminée par NRA après recuit. A titre de comparaison, ces valeurs sont rappelées pour l'état nitruré 3 heures.

**Tableau 37 : Epaisseur et pourcentage d'azote en surface des échantillons nitrurés 3 heures et recuits à 400°C**

Echantillon	Epaisseur couche nitrurée	Pourcentage d'azote en surface
Nitruré 3 heures	5,6 $\mu\text{m}$	34,9 %.at
Nitruré 3 heures puis recuit de 7 heures à 400°C	9,8 $\mu\text{m}$	16,8 %.at

Le recuit a ainsi pour conséquence l'augmentation de l'épaisseur de la couche nitrurée et la diminution de la concentration d'azote en surface.

Des essais de fatigue à amplitude de déformation plastique de  $\Delta\varepsilon_p / 2 = 2.10^{-3}$  ont été menés sur les trois éprouvettes nitrurées durant 3 heures puis recuites. Leur comportement cyclique macroscopique reste globalement identique à celui des éprouvettes non nitrurées, c'est-à-dire que leur durée de vie est améliorée avec  $31950 \pm 1600$  cycles à la rupture. Ces éprouvettes présentent aussi une dissymétrie entre les contraintes maximales de compression  $\sigma_c$  et de tension  $\sigma_t$ . La valeur  $\sigma_c - \sigma_t$  nous permet de nouveau à partir de l'Eq. 60 d'estimer la moyenne des contraintes résiduelles de compression dans la couche nitrurée pour les différentes éprouvettes. Le Tableau 38 indique ces valeurs en fonction du nombre de cycles à rupture.

**Tableau 38 : Moyenne des contraintes résiduelles de compression pour les éprouvettes nitrurées 3 heures et recuites, pour différentes fractions de la durée de vie.**

	50% $N_f$	75% $N_f$	90% $N_f$
$\sigma_c - \sigma_t$	$5 \pm 1,5$ MPa	$5,1 \pm 1,7$ MPa	$4,6 \pm 1,7$ MPa
<b>Contraintes de compression résiduelles</b>	$0,73 \pm 0,2$ GPa	$0,71 \pm 0,2$ GPa	$0,68 \pm 0,2$ GPa

En premier lieu le recuit a eu pour conséquence une relaxation initiale importante des contraintes résiduelles de compression puisqu'une valeur de l'ordre de 3 GPa caractérisait l'état nitruré 3 heures. Par contre, aucune relaxation supplémentaire significative de ces contraintes n'apparaît au cours des essais de fatigue.

La Figure 168 présente les points caractéristiques des éprouvettes nitrurées 3 heures puis recuites 7 heures à 400°C sur le graphique durée de vie – contrainte résiduelle et cela pour les différentes fractions considérées de la durée de vie. Les points caractéristiques des éprouvettes nitrurées et sans recuit y sont également reportés. Ils s'alignent très bien avec la droite  $N_f / \sigma_c^R$  définie précédemment (Figure 167.b).

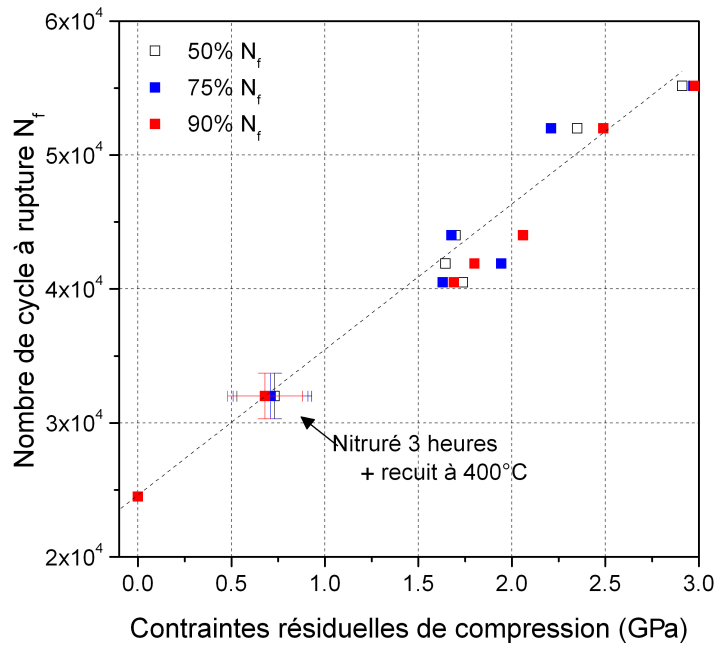


Figure 168: Nombre de cycles à rupture en fonction de la moyenne des contraintes résiduelles de compression dans la couche nitrurée.

Les contraintes résiduelles semblent donc être encore une fois le facteur majeur expliquant les améliorations de la durée de vie en fatigue. L'augmentation de l'épaisseur de la couche nitrurée par recuit n'a pas eu d'effet bénéfique particulier sur la durée de vie en fatigue.

La seconde série d'expériences qui a été menée a consisté à analyser l'effet du pré-endommagement de surface induit par nitruration sur le comportement en fatigue. Pour cela 4 éprouvettes de fatigue nitrurées 8 heures, présentant donc un endommagement initial relativement important, ont été polies afin d'éliminer les amorçages de fissures. Une épaisseur de  $1 \mu\text{m}$  a été enlevée sur deux d'entre elles (groupe 1) et  $4 \mu\text{m}$  sur les deux autres (groupe 2). Le contrôle de l'épaisseur enlevée s'est fait à partir d'empreintes de dureté réalisées sur les épaulements des éprouvettes de fatigue après nitruration, en mesurant les variations de leur diagonale. Le Tableau 39 indique l'épaisseur de la couche nitrurée pour les différentes éprouvettes polies. L'épaisseur déterminée par SDL pour les échantillons type parallélépipédiques nitrurés 8 heures a servi de référence.

Tableau 39 : Epaisseur de la couche nitrurée pour les différentes éprouvettes nitrurées 8 heures et polies

	Epaisseur couche nitrurée ( $\mu\text{m}$ )	
	Série 1	Série 2
Eprouvette 1	8,3 $\mu\text{m}$	5,2 $\mu\text{m}$
Eprouvette 2	8,0 $\mu\text{m}$	4,9 $\mu\text{m}$

Des tests de fatigue analogues aux précédents ( $\Delta\varepsilon_p / 2 = 2.10^{-3}$ ) ont été menés sur ces éprouvettes afin d'évaluer les différences entre les contraintes maximale de compression  $\sigma_c$  et tension  $\sigma_t$  au cours de l'essai.

Le Tableau 40 indique les différences entre ces contraintes, ainsi que les moyennes des contraintes résiduelles de compression obtenues à l'aide de cette différence, pour trois pourcentages de la durée de vie. Les valeurs des deux essais sont, pour chaque cas, données.

**Tableau 40 : Moyenne des contraintes résiduelles de compression pour les éprouvettes nitrurées 8 heures et polies, pour différentes fractions de la durée de vie.**

	50% $N_f$	75% $N_f$	90% $N_f$
	<i>Série 1</i>		
$\sigma_c - \sigma_t$	13/11,1 MPa	12,5/12,1 MPa	12,8/11 MPa
<b>Contraintes résiduelles de compression</b>	2,2/2 GPa	2,1/2,1 GPa	2,2/1,9 GPa
	<i>Série 2</i>		
$\sigma_c - \sigma_t$	5,3/4 MPa	5,1/4,3 MPa	5,5/4,1 MPa
<b>Contraintes résiduelles de compression</b>	1,5/1,1 GPa	1,4/1,2 GPa	1,5/1,2 GPa

A nouveau aucune relaxation des contraintes résiduelles au cours des essais de fatigue n'a été détectée. Le Tableau 41 donne le nombre de cycles à rupture pour les différentes séries et éprouvettes.

**Tableau 41 : Durée de vie des éprouvettes nitrurées 8 heures et polies**

	Nombre de cycle à rupture ( $N_f$ )	
	<i>Groupe 1</i>	<i>Groupe 2</i>
<i>Eprouvette 1</i>	48000	38500
<i>Eprouvette 2</i>	49500	38000

Les éprouvettes de la série 2 présentent une durée de vie ainsi que des contraintes résiduelles de compression dans leur couche nitrurée bien inférieures à celles de la série 1 ou de l'état nitruré 8 heures. Les points correspondants à ces expériences sont reportés sur la courbe  $N_f / \sigma_c^R$  (Figure 169).

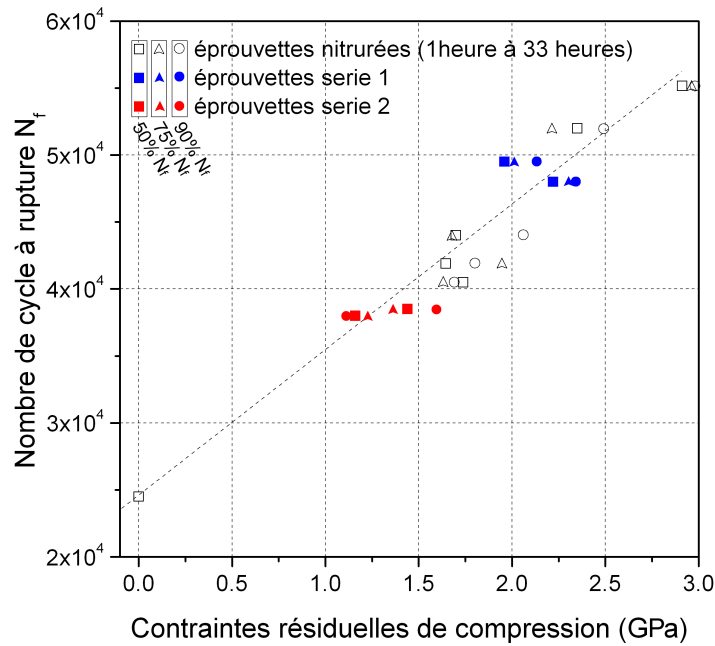


Figure 169: nombre de cycle à rupture en fonction de la moyenne des contraintes résiduelles de compression dans la couche nitrurée.

A nouveau, ces points s’alignent très correctement sur la droite  $N_f/\sigma_c^R$  déterminée initialement. Clairement le nombre de cycles à rupture est corrélé aux contraintes résiduelles de compression dans la couche nitrurée. Tant qu’il n’est pas trop important (écaillage), le pré-endommagement de surface ne joue donc pas un rôle important sur la durée de vie en fatigue.

### III.B.5.1. Synthèse

Il apparaît clairement que la moyenne des contraintes résiduelles de compression dans la couche nitrurée est le facteur prépondérant conditionnant les gains de durée de vie. L’épaisseur de la couche traitée ainsi que le pré-endommagement (lorsque celui-ci n’est pas trop important) n’agissent que de façon secondaire.

Pour les conditions de nitruration considérées, un maximum de la durée de vie en fatigue est obtenu lorsque la moyenne des contraintes résiduelles de compression est maximale. Cela se produit pour les échantillons nitrurés 3 heures où la couche nitrurée est épaisse d’environ 6  $\mu\text{m}$ . Au-delà de ce temps de traitement, les contraintes résiduelles de compression parès nitruration sont moindres, diminuant ainsi les effets bénéfiques. Ces derniers demeurent cependant significatifs tant que le pré-endommagement dû à la nitruration n’est pas trop important (durée de traitement < 33 heures). La diminution de l’effet positif à partir de 3

heures de traitement environ est à relier à l'apparition des premières traces d'endommagement en surface (II.C.4.2).

De ce point de vue, Christiansen et al.[141], qui ont étudié le 316L nitruré avec une autre technique, remarquent d'ailleurs qu'en augmentant le « niveau » de nitruration, les contraintes résiduelles chutent brusquement dans les premières couches de surface de la zone traitée. Ces auteurs associent ce phénomène à l'apparition d'un endommagement en proche surface. Ils précisent cependant que d'autres phénomènes tels que la production de défauts d'empilement dans la couche devraient être également pris en compte.

### ***III.B.6. Plasticité et endommagement en fatigue***

Rappelons que l'apparition des premières fissures de fatigue dans le 316L se fait à partir de la surface le long notamment de bandes de glissement, des joints de grains ou encore des macles. Ces fissures se forment tôt (~ 10 à 20 % de la durée de vie) et deviennent souvent très nombreuses. L'une d'entre elles se propage plus vite, aidée parfois par les processus de coalescence, pour conduire à la rupture. Dans le cas des matériaux dont les couches de surface ont été traitées la problématique de l'amorçage de fissures est différente. De façon générale, la présence de couches modifiées ou d'un revêtement en surface favorise le confinement des bandes de glissement au sein du substrat limitant ou empêchant ainsi totalement leur émergence à la surface libre. Ce type d'effet conduit alors à modifier les processus et les sites d'endommagement. Plus encore, les couches produites par traitement de surface présentent des contraintes résiduelles généralement de compression, qui contribuent à minimiser les contraintes de surface, limitant ainsi l'amorçage et la propagation de fissures à partir de la surface libre. Ces contraintes s'équilibrent nécessairement en profondeur avec l'apparition de contraintes de tension au sein du substrat. Ces différents effets conduisent souvent à des processus d'endommagement localisés en sous-couche.

En conséquence, les effets du traitement de nitruration sont complexes à analyser. En effet il est nécessaire de considérer à la fois les processus de plasticité concernant directement la surface libre comme l'apparition de bandes de glissement induites par le gonflement initial (II.C.4.1) ou dans certains grains lors d'un chargement mécanique (III.A.1.2.2.2) et les contraintes résiduelles importantes de compression au sein des couches traitées.

Cette partie propose d'examiner plus précisément les processus de dommage en fatigue de la couche nitrurée à l'aide d'observations en microscopie électronique à balayage.

### *III.B.6.1. Plasticité induite par fatigue*

Les essais de traction réalisés in situ sur les éprouvettes nitrurées ont montré que les traces de plasticité en surface induites par le chargement étaient limitées à quelques grains et qu'aucune plasticité n'était détectée pour les faibles niveaux de déformation plastique (III.A.1.2.2). Qu'en est-il dans le cas d'amplitudes particulières faibles mais cycliques ?

#### *III.B.6.1.1. Méthode expérimentale*

Pour étudier ces aspects, des essais de fatigue interrompus ont été réalisés sur des éprouvettes avec méplats. Ces essais ont été effectués à 20°C sous air, en déformation plastique imposée pour les deux amplitudes de déformation  $\Delta\varepsilon_p / 2 = 2.10^{-3}$  et  $\Delta\varepsilon_p / 2 = 6.6.10^{-4}$ . Les éprouvettes de fatigue ont été nitrurées durant 3 heures et 8 heures car ces temps de traitement correspondent aux effets bénéfiques les plus importants sur les durées de vie. Les essais ont été interrompus pour différents nombres de cycles afin de suivre l'évolution de l'état de déformation et d'endommagement de la surface. Pour l'amplitude de déformation plastique de  $\Delta\varepsilon_p / 2 = 2.10^{-3}$ , les arrêts et analyses des méplats correspondent aux cycles 1000, 6000, 12000, 40000, 54000 et 56000 pour l'éprouvette nitrurée 3 heures et 1000, 6000, 12000, 40000, 50000 et 51000 pour l'éprouvette nitrurée 8 heures. La Figure 171 présente la courbe de consolidation cyclique reconstituée dans le cas de l'éprouvette nitrurée 3 heures. Le comportement cyclique est globalement de même nature que celui en continu. Les seules différences concernent le fait qu'un certain nombre de cycles est nécessaire après chaque arrêt pour que la contrainte maximale se stabilise au niveau de référence et que la durée de vie totale est légèrement plus importante que celle de référence correspondant à l'essai en continu.



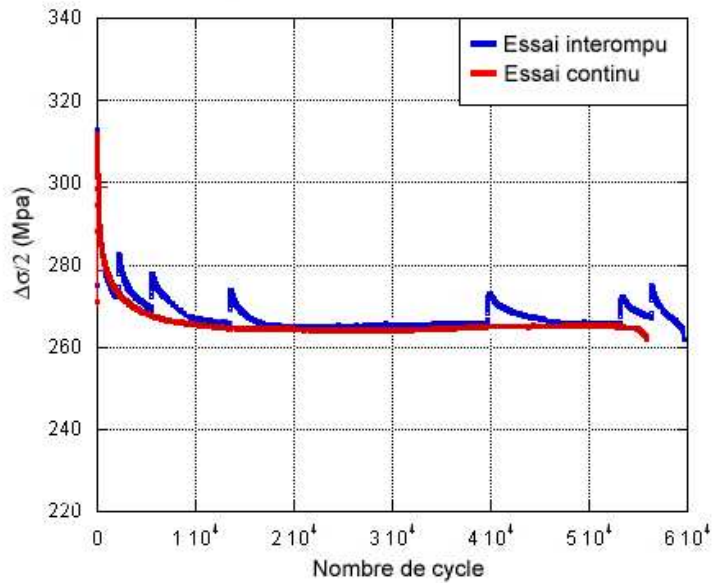


Figure 170: Courbes de consolidation cyclique pour des essais interrompus ou en continu. Essais à  $\Delta\varepsilon_p / 2 = 2.10^{-3}$  pour des éprouvettes nitrurées 3 heures. Le nombre de cycles est représenté avec une échelle linéaire.

Le comportement macroscopique n'est donc que très faiblement affecté par les arrêts et reprises du cyclage. Les méplats des éprouvettes de fatigue ont été observés par microscopie électronique à balayage (MEB) à chaque étape. Les surfaces planes des méplats ont permis des mesures EBSD après nitruration. Afin d'effectuer une analyse quantitative, la surface analysée pour chaque éprouvette est de  $2\text{mm}^2$ , ce qui permet de considérer plus de 500 grains.

### III.B.6.1.2. Résultats

Pour les tests effectués à  $\Delta\varepsilon_p / 2 = 6.6.10^{-4}$ , aucune nouvelle trace de glissement due au cyclage n'est détectée jusqu'à l'arrêt de l'essai à  $10^6$  cycles et cela pour les deux durées de traitement. Les traces de glissement présentées et analysées ne concernent donc que les éprouvettes testées à  $\Delta\varepsilon_p / 2 = 2.10^{-3}$ .

La Figure 171 présente un exemple typique de ce qui peut être observé sur les différents méplats de l'éprouvette nitrurée 3 heures avant essai de fatigue (Figure 171.a) et après 1000 cycles (Figure 171.c). La plasticité visible en surface avant essai (lignes de glissement matérialisées par des lignes noires) a directement pour origine le traitement de nitruration.

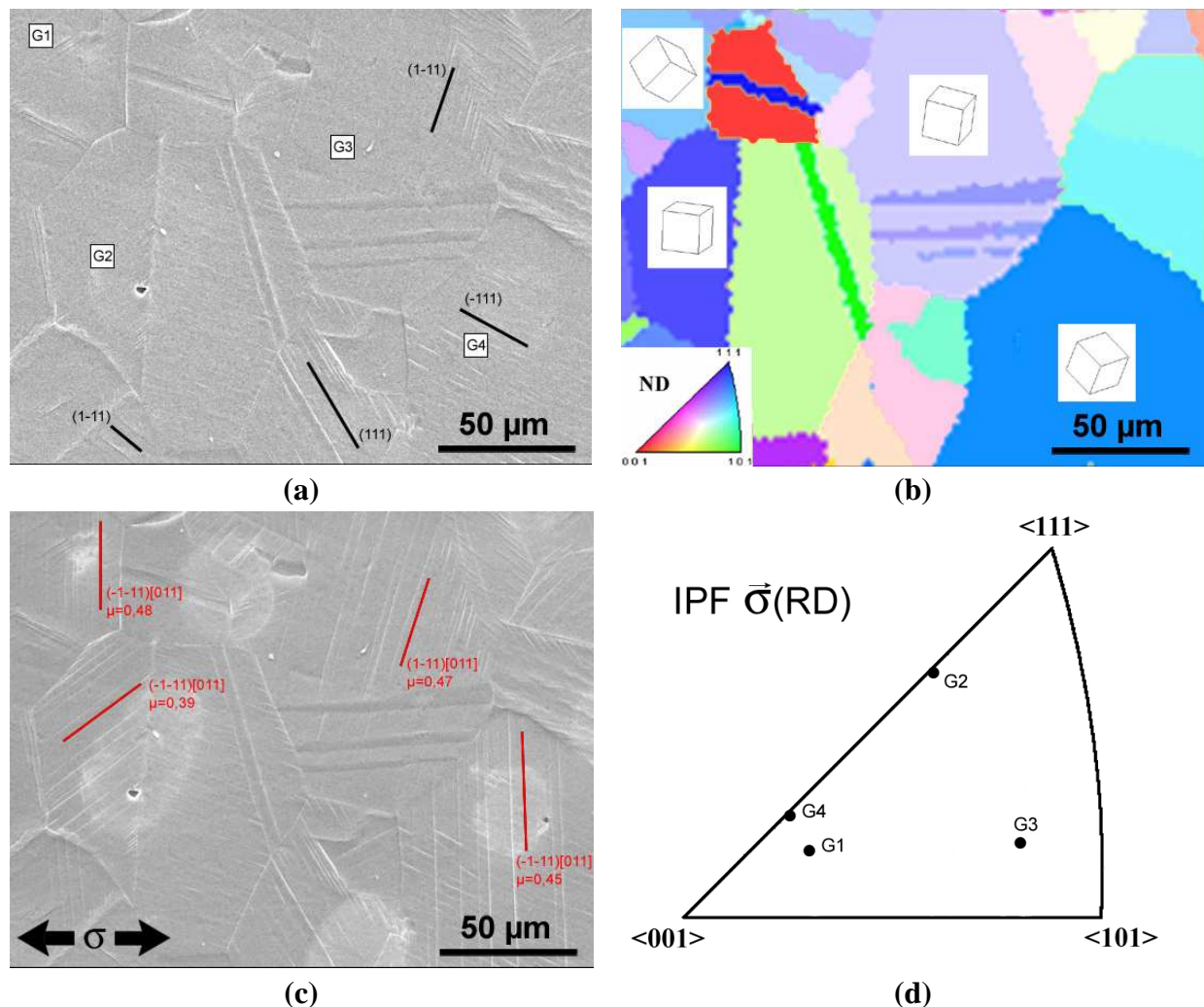


Figure 171: Exemple d'identification de systèmes de glissement activés en fatigue pour une éprouvette nitrurée 3 heures : (a) avant essais de fatigue (b) carte EBSD correspondante suivant la normale à la surface avec schémas des mailles fcc (c) surface après 1000 cycles sous amplitude de déformation plastique de  $\Delta\epsilon_p / 2 = 2.10^{-3}$  (les flèches indiquent la direction de sollicitation) et (d) orientation des grains  $G_i$  suivant la direction de sollicitation.

Après 1000 cycles de fatigue des traces de glissement supplémentaires (matérialisées par des lignes rouges sur la Figure 171.c) apparaissent en surface. Un système de glissement supplémentaire est alors visible dans les grains présentant de la plasticité induite par fatigue. Ces traces correspondent dans certains cas à de nouvelles lignes de glissement du système activé par nituration (grains G3). Dans d'autres grains ces traces correspondent à un autre système de glissement (grain G4) ou se développent alors même qu'aucune trace initiale n'était détectée (grain G2).

La prise en compte des données EBSD sur les mêmes zones permet l'identification des systèmes de glissement activés dans les différents grains. Le calcul du facteur de Schmid est effectué en considérant la direction de sollicitation macroscopique (horizontale sur ces images). Quelques exemples d'identification sont donnés sur la Figure 171. Le glissement s'effectue classiquement sur les plans denses  $\{111\}$ . Sur une cinquantaine de grains analysés,

92 % pour l'éprouvette nitrurée 3 heures et 90% pour l'éprouvette nitrurée 8 heures présentent des systèmes activés en fatigue qui correspondent à ceux pour lesquels le facteur de Schmid est maximal. A titre de remarque, ces configurations ne correspondent pas forcément à une valeur élevée du facteur de Schmid comme nous le verrons plus loin.

Toutes les orientations des grains analysés sur les méplats de l'éprouvette nitrurée durant 3 heures sont représentées sur la Figure 172. La première figure de pôles inverse correspond à la direction de sollicitation (RD) et la seconde à la normale à la surface (ND). Les croix représentent l'orientation des grains en surface pour lesquels aucune trace de glissement due à la fatigue n'a été observée. Les points représentent les orientations des grains où une activité plastique a été décelée : en vert les grains pour lesquels le facteur de Schmid est inférieur à 0,4, en noir ceux dont le facteur de Schmid est compris entre 0,4 et 0,48, et en bleu ceux dont le facteur de Schmid est supérieur à 0,48.

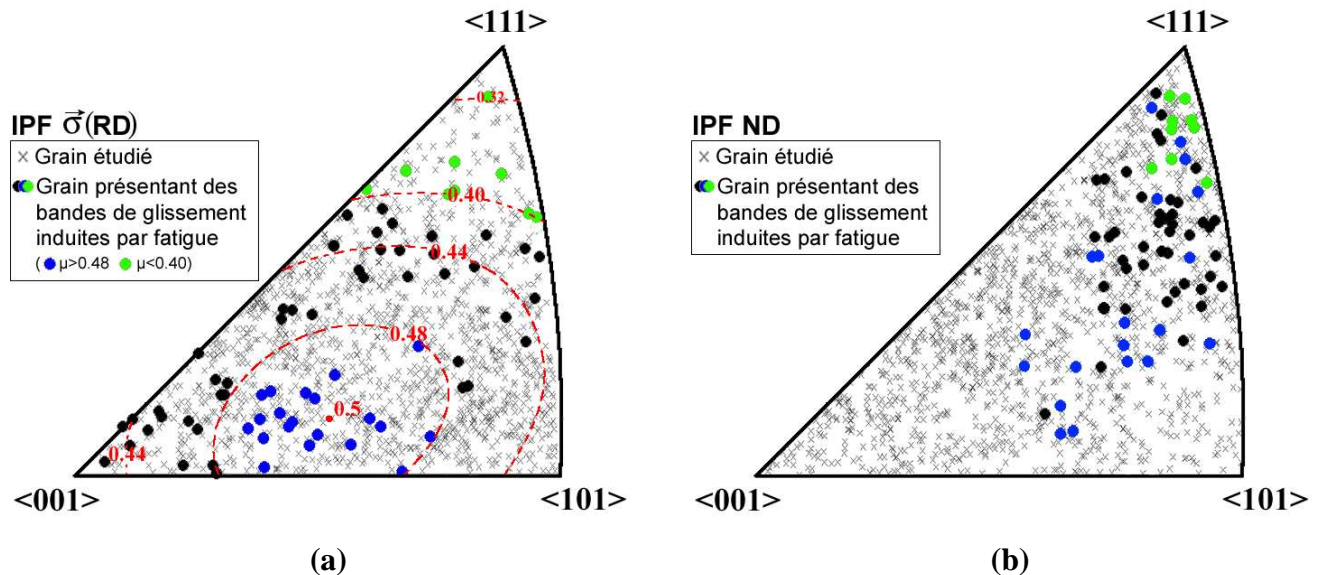


Figure 172: Orientation des grains présentant une activité plastique induite par fatigue pour l'éprouvette nitrurée 3 heures après 1000 cycles. L'orientation est donnée à l'aide des figures de pôles inverses RD et ND. L'axe de sollicitation de fatigue est confondu avec RD.

Le premier point important est que de très nombreux grains favorablement orientés pour le glissement (facteur de Schmid élevé pour au moins un système) ne présentent aucune trace de glissement. Le second point est qu'une activité plastique apparaît même pour des valeurs du facteur de Schmid faibles (points noirs et verts sur la Figure 172.a). Ces deux résultats montrent qu'une approche de type Schmid ne permet pas de décrire correctement l'activité de glissement sur l'ensemble des grains contrairement à ce que l'on peut montrer dans le cas du 316L non traité [90].

Pour cette même population de grains, on a reporté sur la Figure 172.b l'orientation suivant la normale à la surface. On voit que les grains qui présentent une activité plastique due à la fatigue ont une orientation non aléatoire, plutôt proche de la direction  $\langle 111 \rangle$  suivant ND.

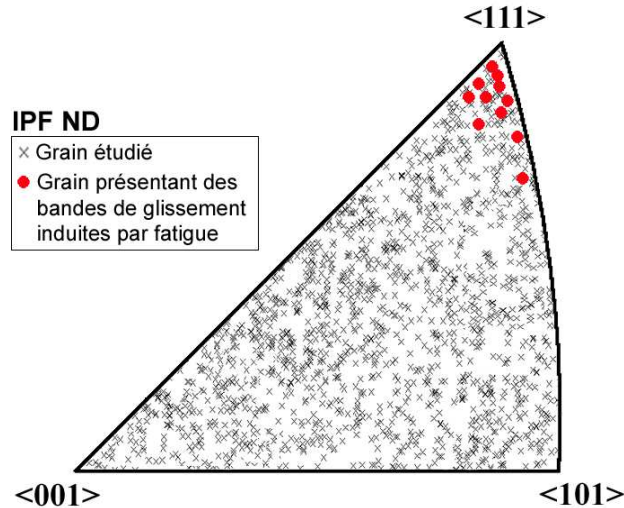


Figure 173: Orientation des grains présentant une activité plastique induite par fatigue pour l'éprouvette nitrurée 8 heures après 1000 cycles. L'orientation est donnée à l'aide de la figure de pôles inverse ND.

Des résultats similaires mais plus marqués sont obtenus dans le cas de l'éprouvette nitrurée durant 8 heures (Figure 173). Dans ce cas, seuls les grains dont l'orientation suivant la normale à la surface est très proche de  $\langle 111 \rangle$  développent des traces de glissement en surface. Pour ces quelques grains, les facteurs de Schmid sont supérieurs à 0,48.

Dans l'ensemble, les grains pour lesquels une déformation plastique cyclique s'est développée après 1000 cycles sous la forme de bandes de glissement émergeant en surface restent peu nombreux : 8 % des grains pour l'éprouvette nitrurée durant 3 heures et seulement 1,5 % pour l'éprouvette nitrurée durant 8 heures.

Une façon de suivre au cours du cyclage l'évolution de la plasticité induite en fatigue est de quantifier la densité de bandes de glissement à chaque étape. Cette densité est définie ici comme le rapport entre le nombre de lignes de glissement décelables induites par fatigue et la superficie de la surface analysée. La Figure 174.a illustre l'évolution de cette densité de bandes de glissement en fonction du nombre de cycles pour les deux temps de nitruration, la Figure 174.b correspondant à l'évolution de la fraction de grains au sein desquels une activité plastique due à la fatigue s'est développée.

