



HAL
open science

Caractérisation du comportement mécanique de surfaces hyper-déformées par des phénomènes de contact

David Tumbajoy Spinel

► **To cite this version:**

David Tumbajoy Spinel. Caractérisation du comportement mécanique de surfaces hyper-déformées par des phénomènes de contact. Autre. Université de Lyon, 2016. Français. NNT : 2016LYSEM025 . tel-01665173

HAL Id: tel-01665173

<https://theses.hal.science/tel-01665173>

Submitted on 15 Dec 2017

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.



THÈSE DE DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE LYON

opérée au sein de

l'École des Mines de Saint-Étienne

École Doctorale N° 488
Sciences, Ingénierie, Santé

Spécialité : Sciences et Génie des Matériaux

présenté par

David TUMBAJOY SPINEL

Caractérisation du comportement mécanique de surfaces hyper-déformées par des phénomènes de contact

Soutenue publiquement le 9 novembre 2016

Membres du jury

Rapporteurs :	Pr. Salima BOUVIER	Laboratoire Roberval, UTC
	Dr. Marc VERDIER	SIMaP, Grenoble INP
Examineurs :	Pr. Cécile LANGLADE	IRTES-LERMPS, UTBM
	Dr. Constance MOREL	WINOA
	Dr. Xavier MAEDER	EMPA-Thun
Directeur de thèse :	Pr. Guillaume KERMOUCHE	LGF, EMSE
Co-directeur de thèse :	Pr. Jean-Michel BERGHEAU	LTDS, ENISE
Co-encadrant de thèse :	Dr. Sylvie DESCARTES (HDR)	LaMCoS, INSA-Lyon

Spécialités doctorales

SCIENCES ET GENIE DES MATERIAUX
MECANIQUE ET INGENIERIE
GENIE DES PROCEDES
SCIENCES DE LA TERRE
SCIENCES ET GENIE DE L'ENVIRONNEMENT

Responsables :

K. Wolski Directeur de recherche
S. Drapier, professeur
F. Gruy, Maître de recherche
B. Guy, Directeur de recherche
D. Grailliot, Directeur de recherche

Spécialités doctorales

MATHEMATIQUES APPLIQUEES
INFORMATIQUE
IMAGE, VISION, SIGNAL
GENIE INDUSTRIEL
MICROELECTRONIQUE

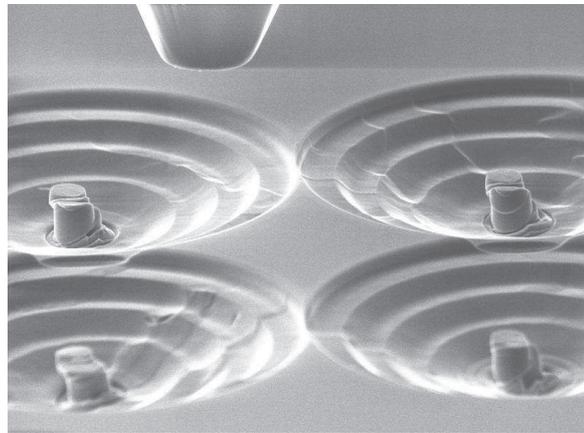
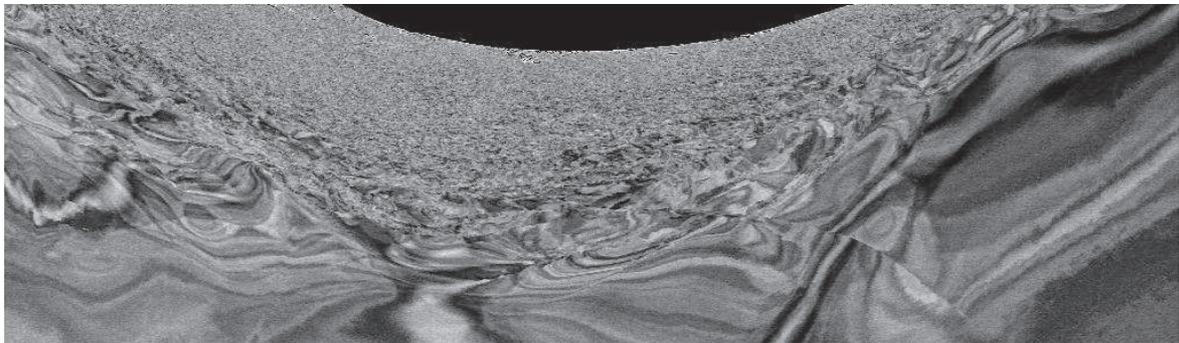
Responsables

O. Roustant, Maître-assistant
O. Boissier, Professeur
JC. Pinoli, Professeur
X. Delorme, Maître assistant
Ph. Lalevée, Professeur

EMSE : Enseignants-chercheurs et chercheurs autorisés à diriger des thèses de doctorat (titulaires d'un doctorat d'Etat ou d'une HDR)

ABSI	Nabil	CR	Génie industriel	CMP
AUGUSTO	Vincent	CR	Image, Vision, Signal	CIS
AVRIL	Stéphane	PR2	Mécanique et ingénierie	CIS
BADEL	Pierre	MA(MDC)	Mécanique et ingénierie	CIS
BALBO	Flavien	PR2	Informatique	FAYOL
BASSEREAU	Jean-François	PR	Sciences et génie des matériaux	SMS
BATTON-HUBERT	Mireille	PR2	Sciences et génie de l'environnement	FAYOL
BEIGBEDER	Michel	MA(MDC)	Informatique	FAYOL
BLAYAC	Sylvain	MA(MDC)	Microélectronique	CMP
BOISSIER	Olivier	PR1	Informatique	FAYOL
BONNEFOY	Olivier	MA(MDC)	Génie des Procédés	SPIN
BORBELY	Andras	MR(DR2)	Sciences et génie des matériaux	SMS
BOUCHER	Xavier	PR2	Génie Industriel	FAYOL
BRODHAG	Christian	DR	Sciences et génie de l'environnement	FAYOL
BRUCHON	Julien	MA(MDC)	Mécanique et ingénierie	SMS
BURLAT	Patrick	PR1	Génie Industriel	FAYOL
CHRISTIAN	Frédéric	PR	Science et génie des matériaux	SMS
DAUZERE-PERES	Stéphane	PR1	Génie Industriel	CMP
DEBAYLE	Johan	CR	Image Vision Signal	CIS
DELAFOSSE	David	PR0	Sciences et génie des matériaux	SMS
DELORME	Xavier	MA(MDC)	Génie industriel	FAYOL
DESRAYAUD	Christophe	PR1	Mécanique et ingénierie	SMS
DJENIZIAN	Thierry	PR	Science et génie des matériaux	CMP
DOUCE	Sandrine	PR2	Sciences de gestion	FAYOL
DRAPIER	Sylvain	PR1	Mécanique et ingénierie	SMS
FAVERGEON	Loïc	CR	Génie des Procédés	SPIN
FEILLET	Dominique	PR1	Génie Industriel	CMP
FOREST	Valérie	MA(MDC)	Génie des Procédés	CIS
FOURNIER	Jacques	Ingénieur chercheur CEA	Microélectronique	CMP
FRACZKIEWICZ	Anna	DR	Sciences et génie des matériaux	SMS
GARCIA	Daniel	MR(DR2)	Génie des Procédés	SPIN
GAVET	Yann	MA(MDC)	Image Vision Signal	CIS
GERINGER	Jean	MA(MDC)	Sciences et génie des matériaux	CIS
GOEURIOT	Dominique	DR	Sciences et génie des matériaux	SMS
GONDRAN	Natacha	MA(MDC)	Sciences et génie de l'environnement	FAYOL
GRAILLOT	Didier	DR	Sciences et génie de l'environnement	SPIN
GROSSEAU	Philippe	DR	Génie des Procédés	SPIN
GRUY	Frédéric	PR1	Génie des Procédés	SPIN
GUY	Bernard	DR	Sciences de la Terre	SPIN
HAN	Woo-Suck	MR	Mécanique et ingénierie	SMS
HERRI	Jean Michel	PR1	Génie des Procédés	SPIN
KERMOUCHE	Guillaume	PR2	Mécanique et Ingénierie	SMS
KLOCKER	Helmut	DR	Sciences et génie des matériaux	SMS
LAFOREST	Valérie	MR(DR2)	Sciences et génie de l'environnement	FAYOL
LERICHE	Rodolphe	CR	Mécanique et ingénierie	FAYOL
MALLIARAS	Georges	PR1	Microélectronique	CMP
MOLIMARD	Jérôme	PR2	Mécanique et ingénierie	CIS
MOUTTE	Jacques	CR	Génie des Procédés	SPIN
NIKOLOVSKI	Jean-Pierre	Ingénieur de recherche	Mécanique et ingénierie	CMP
NORTIER	Patrice	PR1		SPIN
OWENS	Rosin	MA(MDC)	Microélectronique	CMP
PERES	Véronique	MR	Génie des Procédés	SPIN
PICARD	Gauthier	MA(MDC)	Informatique	FAYOL
PIJOLAT	Christophe	PR0	Génie des Procédés	SPIN
PIJOLAT	Michèle	PR1	Génie des Procédés	SPIN
PINOLI	Jean Charles	PR0	Image Vision Signal	CIS
POURCHEZ	Jérémy	MR	Génie des Procédés	CIS
ROBISSON	Bruno	Ingénieur de recherche	Microélectronique	CMP
ROUSSY	Agnès	MA(MDC)	Génie industriel	CMP
ROUSTANT	Olivier	MA(MDC)	Mathématiques appliquées	FAYOL
STOLARZ	Jacques	CR	Sciences et génie des matériaux	SMS
TRIA	Assia	Ingénieur de recherche	Microélectronique	CMP
VALDIVIESO	François	PR2	Sciences et génie des matériaux	SMS
VIRICELLE	Jean Paul	DR	Génie des Procédés	SPIN
WOLSKI	Krzysztof	DR	Sciences et génie des matériaux	SMS
XIE	Xiaolan	PR1	Génie industriel	CIS
YUGMA	Gallian	CR	Génie industriel	CMP

Caractérisation du comportement mécanique de surfaces hyper-déformées par des phénomènes de contact



David TUMBAJOY SPINEL

École des Mines de Saint-Étienne

Dernière modification réalisée le 1^{er} février 2017

Dédié à mes grands parents :

Rafael Spinel La-Rotta
Rosa Gómez de Spinel

Remerciements

J'aimerais remercier tout d'abord mes encadrants de thèse pour leur énorme soutien et leur collaboration au cours de ces trois ans de travail. Mes premiers remerciements vont au Pr. Guillaume Kermouche, pour la confiance qu'il a déposé en moi et son engagement au cours de ce travail. Son investissement dans ce projet et son accompagnement m'ont permis de gagner en autonomie et en compétences d'une manière remarquable. Le courage, l'efficacité et la ténacité dont il fait preuve ont permis l'aboutissement et la réussite de notre projet commun. Ses qualités sont source d'inspiration pour moi pour mon avenir professionnel. Dr. Sylvie Descartes a fait preuve d'un dynamisme et d'une grande motivation qui m'ont portés pour ce travail. Elle a toujours été attentive aux détails, et ses conseils et son esprit critique pour les diverses phases du projet m'ont permis des avancées significatives. Sa curiosité sur les thèmes que l'on découvrait ensemble était un atout majeur. Je remercie également Pr. Jean-Michel Bergheau pour ces conseils avisés, ainsi que pour toutes ses interventions qui ont su m'encourager à poursuivre nos efforts et prendre du recul sur notre travail. Sa bienveillance à mon égard dès nos premières rencontres et sa simplicité sont pour moi des qualités à cultiver.

Ensuite, je voudrais remercier Pr. Salima Bouvier et Dr. Marc Verdier pour avoir accepté d'être les rapporteurs de mon manuscrit de thèse. J'ai une grande estime pour la qualité de leurs rapports et également pour les divers commentaires constructifs sur mon projet. J'ai beaucoup apprécié les divers échanges que l'on a pu avoir lors de la soutenance. Je tiens à remercier également Pr. Cécile Langlade (Présidente du Jury), Dr. Constance Morel (Examinatrice) et Dr. Xavier Maeder (Examineur) pour leur participation dans l'évaluation de mes travaux de thèse. Je tiens également à les remercier pour les divers échanges académiques et collaborations que l'on a pu avoir au cours de ma thèse. L'aide du Pr. Cécile Langlade dans l'élaboration des tests de micro-percussion a été cruciale pour la construction de ce projet. Avec Dr. Constance Morel j'ai pu avoir divers échanges par rapport au grenailage et divers traitements mécaniques de surfaces qui nous ont mener à des résultats déterminants. Les discussions avec Dr. Xavier Maeder ont pu ouvrir des horizons plus larges et permettre des apports nouveaux et des points de vue éclairants sur notre travail.

Puis, j'aimerais remercier le LABEX Manutech-SISE, sous la direction de Christophe Donnet, ainsi que l'École des Mines de Saint Étienne. Le naturel abordable de Christophe Donnet m'a interpellé, et son intérêt pour notre projet a été très appréciable. Le soutien administratif

de l'ensemble du personnel de l'école m'a permis de me consacrer à mon projet, et leur aide concernant notamment mes besoins face à ma nationalité ont été d'un appui non négligeable pour la bonne avancée de ma thèse. Les financements apportés par ces deux entités ont été la clef de la réalisation de ma thèse et m'ont permis de gagner en compétences. Les conférences nationales et internationales m'ont permis de rencontrer de grands chercheurs et d'apprendre beaucoup à leur contact. L'accueil que m'ont réservé les laboratoires de recherches et d'investigations que j'ai pu fréquenter, tels que le site de Gardanne de l'École des Mines de Saint Étienne, l'École Nationale d'Ingénieurs de Saint Étienne, l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, WINOA, l'Université Technologique de Belfort Montbelliard, et l'EMPA de Thoune (Suisse), a été à chaque fois d'une qualité notable. Je tiens à remercier plus particulièrement Johann Michler, mon admiration allant grandissant lors de nos temps d'échanges, et son équipe de travail de l'EMPA de Thoune pour son expertise, ses conseils et l'opportunité qui m'a été offerte de découvrir un nouveau pays et de nouvelles perspectives.

Par ailleurs, j'aimerais remercier également tous mes collègues de travail que j'ai rencontré sur les divers sites où j'ai pu travailler. Je tiens à remercier notamment Guillaume, Jean-Gabriel, Ernesto, Lisa, Clément, Jessica, Michal, Matthieu, Robin, Étienne, Loïc, Diego, Mariana, et tous ces doctorants de l'École des Mines que j'ai rencontré et qui ont le courage de se lancer dans l'aventure de la thèse. Je remercie également Gilles Blanc, Sergio Sao-Joao, Marilyne Mondon et Matthieu Lenci pour leur expertise et leur collaboration dans ce projet de thèse. Je tiens à souligner leurs grandes qualités humaines et leur engagement envers tous les doctorants de l'école. Je remercie également tous les différents chercheurs, laborantins et techniciens qui m'ont aidé dans mon projet. Ils représentent une valeur inestimable pour le Laboratoire George Friedel et pour l'École des Mines. Finalement, j'aimerais remercier certains collègues et chercheurs des différents sites externes à l'École et qui ont été très importants pour moi d'une façon professionnelle et personnelle, et qui ont participé d'une manière directe ou indirecte à mon travail de thèse : Gaylord, Victor, Sylvain, James, Gaurav, Maxime, Marie, Keith et Halim.

Pour finir, je tiens à remercier toute ma famille et mes amis pour leur grand soutien et leur aide dans cette extraordinaire épreuve. Tout d'abord je remercie ma mère pour tout le courage dont elle a fait preuve et la grande motivation qu'elle m'a transmis non seulement lors de la thèse, mais également tout au long des différentes étapes de formation que j'ai fait. Elle a été d'un amour à toutes épreuves, m'a prodigué de sages conseils, a fait preuve d'un grand caractère dans les moments décisifs et d'une foi étonnante face à l'incertitude. Je l'aime pour son immense courage, sa ténacité et sa responsabilité au cours de nos vies, des qualités qui sont un digne exemple pour moi et dont je suis très admiratif. Je remercie également toute ma famille Spinel, notamment mes oncles et tantes, Rafael, Carlos, Julio, Jorge, Ricardo, Luisa, Fabiola et Maria Victoria, et à leur familles respectives pour leurs encouragements et leur amour. Je les remercie pour le grand exemple de responsabilité, de ténacité, de fraternité,

de solidarité et d'engagement. Malgré les distances, ils ont toujours été inconditionnels pour m'aider, me conseiller et m'encourager. Finalement je remercie mes grands parents Rafael et Rosa, à qui je dédie ce travail, car ils ont été deux personnes essentielles dans ma formation personnelle et professionnelle. Ils sont une source d'inspiration. Je remercie également ma famille Tumbajoy pour son aide et divers mots d'encouragement dans cette épreuve. Je remercie également des amis qui ont rendu possible ce rêve, notamment des personnes comme Alvaro, Andrés, Julio, Nelson, Matias, Nicolas, Yves, Rémi-Gabriel, Emma, Julie, Nicole, Matthieu, Kitti, et Jean-François. Pour conclure, j'aimerai remercier Ghislie pour son amour qui nous fait grandir jour après jour, sa patience dans les épreuves, sa détermination dans les moments difficiles, sa capacité à aller au bout des choses, son écoute bienveillant, et ses sages conseils. Elle et sa famille ont été un point d'appui très important pour moi afin de couronner cette étape.

Table des matières

Introduction Générale	1
1 Synthèse bibliographique des traitements mécaniques de surface	5
1.1 Traitements mécaniques de surface	5
1.1.1 Introduction aux traitements mécaniques de surface	5
1.1.2 Traitement mécanique par impact : Grenailage / SMAT	6
1.1.3 Traitement mécanique par glissement : Galetage	9
1.1.4 Autres méthodes d'hyper-déformation plastique	11
1.2 Transformation microstructurale en surface par hyper-déformation plastique .	12
1.2.1 Déformation plastique à l'échelle des dislocations	12
1.2.2 Raffinement micro-structural par déformation plastique sévère	17
1.2.3 Conséquences mécaniques des surfaces micro-structurées par hyper-déformation	19
1.3 État de l'art sur les techniques de caractérisation des surfaces hyper-déformées	21
1.3.1 Études de caractérisation mécanique et microstructurale de surfaces hyper-déformées	21
1.3.2 Analyses complémentaires dans l'investigation des surfaces micro-structurées	25
1.3.3 Autres essais micro-mécaniques moins explorés pour la quantification des gradients mécaniques	27
1.4 Conclusion du chapitre I : phases du projet	28
2 Méthodes de caractérisation mécanique et microstructurale	31
2.1 Introduction	31
2.2 Caractérisation microstructurale	31
2.2.1 Microscopie électronique à balayage - MEB	31
2.2.2 Cartographies EBSD - <i>Electron BackScatter Diffraction</i>	33
2.2.3 Spectrométrie à décharge lumineuse - SDL	38
2.3 Nano-indentation	39
2.3.1 Indentation Instrumentée	39
2.3.2 Dépouillement des données mesurées par indentation instrumentée . .	46
2.3.3 Indentation CSM - Continuous Stiffness Measurement	50
2.3.4 Point représentatif de la courbe contrainte-déformation	54
2.4 Fabrication et compression de micro-piliers	55
2.4.1 Principe général de la compression de micro-piliers	55
2.4.2 Fabrication de micro-piliers	55
2.4.3 Micro-compression des piliers <i>in situ</i>	59
2.4.4 Dépouillement des courbes contrainte - déformation	60

2.5	Conclusion du chapitre II	62
3	Matériau modèle (Fer-α pur) et raffinement microstructural en surface	63
3.1	Introduction	63
3.2	Fabrication des échantillons de fer pur	63
3.2.1	Production des barreaux de fer- α	63
3.2.2	Préparation et polissage des échantillons	64
3.2.3	Microstructure des barreaux de fer- α avant traitements thermiques . .	65
3.2.4	Traitement thermique (recuit) du fer- α	66
3.2.5	Microstructure initiale du fer- α avant traitement de surface	68
3.2.6	Analyse chimique de pureté des échantillons de fer- α	69
3.3	Propriétés physiques et mécaniques du fer- α	70
3.3.1	Propriétés générales du fer- α et systèmes de glissement préférentiels .	70
3.3.2	Propriétés mécaniques initiales du fer- α	70
3.4	Techniques employées dans le traitement mécanique des surfaces	77
3.4.1	Grenaillage : <i>NanoPeening</i> ®	77
3.4.2	Micro-percussion	78
3.5	Résultats de surfaces tribologiquement transformées (TTS) par contact méca- nique	81
3.5.1	Surfaces transformées par <i>NanoPeening</i> ®	81
3.5.2	Surfaces transformées par <i>Micro-percussion</i>	84
3.5.3	Quantification de l'oxygène en surface par SDL	92
3.6	Conclusion du chapitre III	92
4	Quantification des gradients de propriétés mécaniques après grenaillage intensif	95
4.1	Introduction	95
4.2	Gradients mécaniques par nano-indentation	95
4.2.1	Procédés d'indentation sur les échantillons grenailés	96
4.2.2	Résultats	99
4.2.3	Caractérisation microstructurale des zones indentées	104
4.3	Gradients mécaniques par micro-compression	107
4.3.1	Caractérisation micro-structurale de la surface d'intérêt	107
4.3.2	Fabrication de micro-piliers sur l'échantillon grenailé	107
4.3.3	Résultats de micro-compression : gradients de propriétés mécaniques .	111
4.4	Discussion	112
4.4.1	Nano-indentation vs Micro-compression	112
4.4.2	Relation de dureté et taille de grain : effet Hall-Petch	114
4.5	Conclusion du chapitre IV	118
5	Gradient de propriétés mécaniques de surfaces hyper-déformées par micro- percussion	119
5.1	Introduction	119
5.2	Caractérisation microstructurale de la surface transformée par micro-percussion	119
5.3	Tests de micro-compression en sous-surface	122
5.3.1	Fabrication de micro-piliers et compression <i>in situ</i>	122
5.3.2	Résultats	123
5.4	Estimation des différentes contributions microstructurales en sous-surface . .	127

5.4.1	Contribution de contraintes sur la valeur totale de σ_y	127
5.4.2	Densité de dislocations GND par KAM	132
5.4.3	Taille moyenne de grain pour chaque pilier	134
5.4.4	Facteur de Schmid	135
5.4.5	Somme de différentes contributions sur la limite d'élasticité σ_y	136
5.5	Discussion	138
5.5.1	Influence mécanique de chaque phénomène microstructural	138
5.5.2	Comparaison avec le gradient mécanique obtenu par grenailage	141
5.6	Conclusion du chapitre V	144
	Conclusion Générale	145
	Bibliographie	151

Introduction Générale

La résistance à l'usure des surfaces métalliques représente un enjeu important à la fois du point de vue scientifique mais aussi du point de vue industriel et économique. Une des façons d'augmenter cette résistance est de conférer aux surfaces des propriétés spécifiques. Dans ce contexte, les traitements mécaniques de surface, tels que le grenaillage (*shot-peening*), le SMAT (*Surface Mechanical Attrition Treatment*), le galetage (*Rolling-Burnishing*), entre autres, sont connus pour renforcer significativement la durabilité des surfaces métalliques.

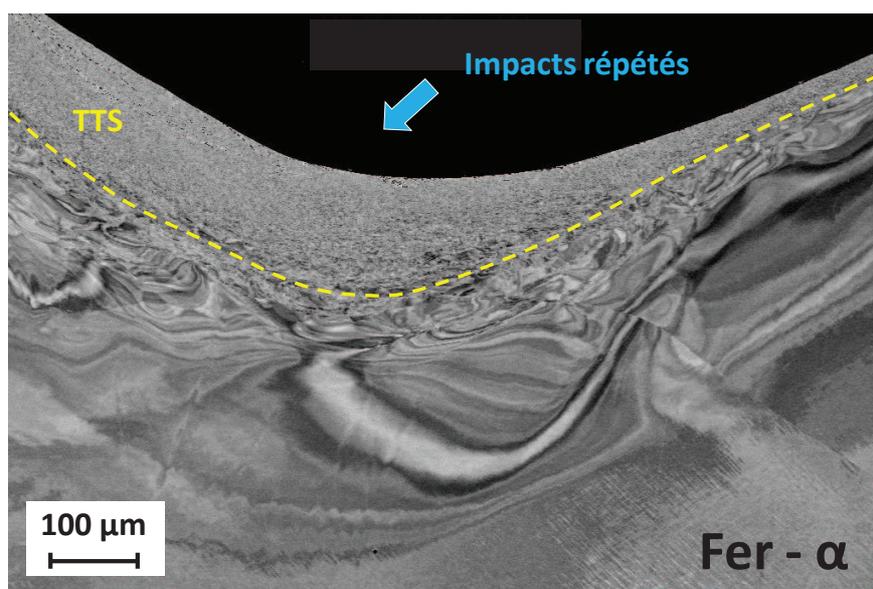


Figure 1 – Exemple d'une surface de fer- α mécaniquement transformée par des impacts répétés (micro-percussion). L'hyper-déformation plastique produit une couche dénommée "surface tribologiquement transformée" (en anglais : *tribologically transformed surface* - TTS).

Ces procédés soumettent le matériau à une charge mécanique répétée, entraînant une déformation plastique sévère et par conséquent la transformation microstructurale des sous-surfaces. Les couches transformées par ces phénomènes de contact sont souvent dénommées "surfaces tribologiquement transformées" (en anglais : *Tribologically Transformed Surfaces* - TTS). Cette transformation locale du matériau se manifeste par le raffinement progressif de la microstructure sur une profondeur de quelques dizaines de micromètres (voir [figure 1](#)).

Le gradient de taille des grains engendré conduit au durcissement du matériau en extrême surface, permettant d'améliorer le comportement mécanique vis-à-vis des effets par fatigue, usure ou frottement.

Actuellement, il est bien connu que ces procédés génèrent une évolution des propriétés mécaniques en profondeur des surfaces. Toutefois, un simple essai de micro-dureté n'est pas suffisant pour quantifier précisément le gradient des propriétés mécaniques induit, et surtout comprendre dans quelle mesure divers phénomènes mécaniques et microstructuraux sont impliqués dans le durcissement du matériau en extrême surface.

L'objet de ce projet est le développement d'une méthodologie de caractérisation des propriétés mécaniques de zones hyper-déformées en surface par l'utilisation combinée de la nano-indentation (figure 2-a) et de la micro-compression de piliers (figures 2-b,c).

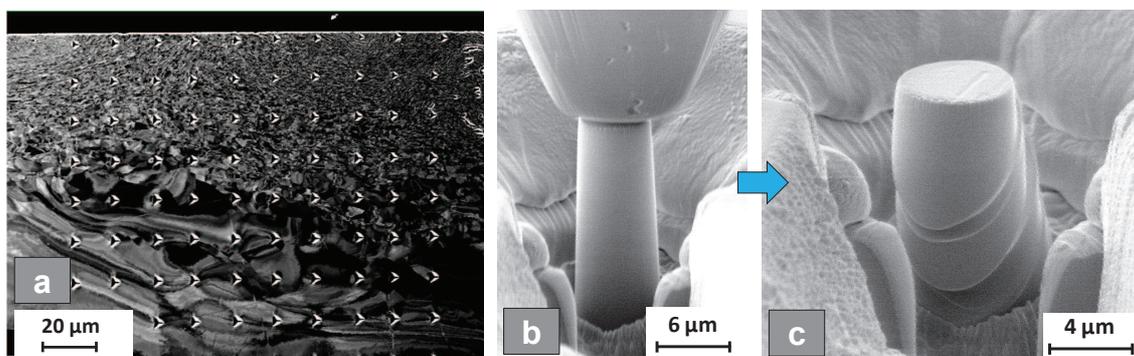


Figure 2 – Essais micro-mécaniques utilisés dans la quantification de gradients mécaniques en surfaces hyper-déformées : (a) nano-indentation et (b, c) micro-compression de piliers.

Ce mémoire de thèse s'articule autour de cinq chapitres :

- **chapitre 1** : ce chapitre commence par une description de divers traitements mécaniques de surfaces. Les théories des mécanismes de déformation plastique (à l'échelle de dislocations) et de transformation microstructurale par hyper-déformation sont ensuite présentées. A la fin du chapitre, un état de l'art sur les diverses méthodes de caractérisation mécanique et microstructurale des surfaces hyper-déformées est discuté. Ce chapitre permet de mettre en lumière les différentes étapes et techniques de caractérisation utilisées dans ce projet.
- **chapitre 2** : dans ce chapitre, les enjeux principaux de mise en oeuvre de chacune des techniques de caractérisation sont abordés. Les méthodes de caractérisation microstructurale envisagées dans ce projet (MEB, EBSD, SDL) sont d'abord présentées, puis les deux types d'essais micro-mécaniques utilisés : la nano-indentation et la com-

pression de micro-piliers.

- **chapitre 3** : dans ce chapitre, tous les repères expérimentaux du projet sont établis et une première approche de caractérisation des surfaces transformées par impact est présentée. Tout d'abord, les caractéristiques physiques et mécaniques du matériau choisi pour ce projet (fer- α) sont exposées. Les différentes étapes de fabrication et préparation des échantillons sont également abordées. Ensuite, la microstructure du fer- α est décrite avant et après les traitements mécaniques de surfaces utilisés : le grenailage et la micro-percussion.
- **chapitre 4** : les gradients mécaniques engendrés par grenailage sont identifiés dans ce chapitre. Les propriétés mécaniques quantifiées en sous-surface sont confrontées au gradient microstructural des surfaces caractérisées. Deux sujets principaux sont discutés à partir des résultats expérimentaux : (*i*) la relation des propriétés mécaniques mesurées par les deux essais micro-mécaniques et (*ii*) la relation entre l'effet de taille de grain engendré en surface (effet Hall-Petch) et les évolutions mécaniques quantifiées.
- **chapitre 5** : ce chapitre s'intéresse aux gradients mécaniques des surfaces transformées par micro-percussion. Des approches expérimentales et théoriques sont considérées afin de décrire les phénomènes impliqués dans la formation du gradient mécanique et microstructural. Plusieurs essais de micro-compression des piliers sont réalisés en sous-surface. Les différents mécanismes de durcissement des surfaces par hyper-déformation sont discutés. Les résultats obtenus sont finalement comparés aux gradients mécaniques quantifiés pour les surfaces grenillées.

Chapitre 1

Synthèse bibliographique des traitements mécaniques de surface

1.1 Traitements mécaniques de surface

1.1.1 Introduction aux traitements mécaniques de surface

Les traitements de surfaces ont pour but d'améliorer les propriétés mécaniques des surfaces métalliques (plusieurs dizaines à centaines de μm) en conservant les mêmes caractéristiques physico-chimique au coeur du matériau. Ceci permet d'attribuer au matériau une meilleure tenue à l'usure et la fatigue superficielle, améliorer les propriétés tribologiques, contribuer aux procédés de fabrication et/ou donner une grande versatilité aux propriétés globales du matériau [1]. Parmi les différents traitements de surfaces, ils existent deux grands groupes : (*i*) les traitements de transformation micro-structurale et (*ii*) les traitements thermo-chimiques [1,2]. De même, les techniques de transformation micro-structurale peuvent être classées en tant que méthodes mécaniques et thermiques [3]. Un classement général des traitements de surfaces est présenté dans le schéma de la [figure 1.1](#) [1–3]. Une définition globale de chaque catégorie des traitements superficiels est présentée par la suite :

- *Traitements mécaniques de surface* : ces techniques permettent une transformation de la microstructure à partir d'une déformation plastique sévère en surface. Ces techniques sont généralement utilisées à température ambiante [4].
- *Traitements thermiques de surface* : la transformation microstructurale en surface est faite à travers des phénomènes de recristallisation ou changement de phases métallurgiques induites.
- *Traitements thermochimiques de surface* : la microstructure de surface est durcie par l'implantation ou diffusion d'éléments chimiques tel que l'azote (nituration) ou le carbone (cémentation) [5]. Ces méthodes ne génèrent pas forcément une transformation microstructurale.

Profondeur affectée		$\approx 1 \mu\text{m}$	$\approx 10 \mu\text{m}$	$\approx 100 \mu\text{m}$	$\approx 1 \text{mm}$
Traitements de transformation microstructurale	Traitements mécaniques		Sablage		
				Martelage	
					Laser-peening
			Grenailage (Shot-peening)		
		SMAT (Surface Mechanical Attrition Treatment)			
			Galetage (Rolling-burnishing)		
Traitements thermiques					Induction
			Laser		
			Traitements martensitiques		
Traitements thermo-chimiques			Cémentation		
		Nitruration			
	Implantations ioniques				

Figure 1.1 – Classification des différents traitements de surface avec les intervalles des profondeurs affectées. D’après [1-3].

Au cours de ce projet de recherche, nous nous sommes intéressés plus particulièrement aux *traitements mécaniques de surface* et à la quantification des propriétés mécaniques engendrées en surface par les différents mécanismes impliqués dans l’hyper-déformation plastique. Il est donc important de comprendre le principe des traitements mécaniques de surface et leurs conséquences micro-structurales. Dans l’industrie, ces techniques peuvent être classées selon le type de contact : (i) par impact ou (ii) par frottement. Dans les deux cas, la déformation plastique sévère génère un raffinement des grains dans l’extrême surface. Cette couche transformée est aussi connue dans la littérature comme une *surface tribologiquement transformée* (ou Tribologically Transformed Surface - TTS - en anglais) [6, 7].

Dans les couches TTS, la déformation plastique en extrême surface conduit à une forte interaction, mouvement et formation des défauts cristallins, de façon à créer une importante désorientation du réseau atomique à l’intérieur des grains (voir section 1.2) [4]. Dans les zones plus proches de l’extrême surface, la désorientation est tellement forte que des nouveaux joints de grains apparaissent et ainsi la taille des grains est considérablement réduite (voir exemple de la [figure 1.2](#)). Une forte augmentation locale des propriétés mécaniques est induite par ces changements en surface. Par la suite, différents traitements mécaniques explorés (par impact et par glissement) seront présentés, ainsi que quelques essais de transformation microstructurale par hyper-déformation plastique.

1.1.2 Traitement mécanique par impact : Grenailage / SMAT

Parmi tous les traitements mécaniques par impact ([figure 1.1](#)), le grenailage (en anglais *Shot-peening*) est un des traitements de surface les plus connus. Le principe de cette technique consiste à projeter plusieurs billes métalliques (0.1 mm à 2 mm de diamètre [8]) à grande

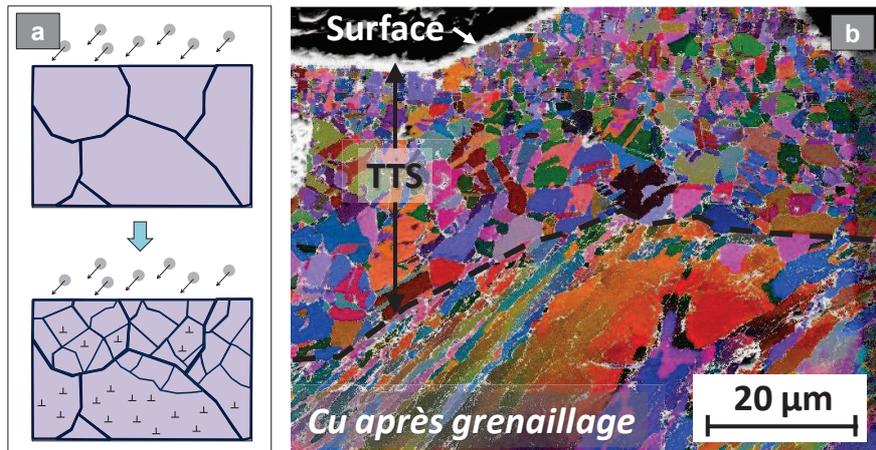


Figure 1.2 – (a) Schéma représentatif de la réduction de la taille de grains en extrême surface par un traitement mécanique de surface par impact : grenailage. (b) Transformation microstructurale d’une surface de cuivre (TTS) après un traitement de grenailage. L’image a été réalisée par EBSD (*Electron BackScatter diffraction*).

vitesse sur la surface du matériau d’intérêt (figure 1.2-a). Dans le traitement de grenailage, les surfaces produites ainsi que les propriétés engendrées peuvent dépendre de plusieurs paramètres [9]. Les principaux facteurs à contrôler sur ce procédé sont [3] :

- la vitesse (50 m/s),
- la nature de billes (Taille, matériau, dureté),
- la pression de l’air,
- l’angle d’attaque,
- la durée du traitement.

Le procédé de grenailage est souvent qualifié par deux valeurs représentatives qui permettent d’estimer l’influence de la gamme de paramètres choisis pour le traitement. Ces facteurs sont [1] :

L’intensité Almen : cette grandeur permet de quantifier les effets du procédé en termes de contraintes résiduelles. Une plaque métallique est exposée au procédé de grenailage en étant bloquée par plusieurs brides. Lorsque l’impact des billes est terminé et que les brides sont libérées, la plaque se déforme sous l’effet des contraintes résiduelles en surface [9]. La flèche de la plaque correspond à la valeur d’intensité Almen (figure 1.3-a) [10]. L’intensité mesurée est en lien avec le temps d’exposition, connu comme temps de saturation. Ce temps permet de reproduire les mêmes conditions de grenailage en assurant une augmentation d’intensité Almen de 10 % pour un temps d’exposition deux fois plus grand que le temps de saturation (figure 1.3-a).

Taux de recouvrement : cette grandeur permet d'identifier le nombre de fois qu'une zone de la surface grenillée est impactée par une bille. En d'autres termes cette valeur représente le pourcentage des zones traitées par rapport à la surface initiale totale (figure 1.3-b) [8]. Par exemple, pour un taux de recouvrement 100 % toutes les zones de la surface ont été impactées au moins une fois par une bille. En général, les pourcentages inférieurs à 100 % sont détectés à partir d'une analyse visuelle de la surface [8], tandis que les pourcentages supérieurs sont définis par rapport au temps de base correspondant à un recouvrement 100 % [11]. C'est-à-dire que pour un recouvrement de 200 %, par exemple, le grenillage doit durer deux fois plus longtemps que pour un taux de 100 %.