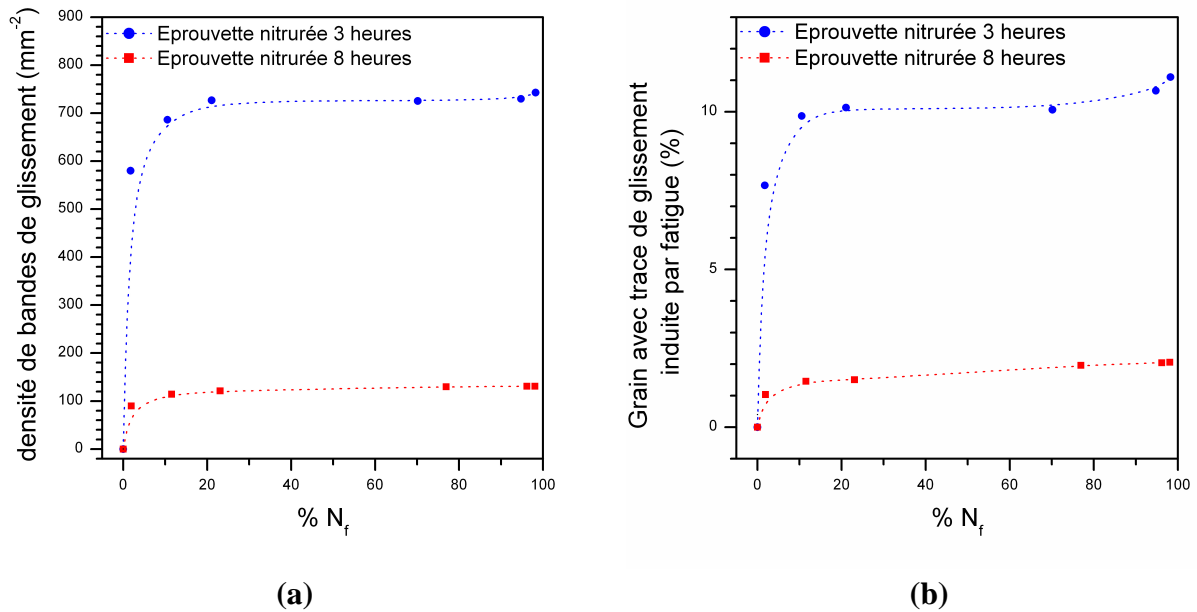


Figure 174: Evolution de l'activité plastique au cours du cyclage : (a) densité de trace de glissement (b) pourcentage de grains présentant de la plasticité induite par fatigue

Ces figures montrent que l'activité de glissement plastique associée concerne essentiellement les premiers stades du cyclage. Très rapidement, le nombre de grains présentant des bandes de glissement et le nombre de bandes par grain n'évoluent plus. Ce constat est d'autant plus marqué que l'épaisseur de la couche nitrurée est importante.

A remarquer que ces mesures ne permettent cependant pas de rendre compte d'une éventuelle activité plastique qui perdurerait au sein des bandes formées dans les premiers stades.

### III.B.6.1.3. Discussion

Des lignes de glissement sont observées à la surface de la couche nitrurée pour les éprouvettes sollicités en fatigue à  $\pm 0,2\%$ , alors qu'aucune trace de glissement n'avait pu être mis en évidence en traction monotone pour ce niveau de déformation (III.A.1.2.2). Seules quelques rares traces étaient détectées pour de plus forts niveaux de déformation de l'ordre de 7 % et plus.

Clairement le caractère du chargement mécanique favorise, par cumul, la formation de bandes de glissement au sein de la couche nitrurée. Cependant les configurations cristallographiques locales conduisant à ces processus de plasticité ne répondent pas à une approche de type « Schmid » qui rend compte sans ambiguïté de l'activité plastique pour le matériau non traité. L'analyse des résultats permet de plus d'identifier les grains dont la

normale à la surface est proche de  $\langle 111 \rangle$  comme les plus aptes à développer des lignes de glissement en fatigue dans la couche nitrurée.

L'analyse de ces résultats nécessite de rappeler ici de façon schématique les résultats du chapitre II concernant la plasticité induite intrinsèquement par la nitruration. D'une part l'insertion d'azote se traduit par une rotation de réseau cristallin dont on peut rendre compte par une approche de type Taylor ( $\sigma = M\tau_c$  où M est le facteur de Taylor). D'autre part, des bandes de glissement se forment dans la couche pour des facteurs de Schmid élevés ( $\sigma = \tau_c/m$  où m est le facteur de Schmid) en considérant une direction de chargement normale à la surface représentative de l'effet de dilatation). Les Figure 175.a et Figure 175.b traduisent ces deux points par des figures de pôles inverses qui montrent que le domaine d'orientation proche de  $\langle 111 \rangle$  est défavorable pour ces deux processus de plasticité. Les grains dont l'orientation est proche de  $\langle 001 \rangle$  ou de configuration favorable au glissement simple (~centre IPF) se plastifient plus ou moins par l'un et l'autre des mécanismes (rotation/dilatation). Ce sont ceux pour lesquels l'écroutissage dû à la nitruration est le plus important, conduisant dès 8 heures de traitement à un comportement plus endommageable avec création de fissures à caractère fragile.

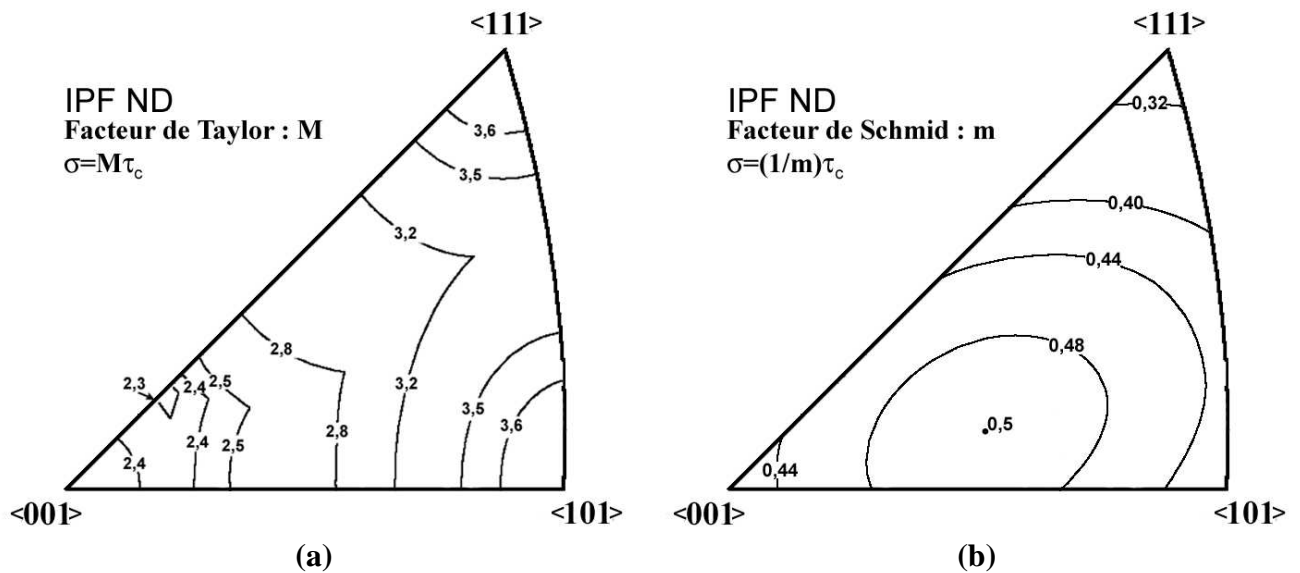


Figure 175: Dépendance des facteurs de Schmid (a) et de Taylor (b) avec l'orientation cristallographique.

Une façon de rendre compte de façon globale de ces différents processus est de les intégrer au travers de la dépendance d'un seul paramètre en fonction de l'orientation cristallographique. Deux approches très simples voir simplistes sont proposées ici. La première consiste à sommer les facteurs de Taylor et de Schmid ( $M+1/m$ ), la seconde à en



faire le produit  $(M \times 1/m)$ . La Figure 176 montre les iso-courbes de ces deux nouveaux facteurs sur une figure de pôles inverse. Leur sensibilité à l'orientation n'est guère différente.

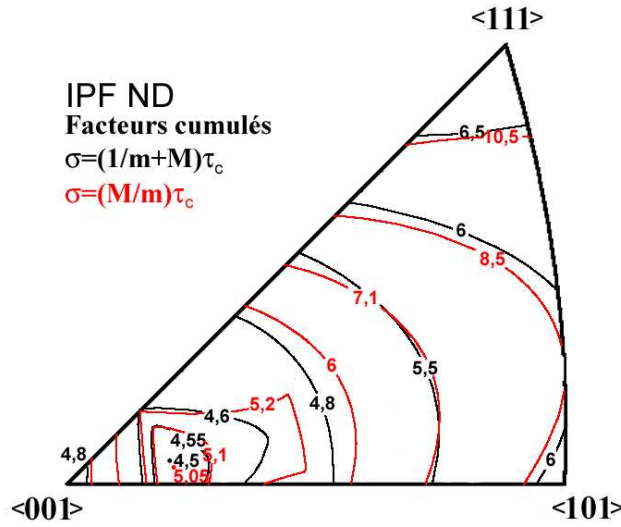


Figure 176: Figure de pôles inverse avec les iso-courbes combinant les facteurs de Schmid et de Taylor.

Sur les Figure 177.a et Figure 177.b sont reportés les points expérimentaux correspondant aux grains ayant développés de la plasticité par fatigue respectivement pour 1 heure et 8 heures de traitement.

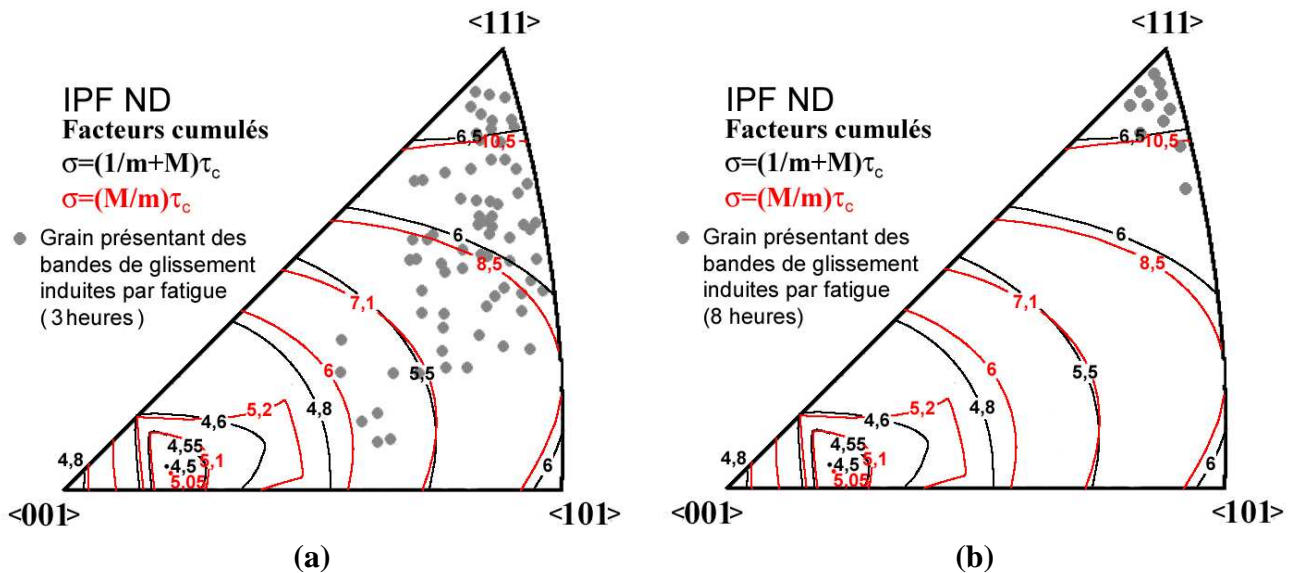


Figure 177: Orientation des grains ayant développé de la plasticité pour deux durées de nituration (a) 3 heures et (b) 8 heures), pour illustrer la relation avec les facteurs de Schmid et de Taylor.

Les grains pour lesquels des bandes de glissement sont apparues en fatigue correspondent clairement à de fortes valeurs de ces facteurs  $(M+1/m)$  ou  $(M \times 1/m)$ . La correspondance est particulièrement marquée pour le traitement 8 heures. Ce type d'analyse tend à montrer que



les grains les moins écrouis par les effets initiaux de rotation et de dilatation induits par la nitruration sont ceux qui peuvent encore développer des bandes de glissement par fatigue. A l'inverse, les grains probablement déjà fortement écrouis initialement ne pourraient plus facilement développer de la plasticité en fatigue et seraient alors les premiers à s'endommager.

### *III.B.6.2. Endommagement*

Des observations du fût et des faciès de rupture ont été réalisées afin de préciser la nature des sites d'amorçage des fissures de fatigue. Les éprouvettes nitrurées rompues ne présentent généralement que très peu de fissures secondaires contrairement à celles non traitées et cyclées dans les mêmes conditions, sur lesquelles des centaines de fissures secondaires sont détectées. Pour les éprouvettes testées à  $\Delta\varepsilon_p / 2 = 6.6.10^{-4}$  et non rompues après  $10^6$  cycles, aucune fissure n'a été détectée. Ces observations ont également montré que le pré-endommagement en surface induit par le traitement de nitruration n'évolue pas au cours du cyclage ou seulement un peu au voisinage des quelques fissures secondaires.

#### *III.B.6.2.1. Comportement général*

Des essais interrompus ont été réalisés pour des temps de traitement allant de 1 heures à 33 heures afin de suivre l'évolution au cours du cyclage des phénomènes de fissuration. Les essais ont été stoppés à différents nombres de cycles. Les étapes correspondent à différentes fractions de la durée de vie des éprouvettes nitrurées de référence testées en continu. Il s'est avéré que pour un temps de traitement donné, les éprouvettes correspondantes aux essais interrompus ont conduit à des durées de vie très similaires à celles de référence. Les observations MEB réalisées sur le fût des éprouvettes ont mis en évidence les fissures induites par fatigue et leurs caractéristiques suivant le nombre de cycles (Tableau 42).

Les fissures apparaissent brusquement autour de 90 % de la durée de vie quelle que soit la durée de nitruration (1, 3 et 20 heures). Les fissures secondaires sont peu nombreuses et n'excèdent pas le millimètre. La Figure 178 présente l'évolution des longueurs des fissures observées (fissures fatales et fissures secondaires) pour une éprouvette nitrurée durant 3 heures. A titre de comparaison l'évolution de la longueur de la fissure fatale d'une éprouvette non traitée testée dans les mêmes conditions y est également reportée. Ces données de référence proviennent de précédents travaux menés au laboratoire sur le même alliage [142].

**Tableau 42 Nombre et longueur moyenne des fissures secondaires au cours du cyclage en fatigue.**

Temps de nitruration	1 heure	3 heures	20 heures
<b>83 % de la durée de vie (<math>\pm 3\%</math>)</b>			
Aucune fissure n'est visible en surface			
<b>90 % de la durée de vie (<math>\pm 2\%</math>)</b>			
Nombre de fissure secondaire	11	5	6
Longueur moyenne	321 $\mu\text{m}$	645 $\mu\text{m}$	580 $\mu\text{m}$
<b>Rupture</b>			
Nombre de fissure secondaire	18	5	7
Longueur moyenne	315 $\mu\text{m}$	745 $\mu\text{m}$	594 $\mu\text{m}$

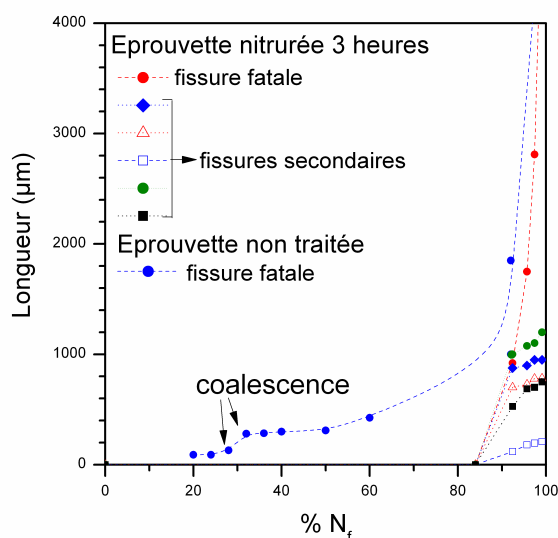


Figure 178: Longeur de la fissure fatale et des fissure secondaires pour l'éprouvette nitrurée 3 heures en fonction du pourcentage de la durée de vie en fatigue. A titre de comparaison est également donnée l'évolution de la longueur de la fissure fatale dans le cas d'une éprouvette non traitée [142].

Pour les éprouvettes nitrurées, la fissure fatale s'amorce très tardivement, vers 90% de la durée de vie au lieu de 20% pour les éprouvettes non traitées. La propagation est très rapide jusqu'à la rupture de l'éprouvette. Les fissures secondaires, très nettement moins nombreuses sont rapidement assez longues. Elles aussi s'amorcent vers 90% de la durée de vie. Du fait de leur petit nombre, le phénomène de propagation par coalescence n'a pas été observé pour les éprouvettes nitrurées, au contraire des éprouvettes non traitées pour lesquelles quelques coalescences provoquent des accélérations brusques dans l'évolution de la longueur des fissures.

La Figure 179 présente deux exemples caractéristiques de fissures de fatigue observées sur des éprouvettes nitrurées.

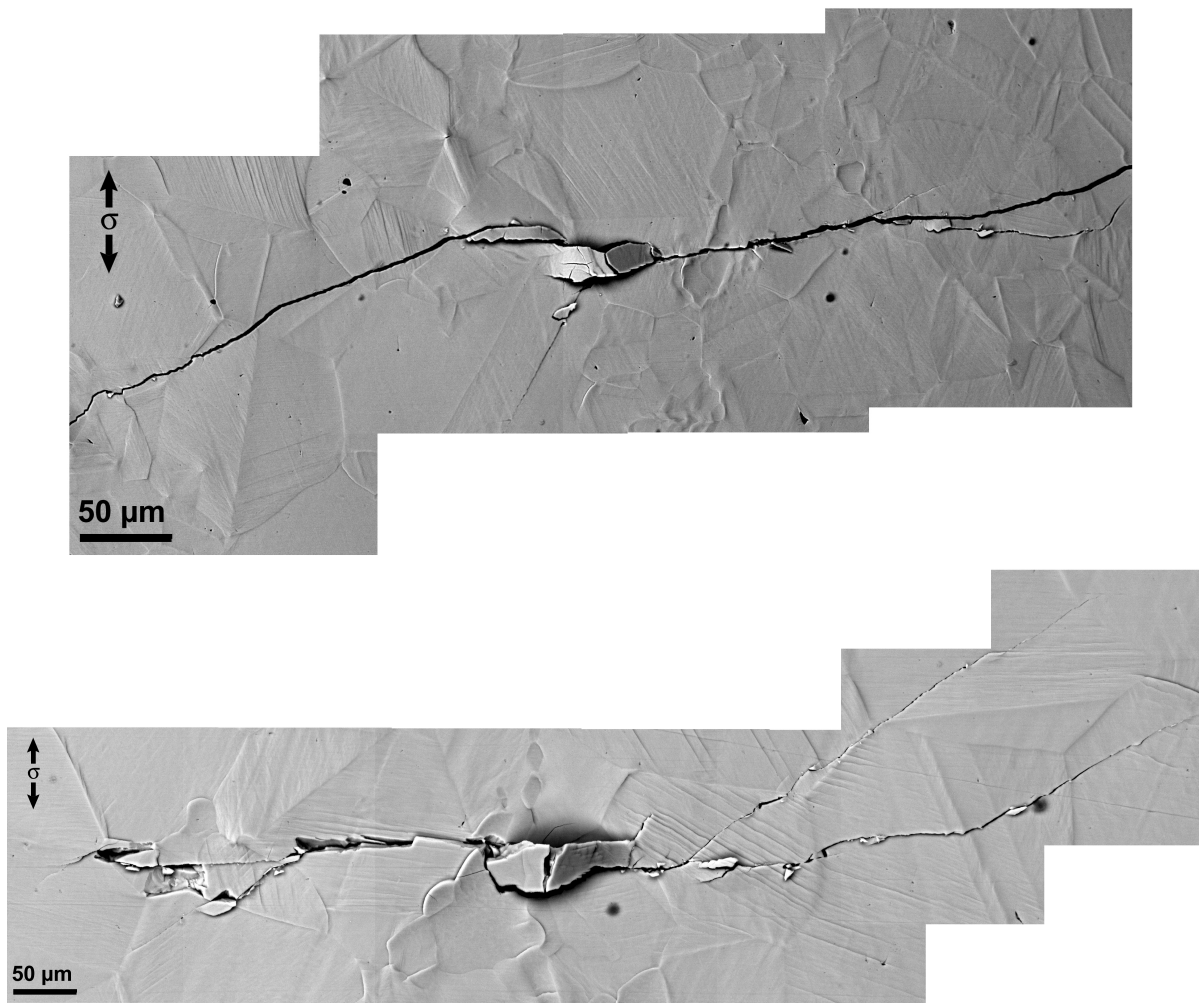


Figure 179: Exemple de fissures observées en surface d'une éprouvette nitrurée 3 heures, après 95% de la durée de vie en fatigue.

Les fissures se propagent en moyenne perpendiculairement à la direction de sollicitation, essentiellement de façon transgranulaire. Les joints de grains ainsi que les bandes de glissement ne constituent pas des chemins privilégiés pour la croissance des fissures observées. La zone d'amorçage est associée à un délaminage d'une partie d'un grain.

#### III.B.6.2.2. Amorçage

A ce stade il convient d'essayer d'identifier la nature des sites d'amorçage. Les premières observations concernent les fissures secondaires détectées sur le fût des éprouvettes. La Figure 180 présente des exemples de sites d'amorçage avant rupture pour une éprouvette nitrurée durant 3 heures.

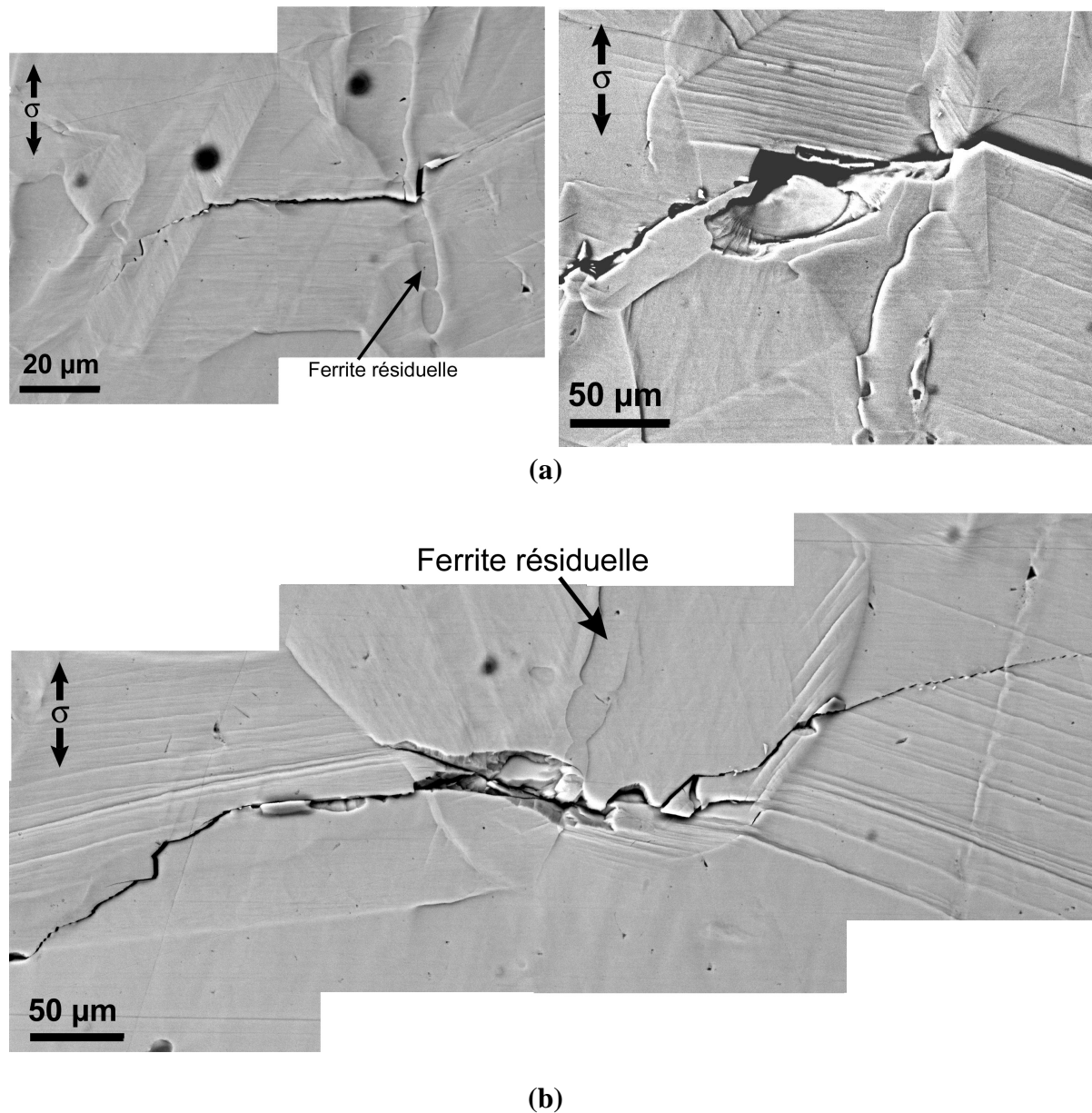


Figure 180: Exemple de fissure observée en surface d'une éprouvette nitrurée 3 heures, (a) après 90 % et (b) après 95% de la durée de vie en fatigue.

De manière générale les fissures naissent au niveau de configurations microstructurales locales complexes mettant souvent en jeu de multiples joints et résidus de ferrite. Le plus souvent on observe un délaminage/écaillage de la couche nitrurée avec parfois même la perte d'un grain de surface.

Les faciès de rupture ont également été analysés. La Figure 181 présente un exemple pour une éprouvette nitrurée durant 3 heures. L'allure générale de ce faciès est classique pour le 316L testé dans ces conditions. On retrouve notamment la forme semi elliptique habituelle correspondant à la propagation de la fissure principale. Le lieu exact de l'amorçage n'est pas particulièrement simple à déterminer. Cependant cette fissure fait partie de celles précédemment repérées et suivies sur le fût de l'éprouvette. Plus précisément elle correspond

à la fissure présentée sur la Figure 179(bas). Les observations réalisées sur cette fissure à partir du fût et du faciès permettant de localiser la zone d'amorçage qui est repérée sur la Figure 181. Il reste cependant délicat de conclure précisément sur l'origine de la fissure. Clairement elle est apparue en sous-couche ou en partie au sein de la couche traitée.

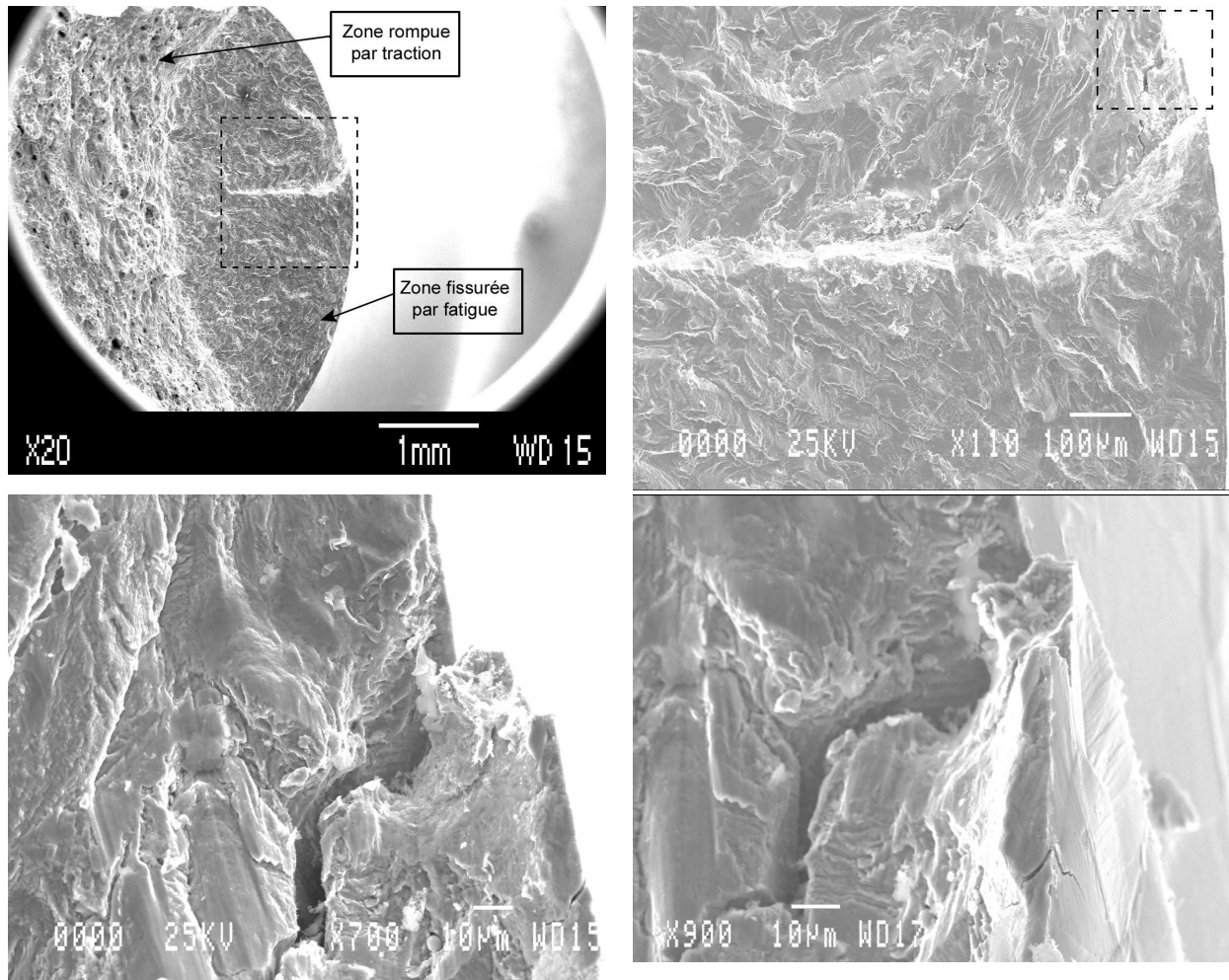


Figure 181: Faciès de rupture d'une éprouvette nitrurée 3 heures.

Des fissures secondaires sont également observées (Figure 182) sur les faciès de rupture. Leur origine est également associée au développement de processus d'endommagement en sous-couche sans que l'on puisse précisément en donner la nature.

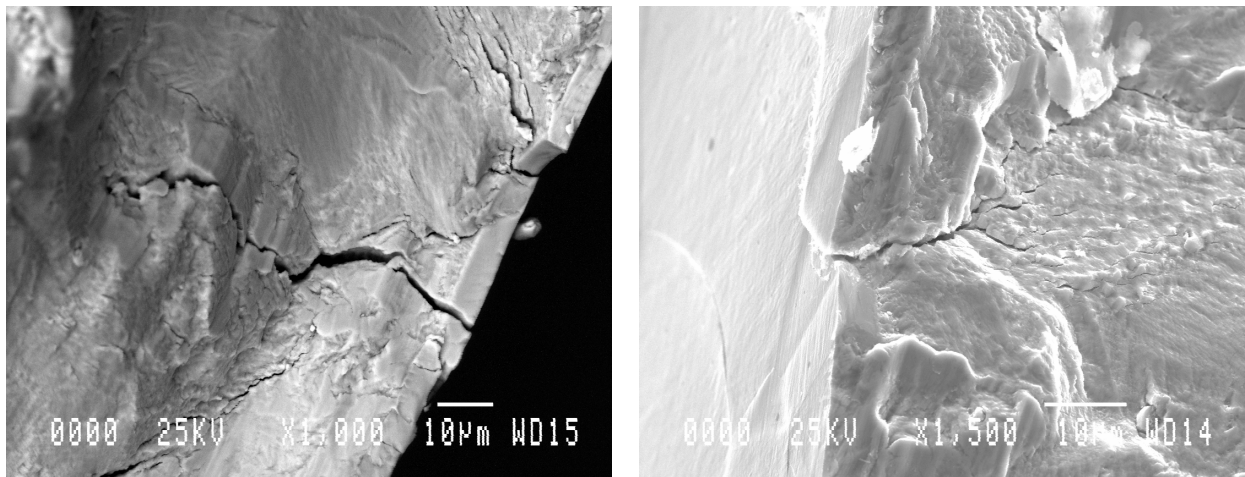


Figure 182: Faciès de rupture d'une éprouvette nitrurée 3 heures.

En dehors de la fissure principale et de l'apparition de ces quelques rares fissures secondaires, l'interface couche traitée-substrat reste continue sans signe de décohésion (Figure 183).

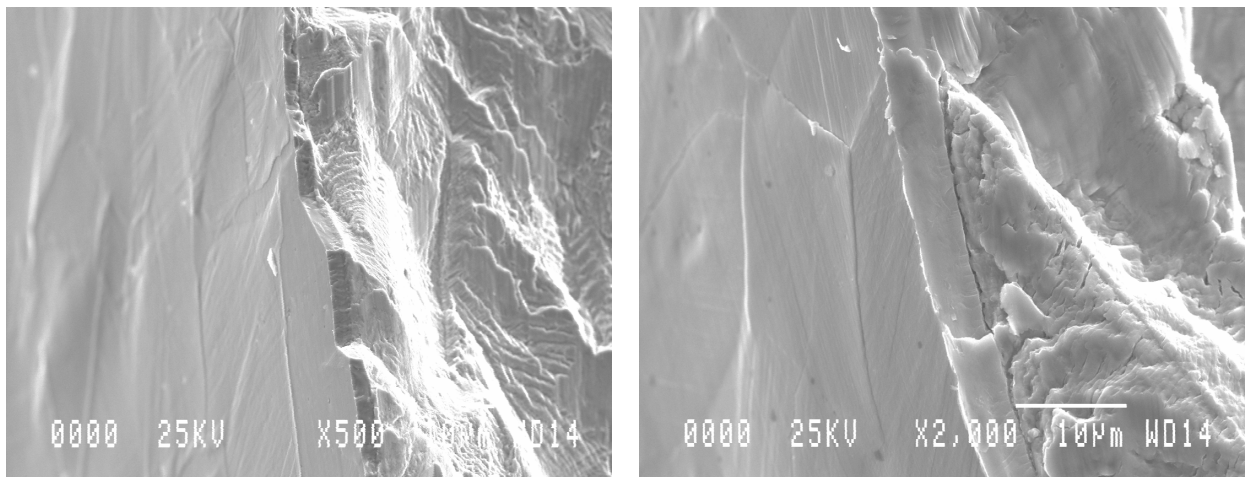


Figure 183: Faciès de rupture d'une éprouvette nitrurée 3 heures.

Des observations MEB réalisées sur des coupes transverses viennent compléter celles réalisées sur les fûts et faciès. Ces coupes, difficiles à préparer pour les couches les plus fines, concernent un temps de traitement de 20 heures conduisant à une couche d'épaisseur moyenne de  $\sim 15 \mu\text{m}$ . Différents processus d'endommagement se développent comme le montre la Figure 184.

La dégradation en surface de la couche nitrurée entraîne en fatigue la formation de microfissures perpendiculaires à la direction de sollicitation traversant la couche (Figure 184.a et Figure 184.b). Ces fissures sont bloquées à l'interface couche-substrat ou dans certains cas se propagent au travers de cette interface (Figure 184.b). La Figure 184.c montre qu'un écaillage de la partie superficielle de la couche nitrurée peut également apparaître comme le

délaminage complet d'un grain lorsque celui-ci est totalement intégré dans l'épaisseur totale de la couche nitrurée (Figure 184.d).

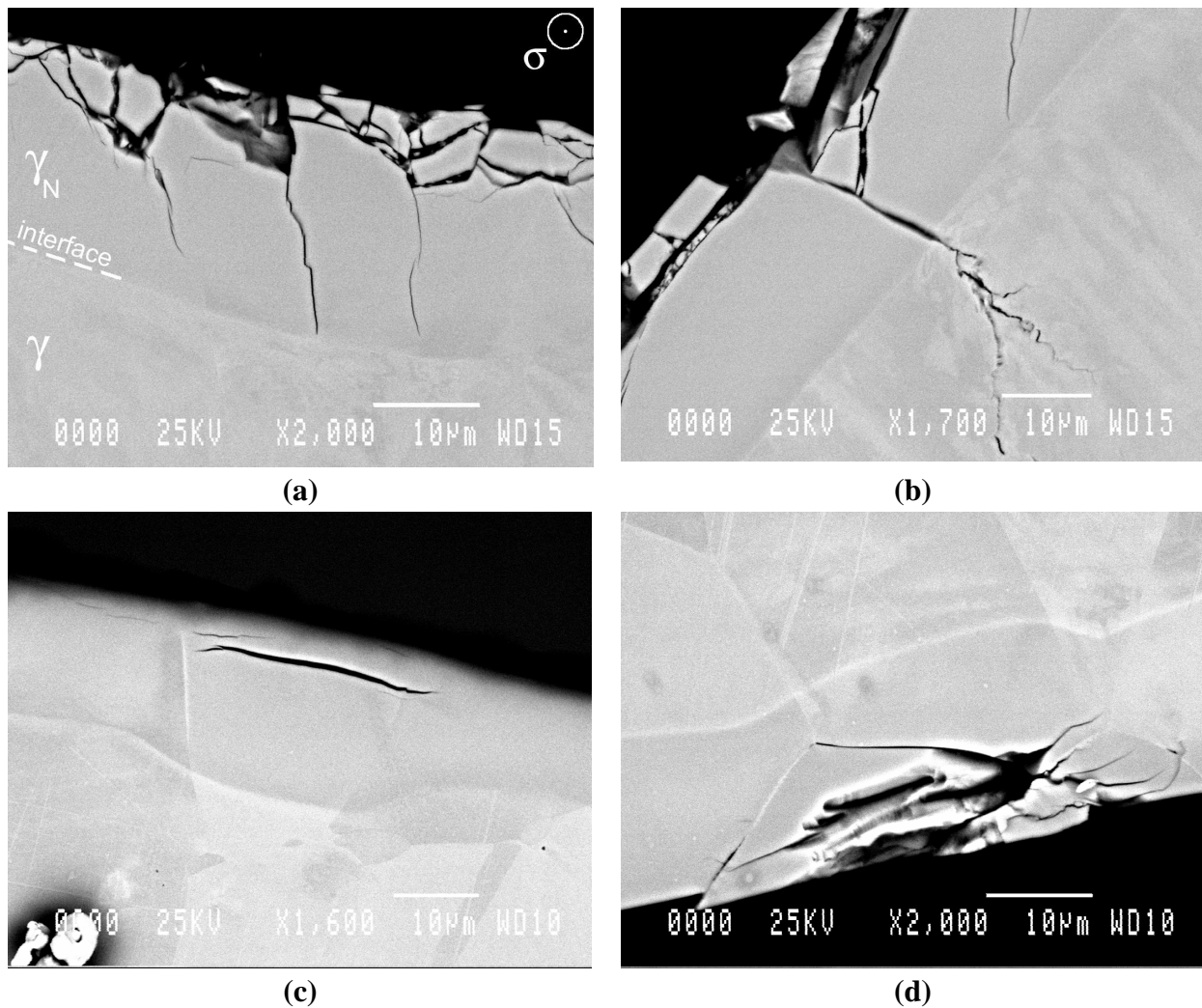


Figure 184: Coupe transverse réalisée sur un fût d'une éprouvette nitrurée 20 heures et cyclée jusqu'à rupture

Les processus d'endommagement de la couche nitrurée mettent également en jeu très souvent les résidus de ferrite comme le montrent les images MEB de la Figure 185. Plus précisément, c'est essentiellement à l'interface ferrite- $\gamma_N$  que les fissures apparaissent pour ensuite se développer dans l'épaisseur de la couche et contribuer à son délaminage partiel ou total.



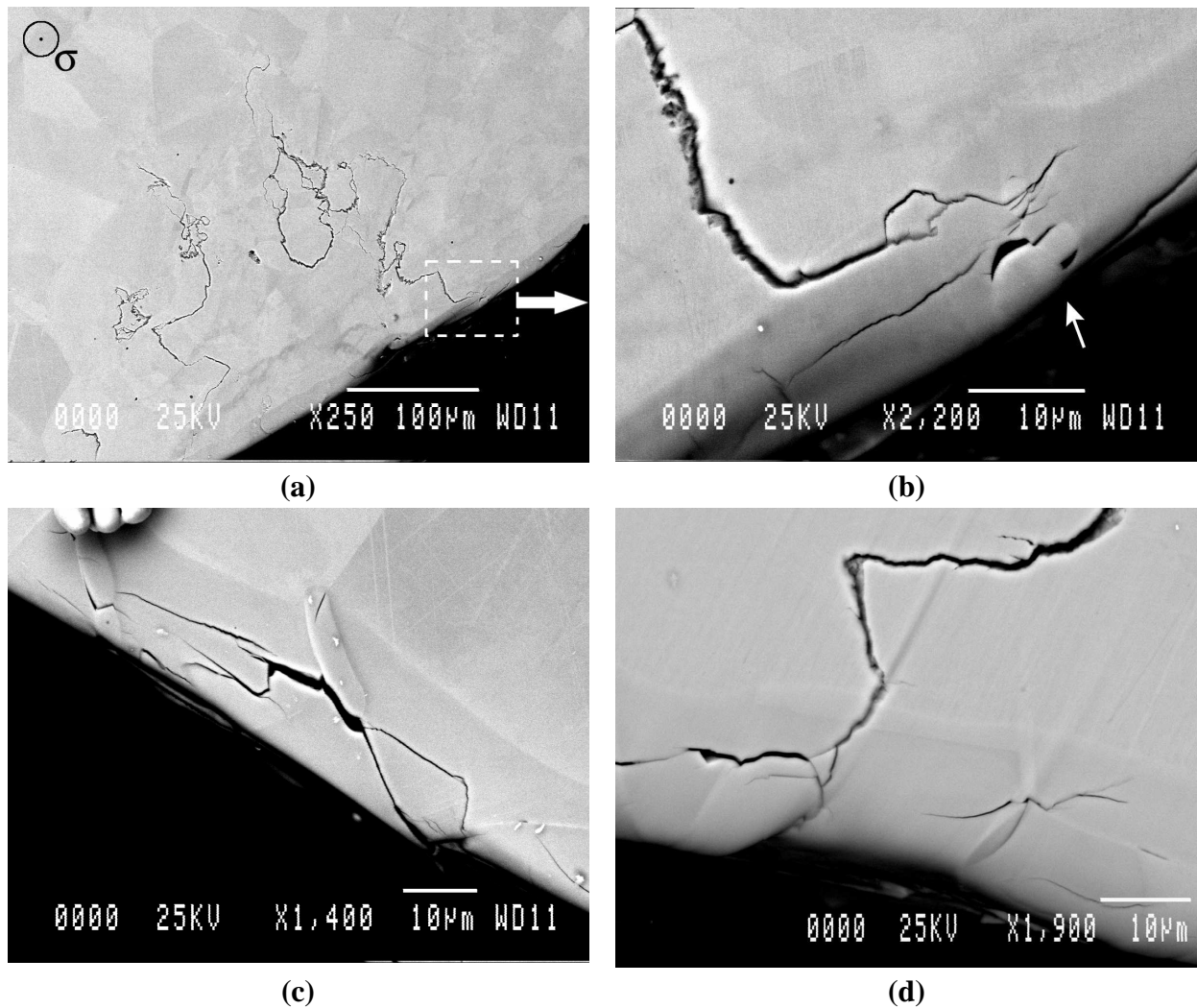


Figure 185: Coupe transverse réalisée sur un fût d'éprouvette nitrurée 20 heures et cyclée jusqu'à rupture, effet de la ferrite résiduelle

#### III.B.6.2.2.1. Ferrite résiduelle

Des analyses complémentaires ont été réalisées par EDS-X dans la couche nitrurée au voisinage de ces fissures. La Figure 186 présente un exemple sur une coupe d'éprouvette nitrurée durant 20 heures où un réseau de petites fissures s'est développé parallèlement à la surface (Figure 186.a). On constate la présence d'un grain de ferrite résiduelle dans la couche nitrurée. Ce résidu est révélé par la teneur en chrome et molybdène plus importante en comparaison des grains voisins de phase  $\gamma_N$  (Figure 186.b). Des profils de concentration en azote sont donnés dans le graphique de la Figure 186.c suivant deux directions, indiquées en pointillés sur l'image MEB de la Figure 186.a. Ils montrent que la concentration en azote dans le grain de ferrite ( $\epsilon\text{-Fe}_2\text{N}$ ) est plus élevée que dans les grains voisins de phase  $\gamma_N$ . De plus les contrastes marqués sur l'image MEB entre la couche nitrurée et le substrat indiquent que la diffusion de l'azote a été plus profonde au niveau du résidu de ferrite.

Ces constats vont dans le sens où l'interface ferrite- $\gamma_N$  apparaît favorable à l'apparition de fissures. Il reste difficile cependant de savoir si cet endommagement est directement lié à des problèmes de dilatation différentielle entre ferrite et  $\gamma_N$ , de variations de composition chimique ou encore de contraintes interfaciales élevées.

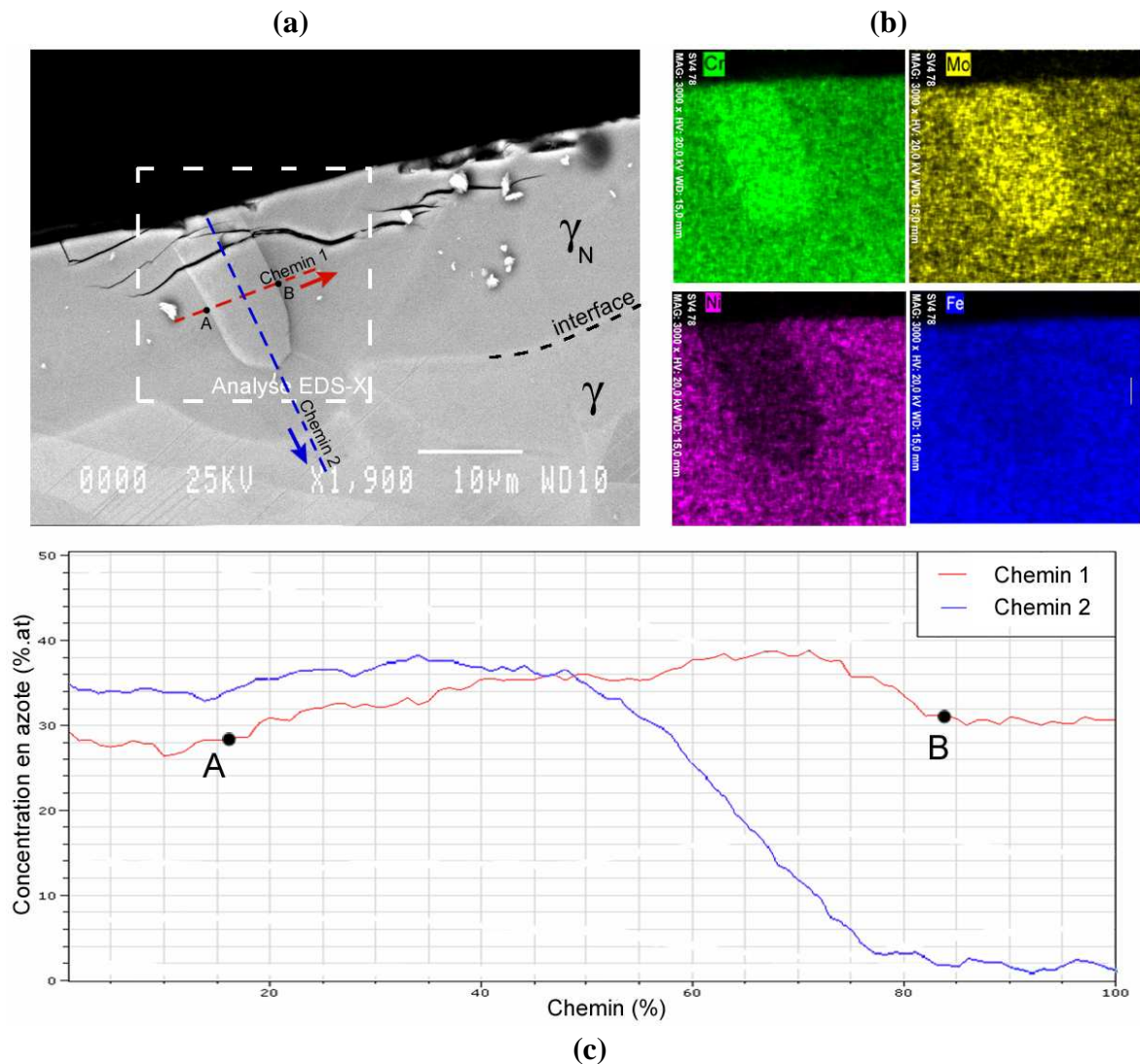


Figure 186: Exemple de fissuration à partir d'un grain de ferrite résiduelle : Analyse EDS-X de la coupe transverse de la partie utile d'une éprouvette nitrurée 20 heures et cyclée jusqu'à rupture.

### III.B.6.2.2.2. Joints de grains

Le dernier type d'analyse menée sur les coupes longitudinales concerne l'écaillage de grains totalement inclus dans l'épaisseur de la couche nitrurée. La Figure 187 présente un exemple pour une éprouvette nitrurée 20 heures et cyclée jusqu'à rupture. On constate le délaminage du grain noté B au centre de la coupe. Ce grain a une orientation suivant la normale à la surface relativement proche de  $\langle 001 \rangle$  favorisant ainsi la diffusion de l'azote sur

une plus grande profondeur (II.C.2.1). Ce point est confirmé par des analyses EDS-X effectuées dans chacun des grains présents sur cette coupe. Les résultats de ces analyses montrent que ce grain B présente une concentration en azote importante en comparaison avec celle de ces deux voisins A et C. Dans ce type de configuration, la différence de concentration et donc de dilatation entre grains favorise le délaminage du grain B.

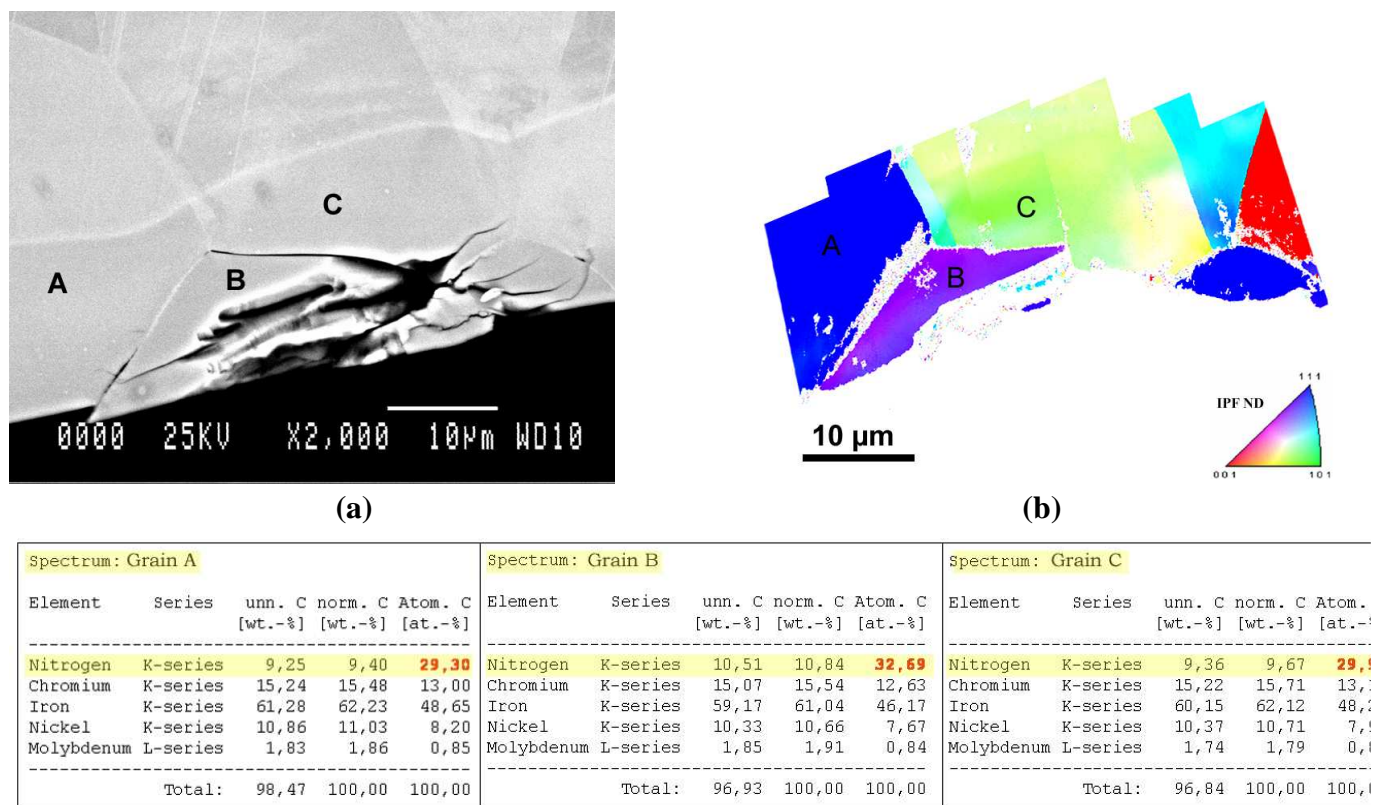


Figure 187: (a) Observation MEB d'une coupe transverse d'une éprouvette nitrurée 20 heures et cyclée jusqu'à rupture; (b) cartographie EBSD associée et (c) détermination du pourcentage d'azote par analyse EDS-X.

### III.B.6.2.3. Longues durées de traitement

Pour terminer l'étude sur la fatigue, on va s'intéresser à l'endommagement induit par fatigue sur les éprouvettes nitrurées sur de grandes profondeurs (traitement de 33 heures et 160 heures). L'apparition de fissures est détectée dès les premiers cycles de fatigue pour les éprouvettes nitrurées durant 33 heures. Ces fissures se propagent peu ou pas au cours du cyclage. La Figure 188 présente un exemple de fissures induites par fatigue sur une éprouvette nitrurée durant 33 heures. Malgré l'apparition précoce de l'endommagement cette éprouvette a présenté une amélioration de la durée de vie de en fatigue ( $N_f = 39500$  cycles /  $N_{f-ref} \sim 25000$  cycles).

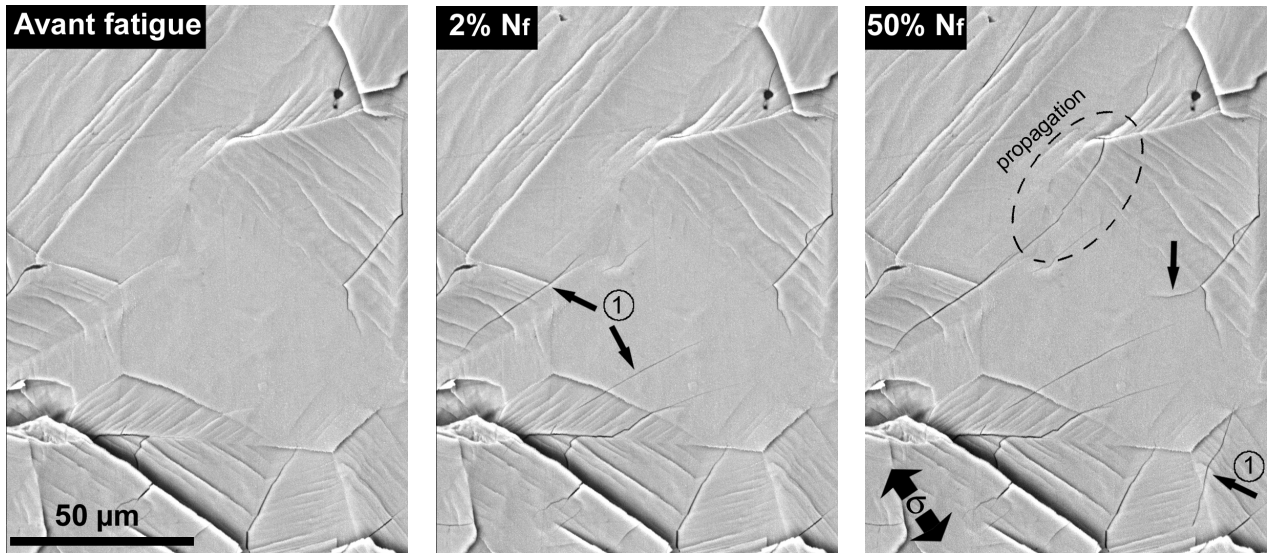


Figure 188: Observations MEB en surface d'une éprouvette nitrurée 33 heures pour différents pourcentages de la durée de vie en fatigue. ①: fissures intragranulaires.

Dans le même esprit, la Figure 189 compare l'état de surface d'une éprouvette nitrurée durant 160 heures après 5 % et 50 % de la durée de vie à celui résultant initialement du traitement.

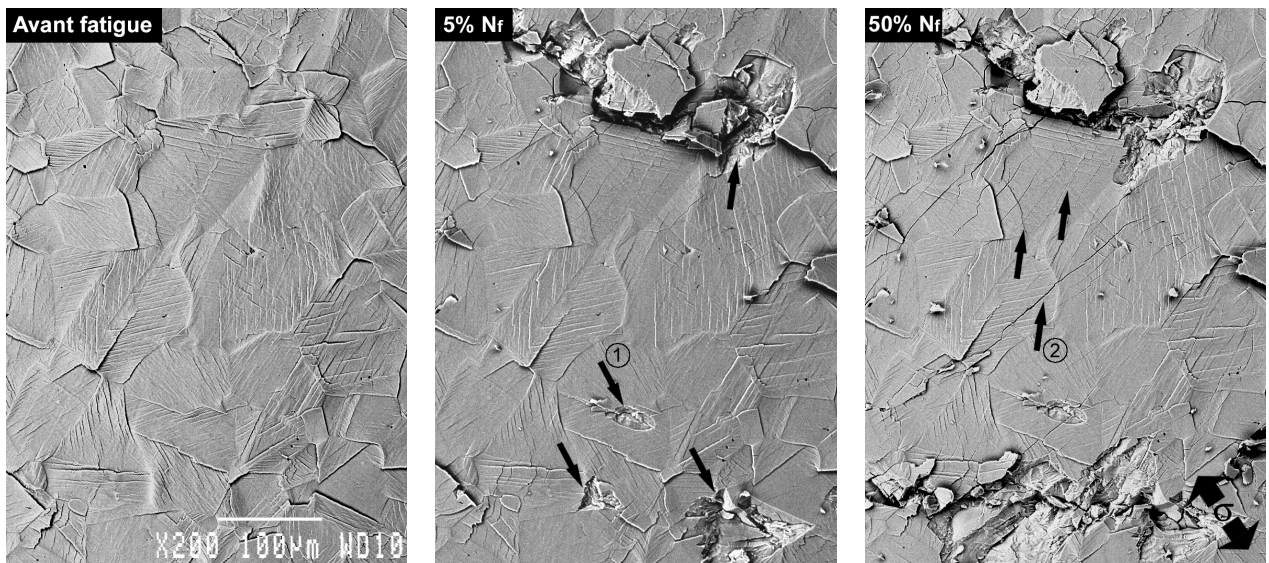


Figure 189: Observations MEB en surface d'une éprouvette nitrurée 160 heures pour différents pourcentages de la durée de vie en fatigue. ①: écaillage, ② : fissures intragranulaires.

Un délaminage de la couche nitrurée avec écaillage apparaît de façon plus ou moins étendue. Ce processus s'accroît avec le cyclage. Ce processus a pu être également observé pour certaines éprouvettes nitrurées durant 33 heures. Dans ces conditions aucune amélioration de durée de vie n'est obtenue.

Cet écaillage relativement généralisé pour les temps longs de traitement est cohérent avec la ténacité apparente de la couche nitrurée qui diminue avec l'épaisseur (III.A.1.2.3).

#### III.B.6.2.4. Synthèse

Les processus de dégradation des éprouvettes nitrurées sont multiples et complexes. Ils apparaissent dans l'épaisseur de la couche traitée comme en sous-couche. Plus la couche est épaisse, plus la probabilité qu'elle intègre localement dans son épaisseur un joint de grains triple ou un résidu de ferrite augmente. Dans ces configurations, notamment pour des raisons de dilatation différentielle d'un élément microstructural à l'autre, l'amorçage précoce de fissure est favorisé. A partir d'une certaine épaisseur, de tels événements seront inévitables réduisant ainsi tout effet bénéfique possible du traitement sur la durée de vie en fatigue.



# **CONCLUSION**





L'objectif principal de ce travail était d'évaluer les effets d'un traitement de nitruration plasma sur les propriétés en fatigue d'un 316L. Il est apparu nécessaire dans un premier temps d'étudier les modifications induites par ce traitement sur la microstructure du 316L, et cela dans le but d'expliquer les évolutions relevées par la suite d'un point de vue mécanique. L'ensemble des observations effectuées a permis de mettre en évidence deux points cruciaux dans la compréhension des modifications observées de la microstructure. Le premier point indique que l'orientation cristallographique est le paramètre, pour des conditions de traitement données, qui régit l'ensemble des évolutions observées. L'échelle d'étude pertinente et centrale devient alors celle du grain métallurgique. Le second point propose un scénario décrivant l'enchaînement des modifications induites par le traitement qui s'appuie sur l'analyse des résultats établis pour une large gamme de temps de traitement. La Figure 190 récapitule schématiquement les évolutions en fonction du temps de traitement de différents paramètres : la concentration en azote en surface, le paramètre de maille, les rotations cristallographiques, la plasticité et l'endommagement de surface. L'évolution du paramètre de maille  $y$  est représentée par celle du paramètre effectif  $a_{200}$  (II.B.3.4). L'évolution des rotations cristallographiques quant à elle est représentée à l'aide de la composante de texture  $T_c^{<111>}$  (II.B.5).