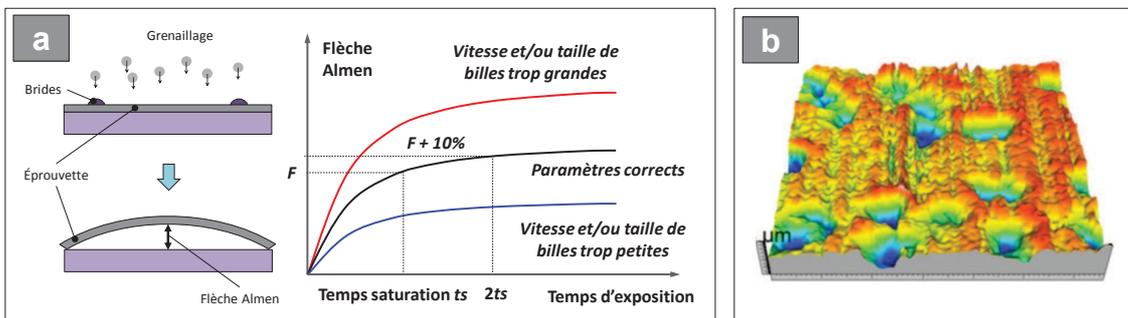


Figure 1.3 – (a) Mesure de l'Intensité Almen et (b) du recouvrement d'impacts [8] après grenillage.

Le principe du traitement SMAT (en anglais : *Surface Mechanical Attrition Treatment*) est très semblable à celui du grenillage. La surface d'intérêt est mise dans une chambre à vide dans laquelle les billes sont agitées par vibrations (50 Hz à 20 Hz), produisant plusieurs impacts énergétiques (1 à 20 m/s) dans des directions aléatoires [12]. Une représentation de cette technique est présentée dans la figure 1.4 [12, 13]. Les différences les plus notables de ce type de traitement par rapport au grenillage conventionnel sont : (i) la projection aléatoire des billes, (ii) La taille des sphères métalliques (1 à 10 mm) et (iii) la forme de projection de billes sur la surface [13].

Pour conclure, il faut mentionner que les traitements mécaniques par impact (grenillage ou SMAT) confèrent plusieurs aspects positifs aux surfaces des matériaux, raison pour laquelle ils sont largement utilisés dans l'industrie aéronautique, automobile, nucléaire, etc [11]. Tout d'abord, un des effets les plus remarquables pour ces traitements est la génération de contraintes résiduelles de compression en sous-surface du matériau [14]. Ceci permet de lutter contre la formation et la propagation de fissures par fatigue. Également, les surfaces traitées subissent une transformation microstructurale sur plusieurs dizaines de μm [13]. Ceci se traduit par l'augmentation des propriétés mécaniques locales, permettant ainsi d'améliorer la résistance contre l'abrasion et l'endommagement par contact.

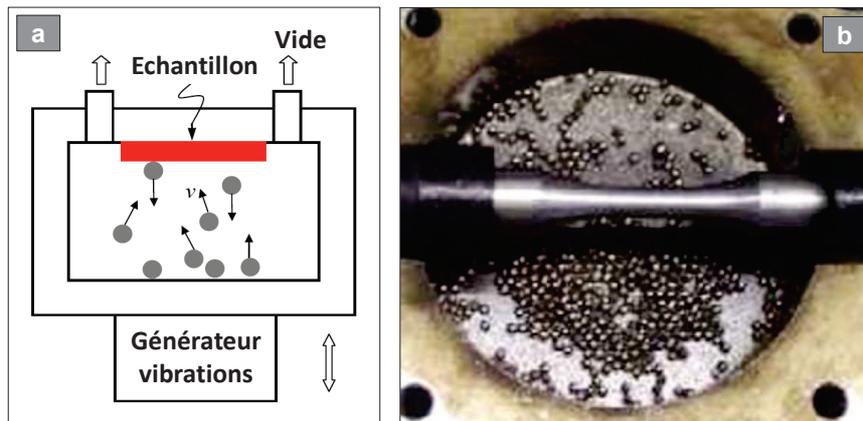


Figure 1.4 – (a) Représentation du principe du traitement de surfaces par impact SMAT : *Surface Mechanical Attrition Treatment*. D’après [12, 13]. (b) Exemple d’une éprouvette de traction en acier AISI 316L traitée par SMAT (diamètre des billes entre 2 et 3 mm), d’après [15].

1.1.3 Traitement mécanique par glissement : Galetage

Le galetage (ou *Rolling-Burnishing* en anglais) est un traitement mécanique dans lequel la transformation microstructurale et l’augmentation des propriétés mécaniques est faite à partir de contacts du type glissement. Le principe de cette technique consiste à faire glisser un outil métallique de forme sphérique sur la surface du matériau. Industriellement, ce procédé est majoritairement employé pour des géométries cylindriques [16, 17]. Durant le contact, le déplacement de l’outil est uni-directionnel, tandis que la pièce cylindrique tourne autour de son propre axe de symétrie. Ces mouvements combinés se traduisent par la formation d’une trajectoire spiroïdale de l’outil sur la pièce traitée, permettant de parcourir toute la surface et éventuellement faire plusieurs passages (figure 1.5-a) [17].

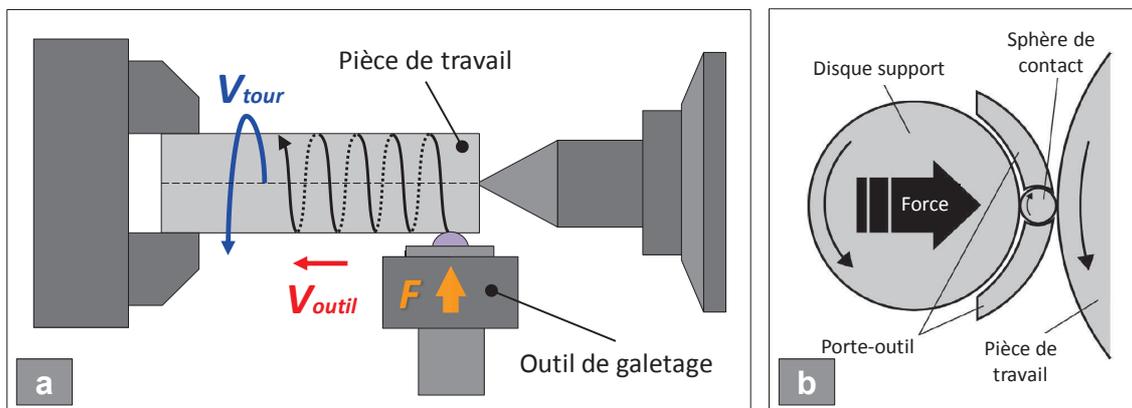


Figure 1.5 – (a) Principe du galetage (*Rolling-Burnishing*) et (b) outil employé dans ce traitement mécanique par frottement. D’après [16].

L'outil de galetage conventionnel correspond à une sphère mobile (de quelque mm de diamètre) sur laquelle un disque de support, lié à un ressort, appuie l'outil contre la surface traitée (figure 1.5-b) [16]. Afin de garantir un contact permanent et une importante déformation plastique en surface, une force de contact est appliquée sur l'outil (10 N à 500 N). La zone de contact entre l'outil et la surface peut être considérée comme un contact ponctuel. Les conditions du traitement comprennent la vitesse d'avance de l'outil (V_{outil}), la vitesse de tournage de la pièce (V_{tour}) et le nombre de passages [17]. Généralement, le contact est fait de façon perpendiculaire (90°), mais certains auteurs proposent aussi une inclinaison dans le glissement de l'outil [16].

D'autres applications ont montré une grande adaptabilité de cette technique pour de surfaces avec une géométrie plus complexe (*Ball-Burnishing*) [17–19]. Plusieurs auteurs ont également proposé diverses variantes de cette technique selon le matériau, la forme ou le type de contact de l'outil. Ainsi, des méthodes comme le galetage par boule céramique [20] ou le "deep-rolling" [21, 22] ont été suggérés. Dans tous les cas, les traitements mécaniques par glissement ont pour but la formation d'une couche hyper-déformée en surface afin d'augmenter la tenue mécanique de la pièce traitée. A la différence des techniques par impact, ces méthodes offrent également la possibilité d'améliorer l'état de surface (superfinition [20]).

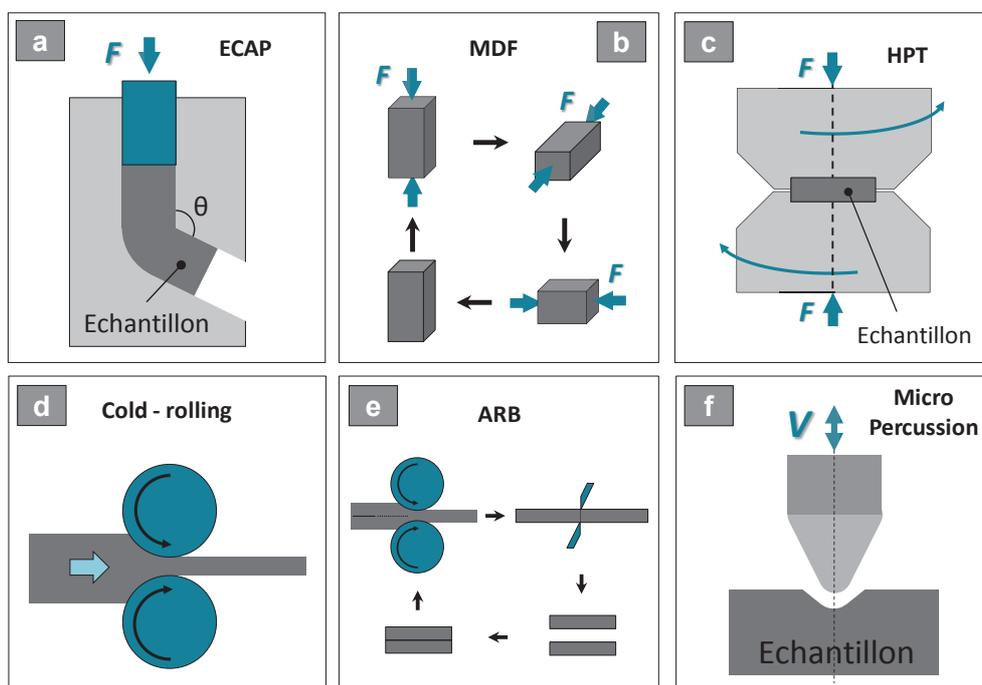


Figure 1.6 – Représentation des différents procédés de déformation plastique sévère : (a) Equal Channel Angular Pressing - ECAP, (b) Multi Direction Forging - MDF, (c) High Pressure Torsion - HPT, (d) Cold-rolling, (e) Accumulative Roll Bonding - ARB, (f) Micro-percussion.

1.1.4 Autres méthodes d'hyper-déformation plastique

Plusieurs techniques permettent de créer un raffinement micro- (ou *nano*-) structural du matériau en introduisant une déformation plastique sévère ou hyper-déformation. Au-delà des traitements mécaniques superficiels présentés précédemment (sections 1.1.2 et 1.1.3), d'autres techniques, industrielles ou académiques, sont d'un grand intérêt aujourd'hui dans l'investigation des mécanismes présents dans la transformation structurale et les évolutions mécaniques induites. Les techniques explorées les plus remarquables sont (figure 1.6) :

- l'*ECAP* - *Equal Channel Angular Pressing* : La pièce métallique est contrainte à passer à l'intérieur d'un tube de même diamètre avec un angle important d'inclinaison. Les mécanismes de cisaillement présents créent une importante déformation plastique de la pièce et un raffinement microstructurale à chaque passage (figure 1.6-a) [23, 24].
- le *MDF* - *Multi Direction Forging* : Cette méthode consiste à forger un volume métallique sur plusieurs étapes en conservant la même géométrie du solide à la fin du cycle de chargements. A chaque étape de forgeage, le solide est déformé dans une direction orthogonale aux étapes précédentes afin de récupérer la géométrie initiale. Chaque phase de forgeage permet de raffiner progressivement la microstructure (figure 1.6-b) [25].
- le *HPT* - *High Pressure Torsion* : La pièce métallique (disque de quelques *mm* d'épaisseur) est déformée en appliquant des contraintes normales et de cisaillement simultanément (figure 1.6-c) [26]. Cette technique permet de déformer différents types de matériaux et alliages. Cependant les volumes de déformation ne sont pas comparables aux autres techniques. La microstructure est transformée de façon hétérogène selon les endroits de glissement et de charge maximale.
- le *cold-rolling* : Le matériau passe à travers deux disques qui réduisent la section transversale initiale et introduisent une grande déformation plastique et un raffinement microstructural (figure 1.6-d) [27].
- l'*ARB* - *Accumulative Roll Bonding* : Cette procédure est une variante du *cold-rolling*. Dans ce cas, deux plaques métalliques sont déformées simultanément dans une machine à rétreindre afin de produire une seule plaque. La lame résultante est couper en deux et les morceaux sont déformés ensembles à nouveau. La taille de grain est fortement réduite à chaque cycle de déformation (figure 1.6-e) [28].
- la *micro-percussion* : L'hyper-déformation et transformation microstructurale en surface (couche TTS d'une centaine de μm) est créée par l'impact répété d'une pointe

conique rigide (en carbure de tungstène) sur la surface du matériau. Le diamètre de l'indenteur est de l'ordre de 1 mm et les vitesses d'impact sont de l'ordre de la centaine de mm/s . Cette technique offre l'avantage d'une déformation "contrôlée" par impact, permettant de mieux maîtriser et localiser l'énergie d'impact employée dans le raffinement microstructural en sous-surface (figure 1.6-f) [29, 30].

1.2 Transformation microstructurale en surface par hyperdéformation plastique

1.2.1 Déformation plastique à l'échelle des dislocations

Réseaux et défauts cristallins des métaux

Les matériaux métalliques sont constitués de plusieurs cristaux (ou *grains*), chacun formé par l'empilement ordonné et récurrent d'atomes. Ces réseaux cristallins sont caractérisés par une maille élémentaire dont la géométrie dépend des séquences et du type d'empilement des atomes. Ils existent trois structures primitives principales des métaux : cubique à faces centrées (CFC), hexagonale compacte (HC) et cubique centré (CC) [31] (figures 1.7-a,b,c). Les structures CFC et HC sont formés à partir des plans de compacité maximale, contrairement à la structure CC (figures 1.7-d,e,f). La maille CFC est formée par une séquence d'empilement $ABCABC\dots$ tel qu'illustré dans la figure 1.7-d. En revanche, les structures HC et CC viennent d'une séquence du type $ABABAB$ (figure 1.7-e,f). En effet, la différence entre les structures HC et CFC réside dans l'ordre d'empilement des plans compacts [31, 32].

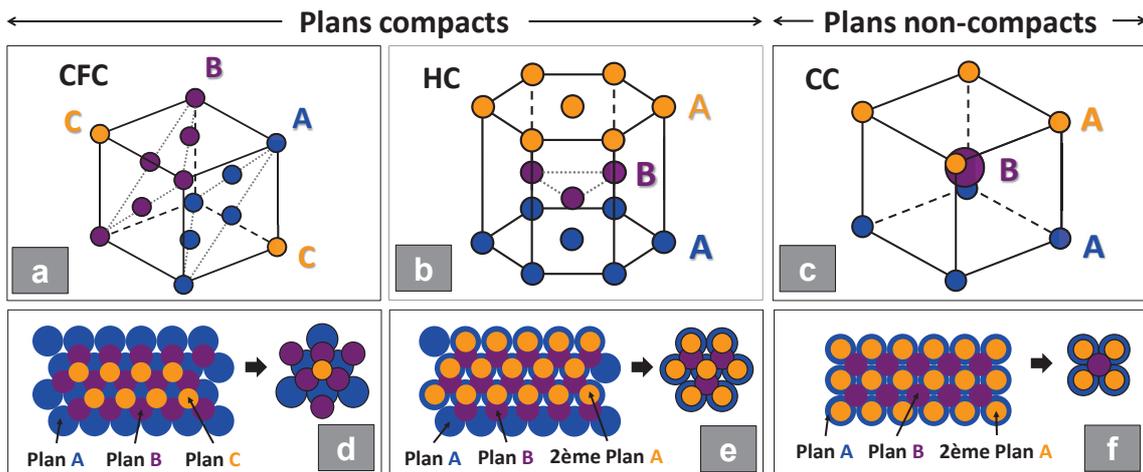


Figure 1.7 – Structures (a) cubiques à faces centrées - CFC, (b) hexagonal compact - HC et (c) cubique centrée - CC. Les séquences et type de plans d'empilement sont illustrés respectivement dans les figures d, e et f.

Un matériau métallique est défini comme un *mono-cristal* lorsque le réseau formé à partir d'une structure primitive reste toujours orienté dans une même direction. En revanche, lorsque le métal est composé de plusieurs cristaux, chacun orienté de façon aléatoire, le matériau est considéré comme *poly-cristallin* (figures 1.8-a,b) [33]. Les interfaces de changement d'orientation cristalline sont connus comme des joints de grains. A l'intérieur des réseaux cristallins des grains, plusieurs types de défauts sont présents : ponctuels, linéaires et planaires (bidimensionnels). Les défauts ponctuels sont du type atomique dont les plus remarquables sont les lacunes, les auto-interstitiels, les interstitiels étrangers, et les atomes étrangers de substitution (figure 1.8-c) [31]. Concernant les défauts linéaires et planaires, les plus significatifs sont les dislocations et les macles, respectivement (figures 1.8-c,d). Les dislocations et macles sont d'un grand intérêt car la déformation plastique des métaux se manifeste au travers du mouvement et formation de ces types de défauts. Il faut préciser que les joints et sous-joints de grains correspondent aussi à des défauts bidimensionnels.

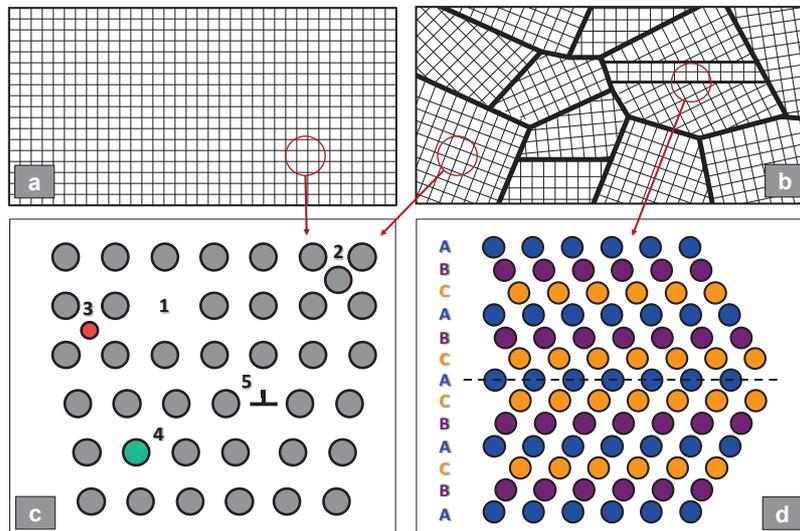


Figure 1.8 – Représentation d'un métal (a) mono-cristallin et (b) poly-cristallin. Un schéma du réseau cristallin avec plusieurs types de défauts est présenté : (c) défauts ponctuels, linéaires (dislocations) et (d) planaires (macles). Dans la figure (c) : (1) lacune, (2) auto-interstitiel, (3) interstitiels étranger, (4) atome étranger de substitution et (5) dislocation.

De manière générale, une dislocation est considérée comme un défaut linéaire qui représente une discontinuité dans un plan atomique du réseau cristallin [33]. Cette discontinuité est mesurée à partir du vecteur de Burgers (b), lequel représente la distance manquante dans un circuit normalement fermé en absence de défauts. Un schéma représentatif d'une dislocation et son vecteur de Burgers correspondant est présenté dans la figure 1.9. Deux types de dislocations sont habituellement observés : *coin* et *vis*. Pour les dislocations *coin* le vecteur de Burgers est perpendiculaire au défaut linéaire, alors que pour les dislocations *vis* le vecteur de Burgers est parallèle à ce défaut (voir figure 1.9) [33]. Des dislocations mixtes peuvent tout à fait apparaître à l'intérieur du matériau.

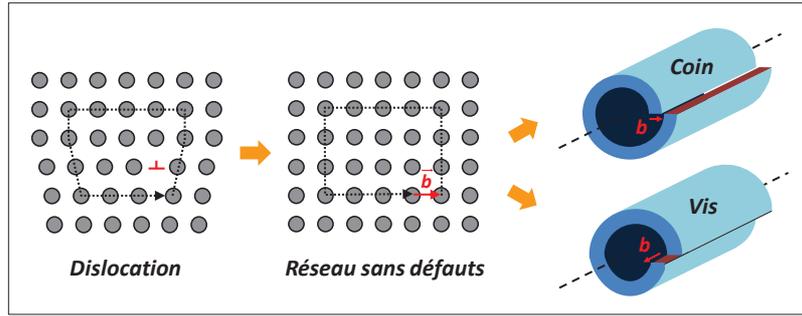


Figure 1.9 – Schéma représentatif d’une dislocation et son vecteur de Burgers. Différents types de dislocations peuvent être formées : coin et vis.

En ce qui concerne les macles, ces défauts planaires (ou bidimensionnels) correspondent à une anomalie d’empilement du réseau cristallin. Ces défauts sont produits par le glissement des plans en changeant la séquence d’empilement (figure 1.8-d). Dans cet exemple, le réseau sans défauts $ABC-ABC-ABC-ABC$ devient $ABC-ABC-A-CBA-CBA$. L’introduction des macles dans le matériau est étroitement liée à l’énergie de faute d’empilement (EFE) requise pour interrompre la séquence normale d’un réseau cristallin [34]. En d’autres termes, les matériaux avec une faible EFE permettront très facilement la formation de défauts d’empilement lors de la déformation plastique. En revanche, les matériaux avec une EFE très élevée privilégieront la déformation plastique via le glissement et la formation des dislocations [35]. Les valeurs d’EFE pour certains métaux sont présentées dans le tableau 1.1 [12,36].

Matériau	EFE moyenne [mJ/m^2]
Nickel (Ni)	220
Fer- α (Fe)	200
Aluminium (Al)	183
Cuivre (Cu)	62
Or (Au)	50
Argent (Ag)	22
AISI 304	17

Tableau 1.1 – Valeurs moyennes de l’énergie de faute d’empilement pour certains métaux. D’après [12,36]

Mouvement et création des dislocations

La déformation plastique des métaux se manifeste par le mouvement et la formation de dislocations à l’intérieur du matériau. De façon générale, les dislocations mobiles dans le matériau peuvent subir trois types de réactions : sortir du cristal, s’accumuler ou s’anni-

hiler. Le mouvement d'une dislocation est fait dans un plan de glissement en transférant progressivement le défaut de liaison atomique dans le réseau cristallin (voir [figure 1.10](#)). La force nécessaire pour vaincre la résistance du réseau cristallin au glissement de la dislocation correspond à la contrainte de Peierls [31, 37]. Cette contrainte est une mesure de la friction inhérente à l'empilement des plans atomiques [33]. En effet, la contrainte de Peierls est une représentation de la limite élastique d'un matériau en absence d'obstacles (d'autres dislocations, précipités, joints de grains, etc.) dans le mouvement des dislocations [37]. L'expression de la contrainte de Peierls (pour une température 0 K) est représentée dans l'équation 1.1 selon le type de dislocation (*vis* ou *coin*). Dans cette expression G est le module de cisaillement, b le vecteur de Burgers, ν le coefficient de Poisson et h la distance inter-planaire du réseau atomique. Les effets de la température sont pris en compte dans l'équation 1.2, T_c étant la température critique du matériau et T_t la température à l'instant de chargement mécanique [38].

$$\tau_{p_{coin}}^* = \frac{2G}{1-\nu} \exp\left(\frac{-2\pi h}{b(1-\nu)}\right) \quad \text{ou} \quad \tau_{p_{vis}}^* = 2G \exp\left(\frac{-2\pi h}{b(1-\nu)}\right) \quad (1.1)$$

$$\tau_p = \left(1 - \frac{T_t}{T_c}\right) \tau_{p_{coin/vis}}^* \quad (1.2)$$

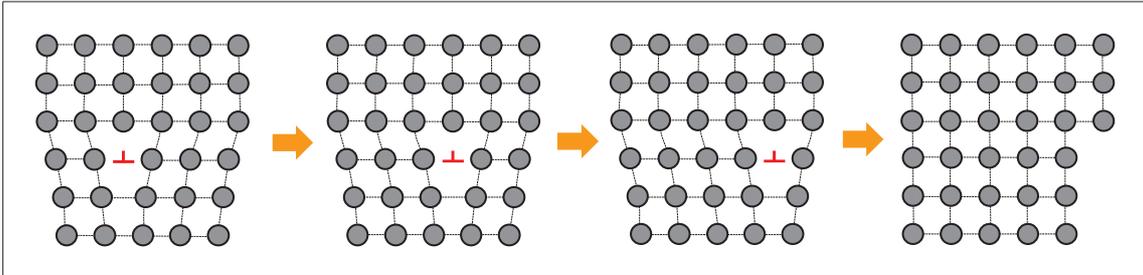


Figure 1.10 – Schéma représentatif du mouvement d'une dislocation (*coin*) au travers du réseau cristallin.

En deuxième lieu, la déformation plastique du métal peut également créer ce type de défauts. Parmi les différentes sources de dislocations, une des plus connues est celle de Frank-Read. Pour ce type de source, la ligne de dislocation s'étend de façon à créer une boucle autour des deux noeuds d'origine dans le réseau [33] (voir [figure 1.11](#)). La tension sur la ligne de dislocation est maximale lorsque la courbure est maximale, c'est à dire lorsque la dislocation a une géométrie demi-circulaire de rayon $L/2$. La contrainte correspondante est définie dans l'équation 1.3 [39]. Une fois la tension maximale est dépassée, la dislocation se propage en forme de boucle dans le plan de glissement pour ensuite se détacher des points

d'origine. D'autres mécanismes de création de dislocations sont en lien avec la multiplication des défauts lorsqu'une dislocation est ancrée dans un changement de plan de glissement ou par concentration de contraintes autour d'une inclusion présente dans le métal.

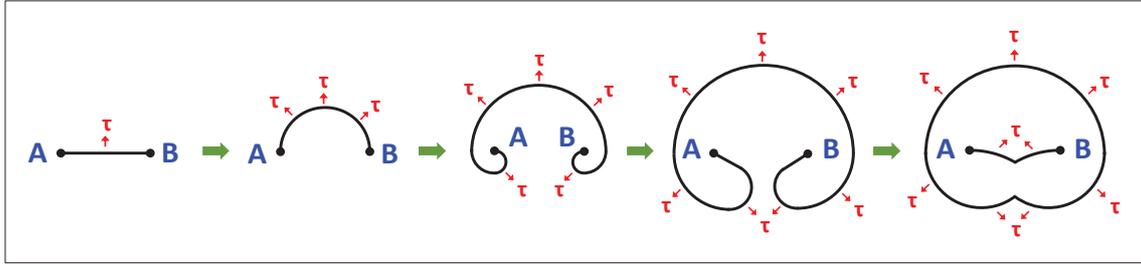


Figure 1.11 – Schéma représentatif d'une source de dislocations du type Franck-Read et les diverses étapes de développement de la dislocation.

$$\tau_{source} = \frac{2Gb}{L} \quad (1.3)$$

Plasticité du cristal

La déformation plastique apparaît à travers le glissement des plans cristallins plus compacts dans les directions les plus denses (vecteur de Burgers) de la maille cristallographique. Pour la structure CFC, 12 systèmes de glissement peuvent être activés : 4 plans de la famille $\{111\}$, chacun avec trois directions possibles du type $\langle 110 \rangle$ [37]. Dans les structures HC, 12 systèmes peuvent être activés : $\{0001\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ (3 systèmes), $\{10\bar{1}0\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ (3 systèmes) et $\{10\bar{1}1\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ (6 systèmes) [31]. Concernant les structures CC, l'empilement non-compact du réseau permet le glissement de plusieurs types de plans dans les directions les plus denses : $\langle 111 \rangle$. Dans ce cas, 48 systèmes de glissement sont présents : $\{110\} \langle 111 \rangle$ (12 systèmes), $\{112\} \langle 111 \rangle$ (12 systèmes) et $\{123\} \langle 111 \rangle$ (24 systèmes) [38]. Un schéma des systèmes de glissement des différentes structures est présenté sur les figures 1.12-a,b,c.

$$\tau = \sigma \cos(\alpha) \cos(\phi) = \sigma m \quad (1.4)$$

La déformation des cristaux est favorisée pour le(s) système(s) de glissement subissant une charge maximale. Cependant, l'orientation de la contrainte appliquée dans le cristal n'est pas forcément orientée dans le même plan et direction de glissement. Il est donc pertinent de faire une projection de cette contrainte (figure 1.12-d) dans tous les plans et directions de déformation possible afin de connaître le système optimal. Cette projection est faite à partir de l'équation 1.4, avec le facteur de Schmid $m = \cos(\alpha) \cos(\phi)$ ($0 < m < 0.5$) [32]. Si la contrainte projetée est supérieure à la valeur de cisaillement critique (τ_{crss}), le glissement apparaîtra dans le système correspondant au facteur de Schmid maximal. Pour les matériaux

poly-cristallins, plusieurs systèmes de glissement sont activés simultanément et le facteur de Schmid prend une valeur moyenne d'environ 0,33. Cela conduit à un rapport 3 entre la contrainte appliquée et celle du cisaillement : $\sigma = 3\tau$.

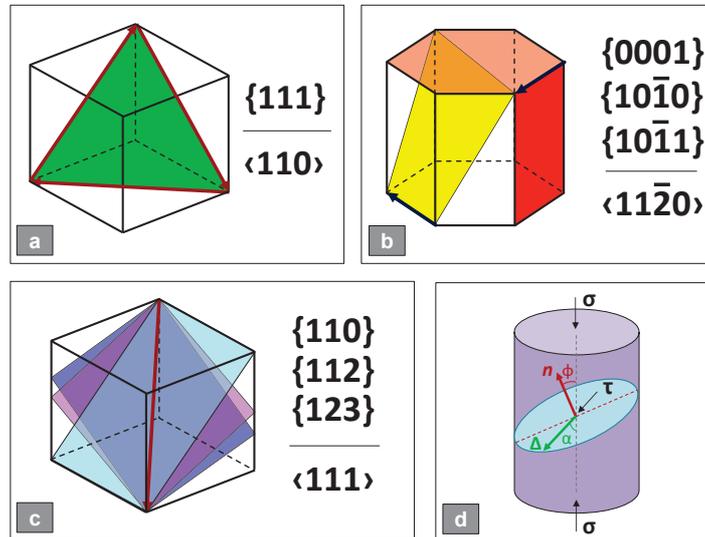


Figure 1.12 – Systemes de glissement des mailles structurales (a) CFC, (b) HC et (c) CC. (d) Représentation de la projection de la contrainte appliquée au cristal dans le système de glissement d'intérêt (facteur de Schmid).

1.2.2 Raffinement micro-structural par déformation plastique sévère

Plusieurs types de sollicitations mécaniques permettent de réduire considérablement la taille des grains des métaux à partir d'une déformation plastique sévère. Ceci est le cas des surfaces hyper-déformées à froid par des traitements mécaniques, tels que présentés dans le paragraphe 1.1. Sous ces conditions, plusieurs mécanismes (création des dislocations et macles, mouvement des défauts, bandes de cisaillement, etc.) permettent d'accommoder une telle déformation plastique. Différents mécanismes peuvent intervenir dans le raffinement de la microstructure selon le niveau d'énergie de faute d'empilement (EFE) du matériau ([figure 1.13](#)) [35]. Ceci est présenté par la suite.

Hyper-déformation dans les métaux à faible EFE

Le raffinement microstructural d'un matériau à faible EFE est piloté principalement par l'apparition de bandes de cisaillement et macles lors d'une hyper-déformation à froid [13]. Dès les premières étapes de déformation, diverses sous-structures cellulaires sont formées par l'intersection des bandes de cisaillement et des macles ([figure 1.13-a](#)). Les bandes de cisaillement deviennent des sous-joints de faible désorientation (low angle boundaries - LABs), tandis que les macles introduisent une forte désorientation locale (high angle boundaries - HABs) [35]. Le

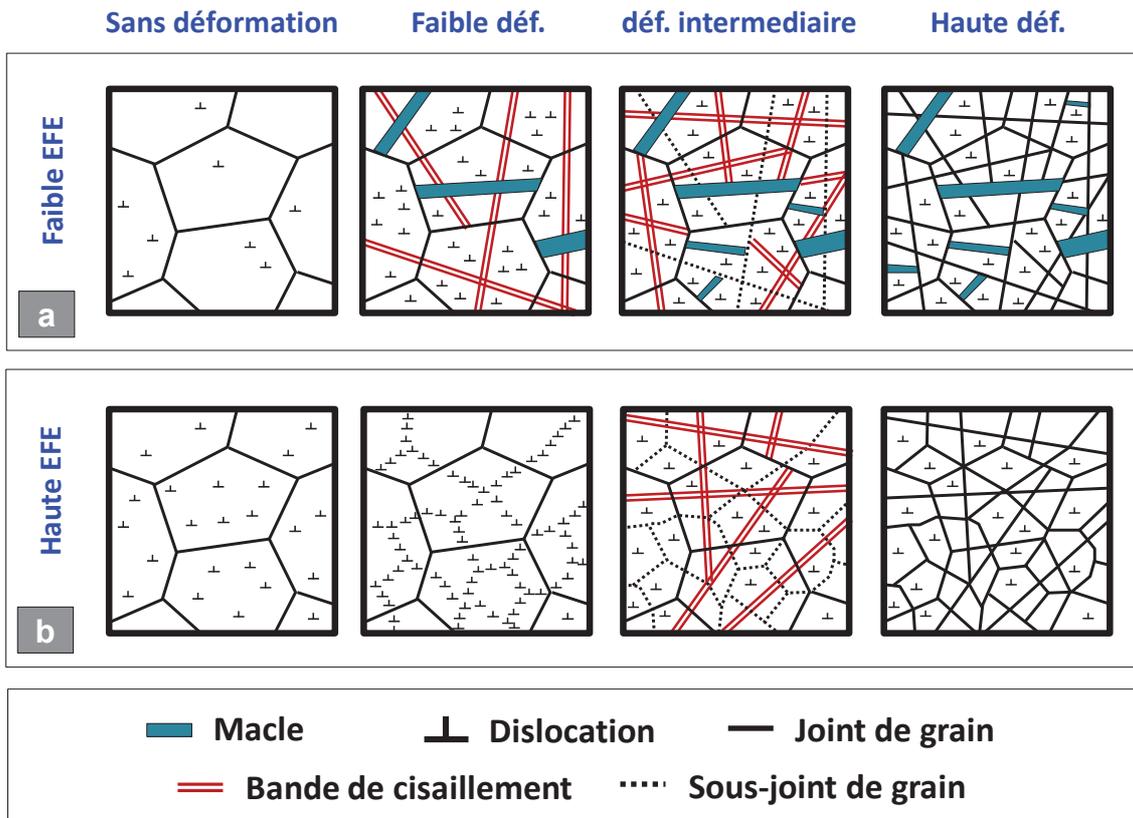


Figure 1.13 – Mécanismes de raffinement de la microstructure pour des matériaux avec une (a) faible et (b) haute énergie de faute d'empilement (EFE).

mouvement et la multiplication des dislocations se produisent de façon modérée à l'intérieur de ces sous-structures cellulaires. Ayant une faible EFE, la forte présence de macles devient un mécanisme d'accommodation énergétique d'une telle sollicitation mécanique. Dans les étapes de grande déformation cumulée, les bandes de cisaillement peuvent atteindre une désorientation locale importante (HABs), suivie également d'une formation continue des macles en réponse aux faibles glissements de dislocations. La saturation de ces mécanismes de déformation conduit finalement à la formation des grains de taille fortement réduite. Plusieurs matériaux comme le cuivre (figure 1.2-b) ou les acier inox (austénitiques) présentent ce genre de comportement [34, 40].

Hyper-déformation dans les métaux à haute EFE

Dans le cas des matériaux avec une haute énergie de fautes d'empilement, le glissement des dislocations est très favorisé [41]. Dans ce type de matériaux, le raffinement de la taille de grain se produit essentiellement en trois étapes lors d'une hyper-déformation (figure 1.13-b) [13, 26, 35]. (i) Dans un premier niveau de déformation plastique, les dislocations (pré-existantes ou formées) se déplacent selon les plans de glissement activés. Ces dislocations

s'accumulent jusqu'à former plusieurs parois de haute densité de dislocations qui subdivisent les grains initiaux en sous-structures cellulaires de faible désorientation locale (LABs). (ii) Pour un niveau de déformation intermédiaire, la désorientation des parois de dislocation augmente en formant des sous-joints de grains. Également, plusieurs bandes de cisaillement sont formées en divisant les grains originaux en petites structures de haute désorientation locale. (iii) Finalement, les interactions entre agrégats de dislocations et bandes de cisaillement forment des joints des grains bien définis, conduisant à un raffinement microstructural remarquable. Il faut préciser que l'apparition des macles n'est pas évidente dans ce type des matériaux en raison du haut niveau énergétique requis pour interférer avec l'empilement atomique du cristal. En effet, les systèmes de glissement sont suffisants pour accommoder toute la déformation plastique induite. Des matériaux comme le fer ou l'aluminium en sont des exemples typiques [4, 42].

1.2.3 Conséquences mécaniques des surfaces micro-structurées par hyper-déformation

Durcissement du matériau

Par augmentation de joints de grains (effet Hall-Petch) : L'hyper-déformation plastique en surface engendre une forte réduction de la taille de grains en introduisant plusieurs sous-joints et joints de grains bien définis. Les dislocations restent ainsi confinées à l'intérieur des grains de faible taille et les joints de grains deviennent des obstacles aux mouvements et accumulations des défauts cristallins. Ce phénomène induit un durcissement dans la zone micro-structurée car l'activation de systèmes de glissement est limitée. Cette augmentation des propriétés mécaniques est connue comme l'effet Hall-Petch, décrit par l'équation 1.5 [43, 44]. Dans cette expression, la limite élastique du matériau (σ_y) augmente de façon inversement proportionnelle à la racine carrée de la taille moyenne des grains (\sqrt{d}). En d'autres termes, cette équation montre comment la résistance mécanique du matériau augmente lorsque la taille des grains diminue [45, 46]. Le paramètre K_{hp} est une constante de proportionnalité caractéristique du matériau, alors que σ_o correspond aux propriétés mécaniques du matériau associées aux autres contributions micro-structurales présentes (Interaction des dislocations, contrainte de Peierls, etc.) [47, 48].

$$\sigma_y = \sigma_o + \frac{K_{hp}}{\sqrt{d}} \quad (1.5)$$

Par accumulation de dislocations : Les fortes déformations plastiques à froid génèrent différentes interactions entre dislocations déjà présentes, ainsi que celles engendrées dans le matériau. Le déplacement et augmentation des dislocations dans le réseau cristallin génère une accumulation importante de ce type de défauts et par conséquent un blocage de son propre mouvement. En d'autres termes, il y a une saturation du nombre de dislocations et par conséquent un durcissement du matériau par l'augmentation de la contrainte nécessaire pour

générer son propre mouvement. Ce phénomène se traduit par l'expression de Taylor (équation 1.6), qui montre une proportionnalité entre la contrainte de cisaillement nécessaire pour déformer le matériau (τ) et la racine carrée de la densité de dislocations présentes (ρ) [47–49]. Dans cette équation, α représente une constante associée au matériau, b correspond au vecteur de Burgers et G est le module de cisaillement.

$$\tau = \alpha G b \sqrt{\rho} \quad (1.6)$$

Contraintes résiduelles

Lors d'un traitement superficiel, le matériau doit rééquilibrer les contraintes produites par les déformations plastiques et les changements micro-structuraux, par l'apparition de contraintes résiduelles. Plusieurs études ont montré que les traitements de surfaces produisent un champ de contraintes résiduelles de compression en extrême surface, dont la contrainte maximale se trouve très près du bord de la surface [15,20]. Plus en profondeur, les contraintes résiduelles diminuent jusqu'à devenir des contraintes de traction (figure 1.14). Dans cette représentation, les contraintes de compression prennent des grandes valeurs dans une zone réduite, alors que les contraintes de traction prennent des valeurs plus faibles dans une zone plus étendue (figure 1.14) [50, 51]. En effet, le matériau présente un durcissement progressif lié à l'hyper-déformation et l'intense transformation micro-structurale. Vu le gradient de contraintes résiduelles de compression, les propriétés mécaniques du matériau ont également tendance à diminuer progressivement en profondeur [15, 50, 51]. Les contraintes résiduelles introduites par usinage ou déformation plastique en surface peuvent être utiles dans la lutte contre l'amorçage et propagation de fissures par fatigue [1].

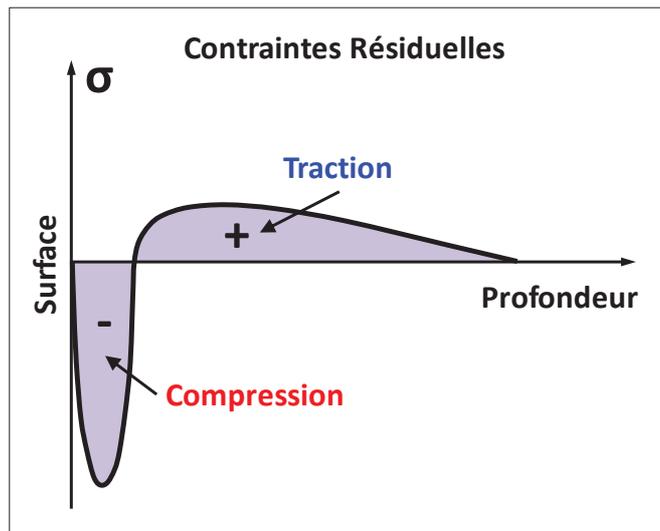


Figure 1.14 – Distribution des contraintes résiduelles en profondeur d'une surface hyper-déformée par traitements mécaniques [4].

1.3 État de l'art sur les techniques de caractérisation des surfaces hyper-déformées

Considérant les conséquences microstructurales et mécaniques des traitements mécaniques de surface, trois questions essentielles se posent : *(i)* comment caractériser les surfaces TTS engendrées ? *(ii)* par quelles méthodes quantifier l'augmentation des propriétés mécaniques induites ? et *(iii)* quelle est la relation entre les gradients microstructuraux et les gradients mécaniques ? Plusieurs auteurs ont abordé ces questions dans le passé, dévoilant non seulement des techniques de caractérisation pertinentes, mais aussi suggérant d'autres centres d'intérêts dans l'étude des surfaces mécaniquement modifiées. Par la suite, un état de l'art relatif aux méthodes de caractérisation employées et les enjeux impliqués seront présentés.

1.3.1 Études de caractérisation mécanique et microstructurale de surfaces hyper-déformées

Quelques exemples des surfaces transformées étudiées

Dans la littérature plusieurs types de transformations mécaniques de surfaces sur divers alliages métalliques ont été explorés. Les cas d'étude les plus répandus sont les traitements mécaniques par impact en raison de leurs facilités de transfert à l'échelle industrielle (SMAT et grenailage). Plusieurs études ont été faites sur différents types de matériaux dans le but d'une caractérisation mécanique et microstructurale de surfaces traitées par SMAT ou grenailage :

Matériau	SMAT	Grenailage
AISI 304	[12, 40, 52, 53]	-
AISI 321	[15, 54]	-
AISI 316L	[55, 56]	[2, 3]
Aciers	38CrMoAl [57] ; [58]	AISI 4340 [50] ; acier de fonderie [59]
Cuivre	[12, 60]	-
Fer-α	[12, 61]	[62]
Alliages de titane	-	[9, 63]

Tableau 1.2 – État de l'art sur la caractérisation mécanique et microstructurale des surfaces traitées par impact (SMAT et grenailage)

D'autres auteurs ont investigué également les effets microstructuraux et mécaniques produits à partir d'autres types de méthodes. Par exemple, Gashti *et al.* ont produit des transformations microstructurales sur l'aluminium (AA1050) à partir du ARB [47]. Des surfaces de cuivre modifiées par des effets de glissement ont été évaluées par Li *et al.* (galetage) [64] et par Deng *et al.* [65, 66]. Descartes *et al.* ont étudié les couches TTS formées par HPT sur le fer-

α [7,26], tandis que Zhang *et al.* ont appliqué ce même essai dans des alliages Cu-Zn [67]. Ces derniers ont évalué également d'autres techniques comme l'ECAP ou le *cold-rolling* [67] sur ce même matériau. Certains exemples de gradients microstructuraux produits avec diverses techniques et matériaux sont présentés dans la [figure 1.15](#).

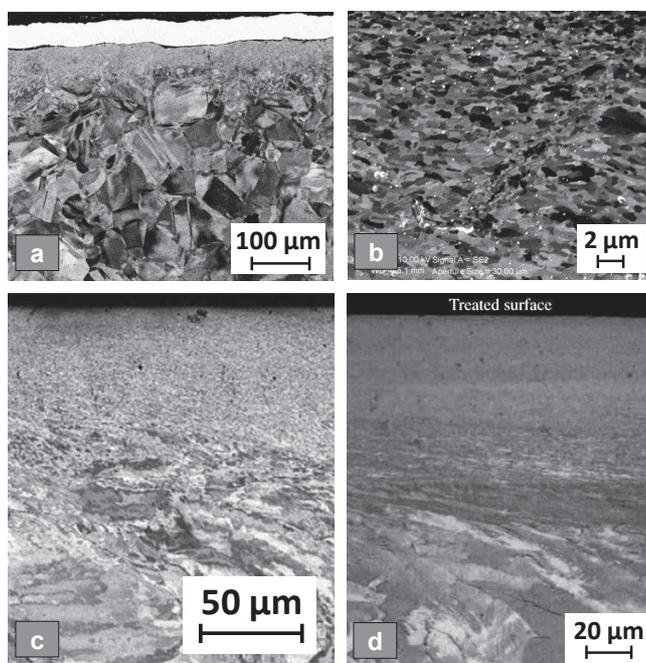


Figure 1.15 – Exemple des surfaces microstructurées par : (a) SMAT (AISI 316L) [56], (b) HPT (fer- α) [26], (c) glissement planaire (cuivre) [65] and (d) galetage (cuivre) [64].

Méthodes de caractérisation microstructurale fréquemment employées

Dans la description d'une couche TTS, différentes méthodes sont employées selon le besoin de caractérisation. Pour une description globale de la microstructure, des méthodes comme l'imagerie par microscopie optique ou par microscope électronique à balayage (MEB) sont préférables. Ces techniques permettent un champ d'observation très large : 1mm à 1 μm . En revanche, des techniques comme l'EBSD (en anglais *Electron Back-Scatter Diffraction*), le microscope électronique à transmission (MET) ou la diffraction de rayons X (DRX) permettent d'étudier la microstructure de façon très locale : 10 μm à 100 nm . Dans la littérature, certains auteurs ont montré l'utilité de combiner plusieurs de ces techniques dans la caractérisation des surfaces transformées par traitements mécaniques : microscopie optique [52], SEM [54,57,66], EBSD [2, 58, 60, 66], TEM [15, 52–54, 57, 63], DRX [53, 54, 57, 63]. En termes généraux, les surfaces obtenues par traitements mécaniques ont une épaisseur de l'ordre de la centaine de μm [2, 57, 60, 68] avec des tailles de grains sub-micrométriques (quelques centaines de nm) en extrême surface [58, 66]. Des exemples de techniques employées sur divers métaux, ainsi qu'une courbe caractéristique du gradient de taille de grains sont illustrés dans la [figure 1.16](#).

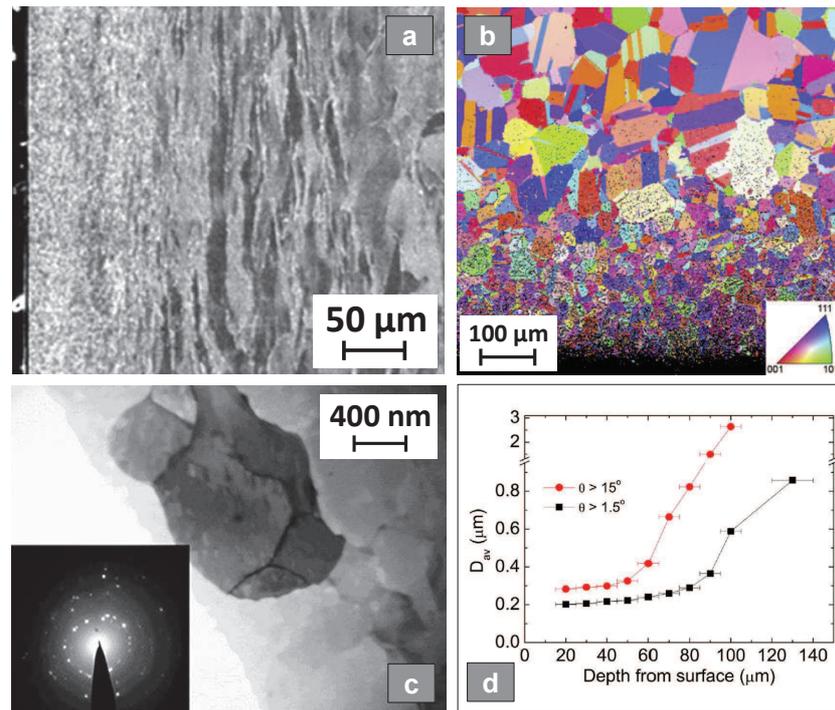


Figure 1.16 – Exemple des méthodes employées dans la caractérisation des surfaces microstructurées : (a) Image MEB d’une surface microstructurée (cuivre) par galetage [68], (b) image EBSD d’un acier AISI 316L traité par grenailage [2], (c) image TEM de la microstructure d’une surface transformée (aluminium AA1050) par ARB [47] et (d) courbe du gradient microstructurale d’une surface de cuivre transformée par des effets de glissement [66].

Gradients mécaniques de surface hyper-déformées : tests mécaniques

Dans la plupart des analyses mécaniques proposées dans la littérature, deux types d’essais conventionnels sont proposés : (i) les essais de dureté par indentation et (ii) les essais de traction. En général, ces deux types de tests sont souvent employés car ils permettent de quantifier l’augmentation des propriétés mécaniques de façon très locale (indentation instrumentée [52, 54, 57, 64]) et globale dans la matière (essai de traction [12, 15, 40, 61, 67]).

Par exemple, Mann *et al.* [51] ont réalisé une matrice d’indentation dans la section transversale d’une surface impactée (aluminium AA2024-T351) par une pointe sphérique (micro-percussion). Leur analyse permet d’avoir un gradient de dureté en fonction de la profondeur en sous-surface (figures 1.17-a). D’autres études comme celle de Tong *et al.* [57] ont également porté sur le gradient de dureté induit en surface par un traitement mécanique (SMAT) et chimique (nituration) dans un acier 38CrMoAl (figures 1.17-b). En revanche, des auteurs comme K. Lu et J. Lu [12] ont observé plutôt les effets macroscopiques d’un traitement de surface (SMAT) à partir d’essais de traction sur des éprouvettes en acier AISI 316L. Les résultats montrent une claire augmentation de la limite élastique des échantillons traités en surface

(figures 1.17-c). Dans ce même esprit, d'autres études ont comparé les effets mécaniques introduits par différents traitements mécaniques ou différents paramètres du traitement à partir des essais de traction (Zhang *et al.* [67]) et de fatigue (Roland *et al.* [15]). Ces résultats sont illustrés respectivement dans les figures 1.17-d,e.

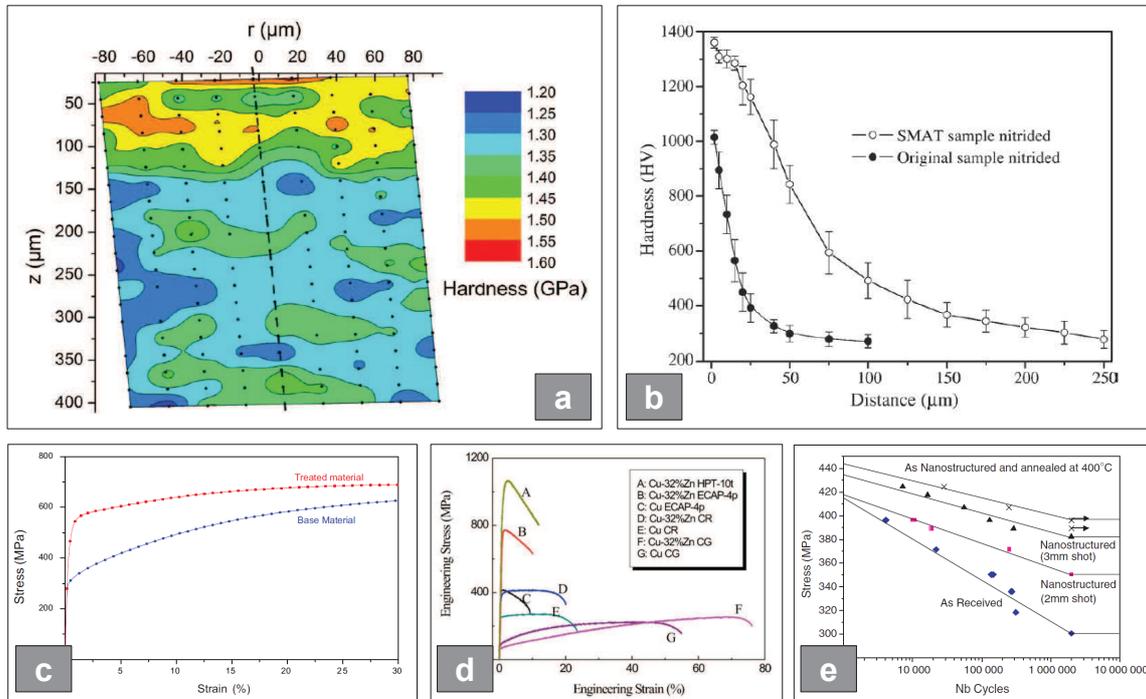


Figure 1.17 – Exemples des essais d'indentation, traction et fatigue dans la quantification des gradients mécaniques introduits par les traitements des surfaces. Gradient de dureté mesuré à partir d'une matrice d'indentation dans (a) un aluminium AA2024-T351 [51] et (b) un acier 38CrMoAl [57]. (c) Courbes de traction des éprouvettes traitées par SMAT [12]. (d) Courbes de traction des éprouvettes traitées par différentes méthodes (HPT, ECAP, *cold-rolling*) [67]. (e) Courbes de fatigue pour différents paramètres du traitement SMAT dans un AISI 316L [15].

Lien entre la microstructure et l'augmentation des propriétés mécaniques induites

Après mesure du gradient microstructural et du gradient de propriétés mécaniques, plusieurs auteurs [58, 66, 68, 69] ont cherché à mesurer l'effet Hall-Petch induit en sous-surface. Bien que ce ne soit pas le seul effet de durcissement généré, le contraste entre l'évolution de taille des grains et l'incrément en dureté met en évidence les conséquences directes d'un traitement de surface. Un exemple du couplage des données obtenues par EBSD (taille de grains) et nano-indentation (dureté) est présenté dans la figure 1.18 (d'après Deng *et al.* [66]). Dans ce cas, les auteurs estiment l'évolution de taille de grains et le gradient de dureté induits en sous-surface à partir de charges de glissement sur une plaque en cuivre. D'une part, Deng *et al.* montrent que la taille de grain augmente dix fois ($0.3 \mu\text{m}$ à $3 \mu\text{m}$) dans une profondeur de $100 \mu\text{m}$ (figure 1.18-b). D'autre part, la dureté est réduite à la moitié pour cette même

profondeur - 100 μm - (figure 1.18-c). Ces deux gradients sont mis en relation dans la (figure 1.18-d) en utilisant l'expression Hall-Petch ($\sigma_o = 20\text{MPa}$, $K_{hp} = 180\text{MPa}\mu\text{m}^{0.5}$). Ce type d'investigation montre l'évidente relation existante entre l'augmentation des propriétés mécaniques et le raffinement microstructural.

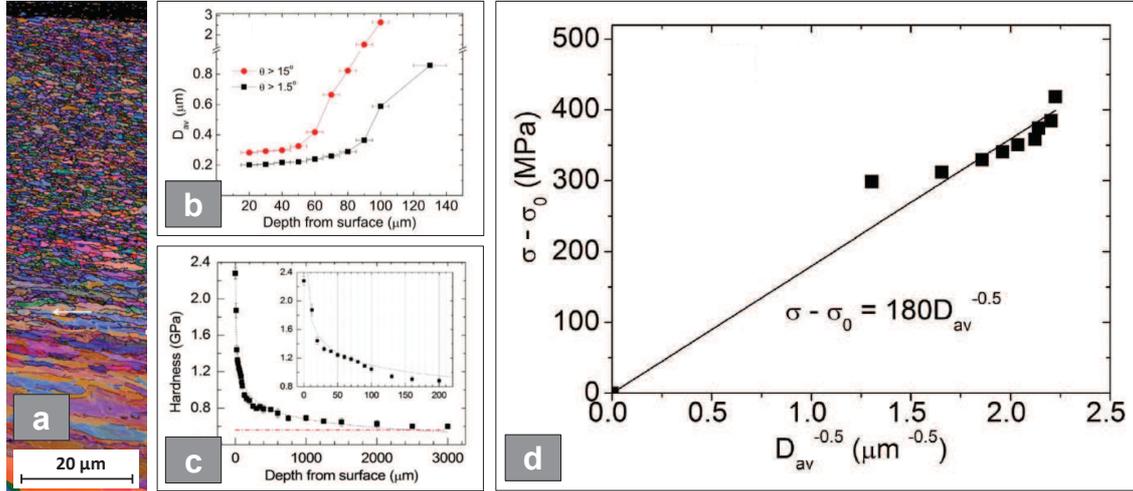


Figure 1.18 – Effet Hall-Petch dans une surface de cuivre microstructurée par glissement : (a) cartographie EBSD de la surface transformée, (b) évolution de taille de grain en profondeur, (c) gradient de dureté et (d) relation Hall-Petch. D'après Deng *et al.* [66].

1.3.2 Analyses complémentaires dans l'investigation des surfaces microstructurées

L'investigation des surfaces microstructurées est devenue aujourd'hui un sujet de grand intérêt pour la communauté scientifique, non seulement pour les aspects bénéfiques apportés par ces techniques, mais aussi pour les diverses alternatives et domaines de recherche impliqués. Parmi les différents cas d'études rencontrés et explorés, six grandes branches de recherche ont pu être identifiées en lien avec l'étude des traitements de surface :

- **Quantification des gradients mécaniques et microstructuraux** : Ce premier domaine de recherche correspond aux cas d'études typiquement observés dans la section 1.3.1. En effet, le but de ce genre d'analyses est l'identification des évolutions mécaniques par rapport aux changements microstructuraux.
- **Mécanismes de microstructuration par déformation plastique sévère** : Dans un deuxième plan, plusieurs auteurs se sont intéressés plutôt aux évolutions microstructurales au cours des différentes conditions de contact. Par exemple, Kermouche *et al.* [30] ont investigué la croissance des surfaces TTS par micro-percussion et le lien

présent avec la plasticité cumulée induite à différents nombres d'impact. D'autres auteurs comme Descartes *et al.* ont observé différentes transformations microstructurales produites par frottement, comme par exemple dans le cas du contact roue-rail [70] ou produites par compression-torsion (HPT) [7] ; dans ces deux cas la pression de contact et les gradients de déformation sont élevés. Deng *et al.* [65] montrent également les différentes étapes de formation des couches TTS par glissement et l'influence de la taille de la zone de contact dans la microstructuration par frottement. Pour conclure, d'autres auteurs se sont plutôt centrés sur les divers mécanismes de déformation plastique qui interviennent dans la microstructuration des surfaces. Les travaux de Chen *et al.* [40] et Samih *et al.* [55] montrent les transformations microstructurales associées à l'augmentation des macles et de la densité de dislocations, respectivement.

- **Effets combinés des traitements mécaniques et chimiques :** D'autres types d'investigations se sont centrées plus particulièrement sur la comparaison des différents traitements de surfaces (mécaniques, thermiques, chimiques, etc.) et la caractérisation de surfaces traitées de façon combinée. Marteau *et al.* [2, 3] ont montré par exemple une exhaustive comparaison des gradients mécaniques induits à travers différents traitements comme la nitruration, la cémentation, le grenailage, l'implantation d'ions, etc. D'autres auteurs comme Tong *et al.* [57] ont présenté les aspects bénéfiques d'un double traitement de surface (nitruration + SMAT), tandis que des travaux comme celui de Lacaille *et al.* [62] montrent l'amélioration des propriétés de diffusion (nitruration) dans une surface préalablement grenillée.
- **Contraintes résiduelles en sous-surface :** L'étude des contraintes résiduelles introduites en sous-surface par traitements mécaniques est un autre sujet d'intérêt industriel. En effet, plusieurs auteurs ont montré les aspects bénéfiques des contraintes résiduelles [50], spécialement dans la lutte contre les phénomènes comme la fatigue [15]. Différentes méthodes comme les DRX ont été employées pour mesurer les contraintes résiduelles [9]. Cependant, des travaux comme celui de Frutos *et al.* [56] ou Mann *et al.* [51] se sont également intéressés à la quantification des contraintes résiduelles (introduites par SMAT) à l'aide d'une méthode moins conventionnelle pour cette finalité : l'indentation instrumentée.
- **Lien entre propriétés mécaniques mesurées par différents essais mécaniques :** Tel qu'il a été mentionné dans la section 1.3.1, les essais mécaniques les plus utilisés pour la caractérisation des surfaces microstructurées sont les tests d'indentation et de traction. Dans le passé, plusieurs travaux ont déjà exploré les relations existantes entre la dureté mesurée par indentation et la limite élastique correspondante à un essai de traction [71, 72]. A ce propos, les gradients mécaniques produits par traitements de surface deviennent aujourd'hui un cadre d'étude assez intéressant pour confronter

différents essais mécaniques et proposer de nouvelles approches de quantification. A ce titre, nous pouvons citer les études de Sun *et al.* [61], Zhang *et al.* [67] et Deng *et al.* [66] dans lesquelles les évolutions mécaniques des surfaces sont évaluées à travers ces deux techniques.

- **Compétition entre les effets microstructuraux dans le durcissement des surfaces** : La transformation microstructurale génère une augmentation des propriétés mécaniques en raison de l'écroutissage produit par déformation plastique (section 1.2.3). Plusieurs auteurs comme Deng *et al.* [66] ou Llaneza *et al.* [50] ont étudié respectivement l'influence de mécanismes de durcissement comme l'effet Hall-Petch ou l'augmentation locale de densité de dislocations. Une approche encore plus approfondie est présentée par Zhang *et al.* [58], dans laquelle un rapport d'influence entre ces deux phénomènes microstructuraux est investigué sur une surface traitée par SMAT.

1.3.3 Autres essais micro-mécaniques moins explorés pour la quantification des gradients mécaniques

Dans la littérature d'autres approches ont été proposées pour la quantification locale des gradients mécaniques. La plus remarquable des techniques est la compression des micro-piliers sur différentes zones microstructurées. Un clair exemple de cette pratique est présenté par Yang *et al.* [73], où les propriétés mécaniques locales de plusieurs types de couches microstructurales (amorphes et nano-cristallines) sont comparées aux propriétés du matériau initial (composite à base de titane). Un deuxième exemple plus explicite correspond aux travaux de Sun *et al.* [60] dans lesquels plusieurs tests de micro-compression sont effectués dans la section transversale d'une surface traitée par SMAT (acier inoxydable AISI 316L), comme illustré dans la [figure 1.19](#) [60].

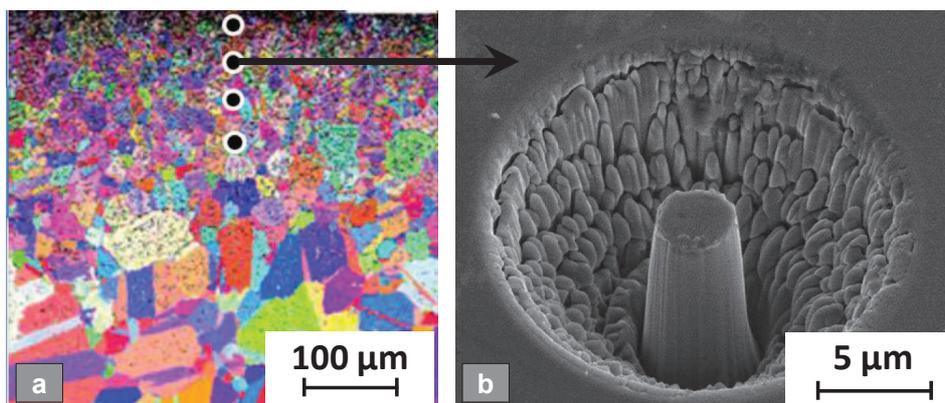


Figure 1.19 – Quantification du gradient mécanique induit par SMAT dans une surface en acier AISI 316L : (a) cartographie EBSD de la zone microstructurée, (b) micro-pilier dans la section transversale de la région transformée. D'après Sun *et al.* [60].

Pour conclure, il existe d'autres tests micro-mécaniques permettant de quantifier très localement les propriétés mécaniques : (i) traction de micro-éprouvettes [74], (ii) traction de nano-fils (*nano-wires*) [75], (iii) *micro-cantilever* [76], (iv) compression de micro-particules [77] et (v) flambage de piliers [78]. A la connaissance de l'auteur, ces méthodes ne sont pas employées dans la caractérisation des surfaces TTS. Tous les tests micro-mécaniques mentionnés dans ce paragraphe sont récapitulés sur la [figure 1.20](#).

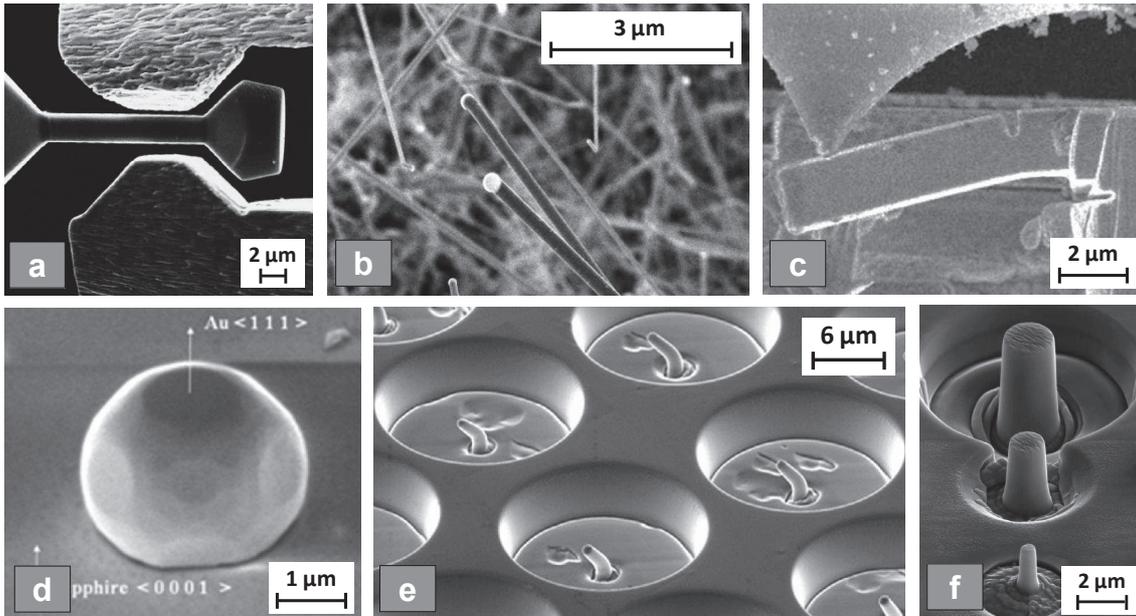


Figure 1.20 – Exemples de différents tests micro-mécaniques : (a) traction de micro-éprouvettes [74], (b) traction de nano-fils (*nano-wires*) [75], (c) *micro-cantilever* [76], (d) compression de micro-particules [77], (e) flambage des piliers [78] et (f) compression de micro-piliers [79].

1.4 Conclusion du chapitre I : phases du projet

Dans ce premier chapitre, un état de l'art a été développé sur les différents traitements mécaniques de surfaces existants, les conséquences induites par hyper-déformation plastique et les diverses techniques employées pour la caractérisation mécanique et microstructurale. Prenant en compte la grande variété des cas d'étude existants, deux méthodes de transformation de surfaces ont été choisies dans ce projet afin d'analyser plusieurs enjeux mécaniques et métallurgiques présents dans ce vaste domaine de recherche : (i) le grenailage et (ii) la micro-percussion. Le premier cadre de recherche (grenailage) a été sélectionné en raison de la grande diversité d'applications rencontrées au niveau industriel et sur le plan scientifique. En revanche, la micro-percussion est un essai de transformation microstructurale qui offre plutôt un cadre académique avec de larges avantages dans l'investigation des phénomènes physiques présents. Il est également important de signaler la similarité existante entre ces deux mé-

thodes (traitement par impact), permettant de lier plusieurs points en commun entre ces deux types d'approches.

Quant aux méthodes de caractérisation des surfaces transformées, certaines techniques ont été sélectionnées en raison de leur pertinence dans la quantification des gradients mécaniques. Dans la plupart des cas explorés dans la littérature, le cadre d'étude plus répandu correspond à la quantification des gradients par indentation et l'évaluation de propriétés macroscopiques à travers des essais de traction. Cependant, un essai d'indentation n'est pas suffisant pour déduire un modèle robuste du comportement local du matériau et un essai de traction conventionnel ne permet pas d'observer uniquement le gradient des propriétés mécaniques engendrées en surface. Pour ces motifs, une double quantification des propriétés mécaniques est envisagée dans ce projet en combinant les tests de nano-indentation et compression de micro-piliers. En effet, l'intérêt d'associer ces deux types d'essais consiste à évaluer le gradient mécanique présent dans de larges zones superficielles (de l'ordre de la centaine de μm), tout en quantifiant la loi d'écoulement local du matériau (limite élastique) à différents endroits de la surface. Un schéma récapitulatif des phases d'études expérimentales est proposé dans la [figure 1.21](#).

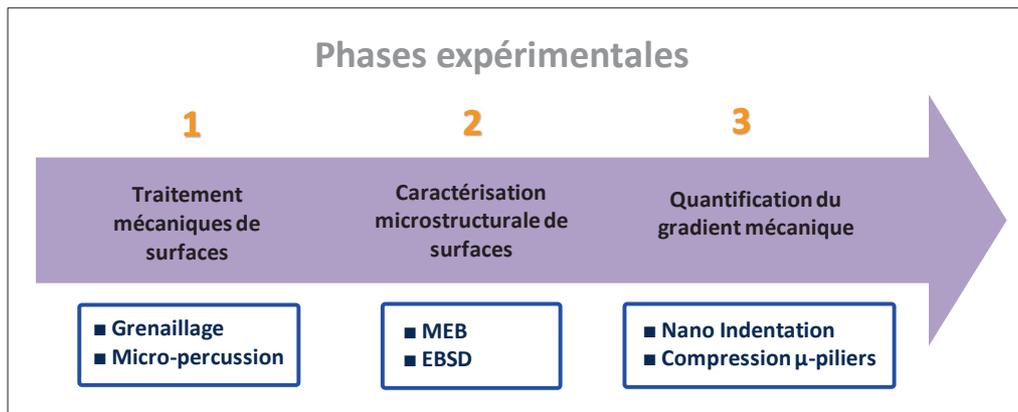


Figure 1.21 – Schéma récapitulatif des étapes expérimentales proposées dans l'investigation des gradients mécaniques et microstructuraux engendrés par hyper-déformation de surfaces.

Trois objectifs principaux sont établis pour ce projet en observant les étapes expérimentales proposées : *(i)* Déterminer les gradients mécaniques et microstructuraux pour deux types de surfaces transformées (grenailage, micro-percussion), *(ii)* évaluer le lien quantitatif entre les mesures faites par deux types d'essais micro-mécaniques (nano-indentation et micro-compression) et *(iii)* identifier les effets microstructuraux impliqués dans l'augmentation des propriétés mécaniques par hyper-déformation de surfaces.

Pour conclure, il faut préciser que le fer- α a été choisi comme matériau de travail dans ces cas d'étude. Le choix de ce matériau se justifie par plusieurs facteurs. Dans un premier

temps, le fer pur est un matériau avec une haute énergie de faute d'empilement (EFE), ce qui permet d'obtenir de grandes déformations plastiques et transformations microstructurales sans introduire de défauts du type macle ou transformations de phase. En deuxième lieu, plusieurs auteurs comme Lu *et al.* ont montré que la température atteinte dans le fer pur ne dépasse pas les 100 °C lors d'un traitement par impact (SMAT) [12], ceci permet d'éviter des phénomènes de recristallisation. Pour finir, le fer pur est un matériau modèle sans inclusion, ce qui favorise l'étude de traitements de surfaces malgré le fait que ce métal ne soit pas très employé dans l'industrie.

Chapitre 2

Méthodes de caractérisation mécanique et microstructurale

2.1 Introduction

A partir de l'état de l'art présenté dans le chapitre précédent, plusieurs méthodes de caractérisation (microstructurale et mécanique) ont été sélectionnées afin de quantifier les gradients métallurgiques induits par les traitements mécaniques de surface. Dans ce chapitre, les méthodes de caractérisation microstructurale seront d'abord exposées et par la suite les deux types de tests micro-mécaniques envisagés seront présentés : la nano-indentation et la compression de micro-piliers. Dans ce chapitre nous allons uniquement approfondir les différents enjeux impliqués par chacune des techniques de caractérisation.

2.2 Caractérisation microstructurale

2.2.1 Microscopie électronique à balayage - MEB

La microscopie électronique à balayage (MEB) offre de clairs avantages de profondeur de champ, résolution, et micro-analyse par rapport à la microscopie optique. Le fonctionnement du MEB s'appuie sur l'utilisation d'un faisceau d'électrons avec différentes conditions de courant et de tension [80]. A l'intérieur d'une chambre à vide, plusieurs détecteurs captent les interactions d'électrons produites par l'impact du faisceau sur la surface de l'échantillon ([figure 2.1-a](#)). Le microscope électronique est dit à *balayage* car le faisceau d'électrons parcourt tous les points de la surface en plusieurs passes de façon à reconstruire l'image en temps réel avec l'information récupérée par les détecteurs. Les échantillons doivent être métalliques conducteurs afin de garantir les interactions électroniques requises pour les détecteurs. Dans le cas des échantillons non métalliques, les surfaces doivent être métallisées.

Le faisceau d'électrons est généralement produit à partir d'un effet électro-mécanique dans une source de tungstène. Le faisceau électronique doit traverser ainsi plusieurs lentilles et diaphragmes à l'intérieur d'une colonne permettant de mieux orienter et focaliser la sonde

(figure 2.1-a). La résolution, luminosité et contraste des images obtenues sont étroitement liés aux (i) courant, (ii) tension et (iii) distance de travail du faisceau. Le réglage de ces paramètres permet de trouver un bon compromis entre la résolution et l'intensité du signal de l'image. Par exemple, un faisceau de faible courant augmente la résolution, au détriment de l'intensité du contraste de l'image liée au faible débit d'électrons détectés. En termes généraux, il est pertinent de travailler avec des hautes tensions et des faibles courants et distances de travail (écart de quelques *mm* entre l'échantillon et la colonne d'électron).