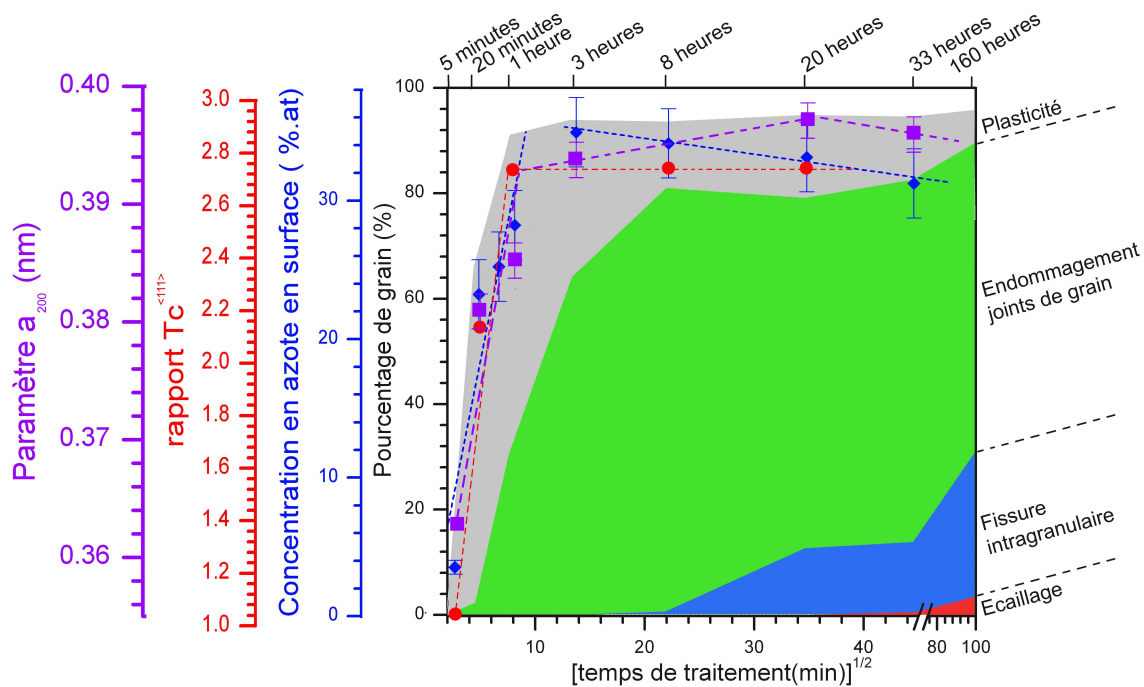


Figure 190: évolution du paramètre de maille (courbe/échelle violette), des rotations (courbe/échelle rouge), des concentrations en azote en surface (courbe/échelle bleu), de la plasticité et de l'endommagement (échelle noire) en fonction du temps de traitement.

Il apparaît clairement que les évolutions de la concentration, du paramètre de maille de la phase  $\gamma_N$ , des rotations cristallographiques et de la plasticité de surface sont similaires. Physiquement, l'insertion d'azote dans la maille  $\gamma$  en fonction de ce temps de traitement se traduit directement par l'augmentation de la concentration qui induit l'expansion de la maille et donc l'augmentation du paramètre de maille. Afin d'accommoder cette expansion, différents processus se mettent en place simultanément. Une conséquence directe est le gonflement (déformation suivant la normale à la surface) des grains dans la couche traitée, ce gonflement pouvant atteindre 25%. Mais la déformation de la couche est également accommodée par de la plasticité, qui se manifeste à la fois par des rotations cristallographiques et par des traces de glissement en surface. Ces processus étant intimement liés, il est assez logique que leur évolution soit directement associée à celle de la concentration en surface. Lorsque celle-ci est arrivée à saturation, le paramètre de maille mesuré en surface n'évolue plus ainsi que les rotations cristallographiques et la plasticité.

On pourrait cependant s'attendre après saturation en azote de la surface à observer une évolution de la plasticité, et plus précisément de l'activité des bandes de glissement en surface lorsque le temps de traitement augmente. En effet si la « déformation totale » dans les couches de surface n'évolue plus, le processus de nitruration continue à progresser en profondeur favorisant les processus de plasticité au voisinage du substrat. Cependant l'apparition de microfissures au sein de la couche favorise le déchargement mécanique de surface à l'échelle du grain, limitant ainsi l'activité des bandes de glissement au sein de ces couches.

Les rotations cristallographiques, qui sont également un facteur traduisant la plasticité due à la nitruration, n'ont aucune raison quant à elle d'évoluer après saturation de la concentration en surface. Elles dépendent en effet essentiellement de la déformation homogène de la couche nitrurée, résultant à l'échelle microscopique de l'insertion d'azote. Une question se pose cependant : Le phénomène de rotation cristallographique qui est très homogène à l'échelle du grain est-il couplé ou non au processus de plasticité qui conduit à la formation de bandes de glissement ? En d'autres termes les rotations cristallographiques trouveraient leur origine dans l'insertion de l'azote, processus homogène à l'échelle du grain, et la formation de bandes de glissement résulterait du chargement mécanique dû à la dilatation que l'on assimile à une traction uniaxiale suivant la normale à la surface. Ce scénario est en accord avec l'observation d'un seul système de glissement pour les bandes (traction) alors que les rotations importantes nécessitent d'envisager la participation de plusieurs systèmes selon l'approche de Taylor.

Des analyses des structures de déformations à l'échelle des dislocations (MET) seraient nécessaires pour aller plus loin dans ce type d'analyse et notamment permettre de conclure sur le couplage ou non de ces effets.

Mieux comprendre ces processus permettrait également de préciser les processus de diffusion de l'azote en profondeur qui doivent plus ou moins être affectés par les rotations, la formation des bandes de glissement ou encore l'état de contrainte résiduel... Restent en effet à expliquer l'évolution particulière des concentrations en surface suivant l'orientation cristallographique et le temps de traitement, mais également les évolutions du paramètre de maille de la phase  $\gamma_N$  évalué en DRX.

Mettre en évidence les différents effets induits par la nitruration sur l'évolution de la microstructure du 316L a permis de mieux appréhender le comportement mécanique du 316L traité. La plasticité importante de la surface ainsi que les contraintes résiduelles de compression ont pour conséquence de durcir la surface, et de la rendre également « fragile ». La couche nitrurée apparaît alors comme un matériau à part entière, adhérent au substrat à l'image de dépôts ou de revêtements. Cela a pu être confirmé notamment par le développement des essais de déformation in situ sous MEB. En ce qui concerne la fatigue, une amélioration considérable des durées de vie a été obtenue sous certaines conditions. Le lien a été fait avec les contraintes résiduelles de compression. Plus ces contraintes sont élevées, plus les durées de vie obtenues sont importantes. Une limitation est apparue lorsque l'endommagement initial dû à la nitruration est trop important (écaillage), annulant de ce fait les effets positifs des contraintes résiduelles. Un optimum est trouvé pour des temps de traitement de l'ordre de 3 heures, mettant à défaut l'idée de penser que « plus la couche est profonde, meilleurs sont les résultats ».

Des perspectives s'imposent par la suite afin de valoriser ce procédé de nitruration d'un point de vue industriel. Des tests devraient être réalisés sous des conditions de sollicitation plus adaptées à la description de « chargements réels » des pièces de structure. Plus précisément des tests d'endurance et de fatigue thermique devraient être menés. Les gains obtenus dans ce travail pour des conditions de fatigue oligocyclique sévères ( $\Delta\varepsilon_p/2$  jusqu'à  $2.10^{-3}$ ) laissent entrevoir des possibilités très intéressantes de ce point de vue. Des tests de fatigue à plus haute température (100-400°C) seraient également intéressants pour tester la stabilité des effets microstructuraux d'une part, et tester les interactions couches traitées-bandes de glissement au sein du substrat dans un domaine où les modes de glissement sont nettement plus planaires (structure en côtes de velour [128]).

Au-delà des propriétés mécaniques concernant la fatigue, il a été montré que la phase  $\gamma_N$  présente une anisotropie élastique inverse par rapport à celle du 316L non traité (essais de

nanoidentation). Cette propriété reste à expliquer. Elle pourrait avoir des fortes conséquences en ce qui concerne la modélisation du comportement mécanique des grains dans le cas des agrégats polycristallins pour lesquels toutes les orientations sont à considérer. Pour le lecteur qui voudrait encore en savoir plus, l'annexe C présente des résultats concernant cette anisotropie inverse. Une explication de certains points laissés en suspend aux chapitres II et III y est proposée fondée sur cette particularité.

Enfin, de façon déconnectée de tout le reste, ce type de couche nitrurée présente des propriétés magnétiques qui ont été étudiées par MFM. Des effets directement liés aux orientations cristallographiques des grains du substrat ont été mis en évidence. L'annexe B présente très succinctement quelques résultats.







## **ANNEXE A**

# **TECHNIQUES D'ESSAIS ET D'ANALYSE**



## IV.A Les techniques de caractérisation

### IV.A.1. De la cristallographie à la microstructure

Les aspects relatifs à la nature cristalline de l'acier 316L étudié seront au cœur de ce travail. A la fois parce que l'insertion d'azote par nitruration modifie le réseau cristallin initial du matériau, mais aussi parce que les processus de déformation plastique dépendent de l'orientation cristallographique locale. Les différentes techniques de diffraction (EBSD et DRX) qui ont été utilisées sont présentées dans cette partie. On verra qu'elles permettent d'accéder à diverses informations comme l'orientation cristallographique locale, la forme et la taille des grains, la texture cristallographique ou encore le paramètre de maille.

#### IV.A.1.1. Orientation et texture cristallographique

Quelques principes fondamentaux concernant notamment les modes de représentation des orientations cristallographiques sont détaillés dans cette partie. Ces informations s'adressent principalement au lecteur non spécialiste de la cristallographie qui aura souvent à s'y référer pour la lecture des figures proposées dans les chapitre II et III.

##### IV.A.1.1.1. Angles d'Euler et matrice rotation

L'orientation cristallographique locale se définit par la relation entre les axes principaux du cristal  $\mathbf{e}_i^c$  et les axes principaux de l'échantillon  $\mathbf{e}_i^s$ . Pour les études concernant les matériaux de structure, il est usuel de choisir les axes  $\mathbf{e}_i^s$  en fonctions de s directions macroscopiques relatives à leur mode d'élaboration. Ainsi pour les tôles laminées de 316L, on prendra en compte la direction de laminage (RD : Rolling Direction), la direction transverse (TD : Transverse Direction) et la direction normale à la surface (ND : Normal Direction). Ces différentes bases sont représentées sur la Figure 191.

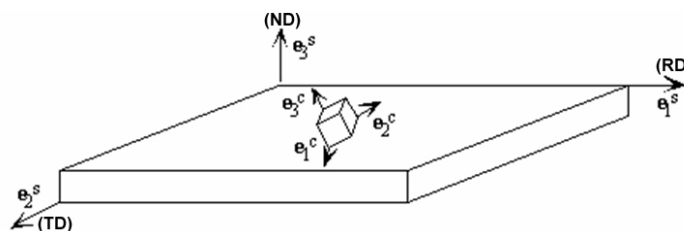


Figure 191: Présentation des axes cristallins par rapport aux axes associés à l'échantillon.

Trois rotations successives autour des axes principaux de l'échantillon font coïncider les deux systèmes d'axes. Ces rotations correspondent aux angles d'Euler  $(\phi_1, \Phi, \phi_2)$  utilisés pour décrire une orientation cristallographique. Dans le cas de la convention de Bunge [143] utilisée dans cette étude (Figure 192), une rotation  $\phi_1$  autour de l'axe  $\mathbf{e}_3^s$ , suivie par une 2<sup>e</sup> rotation  $\Phi$  autour de l'axe  $\mathbf{e}_1^s$  et une 3<sup>e</sup> rotation  $\phi_2$  autour de l'axe  $\mathbf{e}_3^s$  fait coïncider les deux systèmes.

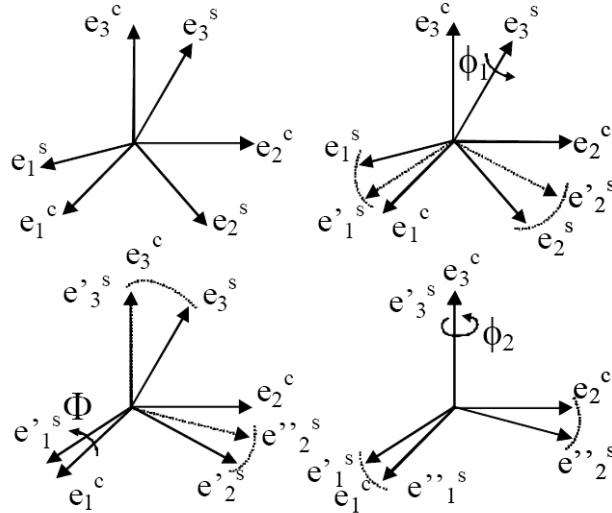


Figure 192: Angle d'Euler  $(\phi_1, \Phi, \phi_2)$  selon la convention de Bunge.  $(\mathbf{e}_1^c, \mathbf{e}_2^c, \mathbf{e}_3^c)$  axes du cristal et  $(\mathbf{e}_1^s, \mathbf{e}_2^s, \mathbf{e}_3^s)$  axes de l'échantillon.

Ce changement de base est décrit par une matrice de rotation  $G$  :

$$G = \begin{pmatrix} g_{11} & g_{12} & g_{13} \\ g_{21} & g_{22} & g_{23} \\ g_{31} & g_{32} & g_{33} \end{pmatrix}$$

$$= \begin{pmatrix} \cos \phi_1 \cos \phi_2 - \sin \phi_1 \sin \phi_2 \cos \Phi & \sin \phi_1 \cos \phi_2 + \cos \phi_1 \sin \phi_2 \cos \Phi & \sin \phi_2 \sin \Phi \\ -\cos \phi_1 \sin \phi_2 - \sin \phi_1 \cos \phi_2 \cos \Phi & -\sin \phi_1 \sin \phi_2 + \cos \phi_1 \cos \phi_2 \cos \Phi & \cos \phi_2 \sin \Phi \\ \sin \phi_1 \sin \Phi & -\cos \phi_1 \sin \Phi & \cos \Phi \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \mathbf{e}_1^c \\ \mathbf{e}_2^c \\ \mathbf{e}_3^c \end{pmatrix}$$

Les angles d'Euler et/ou la matrice  $G$  sont deux outils qui permettent une description complète de l'orientation cristallographique d'un cristal par rapport à la base associée à l'échantillon. Cependant ces outils ne permettent pas de visualiser facilement un ensemble d'orientations. On utilise alors plus généralement les modes classiques de représentation des textures cristallographiques comme les figures de pôles et les figures de pôles inverses.

#### IV.A.1.1.2. Figures de pôles

Les figures de pôles (PF) sont des graphiques en deux dimensions qui permettent de visualiser l'orientation cristallographique associée à une série de points de mesure. Pour chaque point on y reporte l'ensemble des pôles correspondants à une famille de plans  $\{hkl\}$  donnée suivant les directions de référence de l'échantillon (TD, RD et ND). Cette représentation se fait par projection stéréographique à partir de la sphère d'Ewald, construite autour d'un repère orthonormé (TD, RD et ND) (Figure 193). Dans cette étude, on considérera le plus souvent le plan de projection (TD, RD) avec pour normale ND. Dans ce type de construction, une direction **OP** représentant la normale à une famille de plans  $\{hkl\}$  se projette dans le plan (TD, RD) sur le point P (Figure 193). Cette direction **OP** peut être définie entièrement par deux angles : l'azimut  $\phi$  et l'inclinaison  $\rho$ . Pour chaque famille de plans  $\{hkl\}$ , différentes directions normales à ces plans sont projetées. A titre d'exemple, la Figure 194 présente pour une structure cubique à faces centrées (cfc) les figures de pôles pour les plans cristallins  $\{001\}$  et  $\{101\}$ . La famille de plans  $\{001\}$ , correspond à 6 directions normales différentes ( $[100]$ ,  $[-100]$ ,  $[010]$ ,  $[0-10]$ ,  $[001]$  et  $[00-1]$ ) et donc à 6 points représentatifs de cette famille sur la figure de pôles. Généralement on ne représente que les trois directions se projetant sur l'hémisphère nord de la sphère d'Ewald. Sur une figure de pôles  $\{001\}$ , un grain sera donc représenté par 3 points. Le même grain sera représenté par 6 points sur la figure de pôles  $\{110\}$  (Figure 194). Ce mode de représentation est notamment adopté pour caractériser les textures dans les matériaux polycristallins.

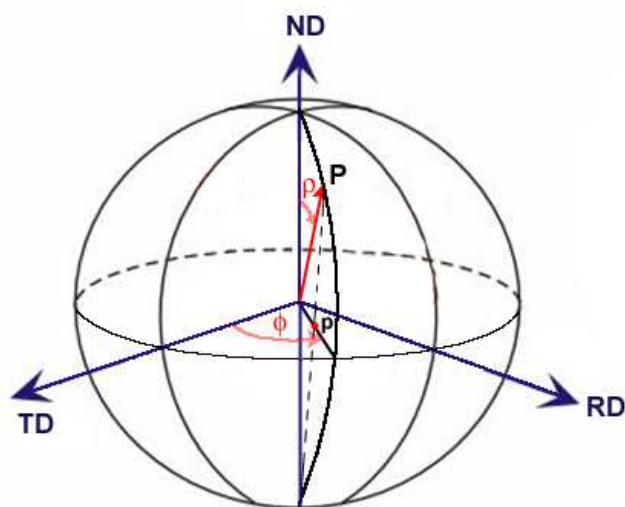


Figure 193: Représentation de la projection stéréographique d'un pôle dans le plan (RD,TD) (échantillon positionné en O).

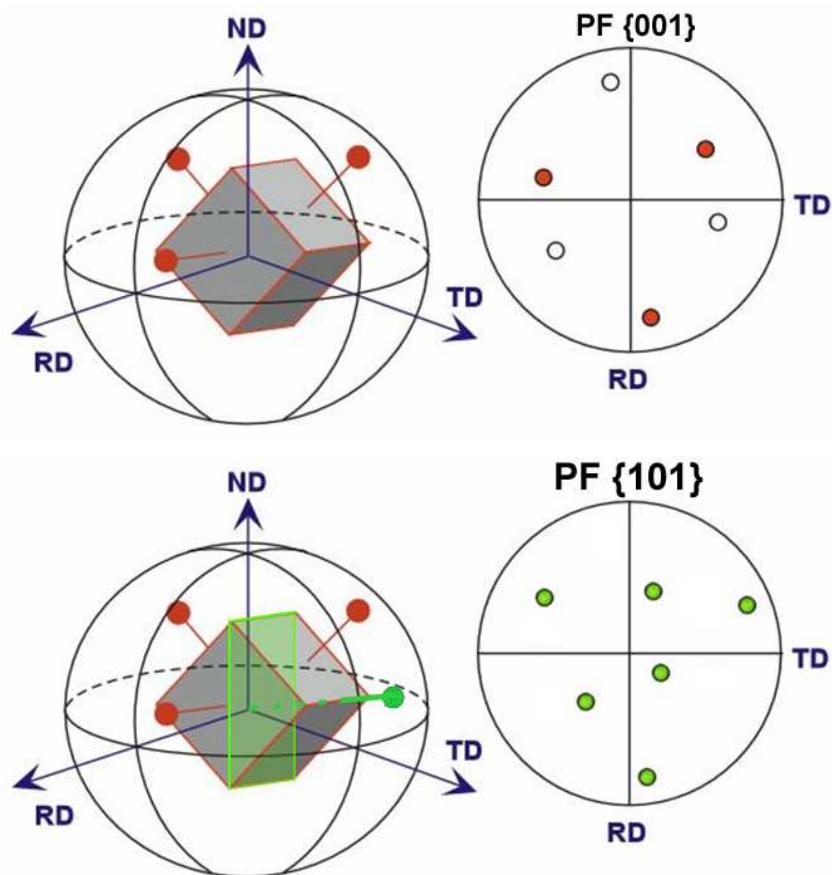


Figure 194: Exemples de projections stéréographiques de pôles : (a) figure de pôles {001} et (b) figure de pôles {101} pour une structure cfc. Les cercles pleins représentent la projection des pôles de la partie supérieure de la sphère d'Ewald. Par simplification un seul plan de la famille {101} est représenté.

#### IV.A.1.1.3. Figures de pôles inverses

Pour représenter l'orientation cristallographique d'un grain suivant une direction particulière comme l'axe de sollicitation, la figure de pôles inverse (IPF) apparaît comme l'outil le plus direct. Elle consiste à projeter une direction **OP** particulière sur les axes cristallins  $\mathbf{e}_i^C$ , ce qui permet d'identifier à quelle direction cristallographique [pqr] correspond **OP**. Le terme « inverse » vient du fait que la projection stéréographique s'effectue par rapport au repère cristallin et non par rapport au repère de l'échantillon comme pour les figures de pôles.

La figure de pôles inverse est également obtenue par projection stéréographique. Dans ce cas, la sphère d'Ewald est construite avec pour base les axes cristallins  $\mathbf{e}_i^C$ . P est alors le point de la sphère tel que **OP** représente la direction macroscopique d'intérêt. Cette direction est également repérée dans la sphère d'Ewald par les deux angles  $\phi$  et  $\rho$ . La Figure 195 illustre la projection d'une direction particulière sur le plan  $(\mathbf{e}_1^C, \mathbf{e}_2^C)$ .

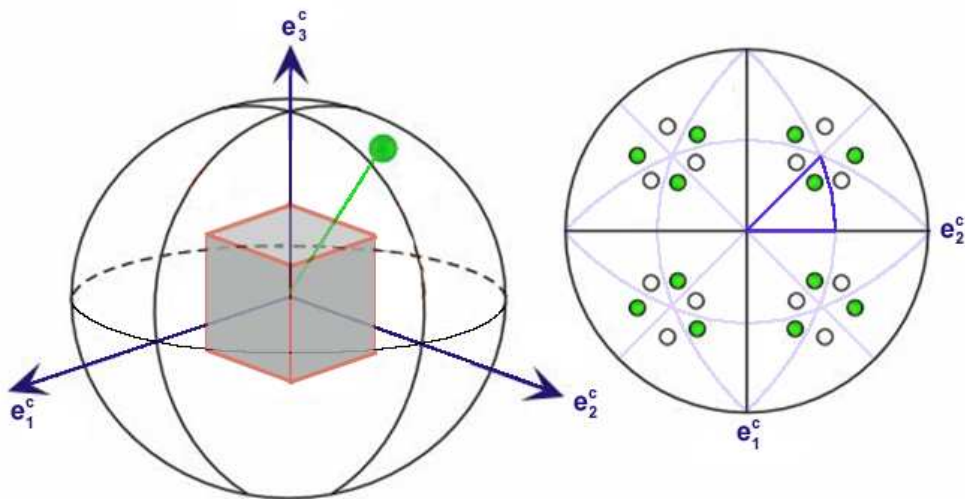


Figure 195: exemple de projection stéréographique de direction pour une structure cfc : figure de pôles inverse

Du fait de la symétrie des structures cristallines, une direction géométrique **OP** peut correspondre à plusieurs projections stéréographiques (Figure 195.b). Dans le cas d'une structure cfc, il existe 24 projections équivalentes pour une direction **OP** donnée. Il en résulte 24 points représentatifs que l'on réduit à 12 si l'on ne considère que l'hémisphère supérieure de la sphère d'Ewald (Figure 195). Il est cependant toujours possible de décrire l'ensemble de ces projections par rapport à la structure cfc par un seul point dans une figure de pôles inverse réduite communément appelée triangle standard (Figure 197). C'est cette IPF réduite que nous utiliserons le plus souvent dans cette étude : la direction normale à la surface d'un grain ou l'axe de sollicitation mécanique y sera représenté.

Il faut remarquer que l'utilisation de cette représentation entraîne la perte d'une partie de l'information sur l'orientation cristallographique. En effet une rotation de la structure cristallographique suivant la direction de l'IPF changeant son orientation cristallographique sans modifier sa position sur la figure de pôles inverses ND. On parle alors d'orientation cristallographique suivant une direction, celle considérée dans la figure de pôle inverse. A titre d'exemple, deux orientations cristallographiques différentes sont décrites par un même point dans le triangle standard de la figure de pôles inverse sur la Figure 196. Malgré cela il est possible de complètement décrire une orientation cristallographique en considérant des figures de pôles inverses suivant différentes directions. Pour une structure cfc deux directions suffisent et on considère généralement les directions ND et RD.



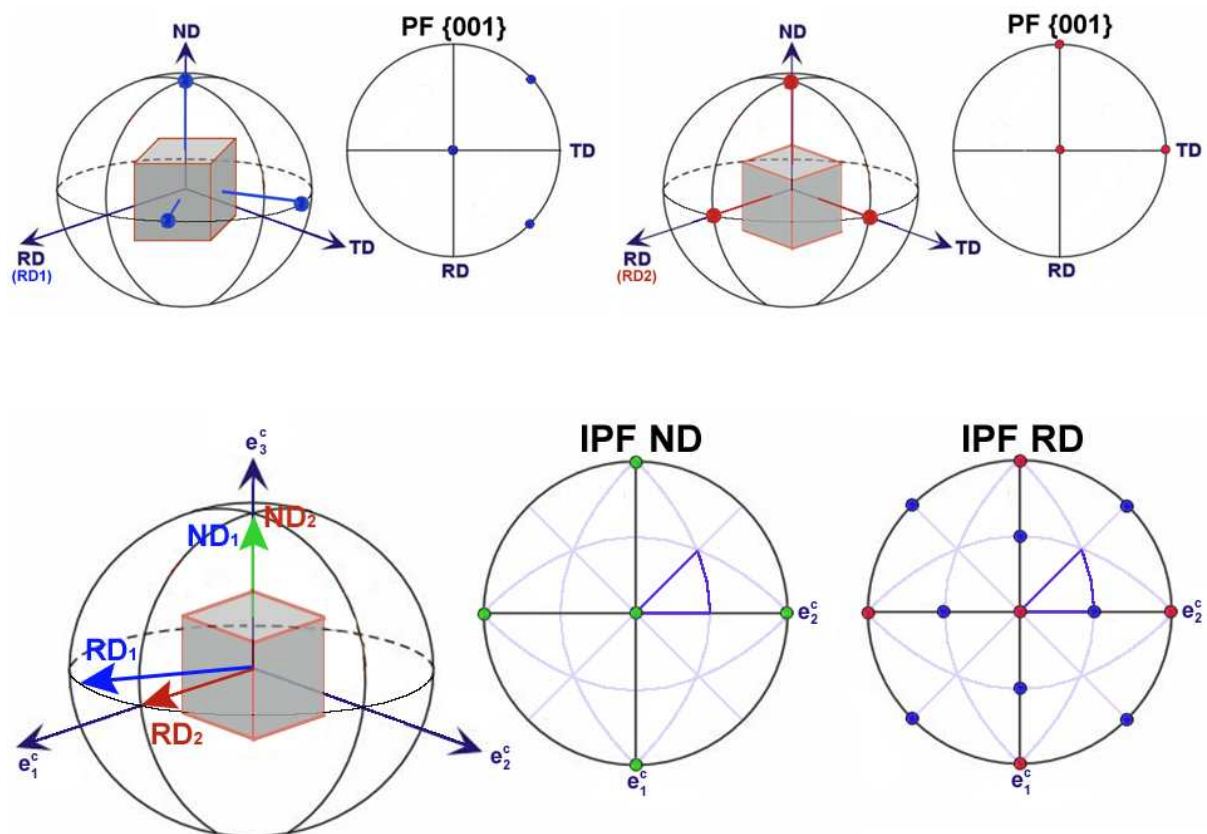


Figure 196: Exemple de représentation de deux orientations cristallographiques par les figures de pôles et figures de pôles inverses ND et RD. La figure de pôles inverse ND seule ne permet pas de différencier les deux orientations cristallographiques.

La représentation de l'orientation cristallographique par rapport à la direction ND sur le triangle standard ND permet de visualiser aisément la structure cristalline en surface de l'échantillon. En effet, cela revient à donner la direction cristallographique du grain qui est alignée avec la normale à la surface. Pour une structure cubique, cette direction donne directement la nature des plans parallèles à la surface.

Un point représentatif sur le triangle standard peut être représenté par deux angles qui sont en relation directe avec les angles d'Euler. Le « coin »  $\langle 001 \rangle$  du triangle standard représentant la projection de la direction ND et donc toutes les orientations du type  $(\phi_1, 0, 0)$ . Une rotation de l'angle d'Euler  $\Phi$  induisant une rotation de la direction ND suivant  $e_1^c$  implique donc une translation suivant l'axe horizontal du point représentatif de la direction ND. Une rotation de l'angle d'Euler  $\phi_2$  implique une rotation du point représentatif suivant une direction  $\langle 001 \rangle$  d'amplitude  $\phi_2$ . Ceci est présenté sur la Figure 197 par le codage du triangle standard avec les angles d'Euler.

Deux angles suffisent à repérer un point sur une IPF comme le montre la Figure 197. On peut montrer qu'ils correspondent aux angles d'Euler  $\Phi$  et  $\phi_2$  précédemment définis. Sur ce type de figure, dans le cas des matériaux cubiques,  $\Phi$  et  $\phi_2$  varient de respectivement de  $0^\circ$  à  $54,7^\circ$  et de  $0^\circ$  à  $45^\circ$ .

Remarque : toute projection d'une direction géométrique sur l'IPF (Figure 195) peut être associée à un unique point de l'IPF réduite (Figure 197).

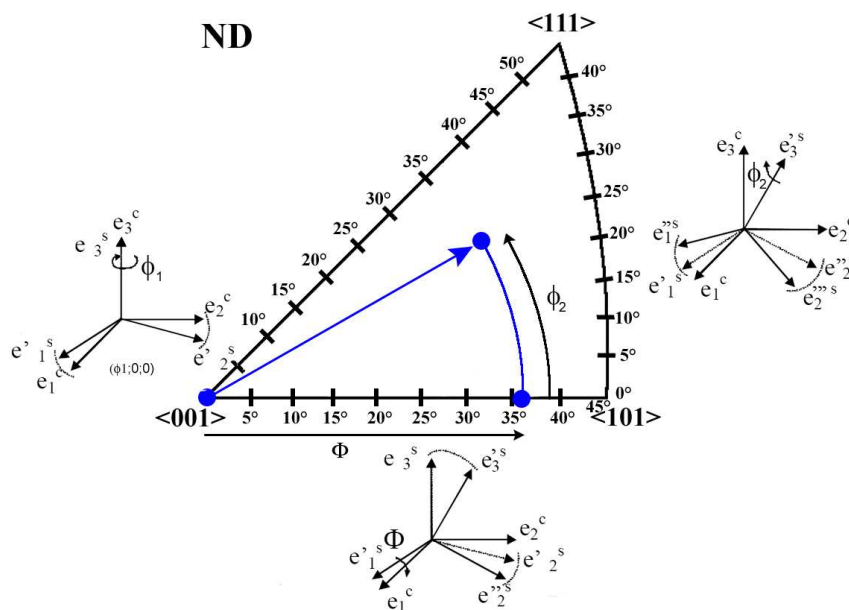


Figure 197: Codage du triangle standard ND avec les angles d'Euler.

La perte d'information sur l'orientation cristallographique lorsque l'on utilise la figure de pôles inverse ND se traduit sur les angles d'Euler par la perte de l'angle  $\phi_1$ . Les angles codants le triangle standard varient dans des domaines réduits comparés à ceux des angles d'Euler, cela s'explique par les symétries de la structure cfc. Chaque couple d'Euler  $(\Phi, \phi_2)$  peut être ramené par « symétrie » dans le domaine d'angle de la figure de pôle inverse.

Deux autres variables permettant de décrire l'influence de l'orientation cristallographique ont généralement été utilisées dans le manuscrit :

- $\theta_{\langle 001 \rangle}$  défini comme l'angle minimal entre la direction  $\langle 001 \rangle$  dans le cristal et la direction normale à la surface. Il varie de  $0^\circ$  à  $54,7^\circ$ . Cet angle n'est autre que l'angle d'Euler  $\Phi$  dans la figure de pôle inverse ND (Figure 197).

- le facteur d'orientation  $A_{hkl}$  défini pour une orientation de type  $\langle hkl \rangle$  par:

$$A_{hkl} = \frac{h^2 l^2 + k^2 l^2 + h^2 k^2}{(h^2 + k^2 + l^2)^2} \quad \text{Eq. 61}$$

De façon similaire à l'angle  $\theta_{\langle 001 \rangle}$ , il indique la désorientation entre une direction  $\langle 001 \rangle$  pour laquelle il vaut zéro et la direction de l'orientation considérée. Il est donc maximum et vaut 1/3 pour les orientations de type  $\langle 111 \rangle$ .

Dans la suite du manuscrit, un certain nombre de grandeur seront représentées sur l'IPF réduite. Sur le plan numérique des projections se feront sur une grille de points définie par pas de  $0,5^\circ$ .

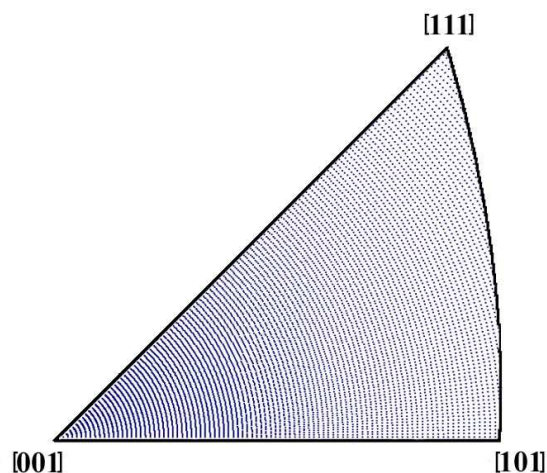


Figure 198: Codage de la figure de pôles inverse réduite.

#### IV.A.1.1.4. Cartographie d'orientation

La technique EBSD (Electron Back Scattering Diffraction) permet d'obtenir l'orientation cristallographique en différents points de la surface de l'échantillon étudié (Figure 199). Le balayage par le faisceau d'électrons du MEB suivant un maillage prédéfini, le plus souvent hexagonal, permet la construction de cartographies d'orientation. A chaque point de mesure correspond une orientation cristallographique qui est codé par une couleur spécifique. L'échelle de couleur est définie sur l'IPF réduite, présentée en insert sur la Figure 199 pour une structure cfc. Un point de couleur sur une cartographie indique donc l'orientation cristallographique dans une direction géométrique donnée. Deux cartographies codées suivant

des directions géométriques différentes sont nécessaires pour se représenter pleinement la configuration cristallographique locale. Dans cette étude on utilisera les deux directions ND et RD (Figure 199).

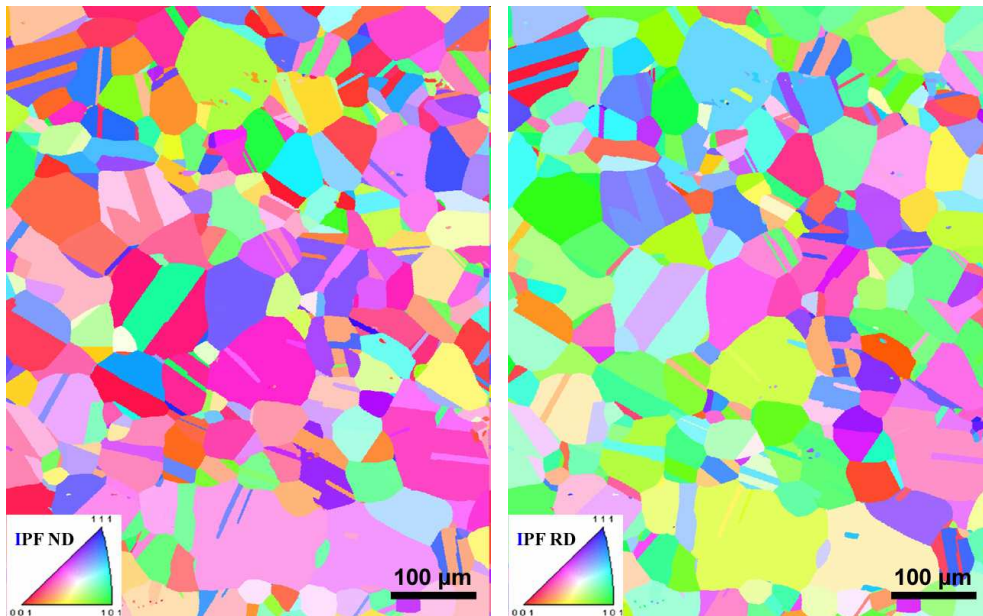


Figure 199: cartographies d'orientation suivant les directions ND et RD pour un acier 316L.

#### IV.A.1.1.5. Texture cristallographique

Un matériau polycristallin est texturé sur le plan cristallographique lorsque les grains qui le composent présentent statistiquement une ou plusieurs orientations préférentielles. Caractériser une texture consiste à quantifier la fraction volumique (diffraction des rayons X) ou la fraction surfacique  $dS/S$  (EBSD - profondeur intégrée très faible) en fonction de l'orientation. Ainsi la fraction de grains ayant une orientation cristallographique comprise entre  $\Omega$  et  $\Omega+d\Omega$  est donnée par la fonction de distribution des orientations (FDO)  $F(\Omega)$  définie en EBSD par  $dS/S = F(\Omega)d\Omega$ . Cette fonction qui décrit complètement la texture du polycristal possède les deux propriétés suivantes : i)  $F \equiv 1$  pour un échantillon sans texture (polycristal isotrope) et  $F(\Omega) > 1$  si  $\Omega$  est une orientation préférentielle. Cette fonction se calcule par différentes méthodes numériques. Dans cette étude la FDO a été calculée par l'usage de fonctions harmoniques (30).

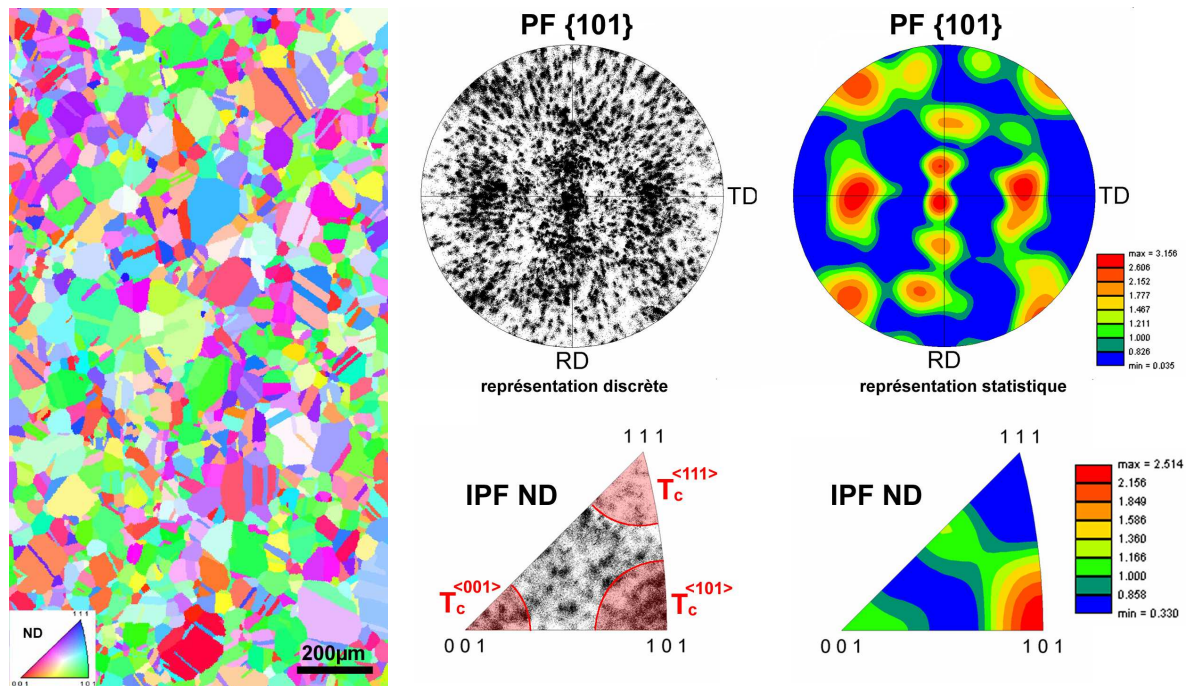


Figure 200: cartographie d'orientation d'un acier 316L, et représentation discrète et statistique des orientations cristallographiques associées.

Une autre manière plus simpliste de caractériser une texture consiste à évaluer la fraction surfacique de grains par domaine d'orientation (intervalle angulaire autour d'une direction donnée) et à visualiser les populations de grains correspondantes sur les cartographies. Dans ce travail, compte tenu des processus étudiés qui diffèrent selon les orientations des grains nous avons choisi trois composantes de texture particulières :  $T_C^{<111>}$ ,  $T_C^{<101>}$  et  $T_C^{<001>}$ . Celles-ci correspondent au pourcentage surfacique des grains présentant une orientation cristallographique suivant la direction proche des orientations nominales  $\langle 111 \rangle$ ,  $\langle 101 \rangle$  et  $\langle 001 \rangle$ , à un angle  $\beta$  près.

#### IV.A.1.2. La technique EBSD

La technique EBSD s'avère être un outil particulièrement bien adapté à la détermination de l'orientation cristalline de grains au sein de matériaux polycristallins. Associée au microscope électronique à balayage (MEB) et basée sur la reconnaissance des lignes de Kikuchi[144], elle permet d'acquérir des cartographies d'orientation cristalline étendue (jusqu'à quelques cm<sup>2</sup>), avec une très bonne résolution spatiale (jusqu'à 10 à 20 nm) et une précision de l'ordre de 1° dans des conditions optimales d'utilisation.

Le principe de base d'obtention des lignes de Kikuchi est le même pour la microscopie à transmission et à balayage par rétrodiffusion. Pour simplifier l'explication du phénomène, les



schémas suivants correspondent à l'apparition des lignes en transmission. Schématiquement, une partie des interactions électrons-matière correspond à un phénomène de diffusion élastique qui se traduit par l'émission d'électrons rétrodiffusés. Ces électrons, que l'on peut recueillir à leur sortie de l'échantillon, répondent à la loi de Bragg sur les plans réflecteurs  $\{hkl\}$  :  $n\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta$ , où  $n$  est l'ordre de réflexion,  $\lambda$  la longueur d'onde associée à l'électron,  $d_{hkl}$  la distance inter-réticulaire des plans  $\{hkl\}$  et  $\theta$  l'angle de Bragg.

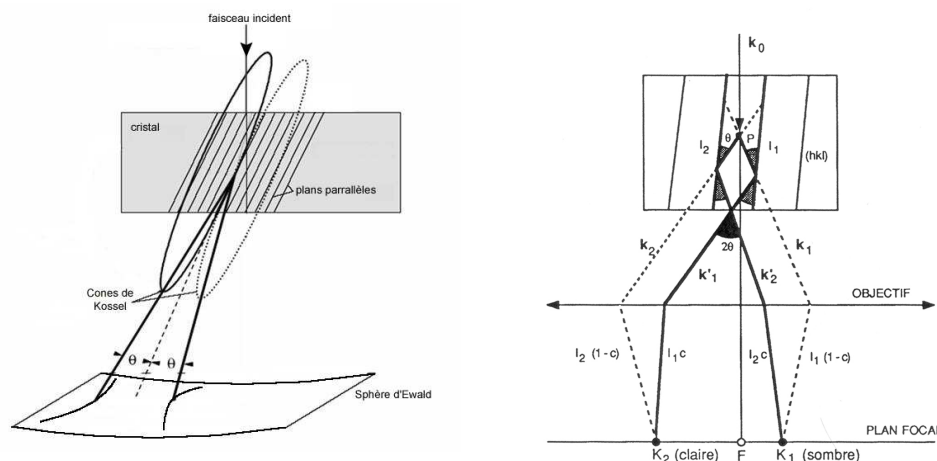


Figure 201: Origine des lignes de Kikuchi.

Il en résulte deux cônes de diffraction appelés les cônes de Kossel, dont l'intensité varie s'il s'agit du plan  $\{hkl\}$  ou du plan opposé. L'angle entre les deux cônes n'est autre que le double de l'angle de Bragg. Ces cônes de Kossel coupent la sphère d'Ewald en deux hyperboles. Les angles  $\theta$  étant très faibles, on obtient en réalité deux lignes quasi droites et parallèles d'intensités différentes : ce sont les lignes de Kikuchi. La diffraction par l'ensemble des plans réticulaires fournit un diagramme de diffraction qui peut être assimilé à la carte des relations angulaires entre les plans.

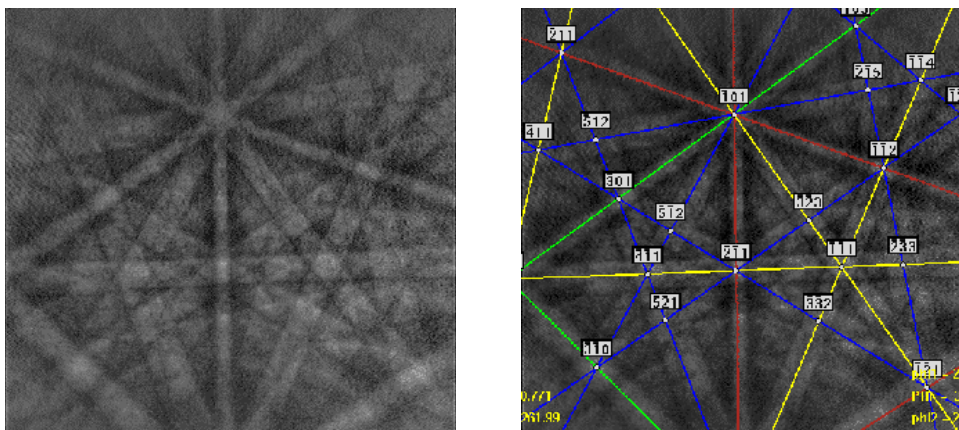


Figure 202: Indexation des ligne de kikuchi : obtention de l'orientation cristallographique.

Un exemple de diagramme obtenu sur un échantillon d'acier austénitique 316L est présenté sur la Figure 202. Chaque paire de lignes de Kikuchi correspond à une famille de plans du cristal et l'intersection entre deux lignes correspond à une direction cristallographique. A l'aide de plusieurs lignes, il est donc possible de déterminer complètement l'orientation cristallographique. La Figure 202 présente le résultat de l'indexation cristallographique pour cet exemple.

De manière générale, un tel diagramme renseigne également sur la symétrie du système cristallin (cubique ; hexagonal,...). De plus, l'angle entre les plans et les axes de zone sont spécifiques du système cristallin et des paramètres réticulaires du cristal. Ces caractéristiques sont en premier lieu utilisées pour identifier les phases en présence si elles ne sont pas connues au préalable, puis pour une phase donnée, chaque diagramme permet d'établir l'orientation tridimensionnelle de la zone étudiée. Cette zone concerne une épaisseur qui dépend fortement de l'énergie des électrons incidents. Avec le MEB JEOL-6100 à source conventionnelle (filament de tungstène) qui a été principalement utilisé au cours de l'étude, pour une tension d'accélération de 25 KV et un courant de sonde de 0.2-0.3 nA, le diamètre de la sonde sur l'échantillon est d'environ 40 nm. La profondeur sondée dans les aciers est de l'ordre de 50 nm.

Les diagrammes de Kikuchi sont recueillis sur un écran de phosphore à quelques mm de l'échantillon et l'image obtenue est observée par le biais d'une caméra très sensible. L'angle entre le faisceau d'électrons incident et la normale à l'échantillon doit être grand afin que l'émission d'électrons rétrodiffusés soit la plus intense possible pour obtenir un contraste suffisant sur l'écran. Il est généralement de l'ordre de 70°.

Les caméras utilisées aujourd'hui sont très sensibles mais aussi très rapides. L'équipement utilisé pour cette étude permet l'acquisition et l'indexation d'environ 30 diagrammes de diffraction par seconde. Ces diagrammes sont analysées en utilisant une méthode qui s'appuie sur la transformée de Hough [145]. La procédure complète résumée schématiquement sur la Figure 203 consiste alors à acquérir un diagramme de Kikuchi produit sous le faisceau d'électron incident en un point de l'échantillon, à transformer le diagramme de Kikuchi en diagramme de Hough puis à utiliser un traitement d'images pour repérer les maxima d'intensité. Ces maxima étant enregistrés, le calcul permet de remonter à l'orientation cristallographique locale. Il s'agit ensuite de répéter ces étapes par balayage d'une zone choisie au préalable. Une carte de points d'analyse espacés d'un pas défini par l'opérateur est programmée dans la zone de l'échantillon qui a été sélectionnée grâce au système d'imagerie,

puis l'acquisition est ordonnée. On obtient ainsi l'orientation cristallographique pour chacun des points (surface du spot) ainsi que d'autres paramètres comme le « facteur de qualité » qui reflète la qualité des diagrammes et qui peut être un indicateur de l'écroutissage local du matériau. Des cartographie d'orientation sont alors reconstruites.

Les actions de post-traitement permettent par la suite une analyse quantitative des données cristallographiques (textures, joints de grains, taille et forme des grains, relation de désorientation entre phases, ...).

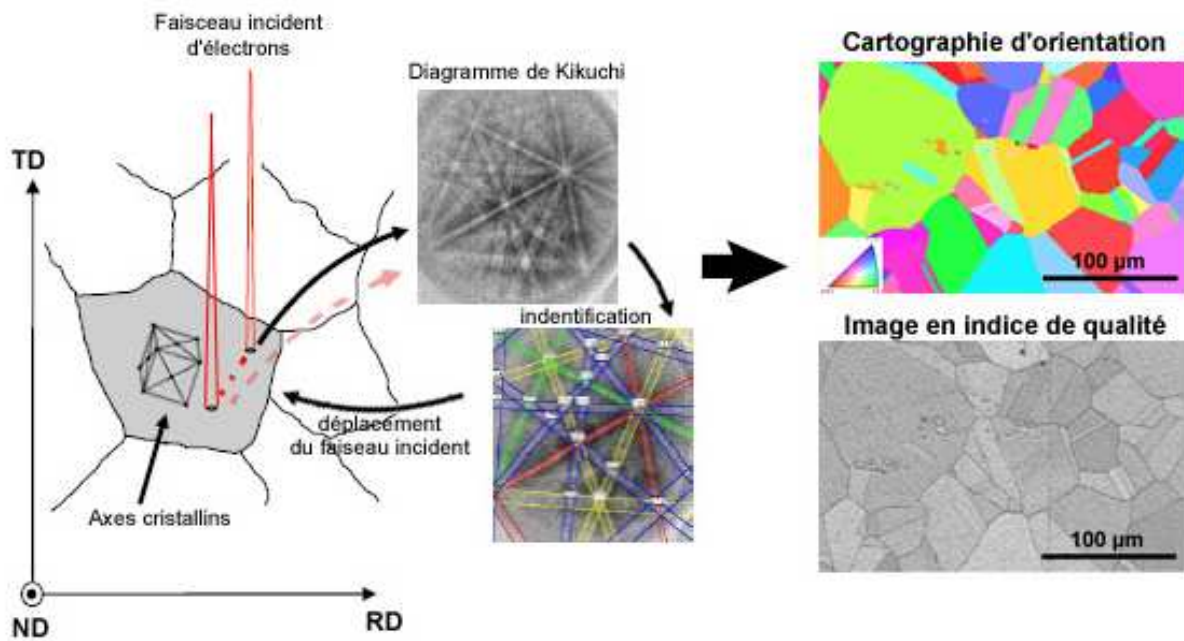


Figure 203: Schéma de l'indexation et de l'acquisition d'une carte EBSD d'orientation cristallographique.



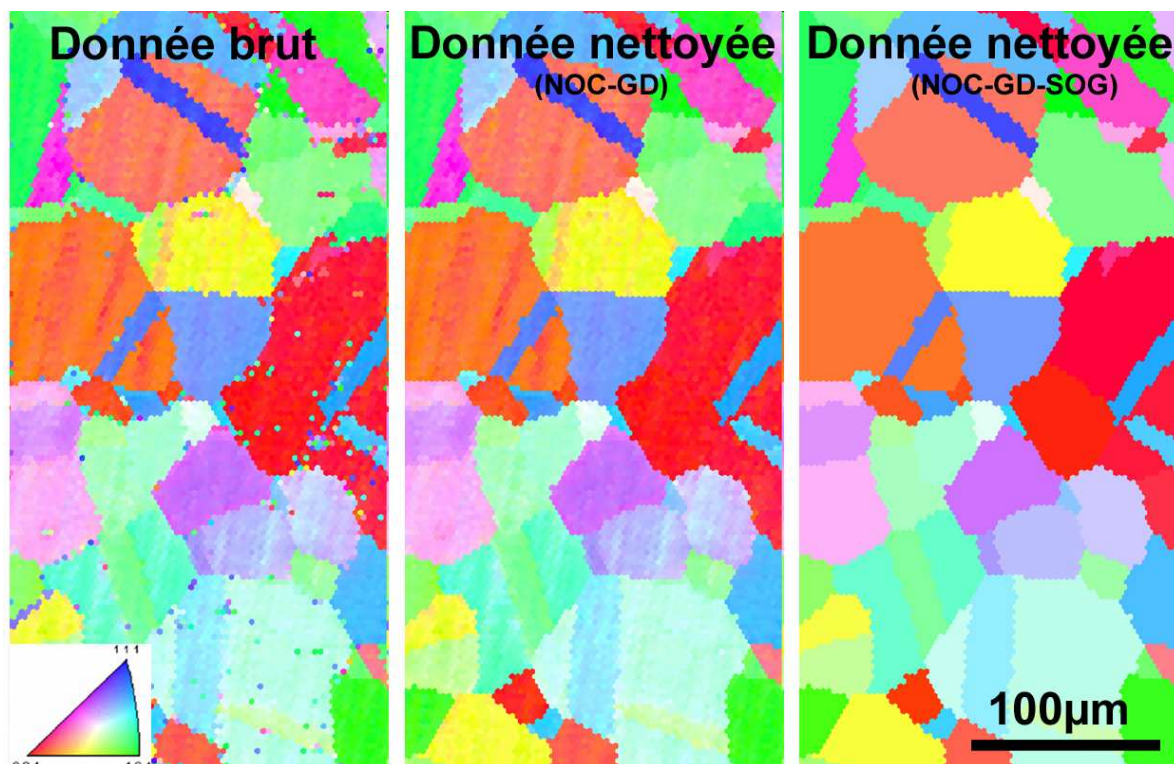
IV.A.1.2.1. Traitement des données

Figure 204: étape des traitements des données brutes issues des mesures EBSD.

Avant d'exploiter les données, il est souvent utile de les « nettoyer » afin d'exclure les points de mesure aberrants. Ces points peuvent être dus à une mauvaise qualité de diffraction conduisant à une fausse ou même à l'absence d'indexation. Cela peut résulter d'une contamination extérieure locale (poussière, de la qualité de préparation de la surface (rayure)) ou bien être intrinsèque au matériau : échantillons déformés (par traitement de nitruration ou essai mécanique), plasticité ou endommagement local trop important, ...

Différentes procédures de traitement numérique des données peuvent être utilisées pour éliminer une partie de ces points erronés. Elles consistent généralement à identifier les pixels pour lesquels l'indexation est douteuse (indice de qualité faible, indice de confiance de l'indexation faible, orientation très différente des pixels voisins, pixels isolés, ...) puis à leur associer des valeurs d'orientation calculées à partir des pixels voisins correctement indexés. Enfin il est possible d'exclure des grains ne regroupant qu'un très petit nombre de pixels de même orientation qui ne semblent absolument pas réalistes. Ces différentes procédures doivent être utilisées avec précautions pour ne pas perdre d'information ou créer des artefacts. Enfin un autre traitement appliqué aux cartographies d'orientation sert non pas à les

« nettoyer » mais à « lisser » les données acquises. Ce traitement nommé SOG (Single Orientation per Grain) dans le logiciel OIM consiste comme son nom l'indique à moyenner les différentes orientations dans un même grain afin d'attribuer une seule orientation à un grain. Cette procédure est particulièrement intéressante lorsqu'il s'agit d'externaliser les données d'orientation de chaque grain pour réaliser des calculs d'une autre nature en dehors du logiciel OIM. Des cartographies d'orientation obtenues après avoir appliqué un traitement de nettoyage (NOC-GD) puis un « lissage » (SOG) sont présentées sur la Figure 204.

#### IV.A.1.3. Diffraction des rayons X

Les diagrammes de diffraction enregistrés par diffraction des rayons X (DRX) permettent la caractérisation structurale des différentes phases en présence (structures cristallines et paramètres de maille). Ils informent également sur les textures cristallographiques.

Comme précédemment, les conditions de diffraction s'expriment sous la forme de la loi de Bragg :  $n\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta$ , où  $n$  est l'ordre de réflexion,  $\lambda$  la longueur d'onde associée au rayon X,  $d_{hkl}$  la distance interréticulaire des plans  $\{hkl\}$  et  $\theta$  l'angle de Bragg. L'obtention de l'intensité en fonction de l'angle de Bragg permet d'obtenir un diagramme caractéristique de la structure cristalline.

La caractérisation par DRX a été réalisée sur un diffractomètre D8-Discover (Bruker AXS). Toutes les mesures ont été effectuées à la température ambiante en utilisant une anticathode en cuivre. La longueur d'onde utilisée correspond à la raie  $K\alpha_1$  du cuivre ( $\lambda = 0.15406$  nm).

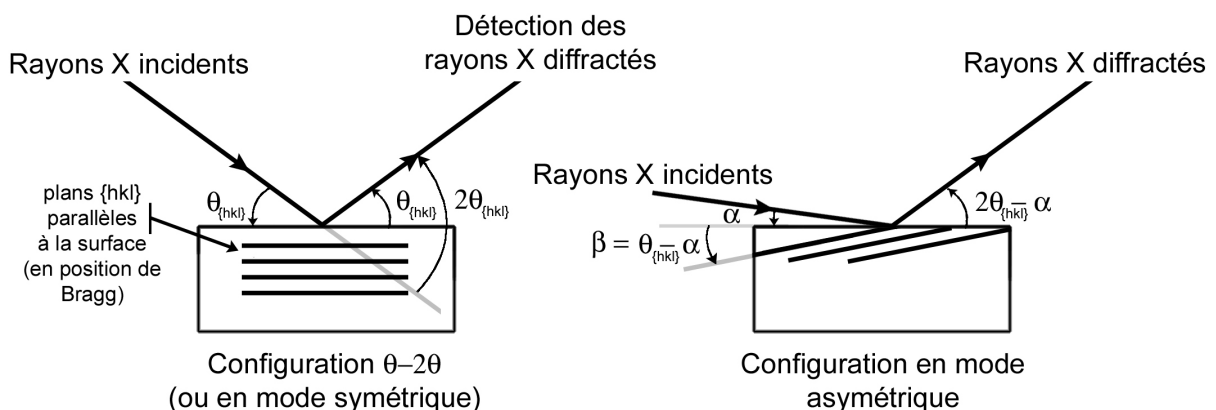


Figure 205: Géométrie des configurations choisies pour la diffraction des rayons X.

Deux géométries d'étude ont été utilisées: la configuration symétrique  $\theta$ - $2\theta$  classique (géométrie de Bragg-Brentano) permettant de sonder les plans parallèles à la surface et une géométrie asymétrique en incidence faible ( $\alpha$ ) qui permet d'effectuer la diffraction sur des plans cristallographiques qui ne sont pas parallèles à la surface et de sonder les couches atomiques plus superficielles (Figure 205).

Les plages explorées correspondent à un intervalle angulaire  $2\theta$  compris entre  $30^\circ$  et  $100^\circ$ , regroupant ainsi les pics de diffraction des familles de plans  $\{111\}$ ,  $\{200\}$ ,  $\{220\}$ ,  $\{113\}$  et  $\{222\}$ . Dans cette gamme d'angles, la configuration  $\theta$ - $2\theta$  permet de sonder dans un acier inoxydable une profondeur effective (déterminée à 1% de l'intensité incidente) de 4 à 8  $\mu\text{m}$  suivant l'angle d'incidence des rayons X. Dans la configuration asymétrique, pour un angle d'incidence  $\alpha$  de  $10^\circ$ , la pénétration des rayons X est de l'ordre de 3  $\mu\text{m}$ . La surface sondée par échantillon dans cette étude est de l'ordre de 40  $\text{mm}^2$ . Suivant la configuration de mesure, la résolution angulaire des diagrammes de diffraction est comprise entre  $0.1$  et  $0.2^\circ$ .

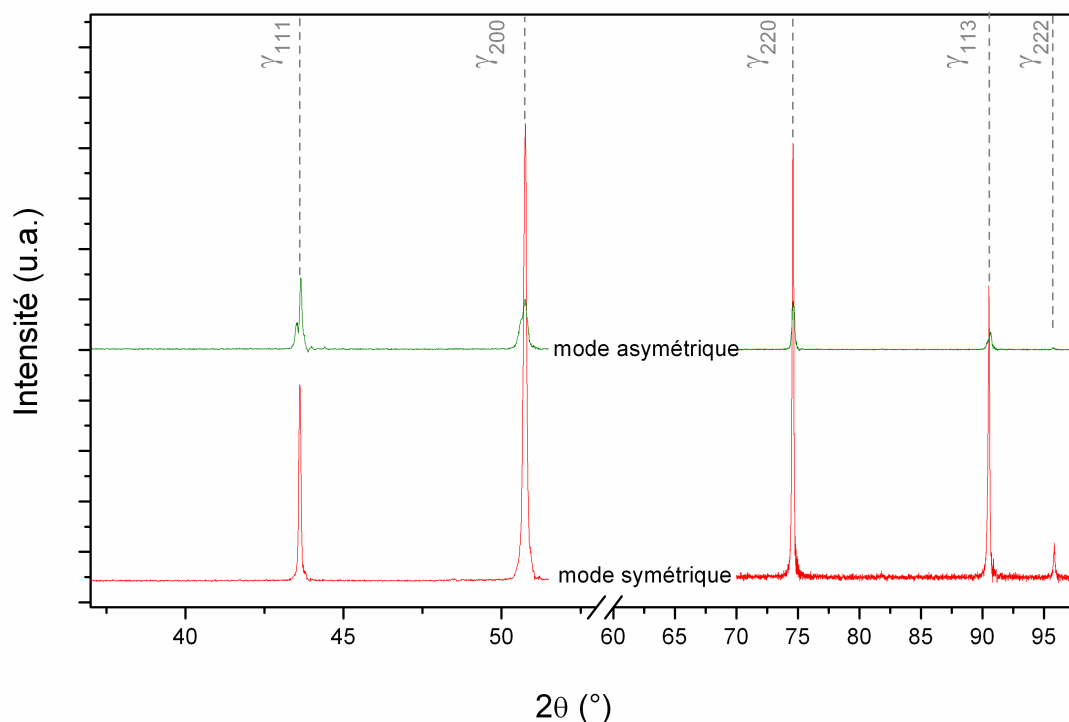


Figure 206: Diagrammes de DRX pour un échantillon d'acier 316L en configurations en mode symétrique et asymétrique ( $\alpha=10^\circ$ )

Deux diagrammes de DRX sont présentés à titre d'exemple sur la Figure 206 pour un échantillon d'acier 316L, pour les modes symétrique et asymétrique. Ce type de diffractogramme permet de mettre en évidence la structure cfc de l'acier et d'obtenir les

distances inter-réticulaires pour les différents plans diffractants à partir de la position des différents pics (angle  $\theta_{\{hkl\}}$  dans le Tableau 43).