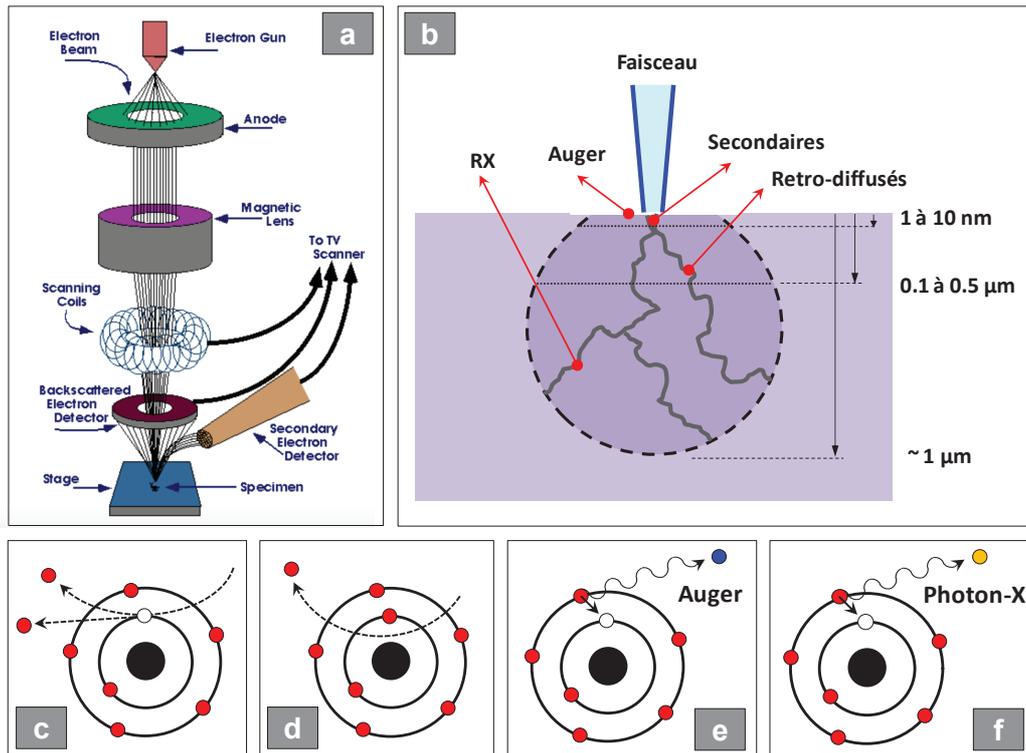


Figure 2.1 – Schéma représentatif (a) d'un microscope électronique à balayage (MEB) et (b) les différentes zones affectées par le faisceau électronique. L'interaction faisceau-matière peut émettre différents types d'électrons : (c) secondaires, (d) rétro-diffusés, (e) Auger et (f) rayons X.

Les différentes interactions d'électrons engendrées sont étroitement liées aux diverses zones stimulées en profondeur lors de l'impact du faisceau en surface (voir figure 2.1-b). En effet, une plus haute énergie du faisceau (traduite en voltage) implique une zone affectée en sous-surface plus étendue. Les matériaux plus denses présentent en général une résistance plus élevée aux interactions induites par la sonde d'électrons. Plusieurs types d'interactions, ainsi que leur rapport avec les différentes profondeurs des zones affectées sont présentés par la suite (figure 2.1-b à -f) [80, 81].

- **Électrons secondaires** : Ces type d'électrons viennent des diverses interactions de type inélastique. En effet, les électrons en extrême surface de l'échantillon (1 à 50 *nm*

de profondeur) se détachent de la matière en raison des collisions avec les électrons du faisceau (figure 2.1-c). Les électrons *secondaires* quittent la surface du matériau avec un faible niveau d'énergie, entraînant une faible intensité du signal dans les étapes de détection. En revanche, la faible énergie des électrons *secondaires* permet d'améliorer la résolution et de réduire le bruit des images. La détection de ce type d'électrons est aussi sensible à l'angle d'incidence du faisceau et aux effets topographiques de la surface analysée. En général les endroits plus lumineux de l'image correspondent aux électrons détectés dans un milieu sans obstacle. Les images formées par électrons *secondaires* sont de grand intérêt dans l'analyse des surfaces.

- **Électrons rétro-diffusés (contraste de canalisation - ECCImaging) :** Ce types d'interactions sont du type élastique car les électrons ressortent du matériau sans perte d'énergie significative (figure 2.1-d). En général, les matériaux plus lourds émettront plus d'électrons *rétro-diffusés* (*BackScatter Electrons* - BSE). Les images produites avec ce type d'électrons (*Electron Channeling Contrast Imaging* - ECCI) sont de grand intérêt pour analyser diverses aspects microstructuraux en raison de la profondeur d'émission (quelques centaines de *nm*). Les contrastes observés dans ce type d'images dépendent en partie de la densité du matériau et de l'orientation cristalline des grains dans la zone explorée [82]. En général, les zones plus lumineuses dans l'image correspondent aux zones plus denses du matériau. Le taux d'émission dépend ainsi du nombre atomique.
- **Électrons Auger et rayons X :** Lors de l'impact du faisceau électronique, plusieurs électrons peuvent être séparés des couches atomiques internes. Ceci entraîne le déplacement d'un électron d'une couche atomique externe vers la place vacante générée par l'impact. L'énergie libérée par ces déplacements internes peut se traduire par l'éjection d'un électron *Auger* ou l'émission d'un photon-X (figure 2.1-e,f). La spectrométrie *Auger* est généralement employée dans l'analyse chimique des surfaces cartographiées. Les électrons d'Auger sont généralement produits en extrême surface de l'échantillon (profondeur de l'ordre de 1 *nm*). En revanche, les émissions des rayons X sont produits dans les couches plus profondes de la zone affectée par le faisceau électronique (de l'ordre du μm). La spectroscopie des rayons X (*Energy Dispersive X-ray Spectroscopy* - EDS - en anglais) permet d'identifier les éléments présents dans la zone impactée par une analyse énergétique.

2.2.2 Cartographies EBSD - *Electron BackScatter Diffraction*

Principe et équipement

L'EBSD est une méthode de caractérisation microstructurale basée sur l'analyse des diagrammes de diffraction des électrons rétro-diffusés [83]. Cette technique permet de récolter des

informations microstructurales très locales avec une résolution spatiale sub-micrométrique. Cette méthode est mise en place dans un MEB avec un écran fluorescent comme détecteur des électrons rétro-diffusés. Les clichés de diffraction générés sur cet écran sont captés par une caméra à faible intensité lumineuse (*Coupled Charge Device* - CCD) et ensuite dépouillés par un logiciel d'analyse (figure 2.2). L'information traitée par le logiciel correspond aux bandes de Kikuchi indexées sur l'écran fluorescent, lesquelles sont formées par un phénomène de diffraction de Bragg [84]. Ces principes seront présentés dans les paragraphes suivants. En général, la tension du faisceau d'électrons prend des valeurs comprises entre 15 et 30 *KeV*. Afin d'augmenter la qualité d'indexation, la surface d'intérêt de l'échantillon (préalablement polie type miroir) est inclinée à 70° par rapport à l'axe du faisceau.

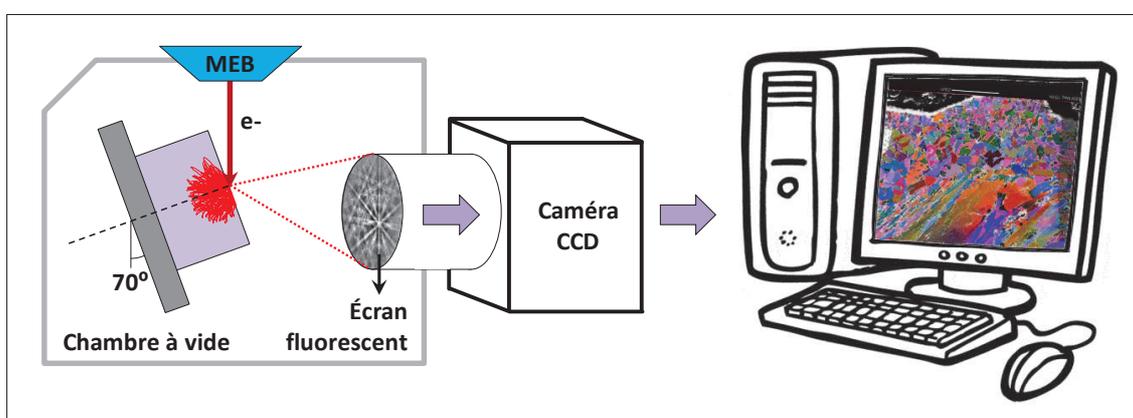


Figure 2.2 – Représentation du principe de fonctionnement de l'EBSD et les différents éléments impliqués.

Interaction des électrons rétro-diffusés : loi de Bragg

Parmi toutes les émissions d'électrons rétro-diffusés engendrées par le faisceau MEB, une partie minoritaire des interactions dans les plans cristallins conduit à la diffraction de Bragg [33]. En effet, le faisceau d'électrons arrive aux plans cristallins (de distance interréticulaire d) avec un angle d'incidence θ et une longueur d'onde λ (figure 2.3-a). Lorsque les conditions de diffraction correspondent à la relation géométrique de l'équation 2.1, les interférences d'ondes diffractées deviennent constructives. Ceci entraîne la formation de deux cônes symétriques de diffraction avec un angle de déviation 2θ . La diffraction de Bragg ne se produirait pas si la longueur d'onde n'était pas un multiple exact du cathète opposé à l'angle d'incidence ($d \sin \theta$). Chaque paire symétrique des cônes diffractés est indexée sur l'écran fluorescent en formant deux lignes hyperboliques. Ces lignes constituent ainsi une bande connue comme *bande de Kikuchi* (figure 2.3-b). Avec une tension du faisceau d'électrons de 30 *KeV*, correspondant à une longueur d'onde de l'ordre du centième de *nm*, les angles de Bragg sont très réduits ($\theta \approx 1^\circ$). C'est pourquoi les lignes hyperboliques qui forment les bandes de Kikuchi sont

très proches entre elles est peuvent ressembler à deux lignes droites. Les diverses bandes de Kikuchi obtenues dans les clichés d'indexation EBSD correspondent ainsi aux différents plans cristallins plus denses diffractant les cônes de Bragg (voir [figure 2.3-c](#)).

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (2.1)$$

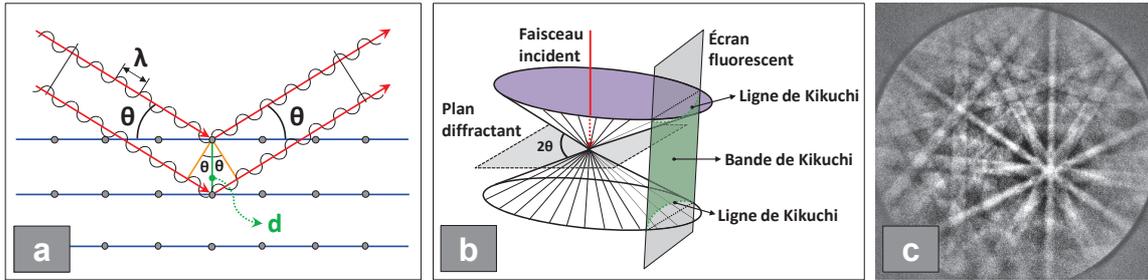


Figure 2.3 – (a) Schéma représentatif de la diffraction de Bragg. (b) Cônes de diffraction de Bragg et indexation des bandes de Kikuchi. (c) Exemple typique d'un cliché d'indexation (fer- α) correspondant aux diffractions des différents plan cristallins (chacun associé à une bande de Kikuchi).

Interprétation des diagrammes d'indexation (bandes de Kikuchi) et résultats obtenus par EBSD

Une fois les clichés d'indexation acquis par l'écran fluorescent et la camera CCD, le logiciel doit traiter les images afin d'extraire les informations microstructurales reliées. En effet, les bandes de Kikuchi contiennent des informations comme l'orientation cristalline ou la phase métallurgique, cependant l'extraction de cette information n'est pas une tâche simple. Pour chaque point d'acquisition (équivalent à un cliché d'indexation) trois étapes d'interprétation sont effectuées [84, 85] : (i) diminution du bruit de l'image, (ii) conversion des bandes de Kikuchi en points dans l'espace de Hough et (iii) reconnaissances des angles d'Euler à partir d'une analyse d'image entre les valeurs calculées et les clichés expérimentaux ([figure 2.4](#)). La deuxième phase est la plus complexe parmi ces trois étapes. L'équation 2.2 permet de convertir une ligne droite associée à l'espace du cliché d'indexation (coordonnées x et y) en un point (ρ, θ) de l'espace de Hough. Une ligne complètement incluse dans une bande de Kikuchi sera représentée ainsi par un point de Hough. Lorsqu'il y a plusieurs droites inscrites à l'intérieur d'une bande de Kikuchi, les points (ρ, θ) prennent une plus grande intensité. L'intérêt de cette conversion est donc l'identification nette des points de plus grande intensité, permettant de reconnaître les bandes de Kikuchi caractéristiques du cliché d'indexation (phase *iii*). Ceci permet finalement d'établir l'orientation cristalline à travers des angles d'Euler (ou indices de Miller).

$$\rho = x \cos \theta + y \sin \theta \quad (2.2)$$

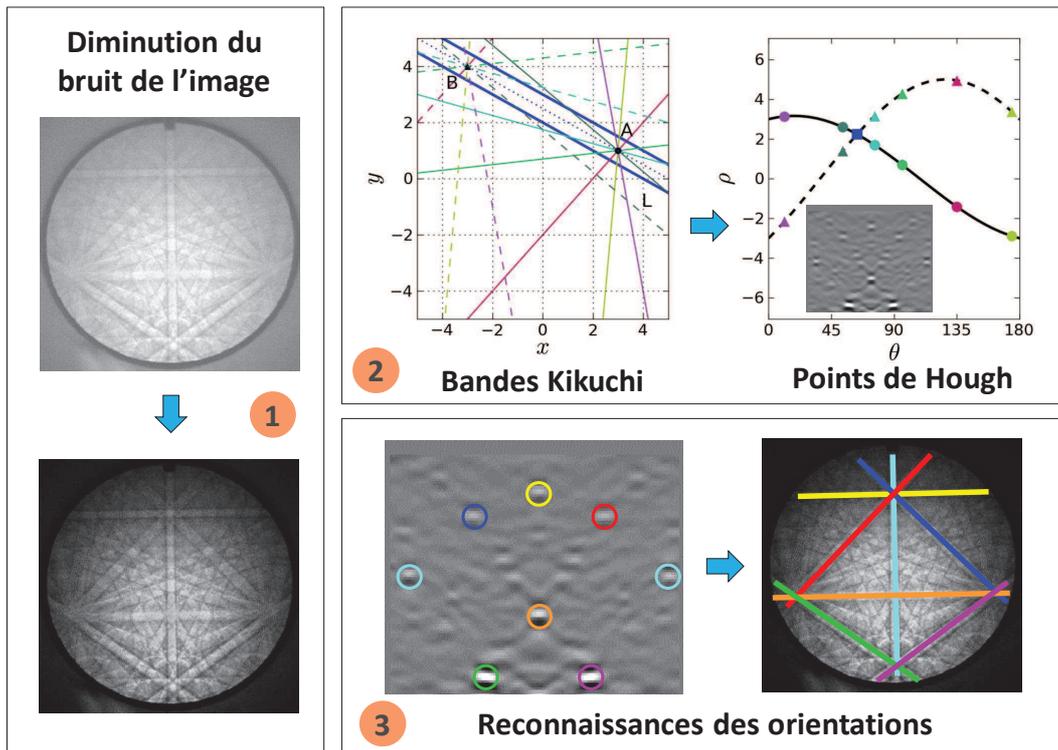


Figure 2.4 – Séquence des étapes de dépouillement des clichés d’indexation à chaque point d’acquisition EBSD. D’après [85].

Chacun des pixels d’une carte EBSD correspond ainsi à un cliché d’indexation dépouillé à partir des bandes de Kikuchi. Les cartes typiquement obtenues (IPF - *Inverse Pole Figure*) illustrent les différentes orientations cristallines et par conséquent toutes les désorientations du type joint ou sous-joint de grain. Dans ce type de représentations, les couleurs associées aux grains correspondent aux orientations cristallines moyennées parmi trois orientations extrêmes : $\{100\}$, $\{110\}$ et $\{111\}$. De même, il est possible d’accentuer la présence et distribution des joints et sous-joints de grain pour différents intervalles de désorientation cristalline. Dans les figures 2.5-a,b, deux exemples de ces types de cartographies sont illustrés respectivement [83, 86].

L’analyse EBSD permet également de faire d’autres types de représentations comme les figures de pôles [87] ou le KAM (*Kernel Average Misorientation* en anglais) [88]. Le premier type de représentation révèle une distribution d’orientations cristallines, aussi connue comme *texture* du matériau (voir exemple de la figure 2.5-c). En revanche, les cartes KAM montrent la désorientation locale du matériau (en degrés ou radians) mesurée à chaque pixel de la carte EBSD. Cette désorientation est estimée en comparant l’orientation cristalline du pixel avec celles des pixels voisins dans un périmètre de calcul. Un exemple de cartographie KAM est présenté dans la figure 2.5-d.

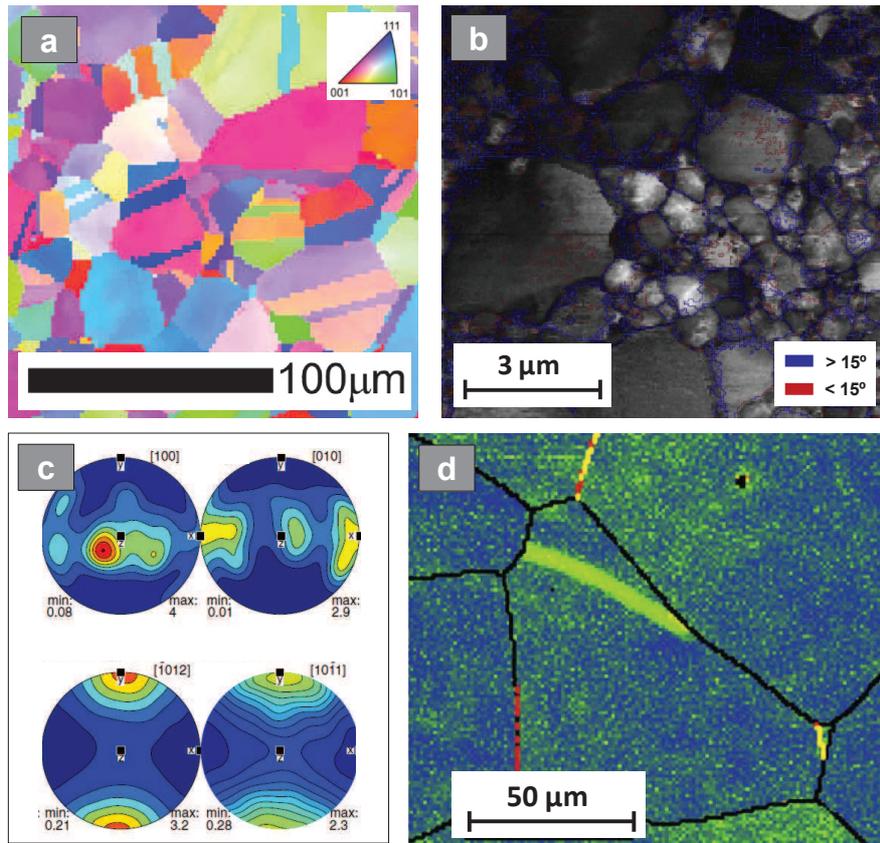


Figure 2.5 – Exemples des différentes représentations EBSD : (a) *Inverse Pole Figure* (IPF) [83], (b) cartographie des joints et sous-joints de grain [86], (c) figure de pôles [87] et (d) *Kernel Average Misorientation* (KAM) [88].

Estimation de l'orientation cristalline : angles d'Euler et indices de Miller

Le passage entre angles d'Euler et indices de Miller est souvent requis dans la caractérisation microstructurale par EBSD [84]. Ces deux systèmes permettent de décrire différemment l'orientation d'un cristal. D'un côté, les angles d'Euler définissent l'orientation du cristal à partir de trois rotations séquentielles : ϕ_1 , Φ et ϕ_2 (figure 2.6-a). En revanche, les indices de Miller représentent l'orientation cristalline à partir de la position de deux vecteurs orthogonaux (figure 2.6-b) : un vecteur normal au plan cristallin (h, k, l) et un vecteur parallèle au plan cristallin $[u, v, w]$.

La transformation d'angles d'Euler vers les indices de Miller est faite avec une matrice de passage A (équation 2.3) [84]. Cette matrice A vient du produit des matrices de passage individuellement employées dans la rotation planaire d'axes orthogonaux. Dans la matrice A , la première colonne représente le vecteur directeur $[uvw]$, tandis que la troisième colonne correspond aux indices de Miller du plan (hkl) . En employant les expressions de cette matrice,

il est également possible de trouver les angles d'Euler correspondant aux indices de Miller. Ceci est représenté dans le [tableau 2.1](#) [84].

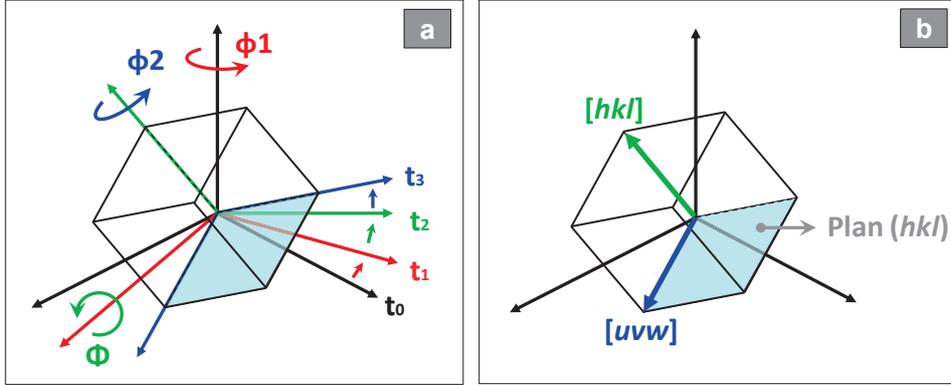


Figure 2.6 – Systèmes de représentation de l'orientation cristalline : (a) angles d'Euler et (b) indices de Miller.

$$A = \begin{array}{|c|c|c|} \hline [uvw] & --- & (hkl) \\ \hline \cos \phi_1 \cos \phi_2 - \sin \phi_1 \sin \phi_2 \cos \Phi & \sin \phi_1 \cos \phi_2 + \cos \phi_1 \sin \phi_2 \cos \Phi & \sin \phi_2 \sin \Phi \\ \hline -\cos \phi_1 \sin \phi_2 - \sin \phi_1 \cos \phi_2 \cos \Phi & -\sin \phi_1 \sin \phi_2 + \cos \phi_1 \cos \phi_2 \cos \Phi & \cos \phi_2 \sin \Phi \\ \hline \sin \phi_1 \sin \Phi & -\cos \phi_1 \sin \Phi & \cos \Phi \\ \hline \end{array} \quad (2.3)$$

Angle d'Euler	Équation associée
ϕ_1	$\sin \phi_1 = \frac{w}{\sqrt{u^2+v^2+w^2}} \frac{\sqrt{h^2+k^2+l^2}}{\sqrt{h^2+k^2}}$
Φ	$\cos \Phi = \frac{l}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}}$
ϕ_2	$\cos \phi_2 = \frac{k}{\sqrt{h^2+k^2}}$

Tableau 2.1 – Équations permettant de faire une conversion entre les indices de Miller $[uvw]$, (hkl) et les angles d'Euler (ϕ_1, Φ, ϕ_2) .

2.2.3 Spectrométrie à décharge lumineuse - SDL

La spectrométrie de décharge lumineuse (SDL), connu en anglais comme *Glow Discharge Optical Emission Spectroscopy* (GDOES), est une technique d'analyse des concentrations élémentaires en surface permettant de faire des profils de concentration sur un solide

de surface plane [89]. Dans cette méthode, l'échantillon (de faces planes et parallèles) est pris entre une électrode de cuivre (anode) et un support métallique (cathode). Lorsqu'une décharge est appliquée entre l'anode et le cathode, la surface appuyée contre l'anode est érodée progressivement. Les atomes libérés par la surface rentrent dans un milieu à plasma d'Argon afin de réduire leur excitation et les rendre stables. Lorsque les atomes reviennent à leur état fondamental, ils émettent plusieurs photons avec une énergie et longueur d'onde caractéristiques à chaque élément chimique. Ces émissions sont reçues par un photomultiplicateur et ensuite renvoyées à divers détecteurs qui permettent d'estimer la composition élémentaire et ainsi établir une concentration de chaque élément en surface. Connaissant la vitesse d'érosion en surface (différente pour chaque matériau), il est possible d'établir le profil de concentration de chaque élément en fonction de la profondeur en sous-surface. Un schéma représentatif de l'équipement SDL est présenté dans la [figure 2.7](#).

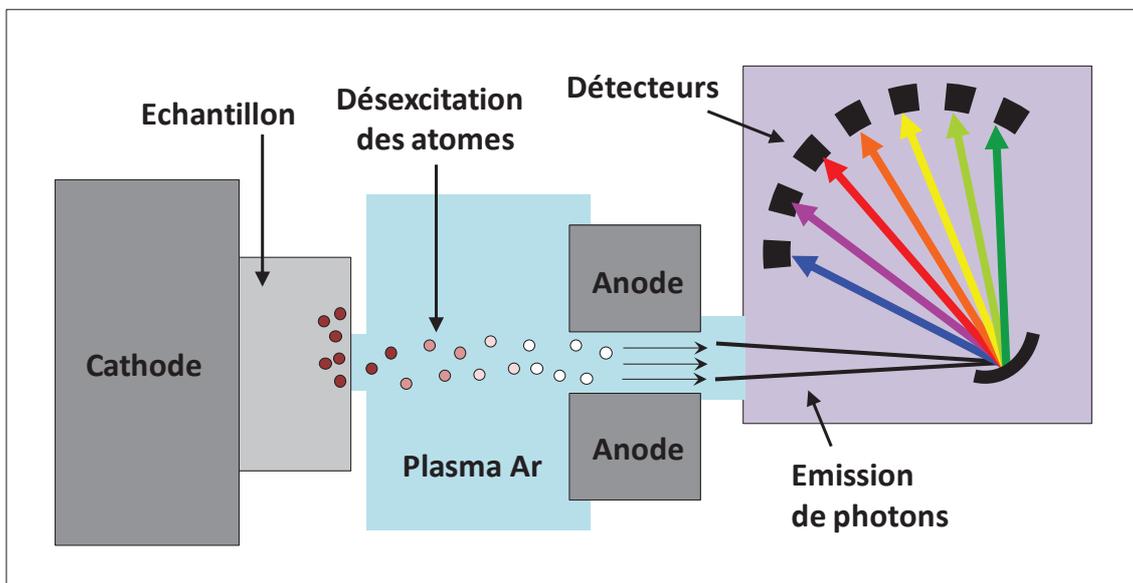


Figure 2.7 – Représentation de l'équipement employé dans la méthode de spectrométrie à décharge lumineuse (SDL).

2.3 Nano-indentation

2.3.1 Indentation Instrumentée

Notion de dureté

Historiquement, le concept de dureté est très ancien et largement répandu sur plusieurs domaines, cependant ce n'est qu'en 1825 qu'une première définition formelle de dureté a été introduite par Frederick Mohs : « un corps est plus dur qu'un autre s'il peut le rayer » [1]. Cette explication a été proposée à partir d'une première échelle de dureté dans laquelle dix

minéraux (Talc, Gypse, Calcite, Fluorine, Apatite, Orthose, Quartz, Topaze, Corindon et Diamant) sont classés selon leurs résistance à la rayure [90]. D'autres échelles de dureté ont été également introduites au début du XXème siècle (Brinell, Rockwell, Vickers, Knoop), en comparant cette fois-ci la résistance à la pénétration de plusieurs matériaux (spécialement métalliques) avec une pointe de haute dureté (typiquement le diamant) [1].

Toutes ces échelles de dureté ont été développées indépendamment avec différentes pointes et charges, raison pour laquelle chaque type de mesure est représentée par une unité différente (Brinell [HB], Rockwell [HRB, HRC], Vickers [HV], etc.). Malgré la grande hétérogénéité des conditions de mesure, la dureté correspond dans tous les cas à une pression moyenne (P_m) qui peut être aussi exprimée en unités habituelles de pression (tel que les GPa). Plus précisément, la mesure de dureté (H) par indentation revient à être définie comme le rapport existant entre la force appliquée (F) par l'indenteur et l'aire projetée (A_p) de l'empreinte formée lors de l'indentation (équation 2.4) [91].

$$P_m = H = \frac{F}{A_p} \quad (2.4)$$

L'estimation de dureté (connue aussi comme macro-dureté) dépend technologiquement de la faisabilité de mesures directes de la force appliquée et l'aire projetée de l'empreinte produite par l'indenteur. Traditionnellement, un essai de macro-dureté requière une force de l'ordre de plusieurs dizaines de Newtons ($1N$ à $1000N$) afin d'obtenir des empreintes mesurables par microscopie optique [1]. Cela veut dire que l'enjeu principal de ce type de test est en lien direct avec l'ordre de grandeur des forces employées dans l'essai. En effet, un test de quelques dizaines de mN était inimaginable il y a quelques décennies. Actuellement, l'évolution technologique de l'ingénierie de surfaces ainsi que l'élargissement des domaines d'études scientifiques ont conduit à l'apparition de l'indentation instrumentée, permettant de faire un essai d'indentation à faible échelle de force [92,93]. La mesure de la dureté et d'autres propriétés mécaniques en fonction de la distance de pénétration (méthode CSM) est aussi un des récents progrès scientifiques en indentation [92,94]. Ces concepts seront présentés par la suite.

Pourquoi l'indentation instrumentée ?

Dans les années 80, plusieurs applications innovantes et de nouveaux axes de recherche ont conduit à réaliser des essais de dureté avec de faibles niveaux de forces (entre $10mN$ et $1N$). Cependant, ces considérables réductions de force ont entraîné une grande complexité dans le calcul de la dureté, dûe principalement à l'estimation de l'aire projetée. En effet, la mesure directe (par microscopie optique) de la taille d'empreintes de faible grandeur induit une erreur importante dans les valeurs de dureté estimées [1,92,95]. C'est pourquoi une nouvelle technique de mesure de dureté a été mise en place : l'indentation instrumentée.

Cette méthode s'appuie principalement sur la détermination de la raideur et la hauteur de contact à l'instant où la force maximale est appliquée par l'indenteur. A partir de ces deux valeurs, l'aire projetée peut être calculée et par conséquent la dureté du solide est estimable à partir de la relation entre la force et la surface de l'empreinte (équation 2.4). Il est important de souligner que c'est grâce à la mesure indirecte de l'aire de l'empreinte que les mesures de micro-dureté ($1N > F > 10mN$) et nano-indentation ($F < 10mN$) sont réalisables. Cette technique offre ainsi la possibilité d'estimer l'effet d'échelle dans les tests d'indentation [92, 95, 96], aussi bien que de caractériser très localement les propriétés mécaniques (dureté et module d'élasticité) de divers matériaux, microstructures et surfaces.

Généralités du test d'indentation instrumentée : dispositif, indenteurs et empreintes

Lors d'un essai de micro-dureté les dispositifs d'indentation sont capables de mesurer à chaque instant la force appliquée sur l'indenteur et la pénétration de la pointe sur l'échantillon. Un schéma représentatif du fonctionnement d'une machine d'indentation est présenté sur la [figure 2.8](#) [92]. Cette image montre que la force appliquée pendant l'essai (F) est contrôlée et mesurée à l'aide d'un solénoïde placé dans la partie supérieure de la colonne de chargement (élément C de la [figure 2.8](#)). Concernant la mesure de pénétration de l'indenteur (h), ce paramètre est mesuré avec une jauge capacitive mise autour de la colonne d'indentation (élément E de la [figure 2.8](#)). En général, ces dispositifs peuvent être pilotés en contrôlant la force maximale appliquée ou la valeur limite de pénétration de l'indenteur. Il faut préciser que l'échantillon reste fixe sur le bâti de la machine tout au long de l'essai.

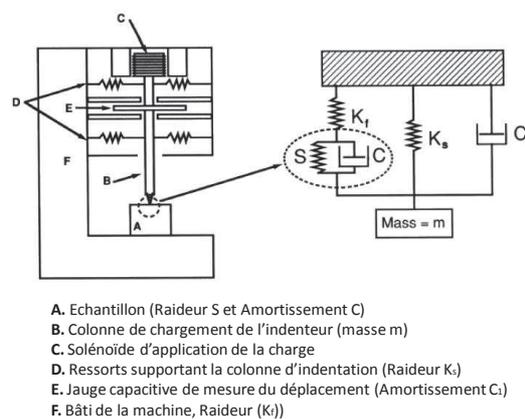


Figure 2.8 – Schéma représentatif d'un dispositif d'indentation instrumentée. D'après [92].

Historiquement, plusieurs types d'indenteurs ont été proposés selon les conditions de chargement et le rapport de dureté entre la pointe et le matériau indenté. Divers indenteurs utilisés dans l'indentation instrumentée sont présentés dans la [figure 2.9](#). Dans ce paragraphe, seulement l'indenteur Berkovich est détaillé car celui-ci correspond au type de pointe la plus

employée lors des essais effectués dans ce projet. Ce type de pointe a été choisi notamment parce qu'elle est fréquemment utilisée dans l'industrie et plusieurs investigations scientifiques [97–99]. Également, ce type d'indenteur permet de garantir le principe de similarité géométrique (PSG) lors de tests mécaniques, permettant ainsi d'avoir la même distribution des contraintes pour n'importe quelle profondeur d'indentation [100]. Le PSG est typiquement atteint lorsque l'indentation est réalisée dans un matériau homogène avec un indenteur pyramidale (Vickers, Cube Corner, Berkovich, etc.) [92].

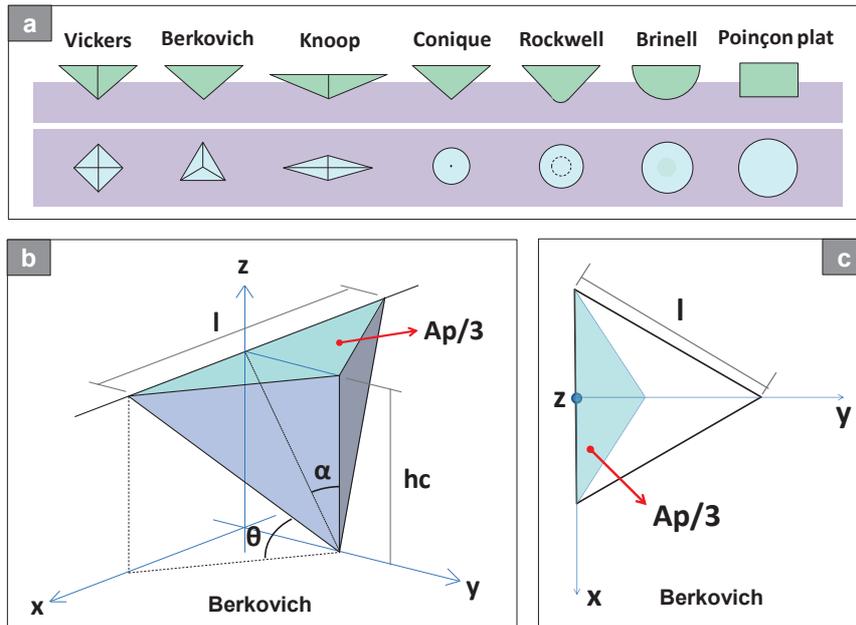


Figure 2.9 – (a) Représentation schématique des divers indenteurs habituellement employés. (b) Représentation géométrique d'un tiers d'une pointe Berkovich. A_p et h_c représentent l'aire de contact projetée et la hauteur de contact, respectivement. l est la longueur de la base triangulaire de l'indenteur. (c) Une vue de dessus est également présentée.

L'indenteur Berkovich correspond à une pointe pyramidale de base triangulaire (triangle équilatéral), caractérisé principalement par deux angles de référence : α et θ . Les valeurs de ces angles sont souvent de l'ordre de $\alpha \approx 70^\circ$ et $\theta \approx 50^\circ$. Dans la [figure 2.9 -b,c](#) seulement un tiers de la pointe est illustré afin de mieux comprendre sa géométrie. À partir de ce schéma, il est possible d'exprimer l'aire projetée (A_p) de l'empreinte en fonction de la hauteur de contact (h_c) entre l'indenteur et le solide indenté (équation 2.5). Cette relation est identifiée à partir du lien observé entre la longueur de la base triangulaire de la pointe et la hauteur de contact ($l = 2\sqrt{3}h_c \tan(\alpha)$). L'importance de cette relation est la possibilité d'estimation indirecte de l'aire projetée en mesurant uniquement la hauteur de contact à l'instant de charge maximale. À titre d'exemple, pour une pointe Berkovich d'angle $\alpha = 65.3^\circ$ (géométrie de pointe utilisée dans ce projet), la valeur d'aire obtenue est $A_p = 24.56h_c^2$ [94, 98].

$$A_p = \frac{\sqrt{3}l^2}{4} = 3\sqrt{3}h_c^2 \tan^2 \alpha \quad (2.5)$$

Un exemple d'empreintes obtenues avec une pointe Berkovich est illustré sur la [figure 2.10-a](#). Dans le schéma représentatif du profil de l'empreinte ([figure 2.10-b](#)), il est possible de remarquer que le déplacement mesuré (h) ne correspond pas exactement à la hauteur de contact (h_c) entre la pointe et le matériau lors du chargement maximale. En effet, le défi dans l'estimation de l'aire projetée (A_p) est justement la détermination de la hauteur réelle de contact (h_c) sans la confondre avec le déplacement mesuré par le dispositif d'indentation (h). Cette procédure de calcul sera présentée ultérieurement dans la section 2.3.2. Après le déchargement de la pointe, la hauteur résiduelle de l'empreinte (h_p) représente uniquement la déformation plastique induite dans le matériau.

Pour les matériaux élasto-plastiques, les zones affectées par indentation peuvent être spécifiées en fonction de la longueur caractéristique de contact (a) de l'empreinte ([figure 2.10-b](#)) [1, 92, 101]. Lors du chargement maximal, la zone la plus proche de l'indenteur (*Coeur* : $r = a$) génère un effet de pression hydrostatique qui déforme de façon plastique et élastique les régions voisines [52, 101]. Plus loin de cette cavité, la région de déformation plastique est formée ($a < r < 3a$), suivie de la zone de réponse élastique ($3a < r < 10a$). Selon cette représentation, les tests de dureté réalisés dans une zone proche des régions mécaniquement affectées par d'autres tests d'indentation peuvent être perturbés à cause de l'écroutissage préalablement généré. On suggère de laisser une distance (L) d'au moins $6a$ entre 2 empreintes ([figure 2.10-a](#)) [102].