La texture cristallographique de l'échantillon peut également être estimée à partir des diffractogrammes RX. Il y a en effet proportionnalité entre l'intensité intégrée des pics et le volume diffractant et donc au nombre de plans qui sont en position de Bragg. Cependant la détermination complète des figures de pôles par DRX nécessite des mesures spécifiques (rotation et translation de l'échantillon). Pour cette raison et du fait que nous pouvons préciser ces textures par EBSD, les expériences de DRX seront utilisées essentiellement pour caractériser les phases en présence et obtenir le paramètre de maille de la phase nitrurée en fonction des conditions de nitruration.

**Tableau 43 : angles caractéristiques pour les différentes réflexions en mode symétrique et asymétrique**

<b>Plan de réflexion</b>	<b>{111}</b>	<b>{002}</b>	<b>{220}</b>	<b>{113}</b>	<b>{222}</b>
<b><math>2\theta_{\{hkl\}}</math> (°)</b>	43,65	50,75	74,61	90,52	95,86
<b><math>\beta_{\{hkl\}} = \theta_{\{hkl\}} - \alpha</math> (°)</b>	11,825	15,375	27,305	35,26	37,93

Afin de comparer les résultats obtenus par DRX à ceux obtenus par la technique EBSD, nous avons étudié plus précisément les orientations qui correspondent aux pics DRX d'une structure cfc. En mode symétrique les plans  $\{hkl\}$  diffractants sont ceux des grains dont la cristallographie est  $\langle hkl \rangle$  suivant la normale à la surface. En mode asymétrique la relation entre les plans diffractants  $\{hkl\}$  et l'orientation des grains qui les contiennent n'est pas aussi simple. Comme ces plans font un angle  $\beta_{\{hkl\}}$  avec la surface de l'échantillon, la direction normale à la surface (ND) fait donc un angle  $\beta_{\{hkl\}}$  avec la direction normale  $\langle hkl \rangle$  aux plans considérés. Ainsi, sur une figure de pôles inverse, les orientations des grains qui contribuent à la diffraction appartiennent à une portion de couronnes circulaires (de largeur égale à la résolution angulaire du dispositif DRX) centrées en  $\langle hkl \rangle$  et de rayon  $\beta_{\{hkl\}}$  (Figure 207). Ce sont plus simplement de petites portions de cercle de rayon égale à la résolution angulaire pour la configuration symétrique. En d'autres termes la diffraction d'une famille de plans  $\{hkl\}$  ne diffracte pas pour les mêmes grains de la surface dans les deux modes.

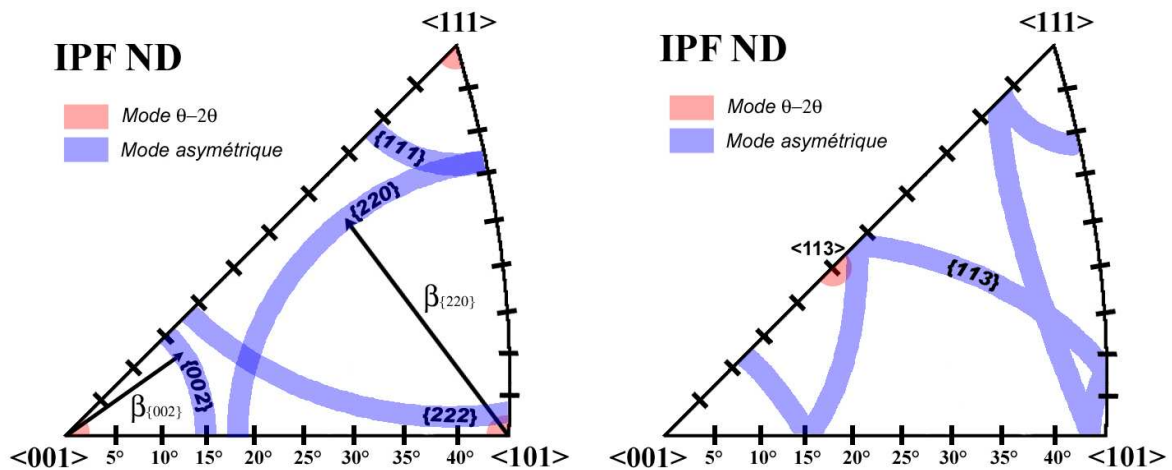


Figure 207: Contribution des orientations à la diffraction des rayons X en mode symétrique (zones roses) et asymétrique (zone bleues).

A noter qu'en mode asymétrique une orientation de la zone « bleutée » ne contribue pas systématiquement à la diffraction, ce mode de représentation (IPF) ne permettant pas une représentation complète de l'orientation. En effet, par rotation du cristal autour de la direction ND, les plans diffractants peuvent changer. La rotation de l'échantillon autour de sa normale permet la diffraction de l'ensemble des grains d'orientation « bleutée ».

## IV.A.2. Caractérisation topographique

### IV.A.2.1. Interférométrie en lumière blanche (WLI- White light Interferometer)

Cette technique permet d'accéder à la topographie de la surface d'un échantillon sans contact physique avec celle-ci.

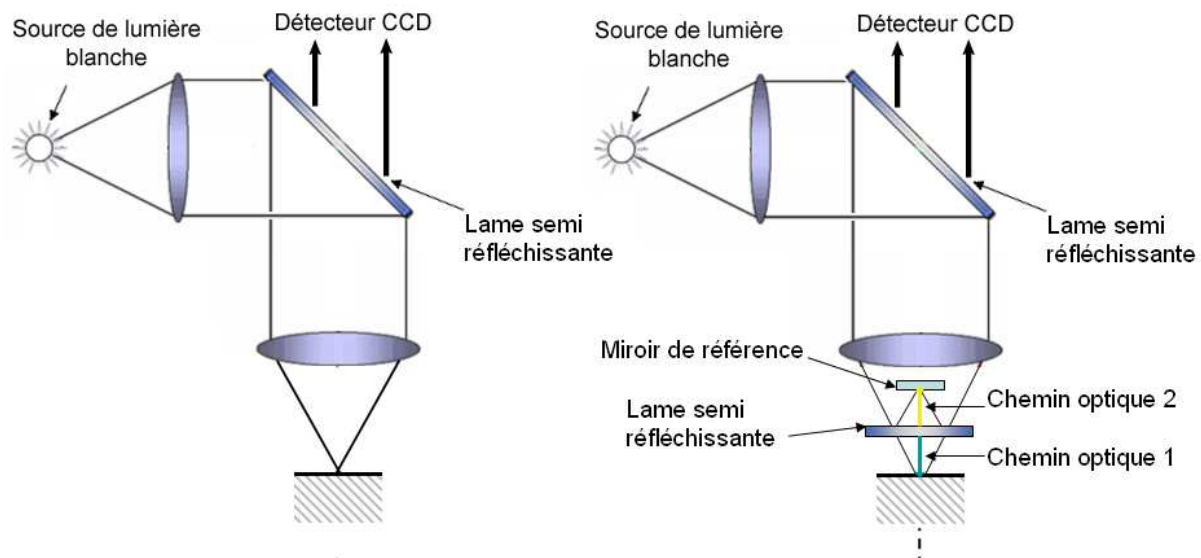


Figure 208: (a) microscopie en configuration classique (b) microscopie avec objectif de Mireau : principe de l'interférométrie en lumière blanche.

La microscopie optique en configuration classique (Figure 208.a) fournit des images de la surface d'un échantillon avec un grandissement et une résolution latérale dépendant de l'objectif utilisé et de la cellule CCD. Le contraste entre deux zones ponctuelles de l'image provient de la différence entre leurs réflectivités, qui dépend peu de la position axiale de ces zones. Des microscopes optiques plus élaborés [146][147] permettent cependant d'obtenir une information sur la position axiale par l'utilisation d'un objectif particulier comme l'objectif de Mireau (Figure 208.b), qui est une adaptation de l'interféromètre de Michelson. Après la 1<sup>e</sup> lame semi-réfléchissante, le faisceau lumineux incident est focalisé sur l'échantillon par l'objectif puis séparé en deux ondes par une autre lame semi-réfléchissante. Une des ondes se réfléchit sur l'échantillon (chemin 1) et l'autre sur le miroir de référence (chemin 2). Les deux ondes réfléchies interfèrent pour donner des franges d'interférence d'égale épaisseur superposées à l'image de la surface de l'échantillon. Un mouvement axial, contrôlé à l'aide d'une cale piézoélectrique, du bloc objectif, de la lame semi-réfléchissante et du miroir de référence par rapport à la surface de l'échantillon donne accès à une cartographie du relief de haute précision (résolution axiale de l'ordre de 0,1 nm). L'intensité en un point de la figure

d'interférence est maximale lorsqu'il y a égalité des chemins optiques, configuration qui peut servir de référence.

Nous avons utilisé l'interféromètre Talysurf CCI 3000 de Taylor Hobson, avec deux objectifs différents. L'objectif  $\times 50$  permet d'étudier les surfaces où existent de forts gradients de hauteur. L'aire étudiée est alors peu étendue ( $360 \times 360 \mu\text{m}^2$ ) et la résolution latérale est de  $0,36 \mu\text{m}$ . L'étude de surfaces plus étendues peut se faire par balayages de zones accolées avec l'objectif X50, ou en utilisant un objectif  $\times 5$  qui permet de cartographier directement une aire de  $3,6 \times 3,6 \text{ mm}^2$ . Dans ce cas, la résolution latérale est de  $3,6 \mu\text{m}$  et pour des gradients de hauteur trop élevés correspondants à une pente supérieure à  $3,5^\circ$ , le faisceau réfléchi sur l'échantillon sort du champ de l'objectif.

Les données sont traitées à l'aide du logiciel MountainsMap, de Digital Surf.

La Figure 209 propose un exemple d'images obtenues par WLI dans le cas du 316L nitruré. Une image MEB (électrons secondaires) et deux images WLI correspondantes à la même zone sont proposées ainsi qu'un profil de hauteur au niveau de bandes de glissement marquées donnant ainsi une idée plus précise de la nature des informations que l'on peut obtenir par WLI. qui permet de caractériser les bandes de glissement. Les zones violettes sur l'image codée en couleurs et sur la représentation 3D correspondent à des pixels non mesurés (NM) les gradients de hauteur en ces endroits étant trop importants.

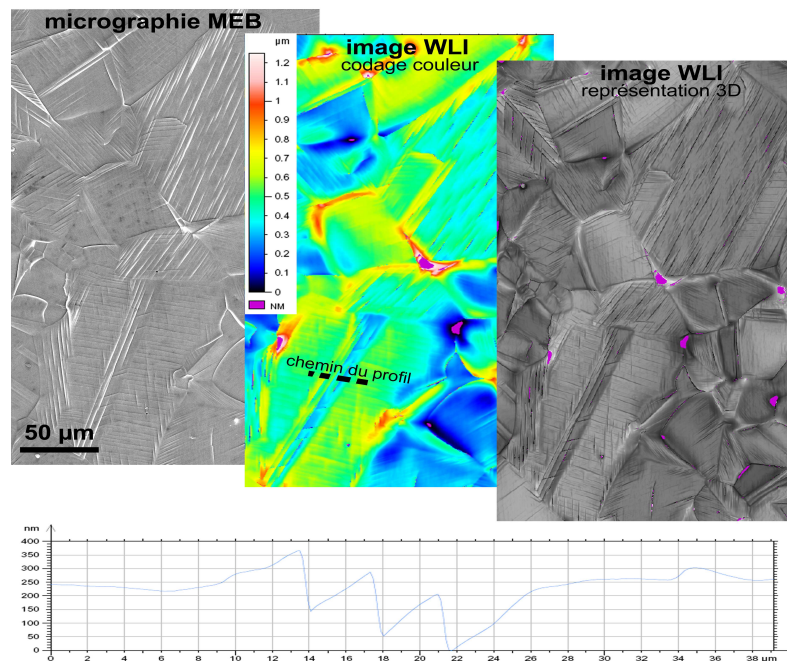


Figure 209: Micrographie et images WLI associées, profil de bandes de glissement obtenus sur un acier 316L nitruré avec un objectif X50.



#### IV.A.2.2. AFM/MFM

La microscopie à force atomique (AFM) et la microscopie à force magnétique (MFM) font partie du domaine de la microscopie à champ proche [148].

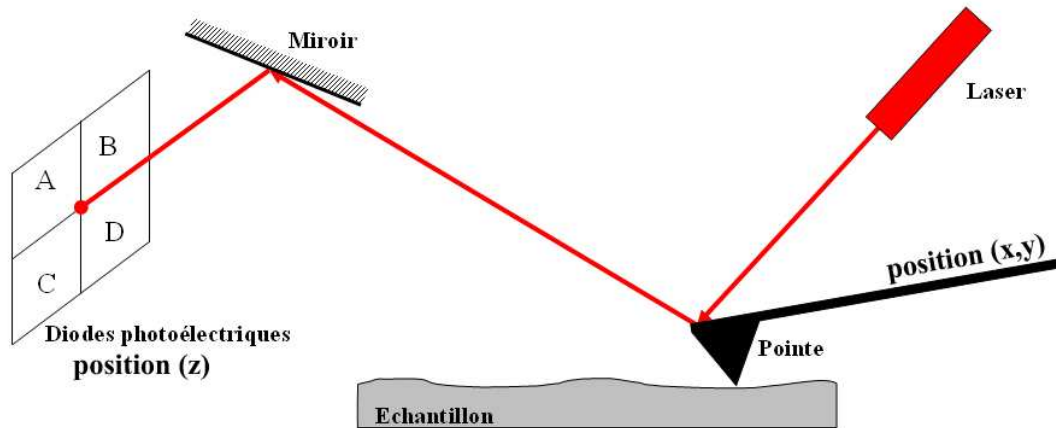


Figure 210: Principe de fonctionnement d'un microscope à force atomique.

Le principe du microscope à force atomique (AFM) est basé sur les forces d'interaction entre les atomes à la surface de l'échantillon et une pointe de rayon de courbure de quelques nanomètre ( $\sim 5$  nm) fixée à l'extrémité d'un bras de levier « cantilever ». Cette force est attractive à longue distance et répulsive lors du contact entre la pointe et la surface [149][150]. En déplaçant la pointe par rapport à la surface et en maintenant cette force d'interaction constante, on peut établir une image tridimensionnelle de la surface avec de très bonnes résolutions latérale (x,y) et verticale (z) [151]. C'est un tube piézoélectrique qui assure le balayage latéral de la surface et qui contrôle la position de la pointe par rapport à la surface de l'échantillon. Les variations de la force d'interaction sont déterminées par une mesure optique de la déflexion du cantilever à l'aide d'un faisceau laser pointé sur sa face supérieure. Le faisceau est réfléchi sur un miroir puis intercepté par des photodétecteurs enregistrant le signal. Une boucle d'asservissement maintient alors la force d'interaction pointe-surface constante à la valeur fixée par l'opérateur.

Différents modes de fonctionnement sont possibles selon le type d'appareillage. Parmi les plus utilisés, on trouve le mode contact et le mode « tapping » qui est utilisé dans cette étude AFM-MFM. Dans ce mode, le cantilever oscille à la surface de l'échantillon à une fréquence ( $\sim 300$  kHz) proche de sa fréquence de résonance. L'amplitude des oscillations de l'extrémité du bras de levier est suffisamment élevée pour permettre à la pointe de traverser la couche liquide en surface toujours présente lors d'une mesure conduite sous air. Ainsi, la pointe n'est en contact avec la surface que périodiquement, évitant ainsi les forces de friction. La

différence entre AFM et MFM réside dans la nature de la pointe. Une pointe « classique » permet d'obtenir la topographie de surface tandis qu'une pointe aimantée ou bien à l'extrémité de laquelle est fixée une particule magnétique permet en plus l'observation des propriétés magnétiques. Les forces mesurées résultent alors des interactions entre la pointe magnétique et la surface et le signal recueilli traduit ainsi les variations de l'aimantation de la surface de l'échantillon. Il représente en fait des lignes de forces ou des gradients de forces constants. Dans ce mode de fonctionnement la distance entre la pointe et la surface doit être suffisamment élevée afin que l'analyse se fasse sur les propriétés magnétiques et non sur la topographie de la surface. Cela reste possible car les forces magnétiques sont actives sur des distances très importantes. Typiquement leur portée varie de quelques nanomètres à plusieurs dizaines de nanomètres. Cela dépend évidemment de l'intensité des champs magnétiques près des surfaces considérées.

Le champ magnétique de fuite de la surface de l'échantillon induit une force au niveau de la pointe magnétique. Cette force peut être définie comme étant le gradient de l'énergie du système  $\vec{m} \cdot \vec{H}$  avec  $\vec{m}$  le moment magnétique de la pointe et  $\vec{H}$  le champ magnétique de fuite de l'échantillon. Les images de MFM sont représentatives des domaines magnétiques et reflètent également les variations des champs magnétiques au niveau de la surface d'un échantillon, essentiellement suivant sa normale.

### ***IV.A.3. Caractérisation de la composition***

#### *IV.A.3.1. Spectrométrie par décharge lumineuse*

La Spectrométrie par Décharge Luminescente (SDL) est une spectrométrie optique utilisant une lampe à décharge lumineuse comme source lumineuse. Cette lampe peut être assimilée à un tube cathodique dans lequel l'anode et la cathode ont une géométrie particulière. L'échantillon à analyser constitue la cathode et isole le reste de la lampe de l'atmosphère. La pression partielle d'argon dans le « tube » est de 100 à 1500 Pa. L'application d'une tension conduit à la décharge lumineuse dans un régime de décharge « anormal ». Les ions argon créés viennent frapper l'échantillon, conduisant ainsi à une pulvérisation régulière des atomes de surface au cours du temps. Ceux-ci se trouvent alors dans un état « excité » et constituent un plasma qui émet des radiations lumineuses caractéristiques des éléments constitutifs de la cathode.

La lumière produite est analysée avec un spectromètre à réseau et les intensités lumineuses sont recueillies sur des photomultiplicateurs qui délivrent des signaux électriques convertis en signaux numériques. Les informations sont ensuite envoyées sur un ordinateur et l'exploitation des données est faite en temps réel. La SDL est donc une méthode (destructive) d'analyse élémentaire des surfaces qui permet d'accéder aux profils qualitatifs et quantitatifs (par référence à des matériaux étalons) de concentration des éléments de l'échantillon analysé. Ce type d'analyse a été effectué sur un GD profiler, les conditions expérimentales sont une tension de 700 V, une intensité de 40 mA et concerne une zone étudiée de l'ordre de 3 mm<sup>2</sup>. Ces conditions ont été établies par l'analyse préalable d'échantillons de référence proches d'états attendus pour un acier nitruré. L'obtention des cratères obtenus sur les échantillons de référence a conduit à l'établissement d'une vitesse de pulvérisation de 2.1 μm.min<sup>-1</sup>.

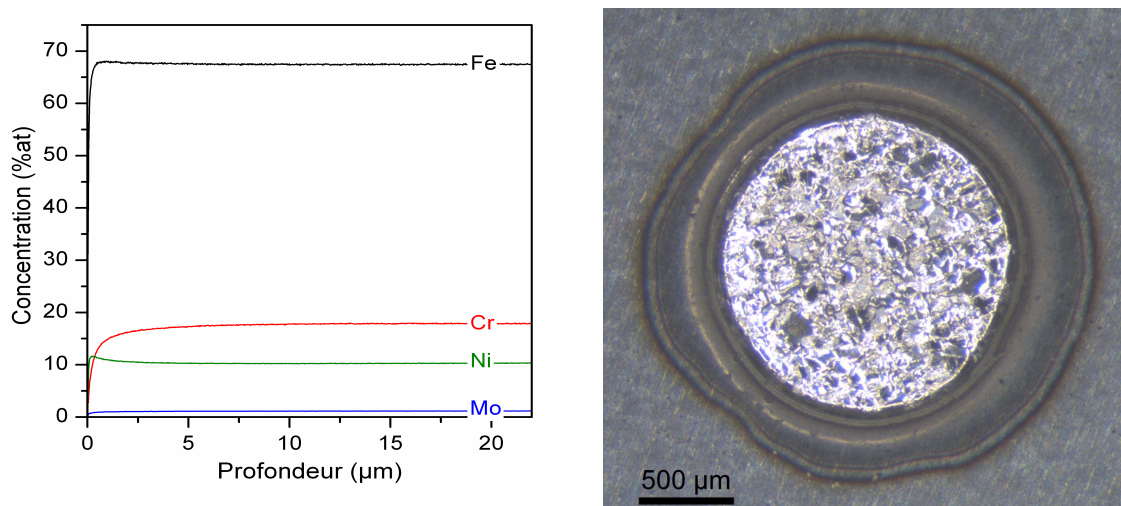


Figure 211: (a) Profils de concentration par SDL des principaux éléments constitutifs de l'acier 316L utilisés. (b) observation d'un cratère après mesure SDL.

Cette technique permet la construction de profils de concentration sur des profondeurs importante pouvant aller jusqu'à plusieurs dizaines de microns. Elle n'est par contre peu précise pour l'analyse des premières couches de surface (premier micron).

#### IV.A.3.2. Analyse par réaction nucléaire

Les analyses par réactions nucléaires (NRA) induites par des deutons ont été réalisées au Research center Forschungszentrum *Dresden*-Rossendorf (FZD) en Allemagne en collaboration avec A. Martinavičius. Ces analyses permettent d'établir des profils de l'azote sur une profondeur maximale de 3 µm, complémentaires de ceux établis par SDL.

Le faisceau d'ions de deutons ( ${}^2_1D$ ) d'énergie 1,4 MeV est produit par un accélérateur Van de Graaf et arrive sur l'échantillon avec une incidence de  $165^\circ$ . La réaction provoquée par un deuton avec un atome d'azote  ${}^{14}N$  est la suivante :  ${}^{14}N + d \rightarrow \alpha + {}^{12}C$ .

L'analyse spectrale des particules  $\alpha$  ( ${}^4_2He$ ) collectées s'effectue à l'aide du logiciel RUMP [152] qui permet de simuler les spectres NRA après calibration avec des échantillons de référence. La section efficace pour la réaction utilisée est  $\sigma \approx 1,94$  mb/sr, supposée constante dans la gamme d'énergie utilisée (1,05-1,4 MeV), correspondant à une profondeur sondée d'environ 2500 nm dans l'acier inoxydable 316L. Au delà de 2500 nm, la section efficace varie et l'imprécision sur la concentration en azote est plus élevée aux grandes profondeurs.

Les échantillons de 316L de référence sont implantés avec de l'azote, leur concentration en azote étant déduite d'analyses par DRX ( $6,9 \cdot 10^{22}$  at./cm<sup>3</sup>). Cet étalonnage permet l'évaluation du pourcentage atomique en azote en fonction de la profondeur à partir des analyses NRA. La Figure 212 propose un profil ainsi caractérisé.

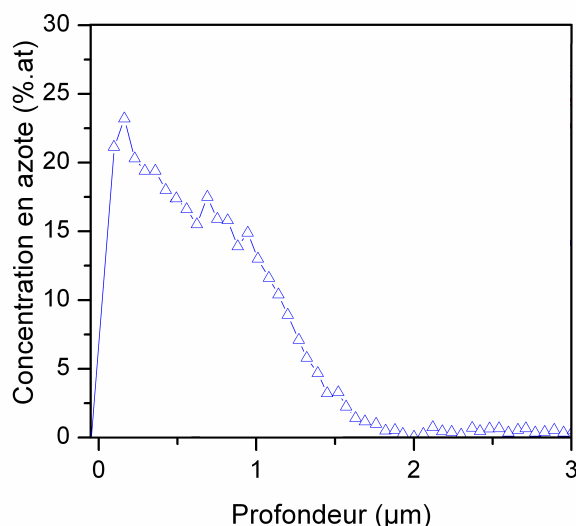


Figure 212: Profil en azote d'un échantillon de 316L nitruré sur ~2µm de profondeur.

Cette technique permet de sonder correctement les couches de surface à partir d'une profondeur d'environ 150 nm pour ces conditions d'analyse. Les variations de concentration en surface relevées dans les graphiques NRA très proche de la surface ne sont donc pas significatives.

#### IV.A.3.3. La technique EDS-X

La technique EDS-X (Energy Dispersive Spectroscopy-X), associée au microscope électronique à balayage, permet de déterminer la composition chimique en surface d'un échantillon. Le faisceau d'électrons incident est focalisé sur l'objet pour une analyse localisée. L'excitation des couches superficielles de l'échantillon entraîne l'émission de rayons X caractéristiques de la nature des atomes à la surface du matériau. Ces RX sont recueillis et analysés grâce à un détecteur SDD (Silicon Drift Detector). Dès lors que la taille du faisceau focalisé sur l'échantillon est de l'ordre du micromètre, le spectre d'émission X nous renseigne sur la composition chimique locale.

L'appareil utilisé est un système EDS-X du type QUANTAX SDD de fabrication Bruker AXS associé à un microscope électronique à balayage (MEB) JEOL 6100. Les conditions d'analyse utilisées sont une tension d'accélération de 20 KV et une distance de travail de 15 mm.



## **ANNEXE B**

# **RELATION ENTRE PROPRIETES MAGNETIQUES ET ORIENTATION CRISTALLOGRAPHIQUE DANS LE 316L NITRURE**





Cette annexe traite des corrélations entre l'orientation cristallographique et les propriétés magnétiques du 316L nitruré. Les analyses s'appuient essentiellement sur des observations réalisées au MFM. Quelques mesures MOKE (Magneto Optical Kerr Effect) ont été également effectuées. Le principe de la mesure consiste à appliquer un champ magnétique croissant suivant la normale à la surface de l'échantillon et à relever par effet Kerr (interaction magnéto-optique qui résulte de la réflexion d'une onde électromagnétique polarisée linéairement sur un matériau aimanté) l'aimantation au niveau de la zone sondée. La source laser employée permet de focaliser sur une zone de diamètre 5  $\mu\text{m}$  et dès lors de différencier les grains étudiés. Par variation du champ appliqué, il est possible d'obtenir le cycle d'hystérésis pour la zone sondée (quelques nm en profondeur). Ce cycle, par son aire, caractérise l'énergie dépensée par unité de volume pour réorienter les domaines magnétiques et déplacer les parois de Bloch. Avec cette technique, on mesure essentiellement la composante normale du champ magnétique à la proche surface.

Les résultats sont les prémices d'une étude en cours sur les propriétés magnétiques des aciers nitrurés.

#### V.A.1.1. Résultats

Les observations AFM et MFM d'une coupe transverse d'un échantillon nitruré sont présentées sur la Figure 213., après un polissage mécano chimique à la silice colloïdale. La zone nitrurée est mise en évidence aussi bien par AFM (zone plus sombre sur la Figure 213.a) que par MFM où on y observe des domaines magnétiques (Figure 213.b).

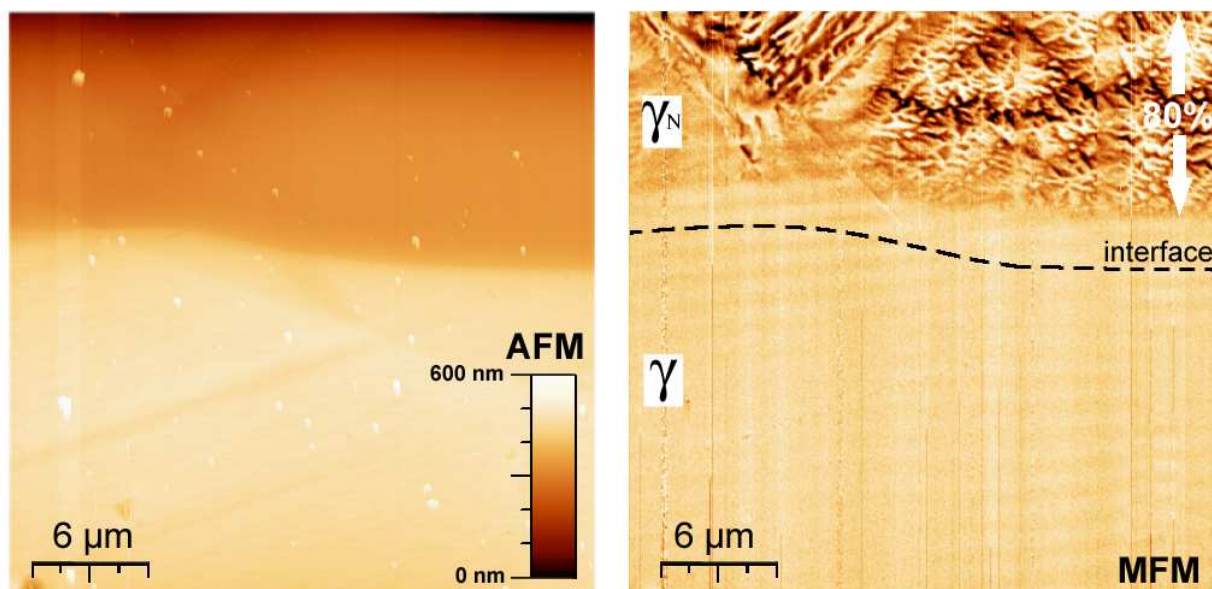


Figure 213: Observation d'une coupe transverse par AFM/MFM.

Le substrat de 316L ( $\gamma$ ) présente un caractère paramagnétique [153][154] et aucun contraste n'est visible par MFM au-delà de l'interface. Les domaines magnétiques (domaines de Weiss) délimités par les parois de Bloch visibles dans une partie de la couche traitée indiquent un caractère ferromagnétique de la phase  $\gamma_N$  à température ambiante. A noter qu'aucun domaine magnétique n'est observé dans la partie de la phase  $\gamma_N$  proche de l'interface.

La Figure 214 présente l'observation AFM/MFM de 3 zones en surface d'un échantillon nitruré pendant 8 heures. Ces observations sont complétées par des images MEB et des cartographies EBSD de ces mêmes zones.

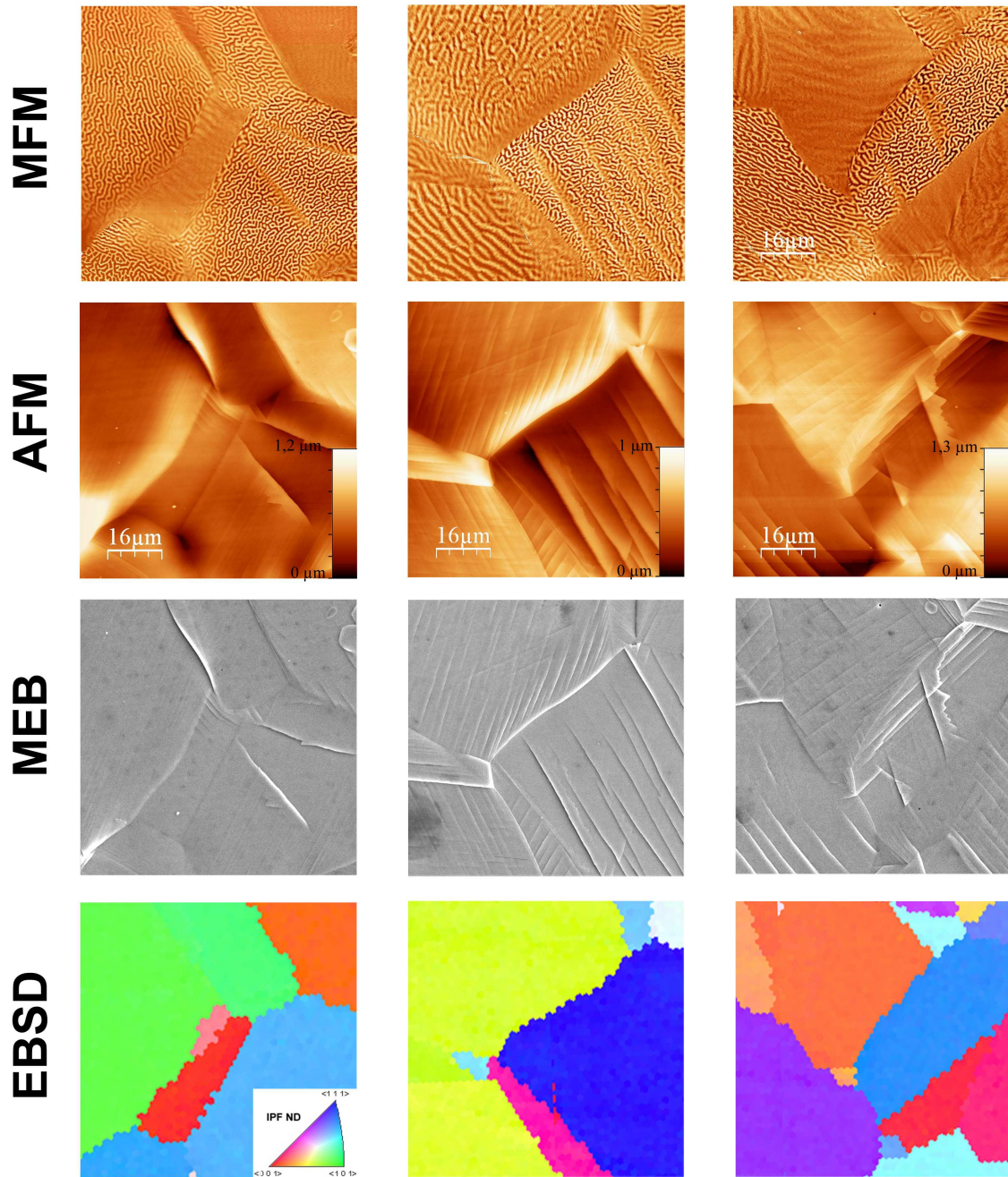


Figure 214: Domaines magnétiques induits par nitruration, en fonction des orientations cristallographiques.

Il apparaît clairement une influence de l'orientation cristallographique sur l'intensité et la forme des domaines magnétiques observés : les domaines magnétiques sont différenciés de telle sorte qu'ils permettent, à l'image de l'orientation cristallographique, de retrouver la géométrie des grains. On observe une interface « magnétique » près des joints de grains, qui pourrait résulter de la topographie de surface en bordure des joints de grains, qui présentent un gonflement différent, et donc des variations de hauteur de quelques centaines de nm. De

plus, les bandes de glissement induites par la plasticité interagissent également sur ces domaines.

Une expérimentation spécifique a été menée pour étudier plus précisément la transition paramagnétique - ferromagnétique résultant du traitement de nitruration. Elle a consisté à nitrurer (30 minutes) un échantillon préalablement recouvert d'une grille de microscopie servant de masque. La Figure 215 présente les observations MFM de zones partiellement nitrurées, ainsi que les images AFM et les cartographies d'orientation correspondantes.

Seules les zones nitrurées présentent des domaines magnétiques, i.e. un caractère ferromagnétique. A titre de remarque, on retrouve le phénomène de gonflement différentiel d'un grain à l'autre (images AFM) et le phénomène de rotation cristallographique induit par le traitement (contraste de couleur visible sur les contours de la grille sur les cartographies EBSD). L'orientation cristallographique des grains joue un rôle important quant à la forme et l'intensité des domaines magnétiques. Afin de quantifier l'effet de l'orientation sur le champ magnétique induit au niveau de grain, des mesures MOKE ont été effectuées sur les zones nitrurées de différents grains. La Figure 216 présente trois cycles associés respectivement aux grains notés « grain A », « grain B » et « grain C » sur la Figure 215.

#### V.A.1.2. Analyse des résultats

L'observation d'une transition paramagnétique-ferromagnétique par traitement de nitruration est un résultat déjà connu. Fewell et al. [155] ont notamment montré la présence de domaines magnétiques présents à la surface et en profondeur d'échantillons nitrurés. En accord avec ce qu'on observe sur la Figure 213, ces auteurs indiquent que seul 80% de la couche  $\gamma_N$  présente un caractère ferromagnétique. Le passage du paramagnétisme au ferromagnétisme peut être grossièrement expliqué en utilisant le critère de Slater : l'intégrale d'échange, liée au recouvrement d'orbitales atomiques 3d, doit être positive, pour que la configuration avec les spins parallèles soit énergétiquement favorable. Ce qui se traduit par :

$$\frac{a_0}{A_{3d}} > 3$$

où  $a_0$  est la distance entre atomes et  $A_{3d}$  le rayon orbital moyen des orbitales 3d.



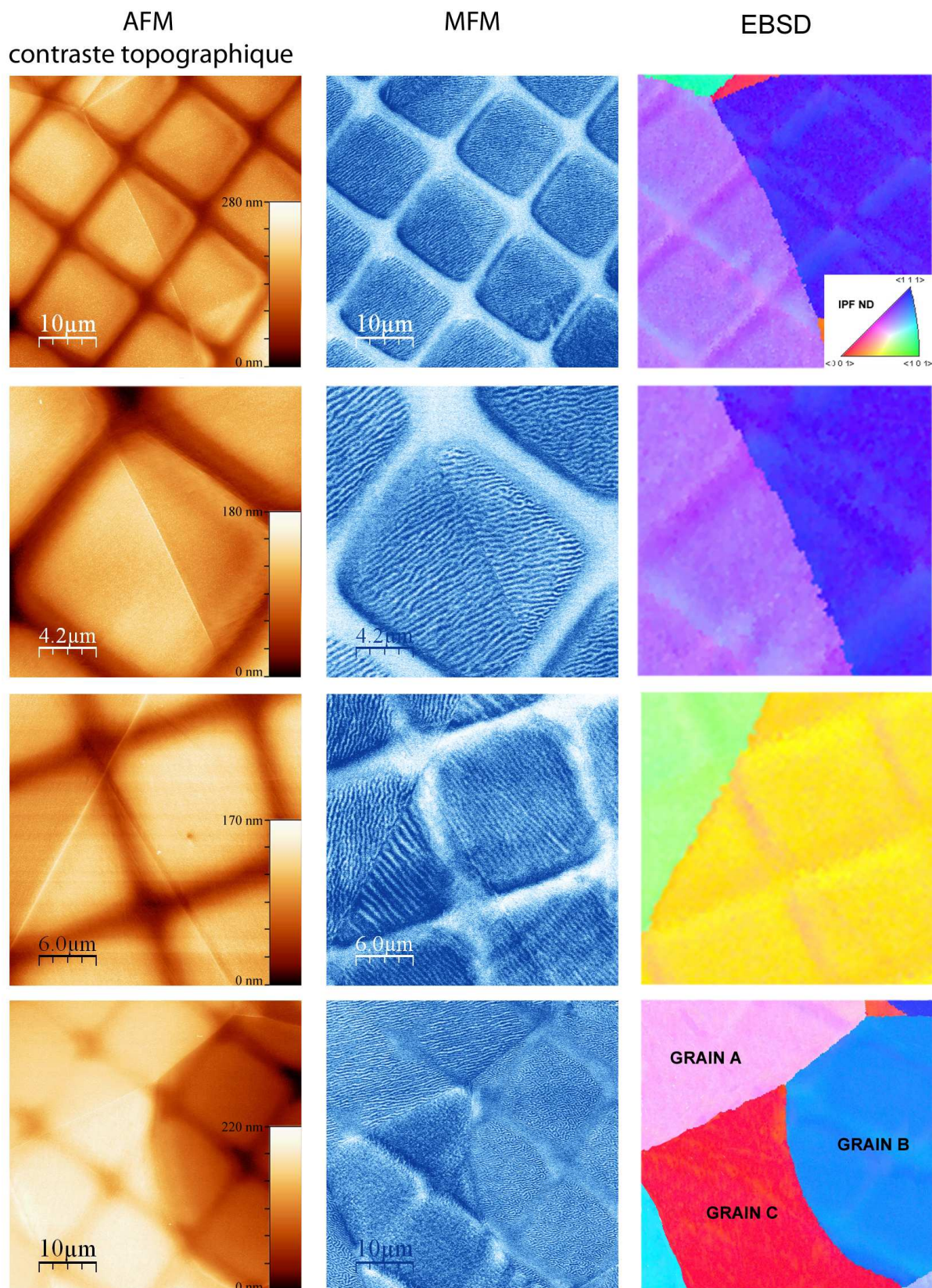


Figure 215: Domaines magnétiques induits par nitruration en fonction des orientations cristallologiques.

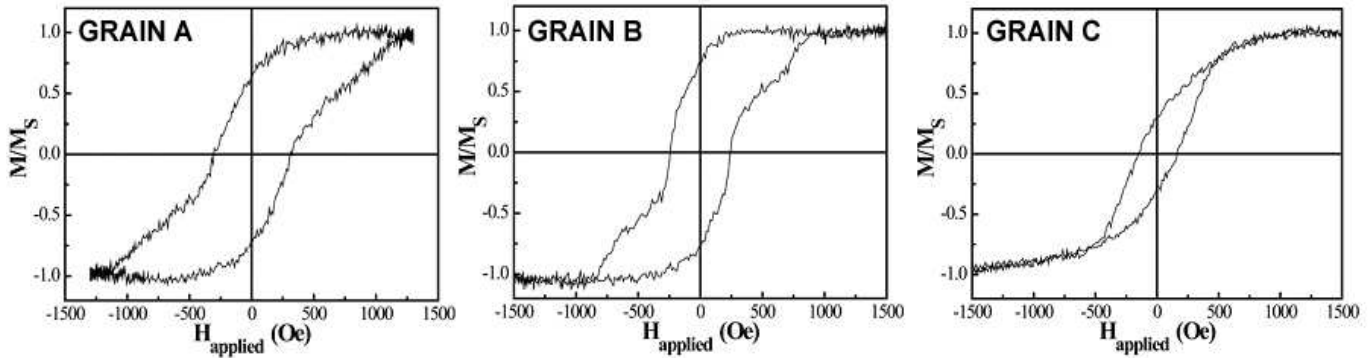


Figure 216: Mesures MOKE à la surface des grains notés A, B et C de la Figure 215.

La Figure 217 présente la variation de la valeur de l'intégrale d'échange avec le rapport  $a_0 / A_{3d}$ , il y est mentionné la position de ce rapport pour différentes structures constituées essentiellement de fer, chrome...

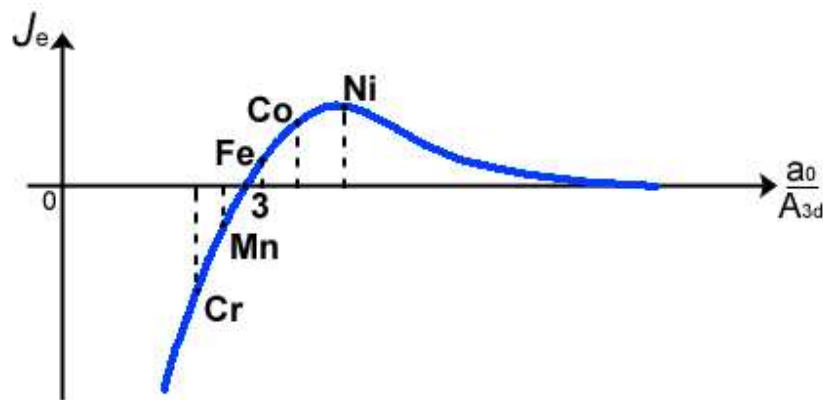


Figure 217: évolution de l'intégrale d'échange avec le rapport  $a_0 / A_{3d}$ .

Il apparaît qu'à température ambiante le fer pur présente un caractère ferromagnétique au contraire du chrome pur. Résultant du mélange des éléments dans l'acier austénitique, le rapport  $a_0 / A_{3d}$  est inférieur à 3. Par l'insertion d'azote dans les sites octaédriques, la maille est dilatée et le rapport  $a_0 / A_{3d}$  devient supérieur à 3, et la phase  $\gamma_N$  est ferromagnétique. De ce point de vue il existerait une concentration critique d'azote pour laquelle le rapport  $a_0 / A_{3d}$  serait égal à 3. La profondeur pour laquelle cette transition apparaît est clairement visible sur les coupes. Le problème est évidemment bien plus complexe et pour ne citer qu'un paramètre, les interactions azote-chrome pourraient intervenir comme le suggère Basso et al. [156].



La phase nitrurée présente aussi une anisotropie magnétocristalline. Les grains dont l'orientation est proche de  $\langle 001 \rangle$  présentent une aimantation réduite suivant la normale à la surface, ce qui se traduit à la fois par des contrastes peu marqués sur les observations MFM (domaines magnétiques mal définis) et par une aire de cycle faible sur les mesures MOKE. A titre d'exemple, c'est le grain noté C, d'orientation proche  $\langle 001 \rangle$ , qui présente le champ coercitif (champ appliqué pour obtenir une aimantation nulle) le plus faible parmi les 3 grains présentés. C'est le grain A, d'orientation proche de  $\langle 113 \rangle$  (codage couleur dans l'insert de la Figure 214) qui correspond à la direction d'aimantation la plus facile. Pourtant, dans les matériaux cfc tel que le nickel, les directions d'aimantation facile sont les directions  $\langle 111 \rangle$  et  $\langle 110 \rangle$  [157]. Trouver la direction d'aimantation nécessiterait de faire une étude statistique sur les différentes orientations. Son analyse serait certainement très complexe, car il faudrait considérer les rotations cristallographiques, la présence de plasticité ainsi que l'endommagement...



## **ANNEXE C**

# **EFFET POSSIBLE DE L'ANISOTROPIE ELASTIQUE INVERSE**



Le lecteur se rappellera qu'un comportement particulier a été mis en évidence concernant à la fois la dureté et le gonflement pour les échantillons nitrurés 33 heures. Il est apparu que pour ce temps de traitement le maximum pour chacun de ces deux paramètres se trouvait décalé par rapport à ceux obtenus pour des temps de traitement plus courts (gonflement (Figure 54.d) et dureté (Figure 148) nettement plus importants). Les explications « classiques » tel que l'évolution de la profondeur nitrurée avec l'orientation cristallographique pour le gonflement n'ont pas permis d'expliquer ce décalage.

Les deux paragraphes qui suivent proposent une explication de ces phénomènes. Il a pu être montré que la plasticité induite par le traitement est régie à la fois par la loi de Schmid, pour ce qui concerne l'apparition des grandes bande de glissement, ainsi que par une approche de type Taylor permettant de rendre compte des effets de rotation. Par des considérations théoriques, mixant ces deux approche (facteur  $1/m+M$  ou  $M/m$ ), le niveau de plasticité le plus élevé après traitement est associé à des grains d'orientation décalée de quelques degrés de l'orientation  $\langle 001 \rangle$ . La zone de plasticité « maximale » correspond aux valeurs les plus faibles des facteurs cumulés (III.B.6.1 III.B.6.1.3) sur la Figure 218.a. La Figure 218.b indique sur la figure de pôles inverse les orientations des grains dont le gonflement et la dureté, déterminés expérimentalement, sont les plus importants.

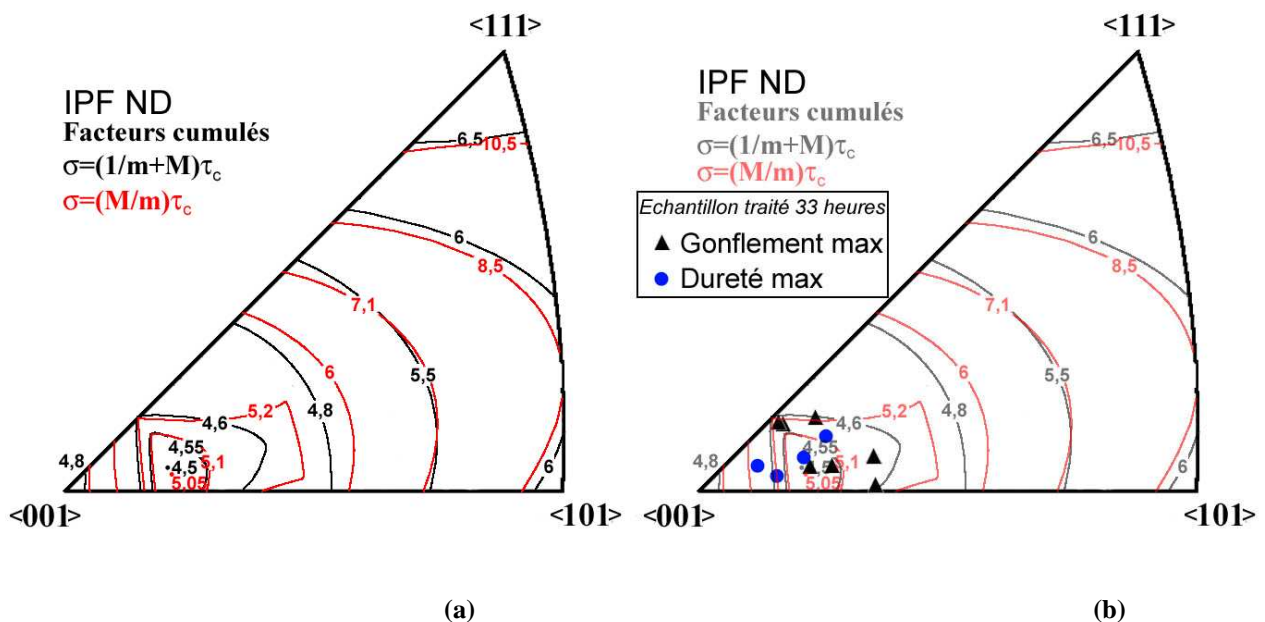


Figure 218: (a) dépendance des cumuls du facteur de Schmid et de Taylor avec l'orientation cristallographique (b) comparaison avec les données expérimentales du gonflement et de la durée maximum pour une échantillon nitruré 33 heures

Une bonne corrélation apparaît entre les domaines d'orientation correspondant aux valeurs minimales ( $1/m+M$  ou  $M/m$ ) et au maximum de gonflement et de dureté. Il n'est pas illogique

de penser qu'une plasticité élevée qu'elle qu'en soit l'origine favorise des duretés plus importantes. Une densité de dislocations importante déjà présente avant indentation peut notamment contribuer à gêner le mouvement des dislocations produites sous l'indenteur, et de ce fait augmenter la dureté apparente du matériau. On pourrait également imaginer que le gonflement soit lié directement aux processus de plasticité, ce qui est cependant contraire aux idées générales traitant de la plasticité[63]. Cette considération et le constat que ce comportement particulier du gonflement et de la dureté n'est détecté que pour des temps longs de traitement, nous amènent à proposer une autre explication.

Il faut se rappeler que des processus d'endommagement se mettent en place justement pour les temps longs. De façon classique, l'endommagement intragranulaire devrait se produire pour les grains d'orientation telle que le facteur de Schmid soit le plus élevé. Or le domaine d'orientation correspondant aux facteurs de Schmid les plus élevés ne correspond pas à celui conduisant aux duretés et gonflements les plus élevés. Ce type de décalage entre les domaines favorisant l'apparition de certains types de fissures et les forts facteurs de Schmid a été expliqué par certains auteurs en prenant en compte l'anisotropie élastique des matériaux considérés. C'est par exemple le cas du processus de pseudo-clivage dans les alliages de titane[158]. Or l'anisotropie élastique est également un facteur important pour le 316L traité. Elle est rappelée à l'aide d'une figure de pôles inverse pour le 316L et pour la phase  $\text{Fe}_4\text{N}$ , qui se rapproche le plus de la structure de la phase  $\gamma_N$  (Figure 219).

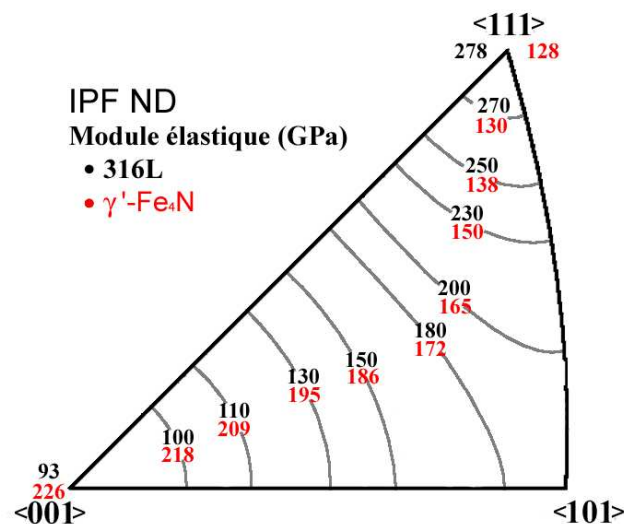


Figure 219: anisotropie élastique présentée dans la figure de pôles inverse ND pour le 316L et la phase  $\text{Fe}_4\text{N}$ .

En considérant une hypothèse d'élasticité macroscopique, la cission critique  $\tau_c$  peut être reliée à la déformation totale  $\varepsilon$  à l'aide de l'équation suivante :

$$\tau_c = m\sigma = mE\varepsilon \quad \text{Eq. 62}$$

Il apparaît une dépendance à l'orientation, qui provient évidemment du facteur de Schmid  $m$ , mais également du module élastique  $E$ . Dès lors une anisotropie élastique peut influencer sur les zones de plasticité « maximale ». Bridier et al.[158] ont montré que cette anisotropie est un facteur secondaire quant à l'apparition des bandes de glissement en surface mais influe largement sur la localisation de l'endommagement. Les iso courbes du produit  $mE$  sont données sur la Figure 220 en considérant une anisotropie élastique de facteur de Zener  $A$  supérieure à 1 (cas de la phase  $\gamma$  du 316L) et de facteur de Zener inférieur à 1 (cas de la phase  $\text{Fe}_4\text{N}$ ).

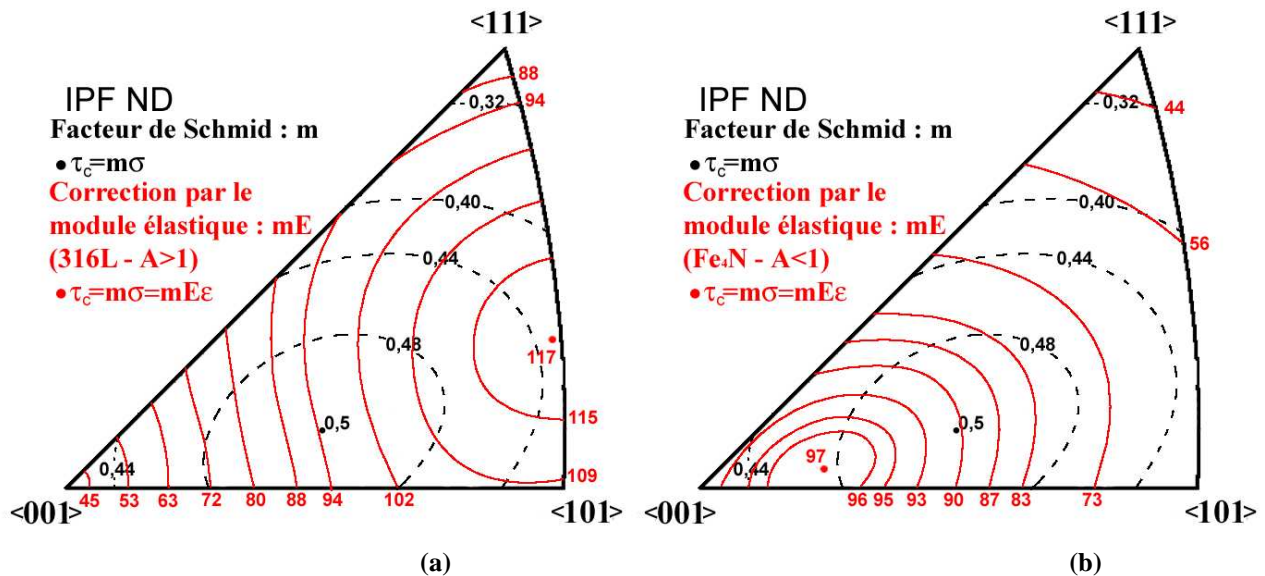


Figure 220: correction du facteur de Schmid par le module élastique dans le cas du (a) 316L et (b) de la phase  $\text{Fe}_4\text{N}$ .

Le maximum du produit  $mE$  est décalé par rapport au maximum du facteur de Schmid (vers la droite pour un facteur de Zener supérieur à 1 et vers la gauche pour un facteur de Zener inférieur à 1). Dans le cas de la phase  $\gamma_N$ , pour laquelle le facteur de Zener est inférieur à 1 (III.A.2.4.3), le domaine d'orientation correspondant aux valeurs les plus fortes de  $mE$  sont aussi celles pour lesquelles le gonflement et la dureté évalués expérimentalement sont les plus importants pour les échantillons nitrurés 33 heures (Figure 221).



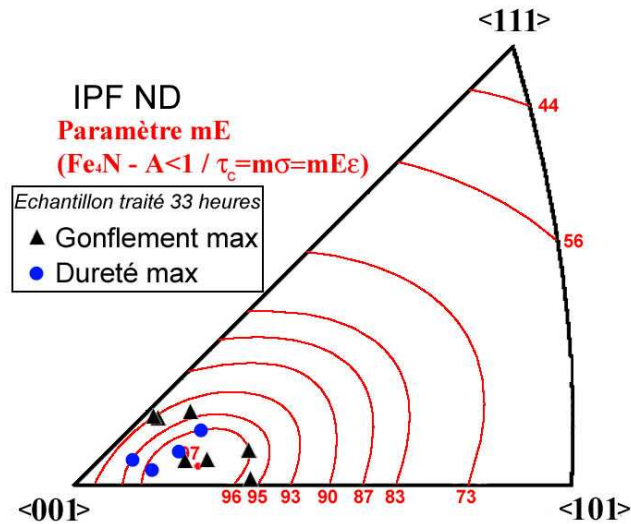


Figure 221: comparaison avec les données expérimentales du gonflement et de la dureté maximum dans le cas de la phase  $\gamma_N$ .

Dès lors il est tentant de relier le gonflement anormalement élevé au développement de processus d'endommagement au sein de la couche nitrurée. Un niveau de contrainte particulièrement élevé du fait de l'anisotropie élastique pourrait favoriser la formation de microfissures dans l'épaisseur de la couche nitrurée et ainsi contribuer à l'apparition d'un gonflement « apparent » supplémentaire. Ces explications concernant ce phénomène particulier sont purement hypothétiques et devraient faire l'objet d'études plus étendues. Il conviendrait notamment d'analyser plus finement les processus de déformation (dislocations) et les premiers stades de formation de fissures dans l'épaisseur de la couche nitrurée lorsque celle-ci correspond à des temps de traitement supérieurs à 8 heures.