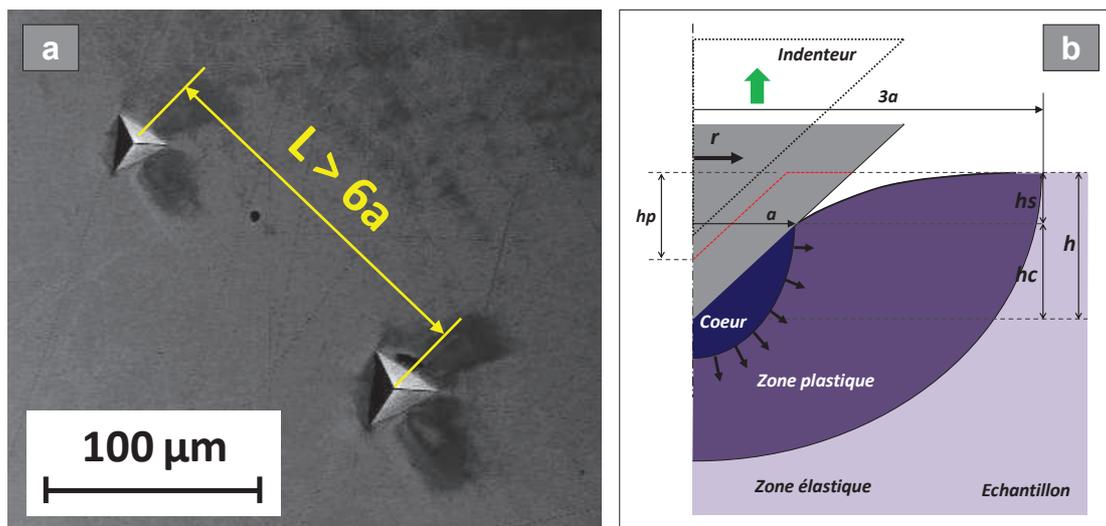


Figure 2.10 – (a) Exemple d'empreintes d'indentation produites avec un indenteur Berkovich. (b) Les zones affectées par l'indentation sont illustrées.

Courbe force-déplacement

Les tests de micro-dureté se traduisent par une courbe force (F) - déplacement (h) mesurée avec le dispositif d'indentation. Une courbe représentative d'un essai de dureté est illustrée sur la [figure 2.11](#). Les unités normalement employées pour les valeurs de force et de pénétration de l'indenteur sont respectivement [mN] et [nm]. Cette courbe schématise très clairement les déformations plastique et élastique produites par la pointe lors de l'essai. La courbe force (F) - déplacement (h) est caractérisée par deux étapes principales : (i) le chargement de l'indenteur jusqu'à atteindre une valeur d'enfoncement maximale (h_{max} , F_{max}) et (ii) une phase de décharge lorsque l'indenteur est retiré du matériau. Après l'étape de décharge, la profondeur restante (h_p) représente la déformation plastique générée pendant le chargement [91,94,97,99].

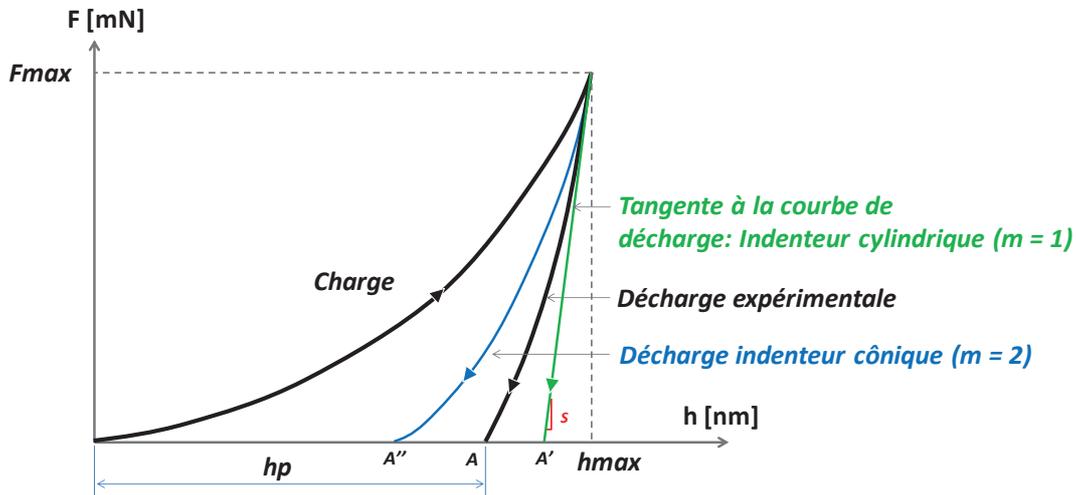


Figure 2.11 – Représentation d'une courbe force (F) - déplacement (h) d'un essai de micro-dureté.

La courbe de chargement est souvent décrite par une loi de puissance (équation 2.6) [91,96]. Dans cette expression, C correspond à une constante du matériau indenté. Tel qu'il est présenté dans le [tableau 2.2](#), l'expression de la force dépend de la géométrie de la pointe (dans le cadre de l'élasticité linéaire) [92]. L'expression de l'indenteur conique peut être employée à la place d'un indenteur pyramidale (Berkovich, Cube Corner ou Vickers) en assurant une équivalence de l'aire projetée (A_p) [99,103]. Par conséquent, la loi de puissance est réduite à une expression parabolique pour un indenteur Berkovich ($n \approx 2$) [1]. Ceci est aussi en lien avec le fait que l'aire projetée de l'empreinte est définie en fonction de la hauteur de contact au carré : $A_p = f(h_c^2)$ (équation 2.5).

$$F = Ch^n \quad (2.6)$$

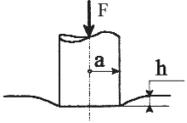
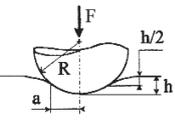
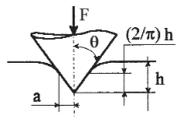
Poinçon plat	Sphère	Cône
		
$F = 2a \frac{E}{1-\nu^2} h$	$F = \frac{E}{1-\nu^2} R^{1/2} h^{1/2}$	$F = \frac{2}{\pi} \frac{E}{1-\nu^2} \tan(\beta) h^2$

Tableau 2.2 – Expressions de la force (F) d'indentation pour différents indenteurs dans le cas de l'élasticité linéaire. D'après [92].

En ce qui concerne la courbe de décharge, cette phase décrit parfaitement le comportement élasto-plastique du matériau lorsque l'indenteur est retiré. Par exemple, en présence d'un matériau parfaitement élastique la courbe de décharge serait complètement superposée avec celle du chargement. Au contraire, dans le cas d'un matériau parfaitement plastique, la courbe de décharge correspondrait à une droite complètement verticale ($h_p = h_{max}$). L'expression générale de la courbe de décharge est indiquée à partir de l'équation 2.7 [91, 95, 96]. Le paramètre m de cette expression permet d'ajuster l'équation à l'ensemble des points obtenus expérimentalement (courbe de décharge expérimentale - [figure 2.11](#)).

$$F = F_{max} \left(\frac{h - h_p}{h_{max} - h_p} \right)^m \quad (2.7)$$

Dans la phase de décharge, la diminution de la force dépend aussi de la variation de l'aire de contact entre la pointe et le solide déformé [96, 104]. Par conséquent, la valeur du paramètre m est étroitement associée au type d'indenteur employé dans le test. Par exemple, pour un indenteur cylindrique la force de décharge varie de manière linéaire avec la pénétration ($m = 1$), car l'aire de contact est toujours constante. Au contraire, pour une géométrie conique, la force varie de manière quadratique ($m = 2$) dû aux variations de l'aire de contact ([figure 2.11](#)). Pour une pointe pyramidale (Berkovich, Cube Corner ou Vickers), la courbe de décharge est comprise entre ces deux cas extrêmes : $1 < m < 2$. De même, la déformation plastique produite par cette pointe (point A) est comprise entre les déformations induites par une pointe cylindrique et conique (points A' et A'').

Il est intéressant d'observer que le retour élastique est très similaire pour toutes les géométries d'indenteurs (cylindrique, conique, pyramidal) au point maximale (h_{max} , F_{max}) de la courbe force - déplacement [95, 105]. En effet, la courbe d'un indenteur cylindrique ($m = 1$)

correspond à la droite tangente d'une courbe de décharge expérimentale quelconque lorsque $F = F_{max}$. La pente de la droite tangente à ce point correspond la raideur de contact S entre l'indenteur et l'échantillon (figure 2.11). Ce concept sera plus détaillé dans le paragraphe suivant.

Estimation de la raideur de contact

La raideur de contact (S) est une grandeur qui décrit la réaction élastique (linéaire) de l'échantillon à chaque instant de pénétration ou de décharge de la pointe d'indentation. Cette grandeur correspond au rapport entre la force appliquée et le déplacement généré (F/h). Étant donné que le retour élastique au début de la phase de décharge est considéré linéaire pour tout type d'indenteur, la raideur de contact est souvent estimée seulement pour la force maximale d'indentation (F_{max}). C'est pourquoi les méthodes de calcul de la raideur de contact sont considérées comme quasi-statiques [91]. Deux méthodes de calcul sont habituellement employées :

- La première méthode correspond à l'estimation d'une droite tangente au point de force maximale (F_{max}) en faisant une régression linéaire sur l'ensemble de points voisins [95, 96] (entre 70 % et 95 % de F_{max}). La raideur de contact S correspond à la pente de la droite tangente estimée.
- Pour la deuxième méthode, la raideur de contact est calculée comme la dérivé de la force (F) par rapport à la hauteur de pénétration (h) [94, 97]. L'expression de la courbe de décharge (équation 2.7) est dérivée par rapport à h et ensuite évaluée au point de force maximale (voir équations 2.8 et 2.9).

$$S = \frac{dF}{dh} = mF_{max} \frac{(h - h_p)^{m-1}}{(h_{max} - h_p)^m} \quad (2.8)$$

$$S(h_{max}) = mF_{max}(h_{max} - h_p)^{-1} \quad (2.9)$$

2.3.2 Dépouillement des données mesurées par indentation instrumentée

Dans la section précédente, il a été montré que les dispositifs d'indentation instrumentée permettent de quantifier trois types de mesures caractéristiques lors des essais mécaniques : la force appliquée (F), le déplacement de la pointe (h) et la raideur de contact (S). Ces trois données représentent le point de départ pour l'estimation des propriétés mécaniques du matériau indenté (module d'élasticité, dureté). Cette méthode de calcul est présentée par la

suite en considérant la détermination de la hauteur de contact (h_c), l'aire de contact projetée (A_p) et le module d'élasticité réduit de contact (E_c^*).

Méthodes de calcul de la hauteur de contact h_c

Selon le type d'empreinte générée par l'indenteur, il existe deux méthodes habituellement employées pour calculer la hauteur de contact (h_c). Le modèle d'Oliver et Pharr est une méthode qui prend en compte l'affaissement du matériau lors de l'indentation. Au contraire, le modèle de Loubet considère le bourrelet généré autour du poinçon lors de la phase de chargement (figure 2.12). Les deux méthodes sont décrites par la suite.

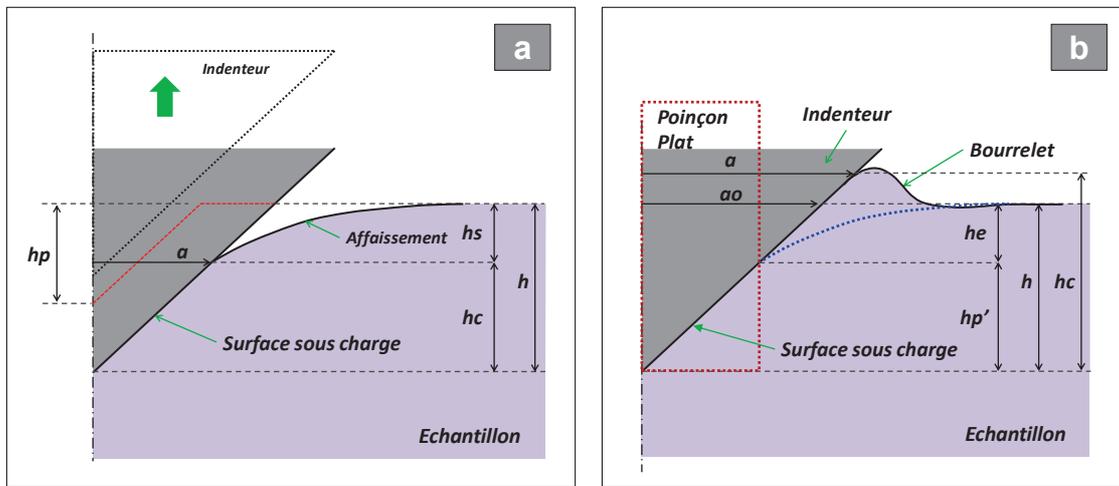


Figure 2.12 – Profil d'indentation lorsqu'un affaissement élastique (a) ou un bourrelet (b) sont générés autour de l'indenteur.

Méthode Oliver-Pharr : Dans ce modèle de calcul, le profil d'indentation considéré présente un affaissement autour de l'indenteur (figure 2.12-a). Dans ce schéma représentatif, la profondeur de pénétration mesurée lors de l'essai (h) est supérieure à la hauteur de contact (h_c) entre l'indenteur et le solide. La méthode d'Oliver et Pharr s'appuie sur l'hypothèse que l'affaissement est engendré de manière purement élastique. En d'autres termes, la déformation plastique engendrée dans le matériau est entièrement induite dans la zone de contact ($h_p \leq h_c$). Oliver et Pharr proposent ainsi de calculer la hauteur de contact à partir de l'équation 2.10 [106, 107].

$$h_c = h - h_s \quad (2.10)$$

A partir de l'équation de Sneddon, la hauteur d'affaissement est définie comme : $h_s = \epsilon(F/S)$ [96]. Le coefficient ϵ correspond à un facteur géométrique selon le type de pointe

employée. Pour les indenteurs cylindriques, sphériques ou coniques ce paramètre prend les valeurs $\epsilon = 1$, $\epsilon = 0.75$ et $\epsilon = 0.727$, respectivement [91]. Woïrgard et al. montre que ce coefficient varie entre 0.727 et 1 pour un indenteur pyramidal (tableau 2.3) [96]. De cette manière, la hauteur de contact (h_c) est finalement définie dans l'équation 2.11. Ce calcul est réalisé pour la charge maximale (F_{max} , $S_{@F_{max}}$).

$$h_c = h - \epsilon \frac{F}{S} \quad (2.11)$$

Indenteur	Paramètre m	Facteur géométrique ϵ
Cylindrique	1.0	1.000
—	1.1	0.829
—	1.2	0.793
—	1.3	0.772
—	1.4	0.759
Sphérique	1.5	0.750
—	1.6	0.743
—	1.7	0.738
—	1.8	0.733
—	1.9	0.730
Conique	2.0	0.727

Tableau 2.3 – Relation entre les coefficients m et ϵ . D'après [96].

Méthode de Loubet *et al.* : A la différence de la méthode d'Oliver et Pharr, ce modèle prend en compte le possible bourrelet formé autour de la pointe d'indentation (figure 2.12-b). Dans ce cas représentatif, la hauteur de contact (h_c) est plus grande que la hauteur de pénétration mesurée (h). Loubet propose que la hauteur de contact produite par un indenteur quelconque soit proportionnelle à celle engendrée par un poinçon plat dans un matériau très élastique (présence d'affaissement) et pour une même profondeur d'enfoncement (h) : équation 2.12 (voir figure 2.12-b) [1, 108]. Dans cette expression, δ représente une constante géométrique caractéristique du type d'indenteur. Prenant en compte la formulation d'Oliver et Pharr (équation 2.11), la hauteur de contact créée avec un indenteur cylindrique ($\epsilon = 1$) correspond entièrement à la déformation plastique produite par celui-ci ($h_{p'}$) [1]. De cette manière la hauteur de contact mesurée par la méthode de Loubet est finalement décrite par l'équation 2.13.

$$h_c = \delta h_{c_{cylindre}} \quad \text{où} \quad h_{c_{cylindre}} = h_{p'} = h - h_e = h - \frac{F}{S} \quad (2.12)$$

$$h_c = \delta \left(h - \frac{F}{S} \right) \quad (2.13)$$

Pour une pointe Berkovich il a été démontré expérimentalement que $\delta = 1.2$ [108]. Cette valeur peut être vérifiée de forme numérique dans le cas d'un enfoncement élasto-plastique en superposant deux types de chargement : (i) un poinçon plat dans un matériau purement élastique et (ii) un indenteur conique dans un matériau purement plastique [1,91].

Le bourrelet peut affecter considérablement le calcul de l'aire de contact projetée (A_p) et par conséquent la valeur de dureté estimée [91]. Par conséquent, il est conseillé d'employer la méthode d'Oliver et Pharr pour les matériaux qui présentent un retour élastique remarquable (silice, verre, etc.) [109]. La méthode de Loubet est plutôt suggérée pour les matériaux qui présentent une large déformation plastique (Fer pur, Cuivre, etc) [97].

Correction de l'aire de contact projetée A_p

Tel qu'il a été présenté dans la section 2.3.1, l'aire de contact projetée peut être estimée en fonction de la hauteur de contact ($A_p = f(h_c^2)$). Cependant, ces grandeurs géométriques peuvent être modifiées en raison d'un défaut de pointe présent dans l'indenteur (quelques dizaines de nm). Pour cela, l'aire de contact projetée est souvent corrigée à l'aide de l'équation 2.14, proposée par Oliver et Pharr [95, 106].

$$A_p = C_0 h_c^2 + C_1 h_c + C_2 h_c^{1/2} + \dots + C_8 h_c^{1/128} \quad (2.14)$$

Les coefficients de cette expression (C_0, C_1, \dots, C_8) sont inhérents à chaque indenteur. Ceux-ci sont souvent obtenus en faisant une calibration de la pointe d'indentation avec un matériau dont les propriétés mécaniques sont connues (par exemple la silice). Le premier coefficient de cette expression (C_0) correspond au paramètre géométrique de l'indenteur. Pour une pointe Berkovich, ce facteur est $C_0 = 3\sqrt{3}\tan\alpha^2$. Cette formulation est plutôt employée pour corriger l'aire de contact projetée évaluée à partir de la méthode Oliver et Pharr. Dans la section 2.3.3 une approche de correction de défaut de pointe commune aux deux méthodes (Oliver-Pharr et Loubet) sera présentée.

Estimation de la dureté et du module d'élasticité

Dureté : La dureté du matériau correspond à la pression moyenne exercé par l'indenteur sur l'échantillon. Une fois l'aire de contact projetée estimée, la dureté est calculée à partir de l'équation 2.4 ($H = F/A_p$), préalablement présentée dans la section 2.3.1. La valeur de force employée dans ce calcul correspond au point maximal de la courbe force - déplacement ($F = F_{max}$).

Module d'élasticité : A partir de l'équation de Sneddon [96, 104], le module d'élasticité réduit du contact (E_c^*) est défini en fonction de la raideur de contact (S) et l'aire de contact

projetée (A_p) : équation 2.15. Le paramètre β correspond à un facteur géométrique employé pour les indentateurs non-axisymétriques [94]. Pour une pointe Berkovich ce facteur correspond à $\beta = 1.034$ [96]. Ce coefficient multiplicateur est uniquement employé lorsque le calcul de la hauteur de contact (h_c) est effectué avec la méthode Oliver et Pharr. Si le modèle de Loubet est employé, $\beta = 1$ [108]. La valeur estimée avec l'équation 2.15 correspond au point maximal d'indentation (F_{max}).

$$E_c^* = \beta \frac{S}{2} \sqrt{\frac{\pi}{A_p}} \quad (2.15)$$

Le module d'élasticité de l'échantillon peut être déduit à partir de la relation de contact (équation 2.16) qui met en lien les propriétés mécaniques du solide indenté (E_{mat}, ν_{mat}) et celles de la pointe d'indentation (E_{ind}, ν_{ind}) [110]. Pour un indentateur en diamant, le module d'élasticité et le coefficient de Poisson sont respectivement $E_{ind} = 1141 \text{ GPa}$ et $\nu_{ind} = 0.07$.

$$\frac{1}{E_c^*} = \frac{1}{E_{mat}^*} + \frac{1}{E_{ind}^*} \Rightarrow \frac{1}{E_c^*} = \frac{1 - \nu_{mat}^2}{E_{mat}} + \frac{1 - \nu_{ind}^2}{E_{ind}} \quad (2.16)$$

Schéma général de calcul

Pour conclure cette section, un schéma récapitulatif de la méthodologie de calcul est présenté dans la [figure 2.13](#). Il est important de préciser que les propriétés mécaniques obtenues par cette démarche correspondent toujours au point d'enfoncement maximal (F_{max}, h_{max}).

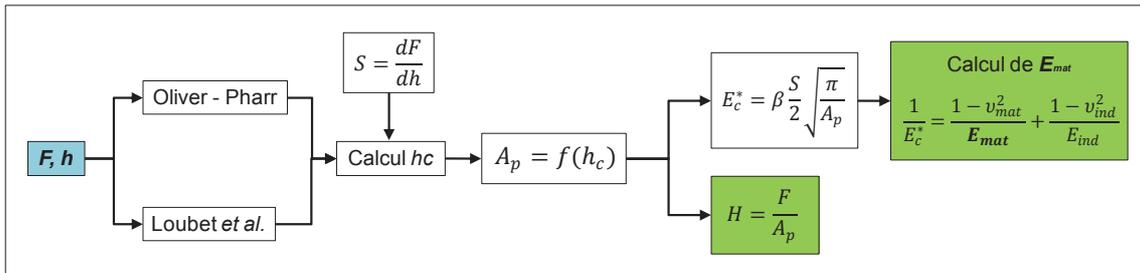


Figure 2.13 – Méthode de calcul des propriétés mécaniques par indentation instrumentée.

2.3.3 Indentation CSM - Continuous Stiffness Measurement

Principe de la méthode CSM

Une des limites de l'indentation instrumentée standard est l'identification des propriétés mécaniques (dureté, module d'élasticité) avec un seul point (F_{max}, h_{max}) de la courbe force - déplacement. Avec cette technique, il faudrait faire plusieurs indentations à différents niveaux

de force maximale pour observer l'évolution des propriétés mécaniques en fonction de la pénétration de la pointe (figure 2.14-a). C'est pourquoi une technique de mesure des propriétés mécaniques en continu a été développée : la méthode CSM (en anglais : Continuous Stiffness Measurement). Ce procédé consiste à mesurer la raideur de contact (S) sur plusieurs points de la courbe de chargement ($F-h$) et ainsi estimer les propriétés mécaniques en fonction de la profondeur de enfoncement de l'indenteur (h).

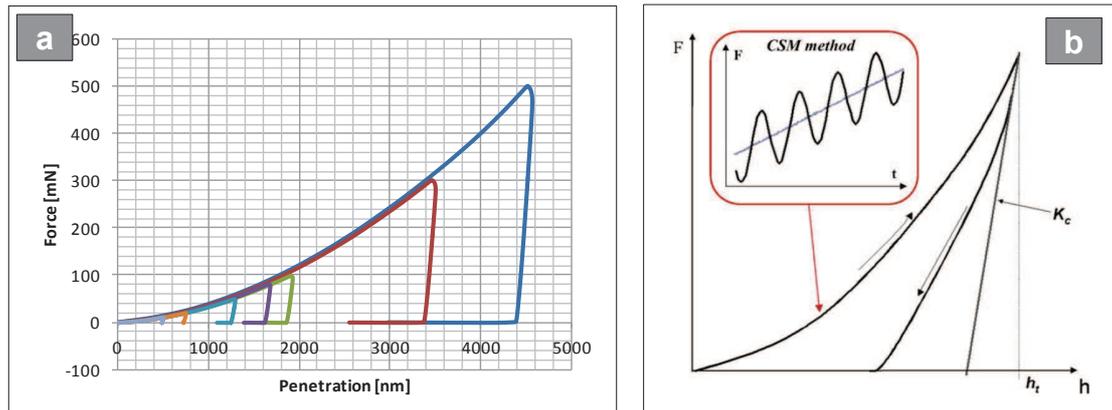


Figure 2.14 – (a) Exemple de courbes d'indentation avec différentes valeurs de force maximale. Test réalisé sur un échantillon de fer pur avec une pointe Berkovich. (b) Représentation d'une courbe d'indentation CSM. D'après [100]

Dans la méthode CSM, le signal de force appliquée dans la phase de charge est modulé avec la superposition d'une oscillation sinusoïdale. Cette petite fluctuation en force permet de générer une multitude de décharges partielles au cours de l'indentation. A partir de ces décharges, il est possible d'estimer une valeur indépendante de la raideur de contact (S) à chaque instant de pénétration de l'indenteur [110]. Une courbe schématique d'indentation CSM est présentée dans la figure 2.14-a [100]. La méthode de calcul des propriétés mécaniques est exactement la même que celle appliquée dans la section 2.3.2. Les valeurs de raideur de contact (S) et pénétration (h) doivent être corrigées avant d'employer cet algorithme de calcul.

Correction de la raideur de contact S

La raideur de contact mesurée est souvent affectée par la raideur du bâti et d'autres éléments comme la couche de colle ou la résine utilisée pour fixer l'échantillon. Ces facteurs externes altèrent la proportionnalité linéaire normalement présente entre la raideur de contact (S) et le déplacement de la pointe (h) pour des matériaux élasto-plastiques [110]. L'influence de la raideur du bâti est illustrée dans les courbes 1 et 2 de la figure 2.15. Cet effet est corrigé en enlevant la raideur du bâti ($K_{\text{bâti}}$) de la raideur totale mesurée (S). La courbure présente pour les premières valeurs de raideur est en lien avec le défaut de la pointe de l'indenteur.

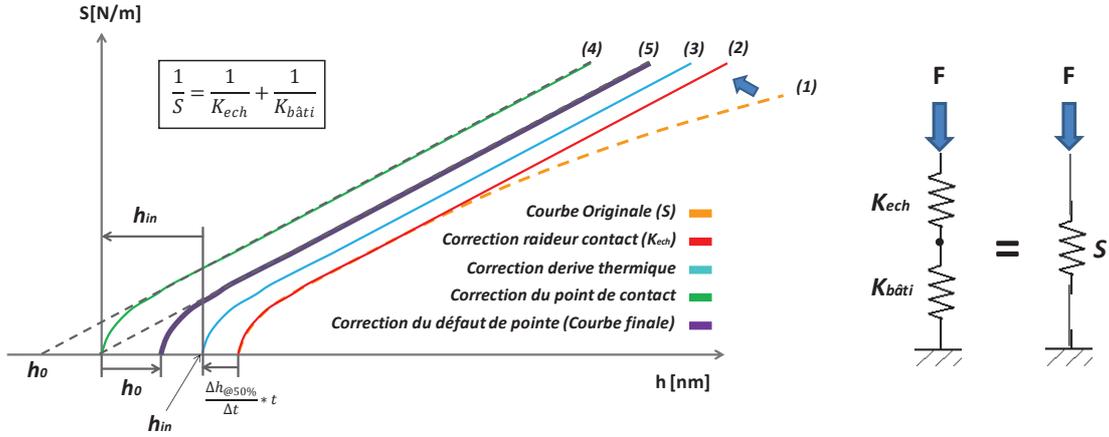


Figure 2.15 – Corrections de la raideur de contact (S) et de la profondeur d'indentation (h) mesurées. Influence de la raideur du bâti, la dérive thermique, le point de contact et le défaut de pointe.

Correction de la profondeur mesurée h

Correction par dérive thermique : La température du système peut varier lors de l'indentation en produisant la dilatation des divers composants du dispositif. Ce phénomène, dénommé dérive thermique, peut impacter la valeur de profondeur mesurée (h). Afin d'identifier l'erreur de mesure induit, l'essai d'indentation peut être effectué avec deux cycles de charge (figure 2.16). Théoriquement, les deux courbes de décharge doivent se superposer lorsque l'effet de dérive thermique est minimum [91]. Dans le cas contraire, la dérive thermique correspond à la variation de profondeur (Δh) au cours du temps (Δt) entre deux points analogues des courbes de décharge à 50 % de la force maximale. La profondeur de pénétration peut être corrigée à chaque instant (t) avec l'équation 2.17. D'autres méthodes pour corriger cette perturbation sont aussi proposées dans la littérature [91].

$$h_{corrigé} = h_{mesuré} - \frac{\Delta h_{50\%F_{max}}}{\Delta t} * t \quad (2.17)$$

Corrections du point de contact : Le point de contact dans un essai de dureté est souvent détecté par un brusque changement de pente de la courbe force - déplacement. Habituellement, la machine d'indentation identifie ce point avec une certaine erreur de l'ordre d'une dizaine de nanomètres. La profondeur mesurée ($h_{mesuré}$) peut être corrigée en enlevant la valeur du point de contact trouvé (h_{in}) [91] :

$$h_{corrigé} = h_{mesuré} - h_{in} \quad (2.18)$$

Corrections du défaut de pointe : Le défaut géométrique d'une pointe d'indentation (h_0) peut engendrer une surestimation des propriétés mécaniques du solide. Loubet *et al.*

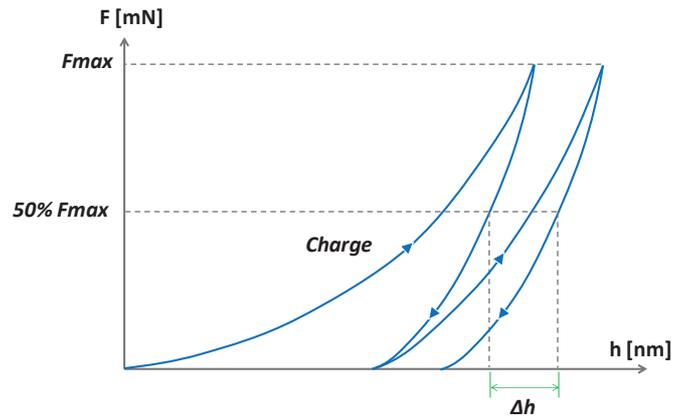


Figure 2.16 – Courbe de double cycle de charge pour déterminer la dérive thermique

propose d'identifier le défaut de pointe comme le point d'intersection entre l'axe horizontal et la prolongation de la section droite de la courbe $S-h$ (voir figure 2.15) [110]. La valeur trouvée est ajoutée à la profondeur d'indentation mesurée (h) afin de corriger cette perturbation. Les diverses corrections effectuées sont récapitulées dans le schéma de la figure 2.15.

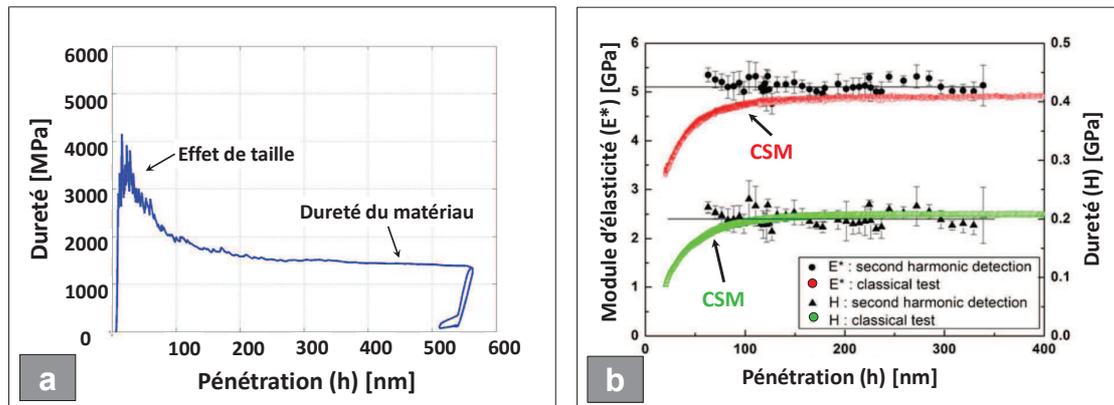


Figure 2.17 – Exemples de courbes de dureté et de module d'élasticité en fonction de la pénétration de l'indenteur (méthode CSM) : (a) courbe de dureté d'un échantillon de fer- α et (b) courbes de dureté (H) et de module d'élasticité réduit (E^*) pour un PMMA (d'après [94]).

Mesures de dureté (H) et module d'élasticité (E) avec la méthode CSM

La méthode CSM permet d'obtenir la raideur de contact tout au long de la phase de chargement, et par conséquent une évolution des propriétés mécaniques en fonction de la profondeur de pénétration (h). Les calculs sont effectués avec la méthode présentée dans la section 2.3.2. Un exemple de plusieurs courbes de dureté et module d'élasticité sont présentées dans la figure 2.17. Les valeurs globales de ces propriétés mécaniques correspondent aux

plateaux des courbes. L'effet d'échelle présent au début des courbes vient du faible niveau de force dans les premières dizaines de nm .

2.3.4 Point représentatif de la courbe contrainte-déformation

Plusieurs travaux de recherche ont proposé un lien entre les propriétés mécaniques obtenues par indentation (dureté et module d'élasticité) et les contraintes (σ) et déformations (ϵ) mesurées dans un essai de traction ou de compression uni-axiale. Une première approche expérimentale a été proposée par Tabor, où la dureté correspond environ à trois fois la limite élastique du matériau : $H \approx 3\sigma_y$ [94,99]. D'autres modèles et expressions ont été aussi proposés par Johnson-Marsh, Hertz et Dao *et al* pour des matériaux élasto-plastiques [71,99]. Ce dernier montre que la valeur de dureté peut être traduite par un point représentatif (σ_r, ϵ_r) de la courbe contrainte-déformation. Pour une pointe Berkovich, la dureté correspond à trois fois la contrainte représentative à l'instant de 8 % de déformation ($\epsilon_r = \epsilon_{0.08}$) : $H \approx 3\sigma_{0.08}$ (figure 2.18).

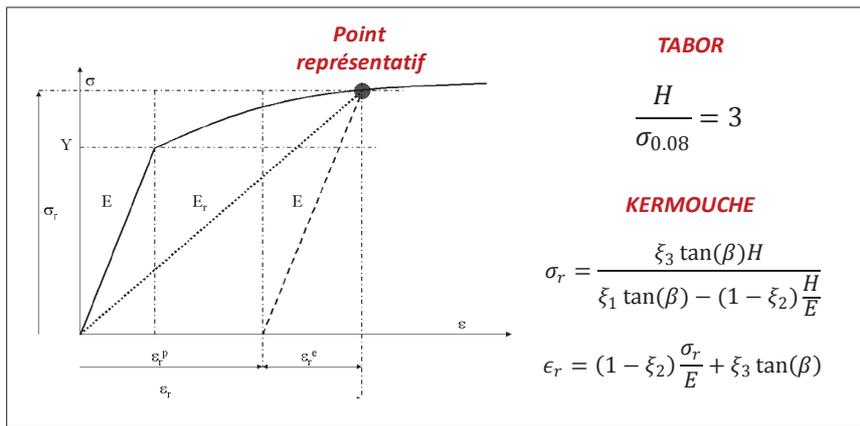


Figure 2.18 – Modèles du point représentatif (σ, ϵ) d'une courbe contrainte-déformation à partir d'un essai d'indentation instrumentée [71,72,92,99].

Un autre modèle d'identification du point représentatif (σ_r, ϵ_r) a été proposé par Kermouche [92]. Ce modèle est composé de deux expressions qui permettent de trouver les contraintes et déformations représentatives pour une valeur donnée de dureté (H) et module d'élasticité (E) (voir figure 2.18). Chacune des expressions dépend de l'angle du cône équivalent (β) de l'indenteur employé. C'est-à-dire qu'il est nécessaire d'employer différentes géométries d'indenteurs afin d'obtenir plusieurs points de la courbe σ - ϵ [99,100]. Les variables ξ_1, ξ_2 and ξ_3 sont des paramètres dépendants du coefficient de Poisson du matériau (ν). Il faut préciser que le modèle est valide si le matériau indenté est homogène, afin de garantir le principe de similarité géométrique (section 2.3.1) [72,100]. Dans le contexte du projet, les surfaces à gradient microstructural peuvent être considérées homogènes car les indentations sont effectuées très localement.

2.4 Fabrication et compression de micro-piliers

2.4.1 Principe général de la compression de micro-piliers

La compression de micro-piliers est un essai micro-mécanique qui permet de quantifier très localement les propriétés mécaniques de plusieurs types de matériaux : métalliques, minéraux, céramiques, composite, semi-conducteurs, etc [111–114]. Les piliers sont en général de taille micrométrique (moins de quelques dizaines de μm), usinés, gravés et/ou implantés à la surface d'un substrat (figures 2.19-a,b,c,d) [39, 111, 113]. Le test de micro-compression consiste à appliquer une charge compressive dans cet élément afin d'engendrer des déformations élastiques et plastiques. Vu la taille réduite des piliers, l'application de la charge est habituellement effectuée avec un indenteur plat [111] en diamant (voir figures 2.19-e). Le but principal du test, est le même que celui d'un essai de compression macroscopique, il s'agit d'extraire des données de force et déplacement de la pointe afin de déterminer une courbe contrainte - déformation du matériau. La procédure de fabrication des piliers, les enjeux de la réalisation du test et la méthode de dépouillement des données seront présentés par la suite.

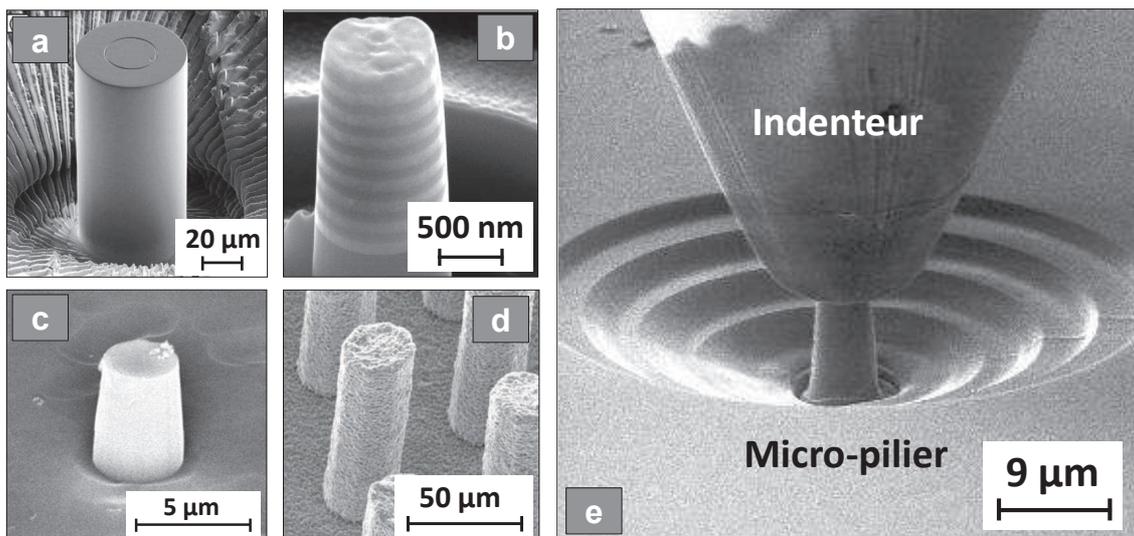


Figure 2.19 – (a) Pilier métallique [111], (b) Pilier multi-couches [112], (c) Pilier silice [113], (d) Pilier céramique [114]. (e) Exemple d'un test de compression de micro-pilier *in situ*.

2.4.2 Fabrication de micro-piliers

Méthodes explorées dans la fabrication de micro-piliers

Dans la fabrication des piliers métalliques deux options ont été explorées : la gravure par lithographie et l'usinage par sonde ionique focalisée (Focused Ion Beam - FIB, en anglais). La grande différence entre ces deux techniques est le type d'effet créé dans le matériau d'intérêt afin de sculpter le pilier. Pour la première technique l'interaction est de type chimique, tandis

que pour la deuxième méthode la réaction provoquée dans le matériau est plutôt physique. Les deux procédures sont détaillées ci-dessous.

Fabrication par lithographie : La lithographie est une technique de gravure par ions réactifs avec laquelle le matériau est creusé en attaquant chimiquement la surface d'intérêt. Le principe de cette technique consiste à créer un masque résistant à la gravure qui permet de creuser le matériau de façon sélective et façonner simultanément plusieurs piliers. Un schéma représentatif des étapes de fabrication est illustré dans la [figure 2.20-a](#) [115, 116]. Pour la première phase (*étape 1*), une couche de résine de quelques centaines de *nm* est déposée sur le substrat. Ce masque est attaqué localement en laissant plusieurs zones protégées (*étape 2*) pour ensuite soumettre toute la surface à un deuxième réactif chimique (*étape 3*). Finalement, plusieurs piliers demeurent après la consommation totale du masque (*étape 4*). Les réactifs des *étapes 2* et *3* sont choisis en fonction du masque et du substrat concernés : les UV et les réactif à base d'argon (Ar) sont souvent employés [115].

Malgré l'efficacité de cette méthode, il y a plusieurs limitations à prendre en compte pour la fabrication de micro-piliers. (*i*) Les profondeurs de gravure dans les métaux sont souvent inférieurs à $1\ \mu\text{m}$ [117], contrairement aux semi-conducteurs et aux matériaux silicates ([figure 2.20-b,c](#)) [113, 116, 118]. (*ii*) De plus, le rendu géométrique peut être très hétérogène, sans mentionner les inconvénients des profils arrondis dû à la gravure multidirectionnelle de l'attaque chimique [116].

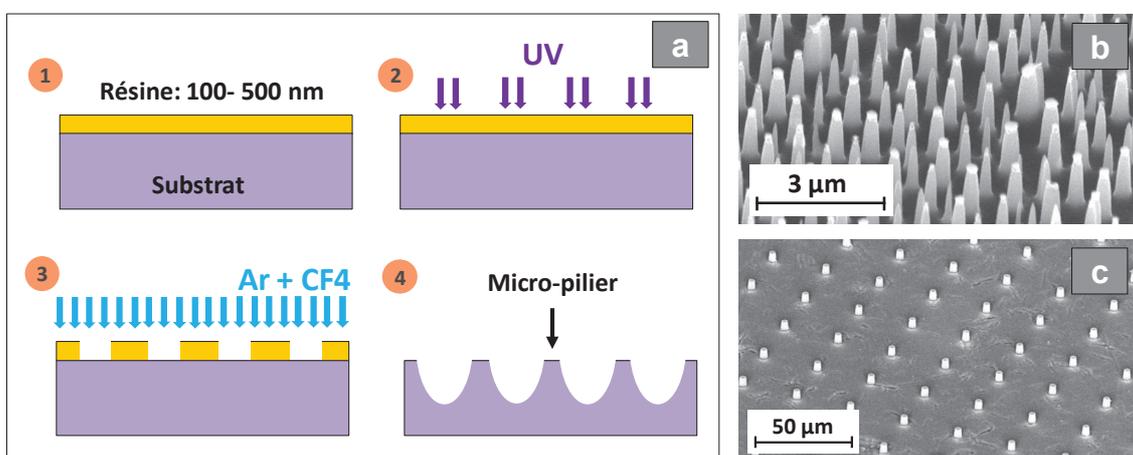


Figure 2.20 – (a) Étapes de fabrication par gravure ionique réactive [115], (b, c) Exemples de piliers fabriqués par lithographie RIE (en anglais : Reactive Ion Etching) en silice [113, 116].

Fabrication par sonde ionique focalisée (Focused Ion Beam - FIB) : En opposition aux techniques chimiques, cette méthode est dite physique car le matériau est bombardé et usiné avec un faisceau d'ions focalisé (en anglais : Focused Ion Beam - FIB) [119–121]. Ce

procédé est mis en place dans une chambre à vide où l'échantillon est exposé simultanément au canon d'un microscope électronique à balayage conventionnelle (MEB) et à celui du faisceau d'ions (figure 2.21-a). L'intérêt de cette configuration est la possibilité d'usiner le matériau à une échelle micrométrique tout en observant les opérations en cours avec le microscope électronique. Selon le constructeur (FEI, Tescan, Zeiss, etc.), l'angle relatif entre les deux canons (MEB et FIB) prend des valeurs entre 50° et 55° [122].

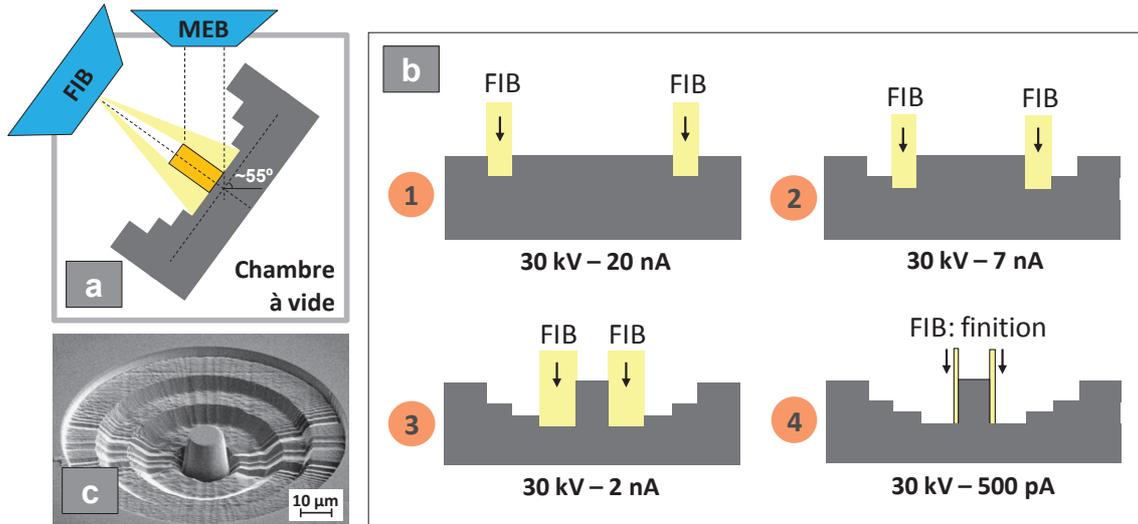


Figure 2.21 – (a) Représentation du dispositif MEB-FIB employé dans la fabrication des micro-piliers. (b) Schéma représentatif des étapes de fabrication des piliers. (c) Exemple d'un pilier métallique produit sur trois étapes, d'après [111].

Le faisceau d'ions est créé à partir d'une source de métal liquide (habituellement Gallium [120, 123, 124]) avec des voltages compris généralement entre 5 et 30 kV [111, 125]. Le diamètre de la sonde générée est de quelques dizaines de nm . Le taux d'enlèvement de matière avec le FIB s'amplifie en augmentant le courant électrique du faisceau d'ions. Les valeurs de courant typiquement utilisées se trouvent entre 50 pA et 20 nA [111, 123, 125]. Selon le courant employé, le FIB peut être utilisé pour différentes applications : imagerie (à moins de 80pA), découpe des sections transversales, production des lames pour microscopie à transmission (TEM), production d'échantillons pour tests micro-mécaniques, etc.

Dans la procédure de fabrication de micro-piliers, plusieurs étapes d'usinage sont nécessaires [120, 121]. Les premières étapes d'usinage permettent d'enlever un grand volume de matière, tandis que les dernières phases permettent d'affiner la géométrie du solide, d'où l'importance de finir avec un faible courant. Le nombre d'étapes et la durée de chacune dépendent de la taille et du matériau du pilier souhaité. Dans les figures 2.21-b,c un schéma explicatif des étapes de fabrication est illustré ainsi que le résultat de production d'un pilier [111]. Les limitations de cette technique sont la mise en oeuvre et la durée de fabrication

(1 à 3 h par pilier). Cependant, le rendu géométrique est très performant et les profondeurs d'usinage dans les métaux [119,120] sont plus importantes que celles obtenus par lithographie (plus de $20 \mu m$). Par conséquent, cette technique a été choisie dans le cadre du projet pour élaborer les piliers des surfaces hyper-déformées.

Aspects géométriques de la fabrication de piliers par FIB

Les micro-piliers peuvent être fabriqués avec différentes sections transversales : carrées, triangulaires, circulaires, etc [119,120,126]. Dans ce cas, seulement la production des piliers cylindriques est considérée pour éviter des singularités du champ de contrainte proches des arêtes. Plusieurs études suggèrent d'utiliser un ratio 2 :1 entre la hauteur et le diamètre des piliers [119]. En général, les piliers sont fabriqués avec des diamètres entre 200 nm et $50 \mu m$ [111,119–121,127]. Il est aussi important de considérer la profondeur et taille de chaque "cuvette" formée autour du pilier. Cela permet d'obtenir une image lors de la compression *in situ* et d'obtenir les dimensions du pilier avant le test (figure 2.22). Un rapport 1 :10 entre le diamètre du pilier et celui de la "cuvette" extérieure est conseillé pour éviter des collisions latérales entre l'indenteur et les bords du cratère.

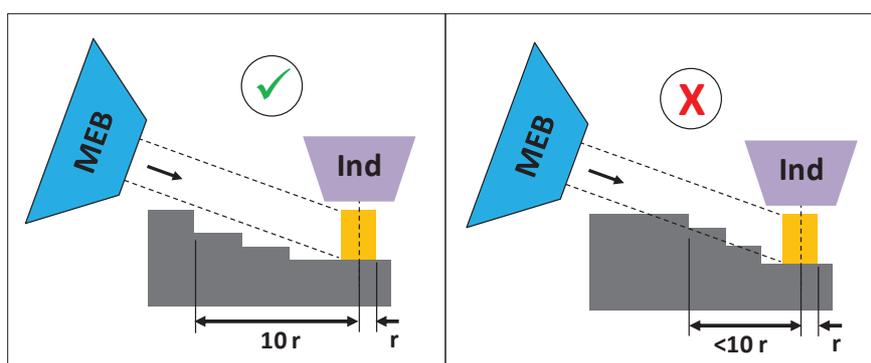


Figure 2.22 – Considération du point de vue (MEB) lors du test de micro-compression *in situ*.

Conséquences de la fabrication FIB

La fabrication des piliers peut entraîner certains inconvénients. Dans un premier temps, l'enlèvement de matière peut générer un re-dépôt de matière autour du pilier formé. Ceci peut altérer la symétrie du pilier de manière très accentuée (figure 2.23-a), ou tout simplement donner un angle de conicité au pilier (figure 2.23-b). Ce phénomène a pu être observé à plusieurs reprises [124,127]. Pour diminuer cet effet, plusieurs auteurs suggèrent de faire des étapes de finition avec un faible courant électrique (moins de 700 pA) [111,123,124]. Également, il est conseillé de faire un balayage annulaire avec le faisceau d'ion dans un sens entrant et sortant par rapport à l'axe du pilier. Certains auteurs suggèrent de faire un usinage latéral et tangent au pilier afin d'éliminer complètement la conicité (voir exemple de la figure

2.19-a) [111]. Néanmoins, cette technique peut être assez laborieuse car le pilier doit pouvoir tourner de 360° autour de son propre axe afin de frôler la surface avec le faisceau d'ions.

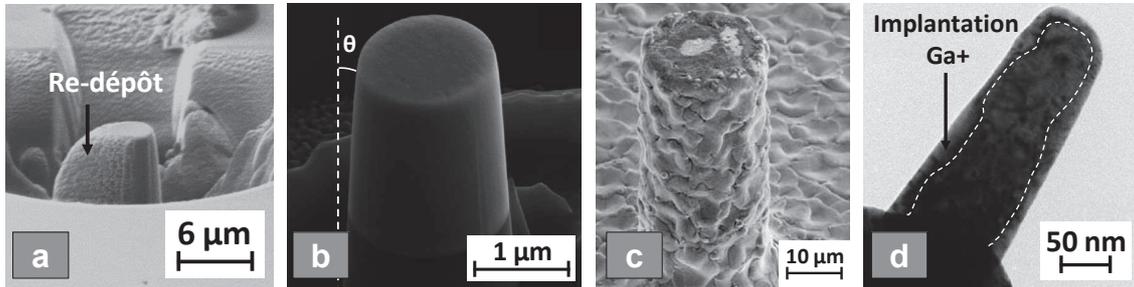


Figure 2.23 – (a) Re-dépôt du matériau lors d’usinage d’un pilier en fer. (b) Conicité générée dans un pilier [124]. (c) Usinage hétérogène du pilier [111]. (d) Endommagement de surface du pilier par implantation d’ions Ga+ [128].

D’autres difficultés de cette méthode résultent de l’interaction entre le faisceau d’ions et le matériau impacté. Dans le cas des matériaux métalliques poly-cristallins, l’enlèvement de matière peut être assez hétérogène [60] dans les premières phases d’usinage et la finition de la surface peut devenir une étape très longue. Ce phénomène est dû aux différentes orientations des grains qui peuvent favoriser ou ralentir l’usinage selon l’angle d’impact du faisceau d’ions (figure 2.23-c). Une deuxième difficulté est l’endommagement créé en surface : amorphisation ou implantation d’ions Ga+ (figure 2.23-d). L’amorphisation se produit souvent dans les matériaux céramiques ou semi-conducteurs comme la silice [129,130]. Cela peut aussi se manifester dans les matériaux métalliques selon les conditions du courant et voltage du faisceau d’ions. La taille de la zone affectée est de l’ordre de quelques dizaines de nm [127,128,131]. Considérant ces difficultés de fabrication, il est pertinent de choisir une taille de pilier suffisamment grande pour que l’endommagement en surface soit négligeable et suffisamment petite pour que le temps d’usinage reste raisonnable.

2.4.3 Micro-compression des piliers *in situ*

La réalisation du test mécanique peut s’effectuer *ex situ* dans une machine d’indentation standard ou *in situ* dans un microscope électronique à balayage adapté avec un dispositif d’indentation [132]. Vu la précision requise pour l’alignement entre le poinçon plat et le pilier, il est préférable d’effectuer la compression *in situ* (figure 2.24-a). A ce propos, la taille de l’indentateur doit être bien évidemment supérieure au diamètre du pilier. Les tailles des poinçons plats habituellement employés sont d’une dizaine de micro-mètres en fonction de la grandeur du pilier (figure 2.24-b) [111]. L’essai de compression peut être piloté en déplacement ou en force, cependant il est préférable de contrôler le déplacement de la pointe pour assurer un état de déformation souhaité. Une courbe contrainte-déformation est extraite à partir d’une courbe force-déplacement obtenue lors du chargement (figure 2.24-c) [119].

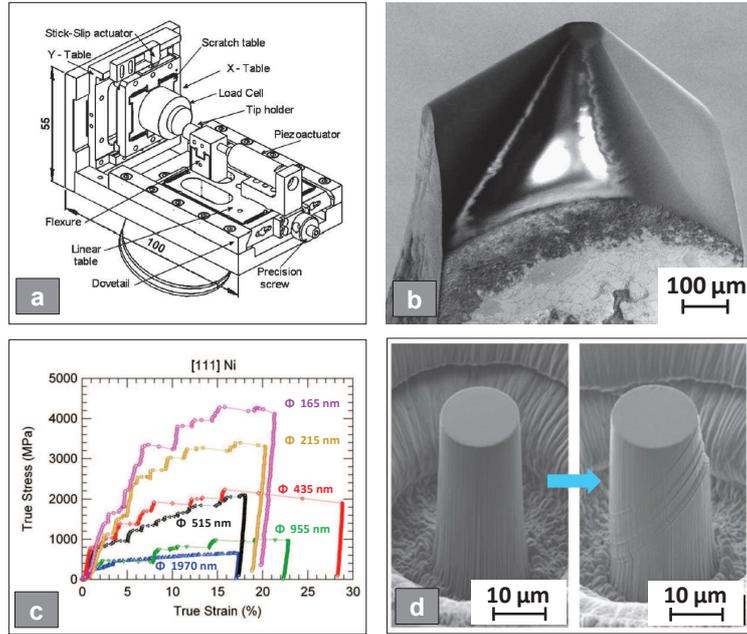


Figure 2.24 – (a) Schéma représentatif de la configuration d'un indenteur *in situ* pour un test de micro-compression. Un exemple du "set-up" d'indentation est aussi présenté [132]. (b) Poinçons plats employés dans la compression des piliers [111]. (c) Exemple des courbes σ - ϵ avec la présence d'un effet de taille [127]. (d) Pilier post-compression déformé dans un plan de glissement préférentiel [119].

Plusieurs auteurs suggèrent la présence d'un effet de taille dans la compression des piliers : les piliers de moindre taille sont les plus résistants (figure 2.24-c). Cet effet est plus significatif pour les piliers de diamètre inférieur à $1 \mu m$ [133]. L'effet de taille est en lien avec (i) les dimensions réduites des piliers par rapport à la densité et la taille des sources de dislocation présentes [133, 134], et (ii) à la présence des dislocations vers la surface du pilier induite par l'endommagement généré par le FIB [131]. Il faut cependant noter que ces hypothèses sont encore sujettes à discussion au sein de la communauté scientifique. Un exemple d'un pilier déformé est illustré sur la figure 2.24-d. Dans ce cas, la déformation s'effectue suivant un plan de glissement préférentiel en raison de la nature mono-cristalline du pilier.

2.4.4 Dépouillement des courbes contrainte - déformation

Dans l'extraction d'une courbe σ - ϵ (figure 2.25), il est nécessaire de corriger l'influence du bâti ($u_{b\grave{a}ti}$), substrat (u_{sub}) et indenteur (u_{ind}). Cette démarche est présentée dans l'équation 2.19 en considérant les propriétés mécaniques de chaque élément [124]. Le rayon de la section transversale du pilier (r) évolue en fonction du déplacement du pilier (u_p) au cours de la compression. Cette évolution est définie dans l'équation 2.20 en considérant que le volume du pilier reste constant lors de la déformation plastique (voir figure 2.25). Cette considération est faite uniquement pour les matériaux métalliques car plusieurs études montrent que ce n'est

plus le cas pour d'autres types de matériaux [135]. Dans cette équation h_o et V_o représentent respectivement la hauteur et le volume initiaux du pilier.

$$u_p = u_m - u_{b\hat{a}ti} - u_{sub} - u_{ind} \quad \Rightarrow \quad u_p = u_m - u_{b\hat{a}ti} - \frac{F}{2rE_{sub}^*} - \frac{F}{2rE_{ind}^*} \quad (2.19)$$

$$V_o = \pi r^2(h_o - u_p) \quad \Rightarrow \quad r = \sqrt{\frac{V_o}{\pi(h_o - u_p)}} \quad (2.20)$$

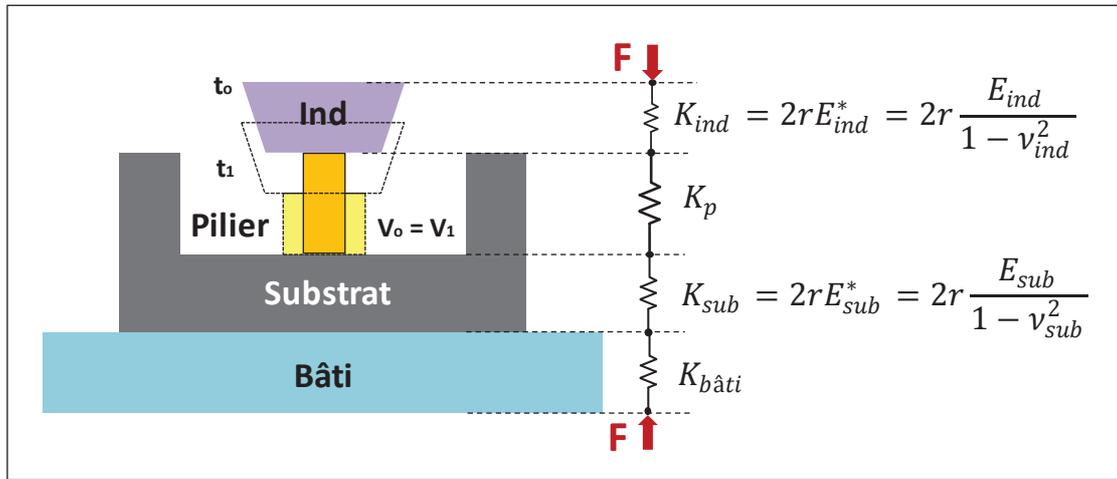


Figure 2.25 – Représentation des facteurs mécaniques impliqués lors du test de micro-compression.

En remplaçant l'équation 2.20 dans l'équation 2.19, une expression de seconde ordre est obtenue. La solution est exprimée à partir de l'équation 2.21, où plusieurs paramètres sont définis dans le [tableau 2.4](#).

$$u_p = \frac{-b \pm \sqrt{b^2 - 4ac}}{2a} \quad (2.21)$$

Paramètre	valeur
a	1
b	$2u + h_o \frac{FB^2}{A}$
c	$u^2 - h_o \frac{FB^2}{A}$
A	$\frac{4V_o}{\pi}$
B	$\left(\frac{1}{E_{sub}^*} + \frac{1}{E_{ind}^*}\right)^2$

Tableau 2.4 – Valeurs des paramètres de l'équation 2.21.

2.5 Conclusion du chapitre II

Dans ce chapitre, plusieurs techniques de caractérisation microstructurale et mécanique, préalablement choisies dans le chapitre 1, ont été détaillées. Les limitations et avantages ont été mises en lumière vis-à-vis de la problématique des surfaces à gradient microstructural. En effet, ces techniques sont cohérentes avec les besoins du projet face aux objectifs définis dans la section 1.4.

Concernant les méthodes de caractérisation microstructurale, trois méthodes ont été présentées : la microscopie électronique à balayage (MEB), l'EBS (Electron BackScatter Diffraction) et la spectrométrie à décharge lumineuse (SDL). L'intérêt de combiner toutes ces méthodes est clairement la possibilité d'avoir une large variété de descriptions microstructurales sur divers domaines et conditions de travail. Par exemple, le MEB permettra une reconnaissance globale des surfaces microstructurées, ainsi qu'une exploration détaillée de certaines zones en surfaces. L'EBS permettra une description quantitative des évolutions microstructurales et une identification des différents enjeux métallurgiques présents (taille de grain, désorientation locale, densité des dislocations, etc.). Quant à la SDL, cette méthode permet d'identifier les possibles variations de concentration élémentaire induites lors des impacts répétés en surface.

En ce qui concerne les méthodes de caractérisation du gradient mécanique, deux types d'essais ont été présentés : la nano-indentation et la compression de micro-piliers. Dans ce chapitre nous avons observé que la nano-indentation est une technique relativement simple à mettre en place avec des méthodes de dépouillement plutôt laborieuses. En revanche, la compression de micro-piliers, est une technique complexe qui offre des grands avantages dans l'estimation des contraintes et limites élastiques locales du matériau. L'intérêt d'employer ces deux techniques repose sur la possibilité de mesurer les lois constitutives locales du matériau (micro-compression) en ayant une large couverture dans la mesure des gradients mécaniques (nano-indentation). Il est également intéressant d'utiliser ces deux techniques ensemble vu les relations expérimentales et numériques préalablement proposées par certains auteurs pour mettre en lien les mesures de dureté et contraintes d'écoulement (section 2.3.4) [71, 72].

Par la suite, une description du matériau utilisé dans ce projet (fer- α) sera présentée, ainsi que les différents traitements employés dans la transformation microstructurale des surfaces (grenailage et micro-percussion). Dans les chapitres suivants, les différents résultats de caractérisation microstructurale et mécanique seront décrits et interprétés.

Chapitre 3

Matériau modèle (Fer- α pur) et raffinement microstructural en surface

3.1 Introduction

Dans les chapitres précédents, un état de l'art sur les divers traitements mécaniques de surface a permis d'identifier deux procédés de grand intérêt industriel et académique : le grenailage et la micro-percussion. Également plusieurs méthodes de caractérisation microstructurale et mécanique ont été abordées afin d'identifier les techniques plus convenables dans la quantification des gradients engendrés en sous-surface. Dans ce chapitre, tous les repères expérimentaux du projet seront établis et une première approche de caractérisation des surfaces transformées par impact sera présentée. Tout d'abord, les différentes étapes de fabrication et transformation du fer- α seront déterminées. La microstructure initiale des échantillons élaborés ainsi que les propriétés mécaniques associées seront définies. Ensuite, les tests de traitements des surfaces réalisés avec différents paramètres seront illustrés. Finalement, les surfaces résultantes seront analysées et une discussion sur les mécanismes de transformation microstructurale et l'influence des différentes conditions de traitements sera évoquée. Les échantillons plus représentatifs des méthodes de transformation microstructurale seront caractérisés plus en détails sur les derniers chapitres.

3.2 Fabrication des échantillons de fer pur

3.2.1 Production des barreaux de fer- α

Les barreaux de fer- α sont fabriqués à l'École des Mines de Saint-Étienne au sein du centre de *Sciences des Matériaux et Structures* (SMS). L'élaboration des barreaux est faite en quatre étapes principales. (i) Tout d'abord, le fer pur est synthétisé en forme de lingot par la méthode de fusion inductive en creuset froid. (ii) Ensuite, le lingot est chauffé dans un four pendant 30 minutes à une température de 1000°C sous une atmosphère contrôlée

d'Argon. (iii) Une fois le lingot préchauffé, celui-ci est pilonné (forgé) sur sa longueur jusqu'à obtenir une barre de 14 mm de diamètre. Durant cette déformation à chaud, le matériau est régulièrement réchauffé à 1000 °C, pendant 5 min, toutes les 2 min. La dernière phase de déformation à chaud est faite dans une machine à reteindre (*Rotary swaging* en anglais) afin de garantir une géométrie cylindrique homogène de la barre. (iv) Finalement, le barreau métallique est déformé à froid et son diamètre est réduit (à 10 mm) progressivement en deux étapes dans la machine à reteindre. Un schéma récapitulatif des étapes de fabrication est présenté dans la [figure 3.1](#).

L'intérêt de cette dernière étape (phase iv) est d'engendrer un niveau d'écouissage élevé pour ensuite former une microstructure homogène par traitement thermique (recuit). Un diamètre final de 10 mm a été envisagé afin de respecter les limites dimensionnelles requises dans les différentes phases expérimentales (grenailage, micro-percussion, tests d'indentation, micro-compression *in situ*, etc.). Une étape d'écouissage intermédiaire (12 mm de diamètre) est nécessaire dans la fabrication du barreau de 10 mm.

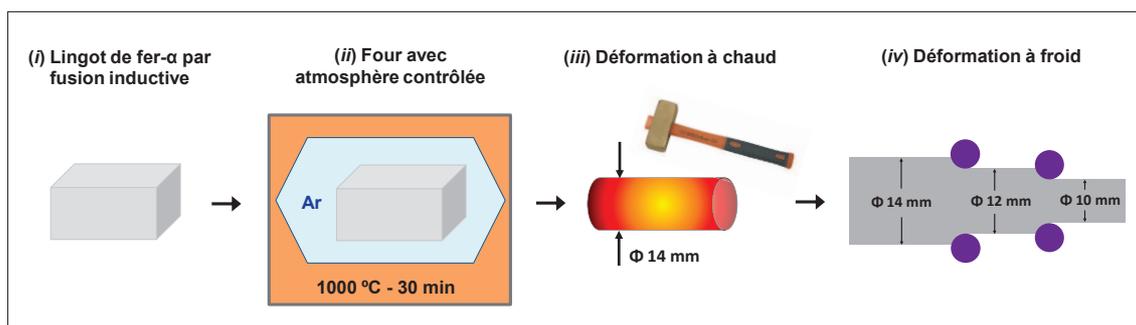


Figure 3.1 – Description des étapes présentes dans la fabrication des barreaux de fer- α de 10 mm de diamètre.

3.2.2 Préparation et polissage des échantillons

Le barreau de 10 mm de diamètre est coupé en petits cylindres de 5 mm d'épaisseur afin d'observer l'état microstructural résultant des étapes de déformation à froid. Les échantillons sont coupés avec une tronçonneuse en utilisant une meule en Al_2O_3 de 0.8 mm d'épaisseur. Les découpes sont faites avec une vitesse d'avancement de 2 mm/min et une vitesse de rotation de la meule de 3800 tpm. Les surfaces correspondantes à la section transversale du barreau sont polies pour observation en microscope optique et électronique (MEB).

Le polissage (mécanique) est réalisé automatiquement dans une machine capable de polir 6 échantillons simultanément. Ceux-ci sont préalablement enrobés avec un mélange de résine

phénolique conventionnelle et de résine conductrice, permettant les observations en microscope électronique. Le porte-échantillon est soumis à une pression centrale afin de garantir un polissage uniforme sur toutes les surfaces. La gamme de polissage employée pour 6 échantillons de fer- α est présentée dans le [tableau 3.1](#)

Étape	Papier	Lubrifiant	ω [tpm]	Pression [bar] (6 échantillons)	Temps [min]
1	P240 - SiC	Eau	150	2	5
2	P320 - SiC	Eau	150	2	3
3	P600 - SiC	Eau	150	2	3
4	P1200 - SiC	Eau	150	2	3
5	Toile - $3\mu m$	Solution diamanté ($3\mu m$)	250	1.5	5
Attaque chimique pendant 5s. Deux solutions peuvent être utilisées : - Nital (95% éthanol + 5% acide nitrique) - Dino (Ac. oxalique(4g) + HF(1.5ml) + H ₂ SO ₄ (2ml) + H ₂ O(140ml) + H ₂ O ₂ (100ml))					
6	Feutre - $1\mu m$	Solution diamanté ($1\mu m$)	220	1.2	10
7	Toile	(1/3) Silice colloïdale avec (2/3) de l'eau	110	1.2	10

Tableau 3.1 – Gamme de polissage utilisée pour le fer- α . Ces valeurs correspondent aux conditions de polissage pour 6 échantillons. Ce type de polissage est employé pour les observations optiques, MEB et cartographies EBSD.

Il faut préciser que la dernière phase de polissage (étape 7) est uniquement réalisée pour l'observation en microscopie électronique (MEB). Dans cette dernière étape, la silice colloïdale est employée pour améliorer l'état de surface et mieux révéler les joints des grains. Cette gamme de polissage permet également de réussir un état de surface convenable pour faire les cartographies EBSD. En effet, une étape intermédiaire d'attaque chimique n'est pas requise pour faire l'imagerie MEB ou les cartographies EBSD. Ces mêmes conditions de polissage seront utilisées dans toutes les étapes expérimentales ultérieures.

3.2.3 Microstructure des barreaux de fer- α avant traitements thermiques

L'état microstructural produit par les déformations à chaud et à froid est observé respectivement sur les sections transversales des barreaux de 14mm et 10 mm de diamètre (voir [figure 3.2](#)). On constate que la microstructure du barreau de 14 mm de diamètre est caracté-

risée par la présence de grains de grande taille (de l'ordre de 1 mm) et d'aspect géométrique très hétérogène (figure 3.2-b). En revanche, les observations sur le barreau de 10 mm révèlent une microstructure très écroûie en raison de la forte déformation à froid durant la dernière étape de la mise en forme (figure 3.2-c). En général, le taux de corroyage permet de quantifier l'intensité de déformation appliquée sur le matériau lors d'une réduction de section transversale. Cette valeur correspond au rapport entre les aires de la section transversale initiale et finale : A_o/A . Considérant un diamètre initial de 14 mm, le taux de corroyage du barreau de 10 mm est de 1.96. Les observations microstructurales sur le barreau de 10 mm permettront de constater par la suite les transformations microstructurales induites par un traitement thermique de *recuit*.

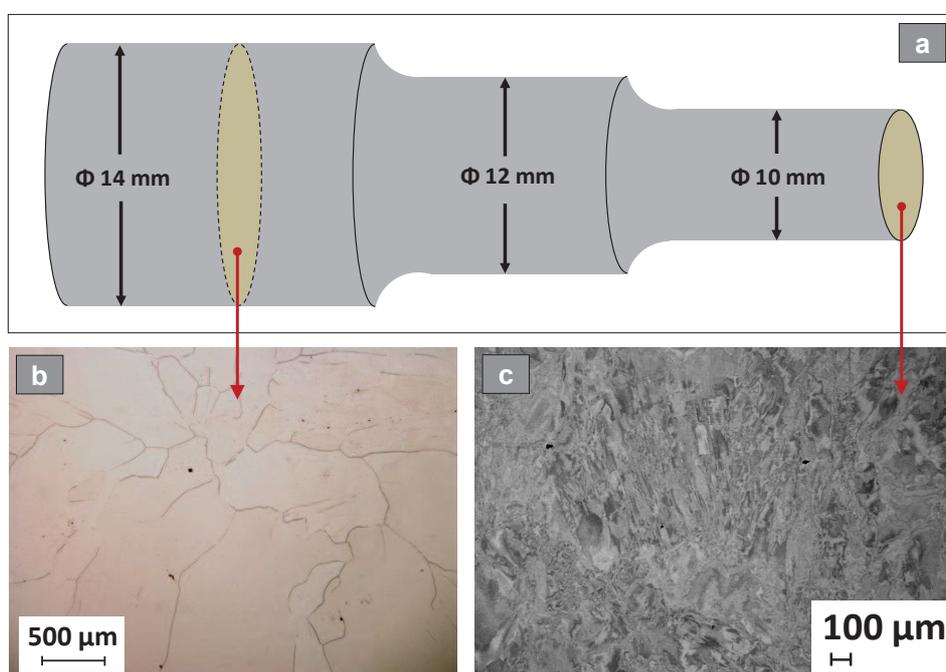


Figure 3.2 – (a) Représentation des zones observées par microscopie optique et MEB. Les états microstructuraux résultants des déformations à chaud et à froid sont respectivement observées dans les sections transversales des barreaux de (b) 14 mm et (c) 10 mm de diamètre

3.2.4 Traitement thermique (*recuit*) du fer- α

Les échantillons extraits du barreau de 10 mm ont été soumis à différentes conditions de *recuit* afin de déterminer les paramètres optimaux permettant d'obtenir une microstructure homogène avec une taille de grains moyenne de plusieurs centaines de μm . Le four de traitement thermique est préchauffé à la température souhaitée avant d'introduire les échantillons. Ceux-ci sont protégés par une ampoule en verre avec de l'Argon à l'intérieur afin d'éviter la possible diffusion d'éléments étrangers. Une fois les échantillons dans le four, la température reste constante durant le temps fixé pour le traitement. Ensuite, la température est réduite à

400 °C et les échantillons refroidissent à l'intérieur du four. Cette température a été choisie afin de sortir de la zone de recristallisation du fer- α : entre 500 °C et 700 °C environ [136]. Une fois que la température de 400 °C est atteinte, les échantillons sont retirés du four et le refroidissement continue à l'air. Les paramètres suivants ont été explorés pour le recuit des échantillons :

- la température dans le four : 550 °C, 650 °C, 800 °C.
- le temps du traitement : 60 min, 90 min, 120 min.

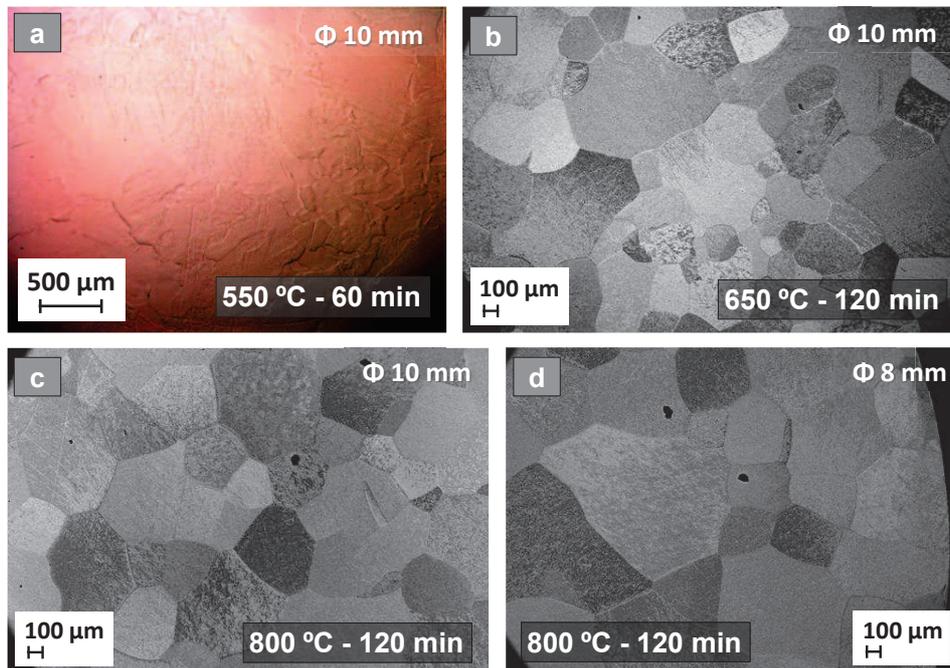


Figure 3.3 – Microstructures résultantes du recuit des échantillons de 10 mm avec différentes conditions de température et du temps : (a) 550 °C - 60 min, (b) 650 °C - 120 min et (a) 800 °C - 120 min. La figure d illustre la microstructure transformée d'un barreau de 8 mm avec une température de 800 °C durant 120 min.