## **REFERENCES**



*Certaines références sont présentes plusieurs fois, je m'en excuse auprès du lecteur, qui j'espère me pardonnera.*

- [1] D.J. Dingley et V. Randle, "Microtexture determination by electron back-scatter diffraction," *Journal of Materials Science*, vol. 27, 1992, pp. 4545-4566.
- [2] J. Eberhart, *Analyse structurale et chimique des matériaux*, Dunod, 1997.
- [3] W. Moller et S. Mukherjee, "Plasma-based ion implantation," *Current Science Association*, vol. 83, 2002, pp. 237-253.
- [4] J. Rudnicki, P. Beer, A. Sokolowska, et R. Marchal, "Low-temperature ion nitriding used for improving the durability of the steel knives in the wood rotary peeling," *Surface and Coatings Technology*, vol. 107, Aoû. 1998, pp. 20-23.
- [5] L. Marot, "Nitruration activée par plasma d'alliages de fer, caractérisations mécaniques de surface," Mémoire de DEA de l'Université de Poitiers, 1997.
- [6] J. Perrière, J. Siejka, N. Rémi, A. Laurent, A. Straboni, et B. Vuillermoz, "Transport number measurements during plasma anodization of Si, GaAs, and ZrSi<sub>2</sub>," *Journal of Applied Physics*, vol. 59, 1986, p. 2752.
- [7] A. Straboni, B. Vuillermoz, et A. Vareille, "Proceeding of 163rd Meeting of Electrochem. Soc. (abstract 867 RNP) San Francisco (1983)," *Proceeding of 163rd Meeting of Electrochem. Soc.*, San Francisco. 1983.
- [8] R. Behrisch, *Sputtering by particle bombardment*, 1981.
- [9] C. Blawert, B.L. Mordike, Y. Jirásková, et O. Schneeweiss, "Structure and composition of expanded austenite produced by nitrogen plasma immersion ion implantation of stainless steels X6CrNiTi1810 and X2CrNiMoN2253," *Surface and Coatings Technology*, vol. 116-119, Sep. 1999, pp. 189-198.
- [10] T. Bell, "Surface engineering of austenitic stainless steel," *Surface Engineering*, vol. 18, 2002, pp. 415-422.
- [11] E. Richter, R. Gunzel, S. Parasacandola, T. Telbizova, O. Kruse, et W. Moller, "Nitriding of stainless steel and aluminium alloys by plasma immersion ion implantation," *Surface and Coatings Technology*, vol. 128-129, Juin. 2000, pp. 21-27.
- [12] E.I. Meletis, "Intensified plasma-assisted processing: science and engineering," *Surface and Coatings Technology*, vol. 149, Jan. 2002, pp. 95-113.
- [13] K. Tokaji, K. Kohyama, et M. Akita, "Fatigue behaviour and fracture mechanism of a 316 stainless steel hardened by carburizing," *International Journal of Fatigue*, vol. 26, Mai. 2004, pp. 543-551.
- [14] L. Ceschini et G. Minak, "Fatigue behaviour of low temperature carburised AISI 316L austenitic stainless steel," *Surface and Coatings Technology*, vol. 202, Fév. 2008, pp. 1778-1784.
- [15] Tian X. et Chu P.K., "Electrochemical corrosion properties of AISI304 steel treated by low-temperature plasma immersion ion implantation," *Scripta Materialia*, vol. 43, Aoû. 2000, pp. 417-422.
- [16] K. Ichii, K. Fujimura, et T. Takase, "Structure of the Ion-Nitrided Layer of 18-8 Stainless Steel," *Kansai Daigaku Sentan Kagaku Gijyutsu Shinpojiumu Koenshu*.
- [17] M. Lei et Z. Zhang, "microstructure and corrosion resistance of plasma source ion nitriding austenitic stainless steel," *Journal of vacuum science and technology*.
- [18] G.A. Collins, R. Hutchings, K.T. Short, J. Tendys, X. Li, et M. Samandi, "Nitriding of austenitic stainless steel by plasma immersion ion implantation," *Surface and Coatings Technology*, vol. 74-75, Sep. 1995, pp. 417-424.
- [19] M. Fewell et J. Priest, "High-order diffractometry of expanded austenite using synchrotron radiation," *Surface and Coatings Technology*, vol. 202, Fév. 2008, pp. 1802-1815.
- [20] O. Ozturk et D.L. Williamson, "Phase and composition depth distribution analyses of

- low energy, high flux N implanted stainless steel,” *Journal of Applied Physics*, vol. 77, Avr. 1995, pp. 3839-3850.
- [21] P. Meheust, *Thèse de l'université d'Orlean*, 2000.
- [22] S. Kumar, M.J. Baldwin, M.P. Fewell, S.C. Haydon, K.T. Short, G.A. Collins, et J. Tendys, “The effect of hydrogen on the growth of the nitrided layer in r.f.-plasma-nitrided austenitic stainless steel AISI 316,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 123, Jan. 2000, pp. 29-35.
- [23] W. Anwand, S. Parascandola, E. Richter, G. Brauer, P.G. Coleman, et W. Moller, “Slow positron implantation spectroscopy of high current ion nitrided austenitic stainless steel,” *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, vol. 136-138, Mar. 1998, pp. 768-772.
- [24] Zang D. et McLellan R.B., “Concentration-distance profiles resulting from the hydrogen-charging of metal lattices under high fugacity conditions,” *Acta Materialia*, vol. 47, Mai. 1999, pp. 2225-2242.
- [25] A. Saker, C. Leroy, H. Michel, et C. Frantz, “Properties of sputtered stainless steel-nitrogen coatings and structural analogy with low temperature plasma nitrided layers of austenitic steels,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 140, Juillet. 1991, pp. 702-708.
- [26] D. Williamson, O. Ozturk, R. Wei, et P. Wilbur, “Metastable phase formation and enhanced diffusion in f.c.c. alloys under high dose, high flux nitrogen implantation at high and low ion energies,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 65, 1994, pp. 15-23.
- [27] S. Mändl et B. Rauschenbach, “Concentration dependent nitrogen diffusion coefficient in expanded austenite formed by ion implantation,” *Journal of Applied Physics*, vol. 91, 2002, p. 9737.
- [28] T. Christiansen, K. Dahl, et M. Somers, “Nitrogen diffusion and nitrogen depth profiles in expanded austenite: Experimental assessment, numerical simulation and role of stress,” *Materials Science and Technology*, vol. 24, 2008, pp. 159-167.
- [29] D. Williamson, O. Ozturk, R. Wei, et P. Wilbur, “Metastable phase formation and enhanced diffusion in f.c.c. alloys under high dose, high flux nitrogen implantation at high and low ion energies,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 65, 1994, pp. 15-23.
- [30] D. Williamson, O. Ozturk, R. Wei, et P. Wilbur, “Effect of austenitic stainless steel composition on low-energy, high-flux, nitrogen ion beam processing,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 178, 1998, pp. 103-104.
- [31] G. Abrasonis, J.P. Rivière, C. Templier, L. Pranevičius, et N.P. Barradas, “Flux effect on the ion-beam nitriding of austenitic stainless-steel AISI 304L,” *Journal of Applied Physics*, vol. 97, 2005, p. 124906.
- [32] J. Rivière, C. Templier, A. Declémy, O. Redjda, Y. Chumlyakov, et G. Abrasonis, “Microstructure of expanded austenite in ion-nitrided AISI 316L single crystals,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 201, Aoû. 2007, pp. 8210-8214.
- [33] H. He, T. Czerwicz, C. Dong, et H. Michel, “Effect of grain orientation on the nitriding rate of a nickel base alloy studied by electron backscatter diffraction,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 163-164, Jan. 2003, pp. 331-338.
- [34] G. Abrasonis, J. Rivière, C. Templier, A. Declémy, S. Muzard, et L. Pranevicius, “A comparative study of ion beam nitriding of single-crystalline and polycrystalline 316L austenitic stainless steel,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 196, Juin. 2005, pp. 262-266.
- [35] T. Czerwicz, N. Renevier, et H. Michel, “Low-temperature plasma-assisted nitriding,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 131, Sep. 2000, pp. 267-277.

- [36] N. Renevier, P. Collignon, H. Michel, et T. Czerwiec, "Low temperature nitriding of AISI 316L stainless steel and titanium in a low pressure arc discharge," *Surface and Coatings Technology*, vol. 111, Jan. 1999, pp. 128-133.
- [37] X. Xiaolei, W. Liang, Y. Zhiwei, et H. Zukun, "A comparative study on microstructure of the plasma-nitrided layers on austenitic stainless steel and pure Fe," *Surface and Coatings Technology*, vol. 192, Mar. 2005, pp. 220-224.
- [38] T. Christiansen et M. Somers, *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 2006, pp. 675-682.
- [39] S. Mandl et B. Rauschenbach, "Anisotropic strain in nitrided austenitic stainless steel," *Journal of Applied Physics*, vol. 88, 2000, pp. 3323-3329.
- [40] S. Mandl, R. Gunzel, E. Richter, W. Moller, et B. Rauschenbach, *Surface and Coatings Technology*, vol. 128-129, 2000, pp. 423-428.
- [41] D. Manova, T. Höche, S. Mändl, et H. Neumann, "Development of CrN precipitates during the initial stages of PIII nitriding of stainless steel thin films," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, vol. 267, 2009, pp. 1536-1539.
- [42] F. Borgioli, A. Fossati, E. Galvanetto, et T. Bacci, "Glow-discharge nitriding of AISI 316L austenitic stainless steel: influence of treatment temperature," *Surface and Coatings Technology*, vol. 200, Déc. 2005, pp. 2474-2480.
- [43] C. Blawert, B.L. Mordike, G.A. Collins, K.T. Short, Y. Jirásková, O. Schneeweiss, et V. Perina, "Characterisation of duplex layer structures produced by simultaneous implantation of nitrogen and carbon into austenitic stainless steel X5CrNi189," *Surface and Coatings Technology*, Jun. 2000, pp. 219-225.
- [44] R. DAKHLAOUI, "analyse du comportement mécanique des constituants d'un alliage polycristallin multiphasé par diffraction des rayons X et neutronique", mémoire de thèse de l'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, 2006.
- [45] K. Van Acker, P. Van Houtte, et E. Aernoudt, *Proc of the 4nd Intern. Conf. On Residual Stresses ICRS4, Society for experimental mechanics*, 1994, p. 402.
- [46] A. Baczmański, "Stress field in polycrystalline materials studied using diffraction and selfconsistent modelling," *Wydział Fizyki Informatyki Stosowanej AGH Krakow*, 2005.
- [47] S. Mändl et B. Rauschenbach, *Journal of Applied Physics*, vol. 88, 2000, pp. 3323-3329.
- [48] J. Baranowska, "Microstructural changes in the upper surface of austenitic steel induced by ion sputtering and gas nitriding," *Vacuum*, vol. 81, 2007, pp. 1216-1219.
- [49] A. Martinavičius, G. Abrasonis, W. Möller, C. Templier, J.P. Rivière, A. Declémy, et Y. Chumlyakov, "Anisotropic ion-enhanced diffusion during ion nitriding of single crystalline austenitic stainless steel," *Journal of Applied Physics*, vol. 105, 2009, p. 093502.
- [50] H. He, T. Czerwiec, C. Dong, et H. Michel, "Effect of grain orientation on the nitriding rate of a nickel base alloy studied by electron backscatter diffraction," *Surface and Coatings Technology*, vol. 163-164, Jan. 2003, pp. 331-338.
- [51] G. Abrasonis, J. Rivière, C. Templier, A. Declémy, S. Muzard, et L. Pranevicius, "A comparative study of ion beam nitriding of single-crystalline and polycrystalline 316L austenitic stainless steel," *Surface and Coatings Technology*, vol. 196, Juin. 2005, pp. 262-266.
- [52] J. Rivière, C. Templier, A. Declémy, O. Redjda, Y. Chumlyakov, et G. Abrasonis, "Microstructure of expanded austenite in ion-nitrided AISI 316L single crystals," *Surface and Coatings Technology*, vol. 201, Aoû. 2007, pp. 8210-8214.
- [53] G. Sachs, "Sachs model," *Ver. Deu. Ing.*, vol. 72, 1928, pp. 734-736.
- [54] H. Cox et D. Sopwith, *Proc.Phys.Soc. London*, vol. 49, 1937, p. 134.

- [55] G. Taylor, "Plastic strain in Metals," *J. Inst. Met.*, vol. 62, 1938, p. 307.
- [56] J. Bishop et R. Hill, "A theoretical deviation of the plastic properties of a polycrystalline Face centered metal," *Phil. Mag.*, vol. 42, 1951, p. 1298.
- [57] J. Bishop et R. Hill, "A theory of the plastic distortion of a polycrystalline aggregate under combined stresses," *Phil. Mag.*, vol. 42, 1951, p. 414.
- [58] P. Pfaff, *Z. Metallkunde*, vol. 53, p. 411.
- [59] J. Meissner, *Z. Metallkunde*, 1959, p. 207.
- [60] C. Reid, *Deformation geometry for material scientists*, 1974.
- [61] W. Pfeiffer et A. Seeger, *Physica stat. solidi*, 1962, p. 668.
- [62] G. Taylor, "Analyse of Plastic Strain in a Cubic Crystal," in *Timoshenko Aniv. Vol.*, Macmillan, 1938, pp. 218-24.
- [63] W. Hosford, *The mechanics of crystals and textured polycrystals*.
- [64] M. Renouard et M. Wintenberger, *C R Acad Sci Paris B*, vol. 292, 1981, p. 385.
- [65] R. Asaro et A. Needleman, "Overview no. 42 Texture development and strain hardening in rate dependent polycrystals," *Acta Metallurgica*, vol. 33, Juin. 1985, pp. 923-953.
- [66] P. Van Houtte, *Textures Microstruct.*, vol. 8, 1988, p. 313.
- [67] G. Chin et W. Mammel, "Generalization and equivalence of the minimum work (Taylor) and maximum work (Bishop-Hill) principles for crystal plasticity," *Trans. TMS-AIME*, vol. 245, 1969, pp. 1211-14.
- [68] U. Kocks, "The relation between polycrystal deformation and single crystal deformation," *Met.trans.*, vol. 1, 1970, pp. 1121-43.
- [69] W. Boas et M. Hargreaves, "On the inhomogeneity of plastic deformation in the crystals of an aggregate," *Proceedings Royal Society*, vol. A193, 1948, p. p.89.
- [70] B. Jaoul, *Journal of Mechanics and Physics of Solids*, vol. 9, 1961, p. 69.
- [71] H.F. Poulsen, L. Margulies, S. Schmidt, et G. Winther, "Lattice rotations of individual bulk grains: Part I: 3D X-ray characterization," *Acta Materialia*, vol. 51, Aoû. 2003, pp. 3821-3830.
- [72] G. Winther, "Slip systems, lattice rotations and dislocation boundaries," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 483-484, Juin. 2008, pp. 40-46.
- [73] G. Winther, L. Margulies, S. Schmidt, et H.F. Poulsen, "Lattice rotations of individual bulk grains Part II: correlation with initial orientation and model comparison," *Acta Materialia*, vol. 52, Juin. 2004, pp. 2863-2872.
- [74] I. Karaman, H. Sehitoglu, H.J. Maier, et Y.I. Chumlyakov, "Competing mechanisms and modeling of deformation in austenitic stainless steel single crystals with and without nitrogen," *Acta Materialia*, vol. 49, Nov. 2001, pp. 3919-3933.
- [75] P. Goudeau, B. Boubeker, J.P. Eymery, et V. Branger, "X-ray diffraction study of the sub-structure modification induced by residual stresses during the deposition process of 304L stainless steel films," *Thin Solid Films*, vol. 275, Avr. 1996, pp. 188-190.
- [76] T. Czerwiec, "Procédés de traitement thermo-chimique appliqués aux surfaces métalliques : diagnostics des plasmas et des post-décharges et caractérisation des surfaces transformées," 2008.
- [77] T. Czerwiec, G. Marcos, T. Thiriet, Y. Guo, et T. Belmonte, "Austenitic stainless steel patterning by plasma assisted diffusion treatments," *Materials Science and Engineering*, vol. 5, 2009.
- [78] T. Gressmann, M. Wohlschlegel, S. Shang, U. Welzel, A. Leineweber, E. Mittemeijer, et Z. Liu, "Elastic anisotropy of  $[\gamma]$ -Fe<sub>4</sub>N and elastic grain interaction in  $[\gamma]$ -Fe<sub>4</sub>N<sub>1-y</sub> layers on  $[\alpha]$ -Fe: First-principles calculations and diffraction stress measurements," *Acta Materialia*, vol. 55, Oct. 2007, pp. 5833-5843.
- [79] T. Christiansen et M. Somers, "T. Christiansen, M. Somers, Metallurgical and



- Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science 40 (2009) 1791-1798.,” *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, vol. 40, 2009, pp. 1791-1798.
- [80] J. Rivière, C. Templier, A. Declémy, O. Redjda, Y. Chumlyakov, et G. Abrasonis, “Microstructure of expanded austenite in ion-nitrided AISI 316L single crystals,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 201, Aoû. 2007, pp. 8210-8214.
- [81] G. Abrasonis, J. Rivière, C. Templier, A. Declémy, S. Muzard, et L. Pranevicius, “A comparative study of ion beam nitriding of single-crystalline and polycrystalline 316L austenitic stainless steel,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 196, Juin. 2005, pp. 262-266.
- [82] S. Rao, B. He, C. Houska, et K. Grabowski, “X-ray diffraction analysis of concentration and residual stress gradients in nitrogen-implanted niobium and molybdenum,” *Journal of Applied Physics*, vol. 69, 1991.
- [83] H. Kahn, G. Michal, F. Ernst, et A. Heuer, *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 40A, p. 1799.
- [84] T. Christiansen et M.A.J. Somers, “On the crystallographic structure of S-phase,” *Scripta Materialia*, vol. 50, Jan. 2004, pp. 35-37.
- [85] T. Christiansen et M.A. Somers, “Avoiding ghost stress on reconstruction of stress- and composition-depth profiles from destructive X-ray diffraction depth profiling,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 424, Mai. 2006, pp. 181-189.
- [86] M. Somers et E. Mittemeijer, “Development and relaxation of stress in surface layers; Composition and residual stress profiles in  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N<sub>1-x</sub> layers on  $\alpha$ -Fe substrates,” *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 21, Jan. 1990, pp. 189-204.
- [87] X. Xiaolei, L. Wang, J. Qiang, et Z. Hei, *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, vol. 31, 2000, pp. 1193-1199.
- [88] M. Fewell et J. Priest, “High-order diffractometry of expanded austenite using synchrotron radiation,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 202, Fév. 2008, pp. 1802-1815.
- [89] L. Sabatier, *Thèse de l'université de Poitiers, Apport des techniques d'analyse locale des bande de glissement induites par fatigue dans l'acier inoxydable 316L. Influence de couches minces.*, 2002.
- [90] M. Mineur, *Thèse de l'université de Poitiers, Conditions locales d'amorçage des fissures de fatigue dans un acier inoxydable de type 316L : aspects cristallographiques.*
- [91] D. Drucker, “Plasticity theory strength-differential(SD) phenomenon, and volume expansion in metals and plastics,” *Metallurgical and Materials Transactions B*, vol. 4, Mar. 1973, pp. 667-673.
- [92] J.E. Carsley, A. Fischer, W. Milligan, et E. Aifantis, “Mechanical behavior of a bulk nanostructured iron alloy,” *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 29, pp. 2261-2271.
- [93] H. Luo, L. Shaw, L. Zhang, et D. Miracle, “On tension/compression asymmetry of an extruded nanocrystalline Al-Fe-Cr-Ti alloy,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 409, Nov. 2005, pp. 249-256.
- [94] C. Li, S. Ying, B. Shen, S. Qiu, X. Ling, Y. Wang, et Q. Peng, “Cyclic stress-strain response of textured Zircaloy-4,” *Journal of Nuclear Materials*, vol. 321, Sep. 2003, pp. 60-69.
- [95] S. Qu, C. Huang, Y. Gao, G. Yang, S. Wu, Q. Zang, et Z. Zhang, “Tensile and compressive properties of AISI 304L stainless steel subjected to equal channel angular pressing,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 475, Fév. 2008, pp. 207-216.
- [96] G. Yapici, I. Karaman, Z. Luo, H. Maier, et Y. Chumlyakov, “Microstructural refinement and deformation twinning during severe plastic deformation of 316L

- stainless steel at high temperatures,” *Journal of Materials Research*, vol. 19, 2004, pp. 2268-2278.
- [97] P.A. Turner, N. Christodoulou, et C.N. Tome, “Modeling the mechanical response of rolled Zircaloy-2,” *International Journal of Plasticity*, vol. 11, 1995, pp. 251-265.
- [98] K. Obrtlök, T. Kruml, et J. Polak, “Dislocation structures in 316L stainless steel cycled with plastic strain amplitudes over a wide interval,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 187, Oct. 1994, pp. 1-9.
- [99] M. Gerland, R. Alain, B. Ait Saadi, et J. Mendez, “Low cycle fatigue behaviour in vacuum of a 316L-type austenitic stainless steel between 20 and 600C, Part II: Dislocation structure evolution and correlation with cyclic behaviour,” *Materials Science and Engineering A*, vol. 229, Juin. 1997, pp. 68-86.
- [100] V.G. Gavriljuk, “High Nitrogen Steels. Nitrogen in Iron and Steel.,” *ISIJ International*, vol. 36, 1996, pp. 738-745.
- [101] J. Rawes et R. Roan, *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 25, p. 1994.
- [102] K. Lo, C. Shek, et J. Lai, “Recent developments in stainless steels,” *Materials Science and Engineering: R: Reports*, vol. 65, Mai. 2009, pp. 39-104.
- [103] R. Souza, M. Ignat, C. Pinedo, et A. Tschiptschin, “Structure and properties of low temperature plasma carburized austenitic stainless steels,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 204, Déc. 2009, pp. 1102-1105.
- [104] J. Schaufler, K. Durst, O. Massler, et M. Gaken, “In-situ investigation on the deformation and damage behaviour of diamond-like carbon coated thin films under uniaxial loading,” *Thin Solid Films*, vol. 517, Jan. 2009, pp. 1681-1685.
- [105] A. Mezin, “Aspects statistiques de la multifissuration unidirectionnelle des revêtements,” *Acta Metallurgica et Materialia*, vol. 43, Aoû. 1995, pp. 3151-3157.
- [106] B.F. Chen, J. Hwang, G.P. Yu, et J.H. Huang, “In situ observation of the cracking behavior of TiN coating on 304 stainless steel subjected to tensile strain,” *Thin Solid Films*, vol. 352, Sep. 1999, pp. 173-178.
- [107] M. Hu et A. Evans, “The cracking and decohesion of thin films on ductile substrates,” *Acta Metallurgica*, vol. 37, Mar. 1989, pp. 917-925.
- [108] D. Agrawal et R. Raj, “Measurement of the ultimate shear strength of a metal-ceramic interface,” *Acta Metallurgica*, vol. 37, Avr. 1989, pp. 1265-1270.
- [109] F. Delannay et P. Warren, “On crack interaction and crack density in strain-induced cracking of brittle films on ductile substrates,” *Acta Metallurgica et Materialia*, vol. 39, Juin. 1991, pp. 1061-1072.
- [110] P. Ramsey, H. Chandler, et T. Page, “Bending tests to estimate the through-thickness strength and interfacial shear strength in coated systems,” *Thin Solid Films*, vol. 201, Juin. 1991, pp. 81-89.
- [111] M. Ignat, M. Ducarroir, M. Lelogeais, et J. Garden, “An experimental approach to the analysis of the adhesion properties of SiC coatings deposited on steel substrates,” *Thin Solid Films*, vol. 220, Nov. 1992, pp. 271-276.
- [112] D. Agrawal et R. Raj, “Ultimate Shear Strengths of Copper-Silicia and Nickel-Silicia Interfaces,” *Materials Science and Engineering A*, vol. 126, 1990, pp. 125-131.
- [113] I.N. Sneddon, “The relation between load and penetration in the axisymmetric boussinesq problem for a punch of arbitrary profile,” *International Journal of Engineering Science*, vol. 3, Mai. 1965, pp. 47-57.
- [114] W. Oliver et G. Pharr, “An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments,” *Journal of Materials Research*, vol. 7, 1992, pp. 1564-1583.
- [115] K. Sangwal, B. Surowska, et P. Blaziak, “Relationship between indentation size effect and material properties in the microhardness measurement of some cobalt-based

- alloys,” *Materials Chemistry and Physics*, vol. 80, Mai. 2003, pp. 428-437.
- [116] N. Huber et C. Tsakmakis, “Experimental and theoretical investigation of the effect of kinematic hardening on spherical indentation,” *Mechanics of Materials*, vol. 27, Avr. 1998, pp. 241-248.
- [117] N. Huber et C. Tsakmakis, “Determination of constitutive properties from spherical indentation data using neural networks. Part ii: plasticity with nonlinear isotropic and kinematic hardening,” *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, vol. 47, Juin. 1999, pp. 1589-1607.
- [118] J. Woïrgard, J. Dargenton, C. Tromas, et V. Audurier, “A new technology for nanohardness measurements: principle and applications,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 100-101, Mar. 1998, pp. 103-109.
- [119] J. Woïrgard et J. Dargenton, “An alternative method for penetration depth determination in nanoindentation technique,” *Journal of Materials Research*, vol. 12, 1997, pp. 2455-2458.
- [120] G. Pharr et A. Bolshakov, “Understanding nanoindentation unloading curves,” *Journal of Materials Research*, vol. 17, p. 2660.
- [121] E. Menthe, A. Bulak, J. Olfe, A. Zimmermann, et K.-. Rie, “Improvement of the mechanical properties of austenitic stainless steel after plasma nitriding,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 133-134, Nov. 2000, pp. 259-263.
- [122] L. Qian, M. Li, Z. Zhou, H. Yang, et X. Shi, “Comparison of nano-indentation hardness to microhardness,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 195, Mai. 2005, pp. 264-271.
- [123] R. Rodriguez et I. Gutierrez, “Correlation between nanoindentation and tensile properties: Influence of the indentation size effect,” *Materials Science and Engineering A*, vol. 361, Nov. 2003, pp. 377-384.
- [124] C.A. Brookes, J.B. O'Neill, et B.A.W. Redfern, “Anisotropy in the Hardness of Single Crystals,” *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences*, vol. 322, Mar. 1971, pp. 73-88.
- [125] H. O'Neill, *The hardness of metals and its measurement*, (London): .
- [126] X. Chen, V. Struzhkin, Z. Wu, M. Somayazulu, J. Qian, et S. Kung, *Proc. Natl. Acad. Sci. USA*, vol. 102, 2005, p. 3198.
- [127] R. Alain, P. Violan, et J. Mendez, “Low cycle fatigue behavior in vacuum of a 316L type austenitic stainless steel between 20 and 600C Part I: Fatigue resistance and cyclic behavior,” *Materials Science and Engineering A*, vol. 229, Juin. 1997, pp. 87-94.
- [128] M. Gerland, J. Mendez, J. Lépinoux, et P. Violan, “Dislocation structure and corduroy contrast in a 316L alloy fatigued at (0.3-0.5) T<sub>m</sub>,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 164, Mai. 1993, pp. 226-229.
- [129] E.R. de los Rios, A. Walley, M.T. Milan, et G. Hammersley, “Fatigue crack initiation and propagation on shot-peened surfaces in A316 stainless steel,” *International Journal of Fatigue*, vol. 17, Oct. 1995, pp. 493-499.
- [130] C. Diepart, “Modelling of shot peening residual stresses - practical applications,” *Materials Science Forum*, vol. 163-3, 1994, pp. 457-464.
- [131] K. Masaki, Y. Ochi, et A. Ishii, “Fatigue properties of hard shot-peened SUS316L: Behaviors of hardness distribution, residual stress distribution and fatigue cracks during the fatigue process,” *Materials Science Research International*, vol. 4, 1998, pp. 200-205.
- [132] K. Tokaji, K. Kohyama, et M. Akita, “Fatigue behaviour and fracture mechanism of a 316 stainless steel hardened by carburizing,” *International Journal of Fatigue*, vol. 26, Mai. 2004, pp. 543-551.
- [133] L. Ceschini et G. Minak, “Fatigue behaviour of low temperature carburised AISI 316L

- austenitic stainless steel,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 202, Fév. 2008, pp. 1778-1784.
- [134] J.A. Berríos, D.G. Teer, et E.S. Puchi-Cabrera, “Fatigue properties of a 316L stainless steel coated with different TiN<sub>x</sub> deposits,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 148, Déc. 2001, pp. 179-190.
- [135] E. Puchi-Cabrera, F. Matinez, I. Herrera, J. Berrios, S. Dixit, et D. Bhat, *Surface and Coatings Technology*, vol. 182, 2004, p. 276.
- [136] P. VILLECHAISE, J. MENDEZ, et J. DELAFOND, “Application of dynamical ion mixing techniques to the improvement of the fatigue resistance of a 316L stainless steel,” *Le Journal de Physique IV*, vol. 03, 1993, p. 4 pages.
- [137] K. Tokaji, K. Kohyama, et M. Akita, “Fatigue behaviour and fracture mechanism of a 316 stainless steel hardened by carburizing,” *International Journal of Fatigue*, vol. 26, Mai. 2004, pp. 543-551.
- [138] K. Shetty, S. Kumar, et P. Raghobhama Rao, “Effect of ion nitriding on the microstructure and properties of Maraging steel (250 Grade),” *Surface and Coatings Technology*, vol. 203, Fév. 2009, pp. 1530-1536.
- [139] K. Genel, M. Demirkol, et M. Capa, “Effect of ion nitriding on fatigue behaviour of AISI 4140 steel,” *Materials Science and Engineering A*, vol. 279, Fév. 2000, pp. 207-216.
- [140] A. Martinavičius, G. Abrasonis, W. Möller, C. Templier, J.P. Rivière, A. Declémy, et Y. Chumlyakov, “Anisotropic ion-enhanced diffusion during ion nitriding of single crystalline austenitic stainless steel,” *Journal of Applied Physics*, vol. 105, 2009, p. 093502.
- [141] T. Christiansen et M. Somers, “Caractérisation de l’acier inoxydable après trempe superficielle à basse température,” *Revue de Matérialographie Struers*, vol. 9, 2006.
- [142] M. Mineur, “Conditions locales d’amorçage des fissures de fatigue dans un acier inoxydable de type 316L : aspects cristallographiques (EBSD),” Université de Poitiers, 2000.
- [143] H.-J Bunge, *Texture analysis in materials science*, (London, Boston): .
- [144] S. Kikuchi, “Diffraction of Cathode Rays by Mica,” *Japanese Journal of Physics*, vol. 5, 1928, pp. 83-86.
- [145] Guide book Series - OXFORD, *Crystal Orientation Mapping*.
- [146] S.W. Paddock, *Confocal Microscopy Methods and Protocols*, Humana Press, 1999.
- [147] C. Gorecki, G. Tribillon, et J. Mignot, “Optical profilometer in white light,” *Journal of Optics*, vol. 14, 1983, pp. 19-23.
- [148] Binnig, Quate, et Gerber, “Atomic force microscope,” *Physical Review Letters*, vol. 56, Mar. 1986, pp. 930-933.
- [149] F.O. Goodman et N. Garcia, “Roles of the attractive and repulsive forces in atomic-force microscopy,” *Physical Review B*, vol. 43, Fév. 1991, p. 4728.
- [150] A. WEISENHORN, P. Maivald, H. Butt, et P. Hansma, “Measuring adhesion, attraction, and repulsion between surfaces in liquids with an atomic-force microscope,” *Physical Review B*, vol. 45, 1992.
- [151] F. OHNESORGE et G. BINNIG, “Investigation of living cells in the nanometer regime with the scanning force microscope,” *Science*, vol. 6, 1993, pp. 919-930.
- [152] L. Doolittle, *Nucl. Inst. and Meth.*, vol. B.15, 1986, p. 227.
- [153] S. HECKER, M. STOUT, K. STAUDHAMMER, et J. SMITH, “Effects of Strain State and Strain Rate on Deformation-Induced Transformation in 304 Stainless Steel : PartI. Magnetic Measurements and Mechanical Behavior,” *METALLURGICAL TRANSACTIONS A*, vol. 13A, 1982, p. 619.

- [154] O. Ozturk et D.L. Williamson, "Phase and composition depth distribution analyses of low energy, high flux N implanted stainless steel," *Journal of Applied Physics*, vol. 77, Avr. 1995, pp. 3839-3850.
- [155] M.P. Fewell, D.R.G. Mitchell, J.M. Priest, K.T. Short, et G.A. Collins, "The nature of expanded austenite," *Surface and Coatings Technology*, vol. 131, Sep. 2000, pp. 300-306.
- [156] R.L.O. Basso, V.L. Pimentel, S. Weber, G. Marcos, T. Czerwiec, I.J.R. Baumvol, et C.A. Figueroa, "Magnetic and structural properties of ion nitrided stainless steel," *Journal of Applied Physics*, vol. 105, 2009, p. 124914.
- [157] S. Chikazumi, *Physics of Magnetism*, New-York: 1964.
- [158] F. Bridier, P. Villechaise, et J. Mendez, "Slip and fatigue crack formation processes in an [alpha]/[beta] titanium alloy in relation to crystallographic texture on different scales," *Acta Materialia*, vol. 56, Sep. 2008, pp. 3951-3962.
- [159] M.P. Fewell, J.M. Priest, M.J. Baldwin, G.A. Collins, K.T. Short, "Nitriding at low temperature" *Surface and Coatings Technology*, vol. 131, 2000, p. 284-290