Tout d'abord, trois conditions de recuit ont été expérimentées afin d'identifier le seuil de recristallisation du fer- α et l'influence de la température vis-à-vis de la microstructure générée. Les paramètres de recuit utilisés sont : (i) 550 °C - 60 min, (ii) 650 °C - 120 min et (iii) 800 °C - 120 min. Les microstructures obtenues après recuit sont illustrées dans les figures 3.3-a,b,c. Ces micrographies permettent d'observer que la température de 550 °C n'est pas suffisante pour déclencher la recristallisation du matériau (figure 3.3-a). En revanche, à une température de 650 °C, la microstructure est totalement transformée avec une taille de grains de plusieurs centaines de μm (figure 3.3-b). Les grains résultants sont légèrement plus grands avec une température de traitement de 800 °C (figure 3.3-c). Cependant, il n'y a pas

de différence significative entre les microstructures obtenues à 650 °C et 800 °C. Nous interprétons ceci comme une conséquence de l'état initial d'écrouissage [42]. Par exemple, dans le cas d'un barreau plus écroui (8 mm de diamètre), avec des conditions de recuit semblables (800 °C - 120 min), la microstructure résultante possède une taille de grain supérieure à 1 mm (voir [figure 3.3-d](#)).

En ce qui concerne l'influence du temps de recuit, trois tests de recristallisation ont été réalisés à une même température (800 °C) : 60 min, 90 min et 120 min. Les microstructures obtenues sont illustrées sur la [figure 3.4](#). Tous les tests de recristallisation ont produit une microstructure homogène avec une taille de grains de plusieurs centaines de μm . Une légère augmentation de taille de grain est qualitativement aperçue pour les temps de traitements plus longs. En effet, une fois la recristallisation complétée, la durée supplémentaire du traitement ne contribue qu'à la croissance des grains plus petits.

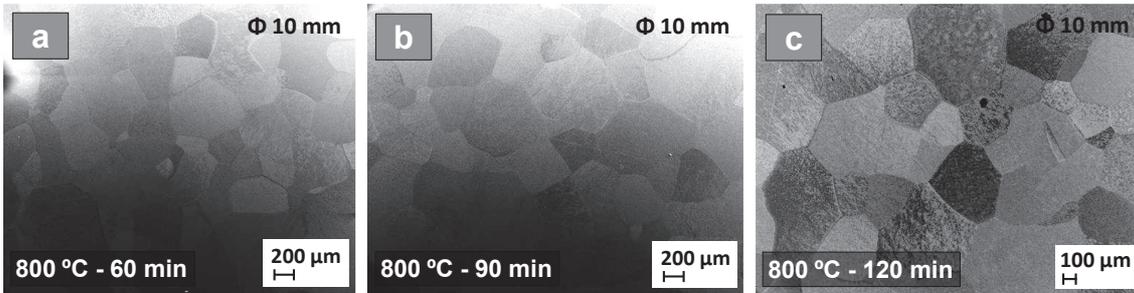


Figure 3.4 – Microstructures obtenues pour un barreau de 10 mm avec un recuit à 800 °C et trois durées différentes : (a) 60 min, (b) 90 min et (c) 120 min.

A partir de ces expériences, il a été conclu que pour un barreau de 10 mm de diamètre (déformé à froid) la température de recuit doit être égale ou supérieure à 650 °C. En ce qui concerne la durée du traitement, il a été montré qu'un recuit de 60 min était déjà suffisant pour avoir une microstructure homogène et une taille de grain sub-micrométrique.

3.2.5 Microstructure initiale du fer- α avant traitement de surface

Les paragraphes précédents montrent toute la séquence d'élaboration des échantillons de fer- α , dès la formation du lingot jusqu'au traitement thermique (recuit). Suivant les conditions de fabrication plus favorables, deux séries d'échantillons (de 10 mm de diamètre) ont été produits pour l'étape des traitements de surface. Pour le grenailage, les échantillons extraits du premier barreau ont été soumis à un recuit de 650 °C et 60 min. Concernant les échantillons de micro-percussion (deuxième barreau de fer- α), le recuit a été fait à 800 °C pendant 60 min. Un schéma récapitulatif des phases de fabrication des échantillons est présenté dans la [figure 3.5-a](#). Sur cette image, les différences géométriques entre les échantillons de grenailage et de micro-percussion sont présentées. Contrairement au grenailage, l'angle

d'impact dans la micro-percussion est invariable. Par conséquent, il est nécessaire d'utiliser des échantillons inclinés pour investiguer l'effet de l'angle d'impact. Les détails de ces techniques seront présentés dans le paragraphe 3.4.

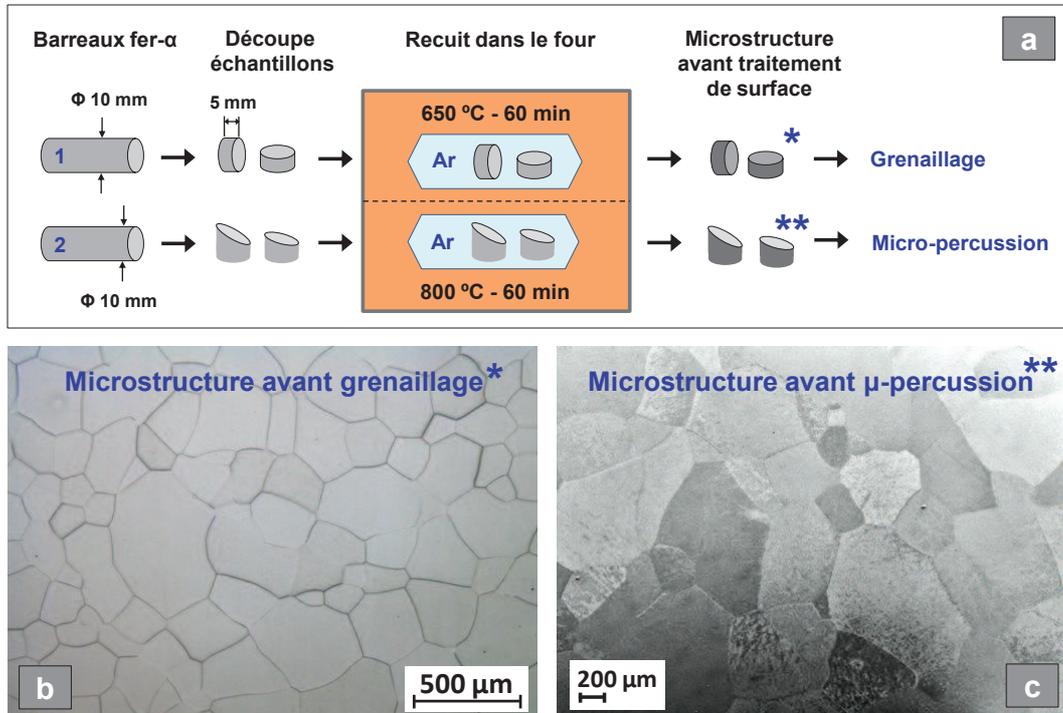


Figure 3.5 – (a) Séquence d'élaboration des échantillons employés dans les traitements de surface. Microstructures initiales des échantillons traités par (a) grenailage et (b) micro-percussion.

Les microstructures initiales des échantillons employés dans le grenailage et la micro-percussion sont respectivement présentées dans les figures 3.5-b,c. Les deux types d'échantillons ont une microstructure homogène avec des grains équiaxes. La taille de grain moyenne pour les échantillons destinés au grenailage est d'environ $250\text{ }\mu\text{m}$, tandis que les échantillons employés en micro-percussion possèdent une taille de grain initiale de l'ordre de $\sim 1\text{ mm}$. Aucune inclusion n'a été observée dans les échantillons élaborés.

3.2.6 Analyse chimique de pureté des échantillons de fer- α

La composition chimique des échantillons de fer- α est investiguée avec un analyseur CS-444LS - Leco. Ce dispositif permet d'identifier la quantité de carbone dans les métaux à partir de la combustion du matériau dans un four à induction et la détection des particules de carbone par spectrophotométrie infrarouge. Pour cette analyse, les barreaux forgés sur la machine à retreindre sont légèrement usinés (dans un tour) afin de produire quelques copeaux qui faciliteront la combustion requise dans le four à induction. L'analyse des copeaux a révélé la présence de 15 ppm de carbone. Ces résultats confirment la pureté des échantillons de fer- α à l'issue des procédés de fabrication précédemment illustrés.

3.3 Propriétés physiques et mécaniques du fer- α

3.3.1 Propriétés générales du fer- α et systèmes de glissement préférentiels

Dans la littérature [38], les propriétés physiques et mécaniques plus représentatives du fer- α ont été identifiées. Celles-ci sont présentées dans le [tableau 3.2](#). Ces valeurs seront utilisées ultérieurement dans la caractérisation des propriétés mécaniques locales des barreaux de fer- α , ainsi que des échantillons soumis aux traitements mécaniques de surface.

Propriété	Valeur
Vecteur de Burgers (b)	248 pm
Module d'élasticité (E)	210 GPa
Coefficient de Poisson (ν)	0.3
Module de cisaillement (G)	80 GPa

Tableau 3.2 – Propriétés du fer- α . D'après [38].

De même, le fer- α se caractérise pour être un métal de structure cubique centré (CC), dont la déformation plastique du cristal peut être produite sur un ou plusieurs des 48 systèmes de glissement préférentiels : $110\langle 111 \rangle$ (12 systèmes), $112\langle 111 \rangle$ (12 systèmes) et $123\langle 111 \rangle$ (24 systèmes) [38]. La totalité des systèmes considérés pour le fer- α sont précisés dans le [tableau 3.3](#). Ces systèmes de glissement seront utilisés ultérieurement pour estimer le facteur de Schmid dans le cas de chargements uni-axiaux. Par la suite, les propriétés locales des barreaux de fer- α produits (avant traitement de surface) seront identifiés par tests micro-mécaniques : la nano-indentation et la micro-compression des piliers.

3.3.2 Propriétés mécaniques initiales du fer- α

Par nano-indentation

Plusieurs échantillons représentatifs de fer- α (après forgeage et recuit) ont été caractérisés par nano-indentation afin de connaître les propriétés mécaniques locales initiales avant le traitement des surfaces. Les tests d'indentation ont été réalisés sur les deux dispositifs d'indentation qui seront employés par la suite pour quantifier les gradients de dureté dans les sous-surfaces impactées. Les indenteurs utilisés sont un indenteur Anton-Paar SA® (NHT²) et un indenteur XP-MTS. Les modes d'indentation *standard* et CSM ont été employés selon les caractéristiques de chaque machine. Les indentations ont été faites sur plusieurs grains aléatoires (au total cinq orientations cristallines différentes) appartenant à deux échantillons produits avec la méthode décrite dans la section 3.2. Toutes les indentations ont été faites avec une pointe Berkovich en utilisant une force de 10 mN. Cette force a été choisie afin de faire des mesures très locales, permettant de comparer (à la même échelle) les propriétés

$\{110\} \langle 111 \rangle$		$\{112\} \langle 111 \rangle$		$\{123\} \langle 111 \rangle$			
(110)	$[\bar{1}\bar{1}1]$	(112)	$[11\bar{1}]$	(123)	$[11\bar{1}]$	$(\bar{1}\bar{2}3)$	$[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$
(110)	$[1\bar{1}\bar{1}]$	(121)	$[1\bar{1}1]$	(213)	$[11\bar{1}]$	$(\bar{2}\bar{1}3)$	$[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$
$(1\bar{1}0)$	$[11\bar{1}]$	(211)	$[\bar{1}11]$	(132)	$[1\bar{1}1]$	$(\bar{1}\bar{3}2)$	$[\bar{1}11]$
$(1\bar{1}0)$	$[111]$	$(1\bar{1}2)$	$[1\bar{1}\bar{1}]$	(231)	$[1\bar{1}1]$	$(\bar{2}\bar{3}1)$	$[\bar{1}11]$
$(10\bar{1})$	$[111]$	$(1\bar{2}1)$	$[111]$	(312)	$[\bar{1}11]$	$(\bar{3}\bar{1}2)$	$[1\bar{1}1]$
$(10\bar{1})$	$[\bar{1}\bar{1}1]$	$(2\bar{1}1)$	$[\bar{1}\bar{1}1]$	(321)	$[\bar{1}11]$	$(\bar{3}\bar{2}1)$	$[1\bar{1}1]$
(101)	$[11\bar{1}]$	$(\bar{1}\bar{1}2)$	$[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	$(1\bar{2}3)$	$[1\bar{1}\bar{1}]$	$(\bar{1}\bar{2}3)$	$[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$
(101)	$[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	$(\bar{1}\bar{2}1)$	$[\bar{1}11]$	$(2\bar{1}3)$	$[1\bar{1}\bar{1}]$	$(\bar{2}\bar{1}3)$	$[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$
(011)	$[11\bar{1}]$	$(\bar{2}\bar{1}1)$	$[1\bar{1}1]$	$(1\bar{3}2)$	$[111]$	$(\bar{1}\bar{3}2)$	$[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$
(011)	$[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	$(\bar{1}\bar{1}2)$	$[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	$(2\bar{3}1)$	$[111]$	$(\bar{2}\bar{3}1)$	$[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$
$(0\bar{1}1)$	$[111]$	$(\bar{1}\bar{2}1)$	$[\bar{1}\bar{1}1]$	$(3\bar{1}2)$	$[\bar{1}\bar{1}1]$	$(\bar{3}\bar{1}2)$	$[111]$
$(0\bar{1}1)$	$[\bar{1}\bar{1}1]$	$(\bar{2}\bar{1}1)$	$[111]$	$(3\bar{2}1)$	$[\bar{1}\bar{1}1]$	$(\bar{3}\bar{2}1)$	$[111]$

Tableau 3.3 – Systèmes de glissement du fer- α . D’après [38].

initiales du matériau avec celles quantifiées après le traitement de surface. Les indentations *standard* ont été faites avec une vitesse de chargement de 20 mN/min (machine NHT²). Concernant les indentations CSM, la fréquence des oscillations dans le chargement a été de 75 Hz (XP-MTS) avec une vitesse de déformation de 0.03 $1/s$.

La [figure 3.6](#) résume les types de résultats obtenus sur l’état initial du fer- α . Sur la première image ([figure 3.6-a](#)), une matrice d’indentation (3X6) est faite avec l’indenteur Anton-Paar SA® en utilisant une distance entre empreintes de 20 μm . Sur la [figure 3.6-b](#), par exemple, les courbes d’indentation (force-pénétration) correspondant aux tests faits sur l’indenteur XP-MTS montrent la répétitivité des mesures effectuées. D’ailleurs, les courbes résultantes de dureté et module d’élasticité sont présentées respectivement sur les [figures 3.6-c,d](#). Vu les caractéristiques des empreintes produites sur le fer- α (formation de bourrelet), le dépouillement des courbes d’indentation a été réalisé avec le modèle de Loubet [108].

Tous les résultats obtenus sur les divers échantillons et les différents dispositifs d’indentation ont été résumés sur le [tableau 3.4](#). Tout d’abord, nous remarquons le bon accord des mesures réalisées par rapport au module d’élasticité théorique du fer- α (voir valeurs moyennes) : 210 GPa [38]. Concernant les valeurs de dureté, les valeurs moyennes estimées sont assez proches pour les deux dispositifs d’indentation. Les écarts-types obtenus montrent la fiabilité des mesures faites. En effet, la dureté moyenne des échantillons fabriqués se situe aux alentours de 1060 MPa (entre $\sim 1000 MPa$ et $\sim 1100 MPa$).

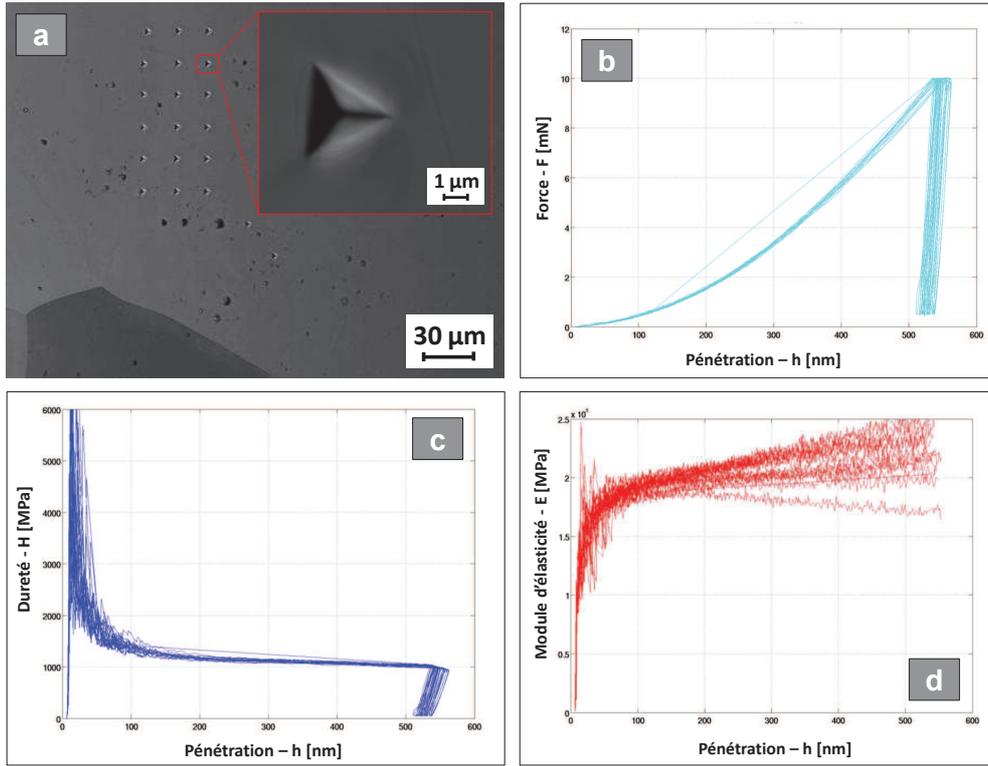


Figure 3.6 – Exemples des indentations réalisés sur plusieurs échantillons avant le traitement de surface. (a) Matrice d'indentation (3X6) réalisé sur 2 grains différents avec l'indenteur NHT². (b) Courbes d'indentation *force-déplacement* mesurées avec un indenteur XP-MTS en utilisant le mode CSM. Les résultats de dureté et module d'élasticité pour 3 grains différents sont illustrés sur les figures c et d, respectivement.

Indenteur	Anton-Paar NHT ²	XP-MTS
Type indentation	Standard	CSM
Nombre Ind.	18	16
E_{min} [GPa]	151	180
E_{max} [GPa]	220	225
E_{moyen} [GPa]	193	208
Ecart type (E) [GPa]	16.9	13.0
H_{min} [MPa]	883	973
H_{max} [MPa]	1222	1046
H_{moyen} [MPa]	1115	1015
Ecart type (H) [MPa]	80.7	21.2

Tableau 3.4 – Résultats des indentations réalisées dans le *Bulk* du fer- α avec deux dispositifs d'indentation différents : (i) Anton-Paar NHT² et (ii) XP-MTS. Le modèle de Loubet a été employé dans le dépouillement des courbes $F-h$ [108].

Cependant, la nature multi-axiale des tests de nano-indentation ne permet pas d'observer clairement les effets d'orientation cristalline. Tel que mentionné par plusieurs auteurs, le type de chargement en indentation (multi-axial) entraîne l'activation simultanée de plusieurs systèmes de glissement dans un même grain [137] et par conséquent l'estimation des propriétés mécaniques est moyennée. Ceci permet de comprendre pourquoi les valeurs de dureté et module d'élasticité peuvent atteindre des valeurs très proches pour des orientations cristallines différentes.

Par micro-compression de piliers

Six tests de micro-compression ont été réalisés sur 3 grains d'orientations cristallines différentes (2 tests par orientation) : (i) (100), (ii) (101) et (iii) (111). La zone explorée (par cartographie EBSD), ainsi que les piliers fabriqués sur chaque grain sont illustrés sur la [figure 3.7](#). Sur ces figures, les piliers sont orientés selon la normale sortante de la cartographie EBSD. La fabrication et les essais de micro-compression ont été réalisés en collaboration avec l'EMPA de Thoune en Suisse.

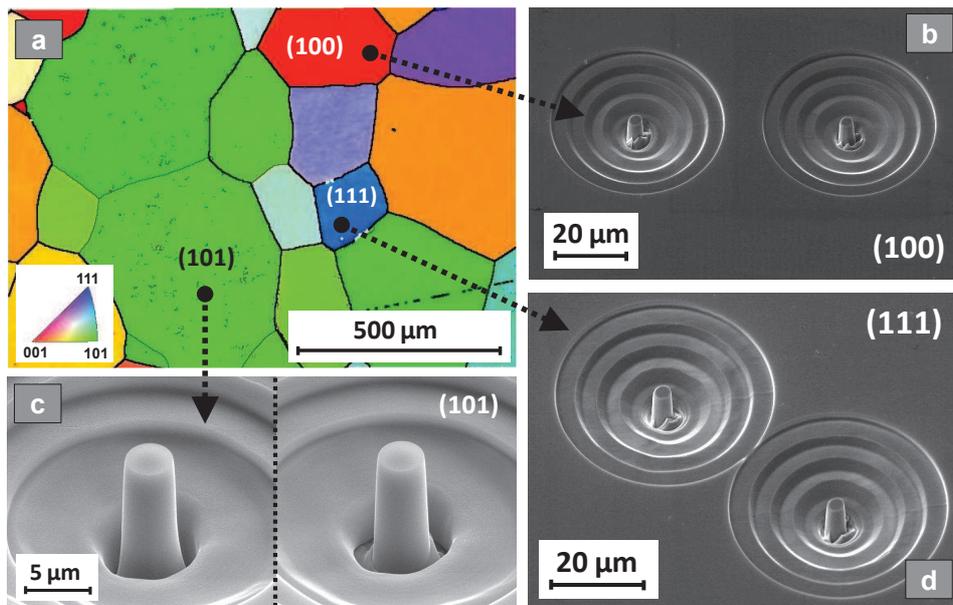


Figure 3.7 – (a) Cartographie EBSD faite avec un pas d'indexation de $1 \mu\text{m}$ sur un échantillon de fer- α . Trois grains de différentes orientations ont été choisis pour fabriquer les micro-piliers (2 piliers par orientation) : (b) (100), (c) (101) et (d) (111).

Les piliers ont été élaborés dans un microscope Tescan Lyra3/XMU FEG/FIB sur deux étapes de fabrication en utilisant une vitesse d'usinage de $0.156 \mu\text{m}^2/n\text{A}/s$: (i) une première phase avec un courant du faisceau de $3.6 n\text{A}$ et (ii) une étape de finition à $280 p\text{A}$. Les piliers possèdent un diamètre au alentours de $4 \mu\text{m}$ et un ratio géométrique (hauteur/diamètre) compris entre 1.28 et 2.1. Les dimensions précises des piliers sont détaillées sur le [tableau 3.5](#).

Pilier	Hauteur moyenne (h)	Diamètre moyen (D)	ratio (h/D)
(100) - 1	5.61 μm	4.40 μm	1.28
(100) - 2	6.10 μm	4.24 μm	1.44
(101) - 1	9.25 μm	4.41 μm	2.10
(101) - 2	8.1 μm	4.11 μm	1.97
(111) - 1	6.95 μm	4.45 μm	1.56
(111) - 2	7.25 μm	4.49 μm	1.62

Tableau 3.5 – Dimensions des piliers mono-cristallins de fer- α .

Les compressions de micro-piliers ont été réalisées *in situ* (dans un MEB) avec un indenteur Alemnis [132] et un poinçon plat de 10 μm . Les tests de micro-compression sont pilotés en déplacement avec une vitesse de déformation de 0.03 $\mu m/s$. La [figure 3.8](#) illustre les résultats de compression de trois piliers pour les différentes orientations explorées. Tous les piliers se déforment par l'intermédiaire de l'activation de systèmes de glissement "comme attendu" (flèches noires de [figures 3.8-b,d,f](#)). Il est intéressant de voir que le pilier du grain (100) se déforme sur deux systèmes de glissement simultanément activés ([figure 3.8-b](#)).

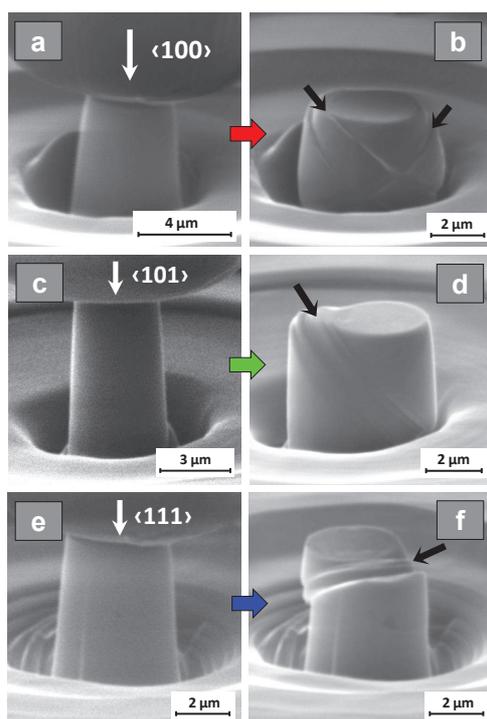


Figure 3.8 – Micro-piliers de fer- α sollicités sur les directions $\langle 100 \rangle$ (a, b), $\langle 101 \rangle$ (c, d) et $\langle 111 \rangle$ (e, f).

Les courbes de compression (σ - ϵ) résultantes sont illustrées sur la [figure 3.9](#). Ces courbes ont été extraites à partir des données initiales *force-déplacement* en enlevant les raideurs correspondantes au bâti, au substrat et à l'indenteur (voir section 2.4.4). Il est pertinent

de remarquer la répétitivité des mesures pour les trois types d'orientations sollicitées. Sur ce graphique, les contraintes d'écoulement associées aux orientations (111) et (100) sont les plus grandes. En termes généraux, ces essais montrent une contrainte d'écoulement à 8 % de déformation ($\sigma_{0.08}$) comprise entre 150 MPa et 300 MPa environ. Ces valeurs sont en bon accord avec les tests d'indentation effectués : $H \approx 3\sigma_{0.08}$.

Ces résultats sont également du même ordre que la contrainte d'écoulement estimée ($\sigma_{0.08} \approx 250$ MPa) à partir d'un essai de compression macroscopique (échantillon de 4 mm de diamètre) réalisé sur le même fer- α (voir ligne pointillée noire de la [figure 3.9](#)). Cette essai a été réalisé par Al-Baida *et al.* [138] dans le cadre d'une collaboration entre l'École des Mines de Saint-Étienne et le laboratoire LERMPS de l'Université Technologique de Belfort-Montbéliard.

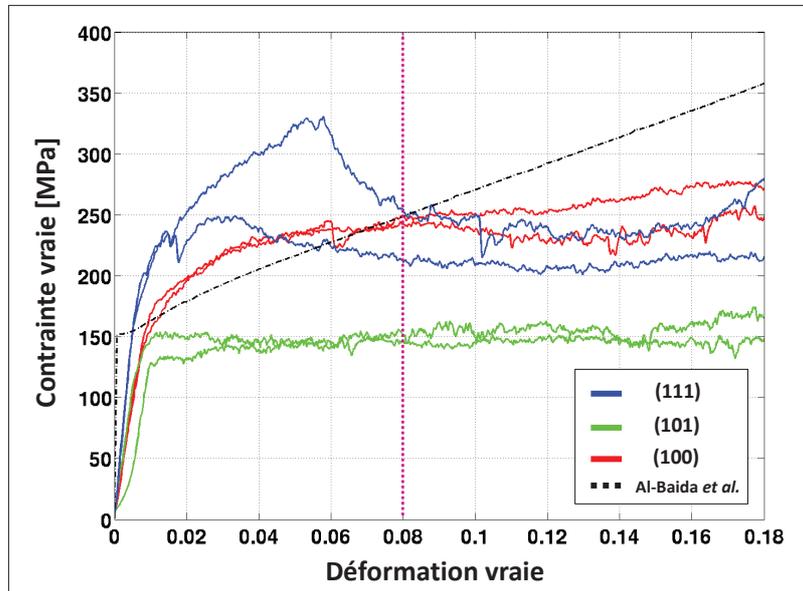


Figure 3.9 – Courbes de micro-compression (*contrainte vraie vs déformation vraie*) pour six tests réalisés sur trois directions de sollicitation différentes (2 tests par orientation) : $\langle 100 \rangle$, $\langle 101 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$. La ligne pointillée noire correspond à un essai macroscopique réalisé par Al-Baida *et al.* [138] sur un échantillon du même fer- α . L'échantillon est de 4 mm de diamètre et la vitesse de déformation est de 0.1 /s.

Le facteur de Schmid ($m = \cos(\phi) \cos(\alpha)$) associé à chaque orientation sollicitée est déterminé afin de comprendre les différentes réponses mécaniques des piliers. Celui-ci est estimé avec les équations 3.1 et 3.2 pour les 48 systèmes de glissement préférentiels présentés dans le paragraphe 3.3.1. Dans ces équations, les indices de Miller (h, k, l) correspondent à (1) la direction de sollicitation du cristal, (2) le plan de glissement et (3) la direction de glissement. Les contraintes à 8 % de déformation, ainsi que les facteurs de Schmid associés à chaque test de micro-compression sont résumés sur le [tableau 3.6](#).

$$\cos \phi = \frac{h_1 h_2 + k_1 k_2 + l_1 l_2}{\sqrt{h_1^2 + k_1^2 + l_1^2} \sqrt{h_2^2 + k_2^2 + l_2^2}} \quad (3.1)$$

$$\cos \alpha = \frac{h_1 h_3 + k_1 k_3 + l_1 l_3}{\sqrt{h_1^2 + k_1^2 + l_1^2} \sqrt{h_3^2 + k_3^2 + l_3^2}} \quad (3.2)$$

Pilier	$\sigma_{0.08}$ [MPa]	Facteur Schmid max.
(100) - 1	242	0.471
(100) - 2	249	0.471
(101) - 1	146	0.471
(101) - 2	152	0.471
(111) - 1	254	0.314
(111) - 2	211	0.314

Tableau 3.6 – Limites élastiques et facteurs de Schmid des piliers mono-cristallins de fer- α .

Considérant l'équation du facteur de Schmid ($\tau_{crss} = m\sigma_{0.08}$), le pilier avec un facteur maximal (m) plus élevé devrait atteindre la contrainte de cisaillement critique (τ_{crss}) avec une sollicitation moins importante ($\sigma_{0.08}$). Par exemple, le rapport entre les contraintes moyennes des sollicitations $\langle 111 \rangle$ et $\langle 101 \rangle$ ($\sigma_{0.08\langle 111 \rangle} / \sigma_{0.08\langle 101 \rangle} = 1.56$) correspond au rapport inverse des facteurs de Schmid de ces deux sollicitations ($m_{\langle 101 \rangle} / m_{\langle 111 \rangle} = 1.50$). Toutefois, les piliers sollicités dans la direction $\langle 100 \rangle$ montrent une résistance semblable à celle des piliers comprimés dans la direction $\langle 111 \rangle$, malgré les différences entre les facteurs de Schmid. Ceci est une conséquence des deux systèmes de glissement activés simultanément dans le pilier (100). En effet, l'intersection des plans de glissement à l'intérieur du pilier peut augmenter sa résistance mécanique.

L'activation simultanée des systèmes de glissement pour le pilier comprimé dans la direction $\langle 100 \rangle$ est une conséquence de la similitude entre les facteurs de Schmid maximaux pour cette orientation : 0.471 pour le système primaire - (121) $\langle 1\bar{1}1 \rangle$ - et 0.463 pour le système secondaire - ($\bar{1}32$) $\langle 111 \rangle$ -. C'est à dire qu'un léger désalignement axial entre l'indenteur et le pilier, par exemple, pourrait être suffisant pour activer le système de glissement secondaire lors de la compression. Cette situation pourrait également se présenter pour un pilier sollicité dans la direction $\langle 101 \rangle$, car les facteurs de Schmid maximaux sont du même ordre : 0.471 et 0.463. Des auteurs comme Soras-Rogne *et al.* [79] ont déjà observé ce phénomène sur plusieurs piliers de fer- α sollicités dans la direction $\langle 101 \rangle$. Concernant le pilier sollicité dans la direction $\langle 111 \rangle$, celui-ci présente un facteur de Schmid maximale de 0.314, correspondant au système de glissement (112) $\langle 11\bar{1} \rangle$.

3.4 Techniques employées dans le traitement mécanique des surfaces

3.4.1 Grenailage : *NanoPeening*®

Les tests de grenailage ont été réalisés en collaboration avec le groupe Winoa, en France. Cette société est spécialisée dans la fabrication des billes métalliques pour grenailage et l'application de divers traitements de surfaces. Dans ce projet, un des traitements de surface brevetés par Winoa a été employé pour le traitement des échantillons de fer- α : le *NanoPeening*® (voir [figure 3.10](#)) [139,140]. Ce procédé est connu comme un traitement de grenailage que l'on peut qualifier d'intensif, car les conditions d'impact sont assez sévères. Pour des raisons de confidentialité, les valeurs exactes des paramètres du traitement ne peuvent pas être communiquées (les gammes de valeurs sont précisés dans le brevet [139,140]). Les conditions impliquées dans le traitement de *NanoPeening*® sont les suivantes :

- le diamètre de la grenaille : de 0.1 à 2 mm (de préférence entre 0.3 et 1.4 mm).
- le recouvrement : plusieurs contraintes à plusieurs milliers de %.
- la vitesse de projection : entre 40 et 100 m/s.
- l'angle d'impact : entre 10° et 30° (de préférence 15°).

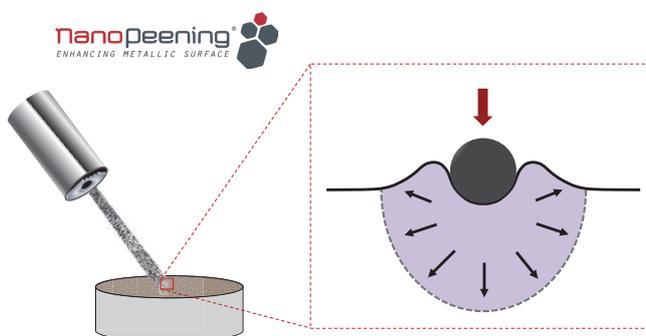


Figure 3.10 – Représentation schématique des échantillons de fer- α traités par *NanoPeening*®.

Sept tests de grenailage ont été réalisés en variant les conditions du pourcentage de recouvrement (600 %, 2500 %, 5000 %, 10000 %) et la taille de billes utilisées (125 μm et 425 μm). Les différentes conditions explorées pour chacun des échantillons sont présentées dans le [tableau 3.7](#). Les autres paramètres ont été maintenus constants : (i) la vitesse de projection et (ii) l'angle d'impact. Les essais ont été réalisés avec une machine à air comprimé, dont la vitesse de projection est déterminée par la pression de l'air. Cet élément est fixé sur une même position pour tous les essais de *NanoPeening*®. Dans le cas alternatif des machines à turbine, par exemple, la vitesse de projection des billes est donnée par la rotation des pales. Quant à l'angle d'impact, il est fixé par l'inclinaison de la plaque support de l'échantillon.

Ceci permet de garantir un même angle d'incidence moyen pour tous les essais. L'écart type de cet angle moyen dépendra de la distribution conique de l'ensemble de particules projetées (plusieurs variétés d'angles en fonction des particules). Il faut préciser que les surfaces des échantillons ont été polies mécaniquement (section 3.2.2) avant l'application du traitement.

Échantillon	Grenaille [μm]	Recouvrement [%]
1-NP	125	600
2-NP	125	2500
3-NP	125	5000
4-NP	125	10000
5-NP	425	600
6-NP	425	2500
7-NP	425	5000

Tableau 3.7 – Paramètres employés pour les tests de *NanoPeening*[®] sur 7 échantillons de fer- α .

3.4.2 Micro-percussion

Les essais de micro-percussion ont été réalisés en collaboration avec le laboratoire LERMPS de l'Université Technologique de Belfort-Montbéliard, en France. Tel qu'il a été introduit dans le premier chapitre, la micro-percussion est un test d'impacts répétés réalisé à température ambiante avec un indenteur cônique en carbure de tungstène. La pointe de cet indenteur rigide possède une forme sphérique de 0.5 mm de rayon. Une illustration schématique du dispositif employé [29], ainsi qu'une image de la pointe d'impact sont présentées respectivement dans les figures 3.11-a,b.

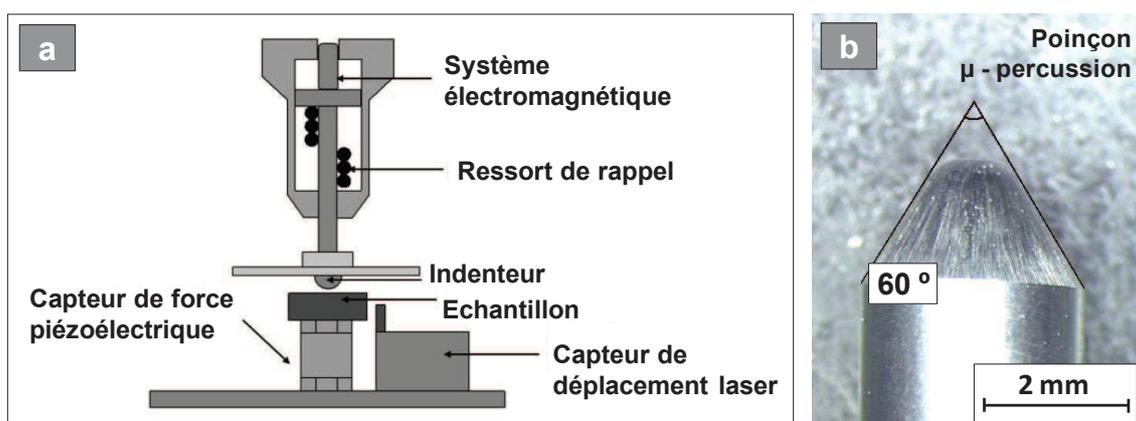


Figure 3.11 – (a) Représentation schématique du dispositif de micro-percussion, d'après [29]. (b) illustration du poinçon en carbure de tungstène.

Cette technique permet de faire varier plusieurs paramètres : (i) la vitesse et (ii) le nombre d'impacts. Avec le dispositif utilisé, ni l'angle d'incidence de la pointe ni l'inclinaison du porte-échantillon ne peuvent être modifiés. Par conséquent, le parallélisme des échantillons a été modifié afin d'effectuer des impacts avec plusieurs angles. Parmi tous ces paramètres, l'angle et le nombre d'impacts ont été choisis comme variables afin de faire une analyse paramétrique semblable à celle des tests de grenailage. Trois échantillons ont été élaborés (0° , 15° et 30°) et sur chaque face inclinée (préalablement polie) sept empreintes ont été réalisées avec un nombre différent d'impacts (voir schéma représentatif de la [figure 3.12](#)). Les conditions des essais sont résumées dans le [tableau 3.8](#). Concernant la vitesse d'impact, plusieurs tests préliminaires ont permis d'identifier une intervalle de travail du dispositif sur le fer- α : entre 80 et 200 mm/s . La vitesse d'impact utilisée pour tous les essais de micro-percussion est donc de l'ordre de ~ 150 mm/s .

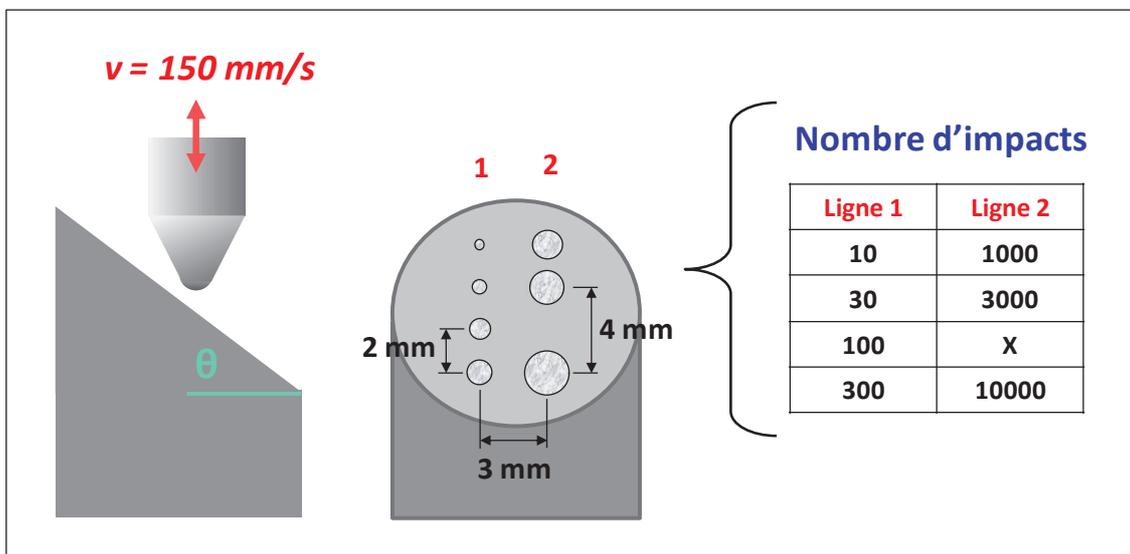


Figure 3.12 – Représentation d'un essai de micro-percussion avec un angle d'impact θ (0° , 15° et 30°) et une vitesse d'impact de 150 mm/s . Les 7 empreintes sont faites sur deux lignes séparées de 3 mm . La distance entre empreintes sur une même ligne est de 2 mm (4 mm pour la dernière empreinte à 10000 impacts). Ces distances correspondent aux mesures réalisées dans un plan perpendiculaire au sens de l'impact ($\theta = 0^\circ$).

Échantillon	Angle d'impact (θ)	Nombre d'impacts
1-MP	0°	10 ; 30 ; 100 ; 300 ; 1000 ; 3000 ; 10000
2-MP	15°	10 ; 30 ; 100 ; 300 ; 1000 ; 3000 ; 10000
3-MP	30°	10 ; 30 ; 100 ; 300 ; 1000 ; 3000 ; 10000

Tableau 3.8 – Paramètres employés pour les tests de micro-percussion sur 3 échantillons de fer- α . La vitesse d'impact pour tous les tests est de 150 mm/s .

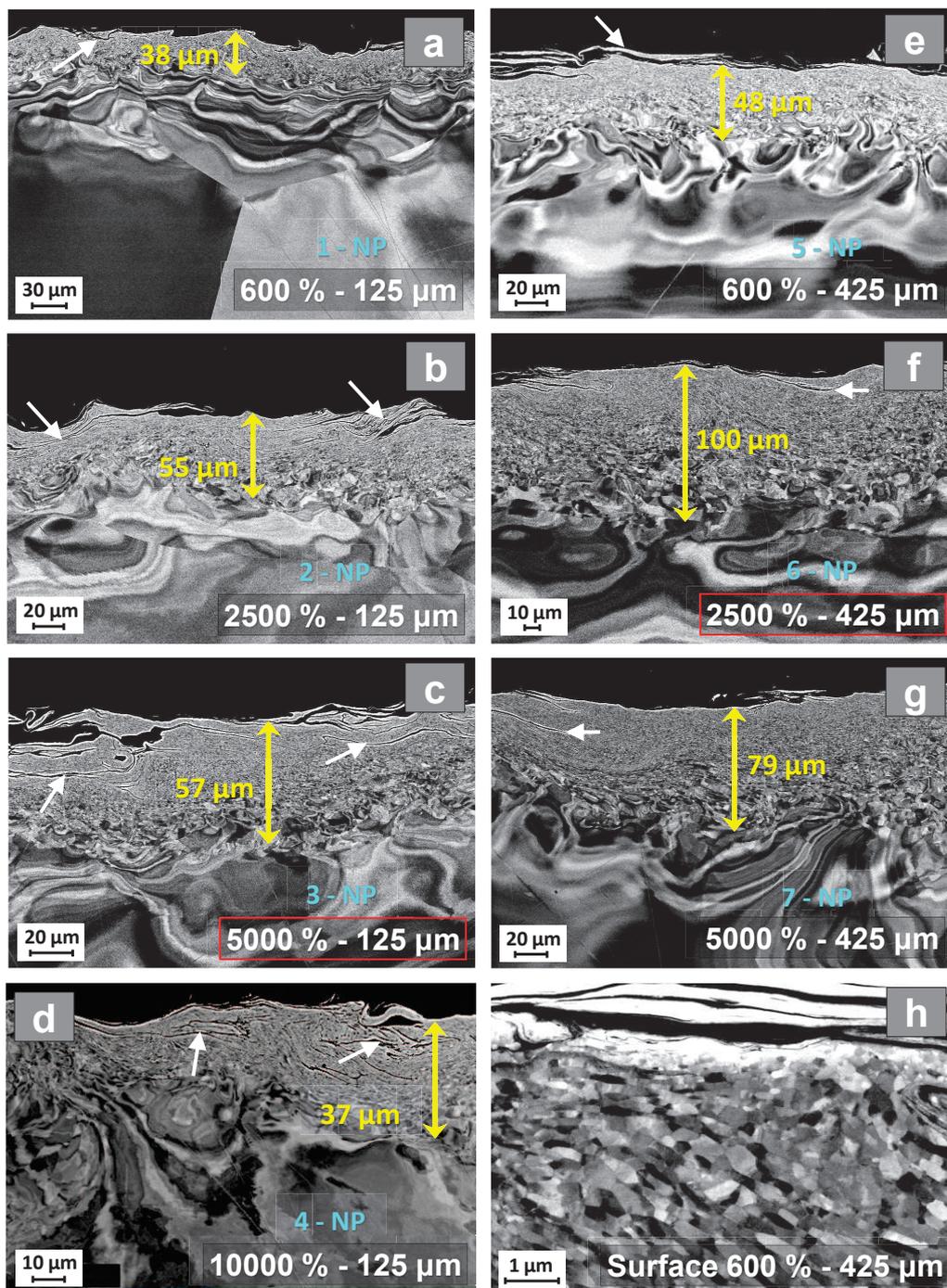


Figure 3.13 – Images MEB de la section transversale des échantillons traités par *NanoPeening*® avec différentes conditions de recouvrement et tailles de grenaille : (a) 600 % et 125 μm , (b) 2500 % et 125 μm , (c) 5000 % et 125 μm , (d) 10000 % et 125 μm , (e) 600 % et 425 μm , (f) 2500 % et 425 μm , (g) 5000 % et 425 μm . Un grossissement de la microstructure obtenue en extrême surface est présentée dans la figure h.

3.5 Résultats de surfaces tribologiquement transformées (TTS) par contact mécanique

3.5.1 Surfaces transformées par *NanoPeening*®

Comparaison des surfaces obtenues pour plusieurs conditions de traitement

Afin d'observer les évolutions microstructurales induites par grenailage, chacun des échantillons ([tableau 3.7](#)) est découpé avec une scie à fil et la section transversale est ensuite préparée avec la gamme de polissage indiquée dans la section 3.2.2. Les observations sont faites avec un détecteur d'électrons rétro-diffusés (*BackScatter Electron* - BSE) à l'intérieur d'un MEB Zeiss Supra 55VP. Le faisceau d'électrons employé est de 30 kV et la distance de travail est d'environ $3\mu\text{m}$. Les images obtenues sont illustrées dans la [figure 3.13](#) en précisant les conditions du traitement employé pour chaque échantillon. Un fort gradient microstructural est présent sur chacune des sections transversales illustrées. La taille de grain en extrême surface est considérablement réduite jusqu'à atteindre des dimensions sub-micrométriques : $d < 1\mu\text{m}$. Ceci est présenté dans la [figure 3.13-h](#). En effet, la microstructure évolue en profondeur dès la couche TTS jusqu'à la microstructure initiale du matériau avec une taille moyenne des grains de $250\mu\text{m}$.

Les [figures 3.13-a,b,c,d](#) illustrent les surfaces obtenues avec une taille de billes de $125\mu\text{m}$ de diamètre. Les [figures 3.13-e,f,g](#) montrent les transformations induites avec des billes de $425\mu\text{m}$ de diamètre. Dans les deux cas, la couche TTS ne présente pas de différences significatives par rapport au recouvrement employé (600 %, 2500 %, 5000 % ou 10000 %). En effet, la couche TTS (mesurée sur chaque figure) ne présente qu'une légère augmentation d'épaisseur lorsque le recouvrement devient plus important. L'épaisseur moyenne des surfaces transformées (TTS) est de l'ordre de $60\mu\text{m}$, alors que la zone affectée peut atteindre des profondeurs d'environ $200\mu\text{m}$. Plusieurs fissures apparaissent à l'intérieur de la couche TTS (flèches blanches), spécialement sur les surfaces formées avec les grenailles de petit diamètre ($125\mu\text{m}$). La possible formation du troisième corps est également observée en extrême surface (flèche blanche dans la [figure 3.13-e](#)).

Pour chaque type de grenaille ($125\mu\text{m}$ et $425\mu\text{m}$), les échantillons des couches TTS plus épaisses avec la moindre présence des fissures ont été sélectionnés pour les étapes suivantes de caractérisation : échantillons *3-NP* et *6-NP* (correspondant aux [figures 3.13-c,f](#)). La quantification des gradients microstructuraux et des propriétés mécaniques (nano-indentation et compression de micro-piliers) de ces deux échantillons représentatifs seront explorées plus particulièrement dans le quatrième chapitre. Ici, une première approche descriptive de ces échantillons est illustrée dans la [figure 3.14](#). Sur ces images, il est possible d'observer la grande similitude entre surfaces, aussi bien pour l'épaisseur de la couche TTS (en moyenne $60\mu\text{m}$), que pour la taille des grains raffinée en extrême surface ($d < 1\mu\text{m}$). La présence des

cavités et fissures à l'intérieure des couches TTS est minimale (flèches blanches). Les flèches vertes (figure 3.14-b) illustrent la présence de bandes de cisaillement, essentielles pour accommoder la déformation plastique sévère et contribuer au raffinement microstructural (voir paragraphe 1.2.2). Il faut préciser que la surface de l'échantillon 6-NP (2500 % - 425 μm) a été préalablement électro-polie (à 26 V et 1.15 A) pour réduire la rugosité de la couche transformée (réduction d'environ 10 μm).

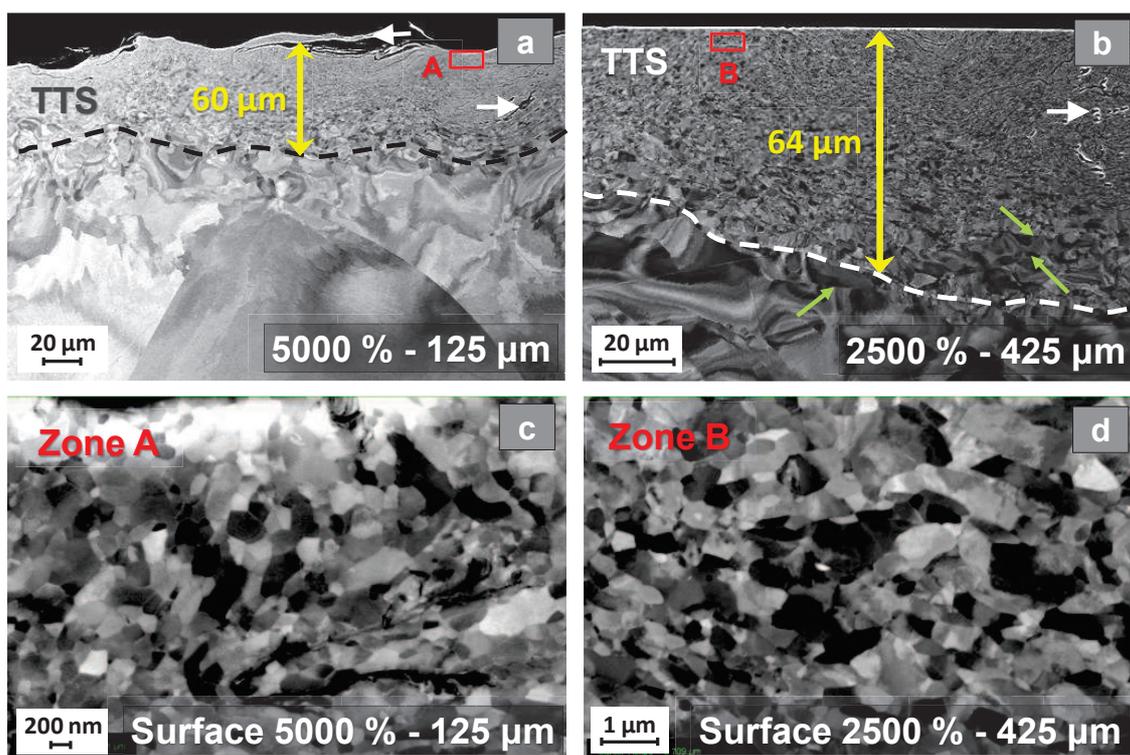


Figure 3.14 – Échantillons représentatifs du grenailage choisis pour la quantification des gradients microstructuraux et mécaniques : (a) 5000 % - 125 μm et (b) 2500 % - 425 μm . Une observation très locale de la microstructure en extrême surfaces est présentée respectivement dans les figure c et d.

Caractérisation des surfaces TTS engendrées

A partir des résultats présentés précédemment, une première description des surfaces transformées par grenailage est proposée. Pour cette représentation, une image globale de la section transversale de l'échantillon 6-NP est illustrée sur la figure 3.15. Dans cette figure, trois zones sont clairement identifiées : (i) la couche TTS, (ii) une zone de transition et (iii) la microstructure initiale ou région *bulk*. La première zone (TTS) est composée par plusieurs grains sub-micrométriques ($d < 1\mu\text{m}$) avec des joints de grains bien définis grâce au raffinement microstructural. Cette zone se caractérise par une augmentation progressive de la taille des grains en profondeur. L'épaisseur de cette couche peut être très hétérogène (entre 30 μm et 80 μm) avec une taille moyenne d'environ 60 μm . Concernant la deuxième région, ou

zone de transition, celle-ci présente une grande déformation plastique et une désorientation locale du matériau (sous-joints de grains). Cependant la déformation plastique induite par le grenailage n'a pas été suffisante pour raffiner la microstructure et former des nouveaux grains. Finalement, la troisième zone (*bulk material* en anglais) correspond au fer- α initial avec une taille de grain moyenne de $250 \mu\text{m}$.

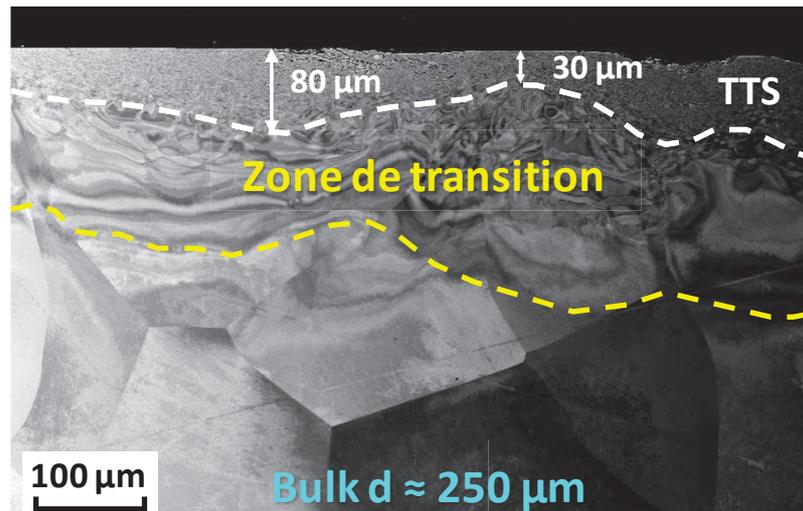


Figure 3.15 – Description des zones présentes dans la section transversale d'une surface de fer- α transformée par grenailage (échantillon 6-NP).

Ces aspects sont également observés sur une cartographie EBSD réalisée sur un des échantillons grenailés (échantillon 3-NP). La cartographie EBSD a été faite sur la section transversale de l'échantillon (préalablement polie) avec un microscope Tescan Lyra3/XMU FEG/FIB (voir la [figure 3.16-a](#)). Le pas d'indexation utilisé est de 300 nm afin de pouvoir détecter les grains plus fins de la zone transformée. Sur cette image, on observe une zone complètement raffinée (zone TTS), suivie d'une région fortement déformée avec plusieurs sous-joints des grains (zone de transition), pour finalement retrouver en profondeur le matériau initial (*bulk*). Une deuxième cartographie (KAM) est présentée sur la [figure 3.16-b](#) en illustrant la désorientation locale du matériau par une échelle comprise entre 0° et 3° . La désorientation moyenne de chaque pixel (en degrés) est estimée par rapport aux premiers pixels voisins de chaque point. Cette cartographie montre la présence d'une grande déformation plastique locale dans les zones en profondeur qui n'ont pas subi un raffinement de taille de grain. Pour conclure, la taille de grains a été évaluée sur une zone de la couche TTS [figures 3.16-b,c](#), révélant la forte présence des grains sub-micrométriques ($d < 1 \mu\text{m}$) et l'évolution microstructurale en sous-surface (gradient de taille de grains en profondeur). Sur la zone étudiée, la taille de grain moyenne est de $1.07 \mu\text{m}$ avec un écart type est de $0.8 \mu\text{m}$. Ce genre d'analyses microstructurales seront approfondies dans les quatrième et cinquième chapitres.

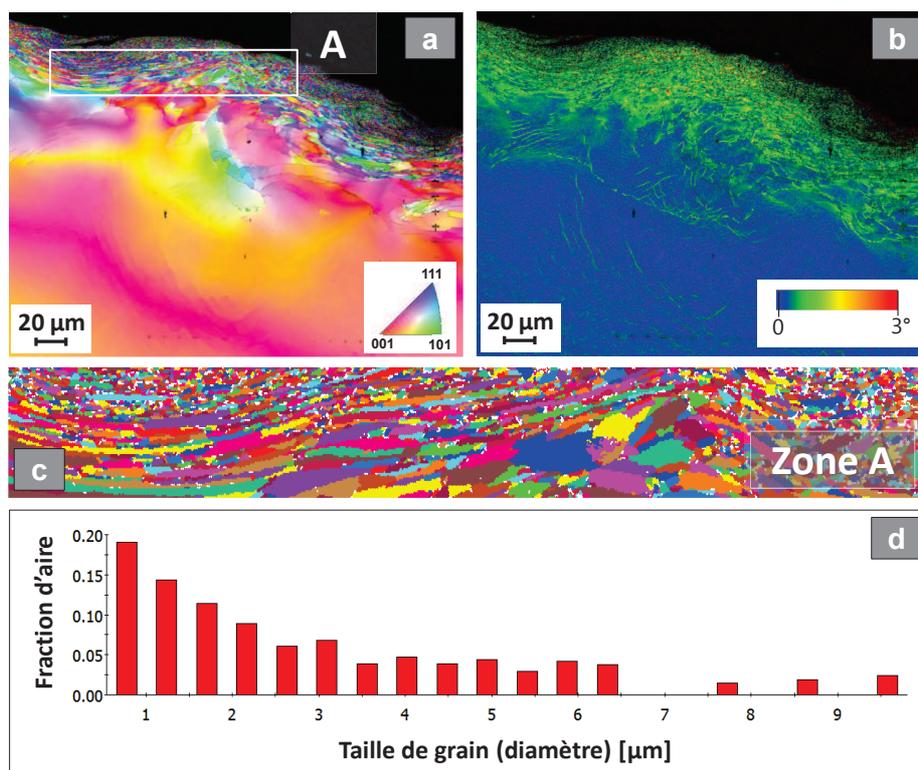


Figure 3.16 – (a) Cartographie EBSD d'un échantillon de fer- α grenailé (échantillon *3-NP*). Le pas d'indexation est de 300 nm . La cartographie KAM associée est illustrée sur la figure *b*. Une estimation de taille de grain sur la zone TTS est réalisée sur les figures *c* et *d*.

3.5.2 Surfaces transformées par *Micro-percussion*

Comparaison des surfaces obtenues pour plusieurs conditions de traitement

Les impacts de micro-percussion conduisent à la formation d'empreintes millimétriques en surface. Un échantillon représentatif soumis à différents impacts à 150 mm/s et 15° (tests *2-MP*) est illustré sur la figure 3.17. Sur cette vue de dessus de l'échantillon (figure 3.17-a), nous pouvons observer une augmentation du diamètre des empreintes en fonction de nombre d'impacts. De même, la forme de chaque cratère révèle l'orientation des impacts (15°), tel qu'il est indiqué par le repère orthogonal. Les empreintes à 10 et 30 impacts sont illustrées plus en détail sur la figure 3.17-b. En effet, les stries présentes autour de chaque empreinte manifestent une grande déformation plastique de la microstructure initiale de la surface (grains de l'ordre de 1 mm).

En général, les empreintes de micro-percussion se caractérisent par une forme arrondie (pseudo-sphérique), tel qu'illustré dans la figure 3.18-a. Cette empreinte correspond à un test à 10000 impacts avec un angle de 15° et une vitesse d'impact de 150 mm/s . En effet, le diamètre externe du cratère peut varier (entre $1480\ \mu\text{m}$ et $1750\ \mu\text{m}$ pour cette exemple) en raison de

l'inclinaison de l'impact. Une analyse topographique d'une empreinte à 300 impacts et 0° (figure 3.18-b) permet de constater que le profil des empreintes se caractérise par un diamètre de taille millimétrique avec une profondeur de l'ordre de quelques dizaines (voir centaines) de micromètres. Les surfaces résultantes sont localement observées pour deux empreintes à différent nombre d'impacts : 1 et 3000 impacts (figures 3.18-c,d). Les conditions de vitesse et angle d'impact (0° et 150 mm/s) sont identiques pour les deux cas. Pour l'empreinte à 1 impact, plusieurs traces de type "bandes de glissement" ou "rayure" apparaissent en raison de la déformation plastique induite par le choc. En revanche, l'empreinte à 3000 impacts montre une surface fortement déformée et fragilisée. Ces exemples permettent de comprendre la sévérité du traitement de surface.

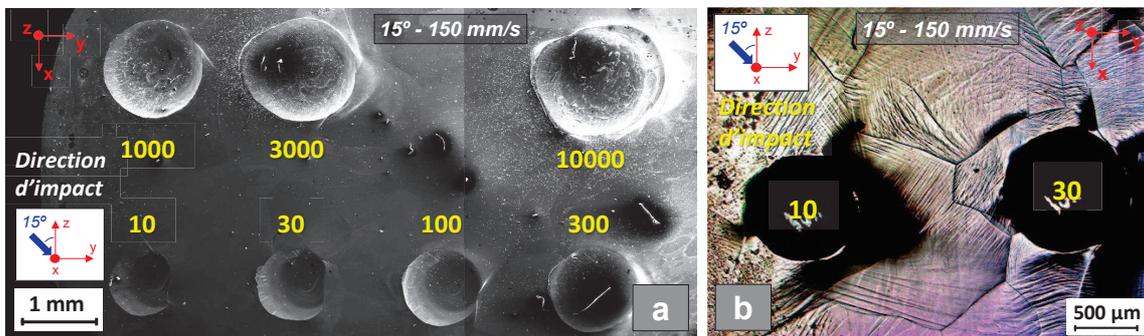


Figure 3.17 – (a) Échantillon représentatif des tests de micro-percussion avec une vitesse et angle d'impact de 150 mm/s et 15° , respectivement (test 2-MP). Les empreintes à 10 et 30 impacts sont détaillées dans la figure b. Les images ont été réalisées respectivement dans un MEB (électrons secondaires) et dans un microscope optique.

Pour l'observation des transformations microstructurales en sous-surfaces, l'échantillon est découpé (à la scie à fil) le long de chaque ligne d'empreintes en effleurant le périmètre des cratères. La section transversale est ensuite polie mécaniquement (paragraphe 3.2.2) jusqu'à arriver au milieu des empreintes. Cette étape est assez complexe et laborieuse car les empreintes doivent se retrouver dans le même plan d'observation après les étapes de découpe et de polissage (*cross section view* dans la figure 3.18-a). A titre d'exemple, plusieurs étapes de déformation sont illustrées sur la figure 3.19 afin d'observer l'évolution de la couche TTS en fonction de l'angle et du nombre d'impacts. Les figures 3.19-a,b,c,d correspondent aux empreintes de 10, 100, 1000 et 10000 impacts à 150 mm/s et 30° , permettant de voir la croissance progressive de la couche TTS et la formation du bourrelet (coté droit des images) en raison de l'inclinaison des collisions. Concernant l'influence de l'angle d'impact, les figures 3.19-e,f montrent comment les bourrelets de l'empreinte deviennent plus symétriques lorsque l'impact est normal à la surface ($\theta = 0^\circ$). Malgré la similitude dimensionnelle des trois empreintes et l'utilisation des mêmes conditions d'impact (10000 impacts à 150 mm/s), il est intéressant d'observer que les couches TTS semblent plus épaisses lorsque les impacts sont faits avec une certaine inclinaison ($\theta > 0^\circ$).

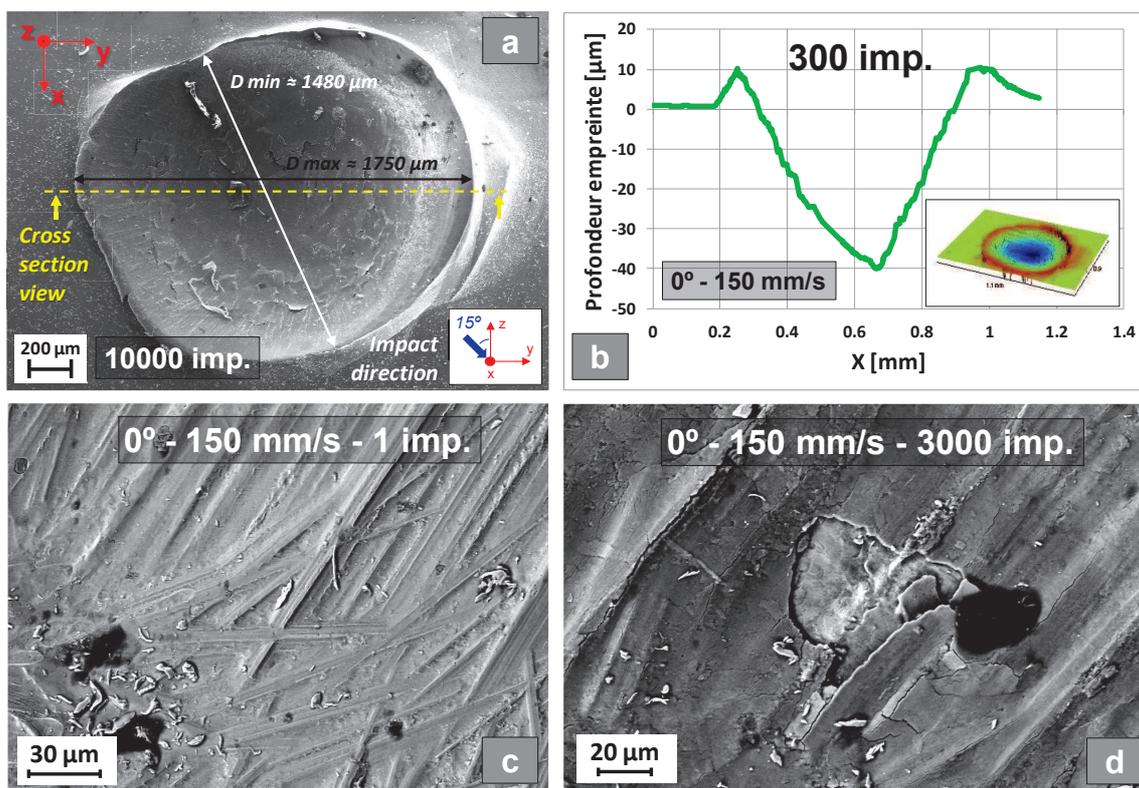


Figure 3.18 – Caractérisation géométrique et superficielle des empreintes de micro-percussion. (a) Empreinte à 10000 impacts, 15° et 150 mm/s . (b) Profil d'une empreinte à 300 impacts, 0° et 150 mm/s . Observations très locales des surfaces déformées avec (c) 1 et (d) 3000 impacts. Les images ont été faites dans un MEB Zeiss Supra 55VP avec des électrons secondaires.

Concernant la microstructure transformée en extrême surface, les figures 3.19-g,h montrent très localement les sous-surfaces des empreintes à 10 et 10000 impacts. Pour les empreintes à grand nombre d'impacts, la microstructure est sub-micrométrique ($d < 1\mu\text{m}$), très semblable à celle obtenue avec le traitement de *NanoPeening*®. En revanche, l'identification des empreintes formées avec moins de 100 impacts est assez compliquée et l'observation et la mesure des couches TTS sont très incertaines. En effet, sur la figure 3.19-g la couche TTS n'est pas très bien définie et la déformation plastique n'est pas suffisante pour former les premiers grains sub-micrométriques.

Afin d'approfondir l'analyse paramétrique illustrée sur la figure 3.19, deux graphiques révélant l'évolution du diamètre de l'empreinte et de l'épaisseur de la couche TTS sont présentés sur la figure 3.20. Le premier des graphiques logarithmiques (figure 3.20-a) montre que la taille moyenne des empreintes évolue dans la forme d'une loi-puissance en fonction du nombre d'impacts. En effet, le diamètre évolue de façon quasi-identique pour tous les angles d'impact. Concernant l'épaisseur de la couche TTS, celle-ci évolue également par une loi de puissance en prenant des valeurs plus significatives pour les impacts inclinés (15° et 30°). Il

faut préciser que les zones TTS n'ont pas été mesurées sur toutes les empreintes car les zones transformées n'étaient pas clairement identifiables sur certains cas. Il est intéressant de voir que les zones TTS sont plus significatives pour les impacts inclinés malgré le fait que la taille d'empreintes est la même pour tous les types de contact. Ceci suggère que les mécanismes de transformation microstructurale peuvent être favorisés par un effet combiné de cisaillement et d'impact normal, entraînant la formation des zones TTS plus épaisses et homogènes.

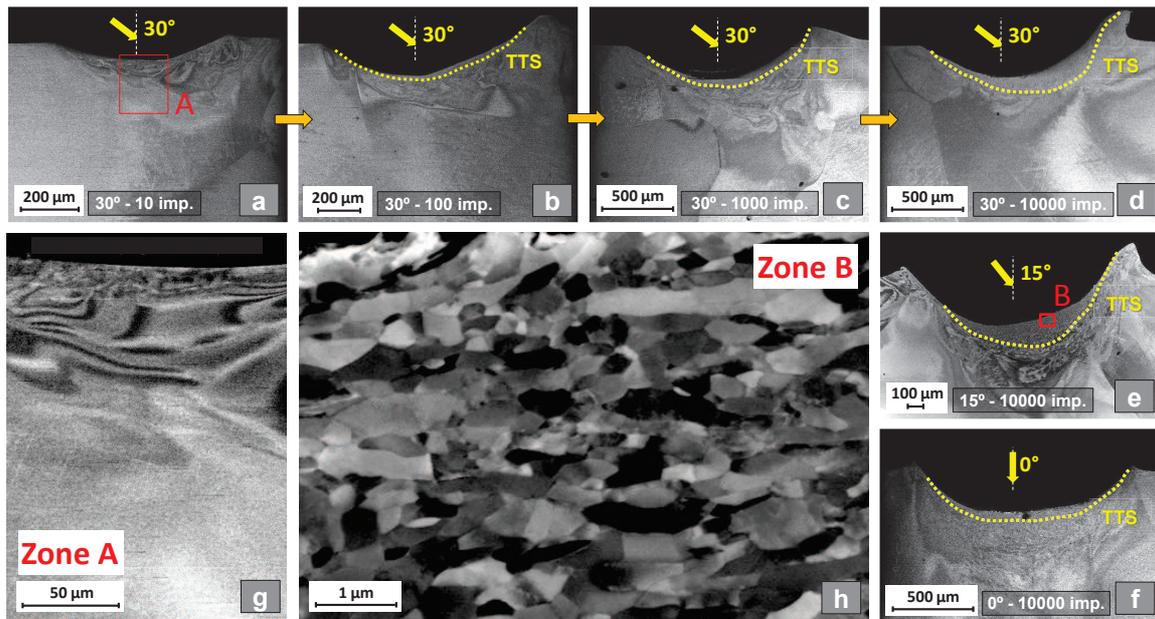


Figure 3.19 – Évolution des transformations microstructurales en sous-surfaces des empreintes de micro-percussion produites à 150 mm/s et 30° : (a) 10, (b) 100, (c) 1000 et (d) 10000 impacts. Section transversale des empreintes produites à 150 mm/s et 10000 impacts avec un angle de (e) 15° et (f) 0° . Observations très locales de l'extrême surface des empreintes à (g) 10 et (h) 10000 impacts.

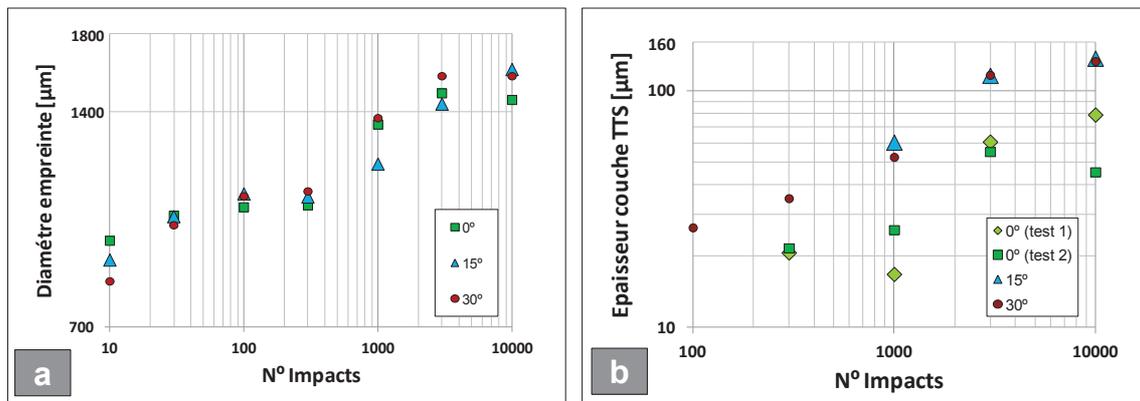


Figure 3.20 – Analyse paramétrique (0° , 15° et 30°) sur l'évolution du (a) diamètre moyen des empreintes et de (b) l'épaisseur des couches TTS en fonction du nombre d'impacts de micro-percussion.

Parmi les différentes empreintes de micro-percussion, celles à 10000 impacts présentent les zones TTS plus intéressantes pour estimer les évolutions microstructurales et mécaniques en sous-surface. En effet, les zones TTS plus larges sont plus exploitables vis-à-vis des contraintes dimensionnelles des tests micro-mécaniques employés dans la quantification des gradients mécaniques, notamment pour la compression de micro-piliers. Parmi les trois empreintes produites à 10000 impacts (0° , 15° et 30°), l'empreinte formée à 15° est la plus convenable car celle-ci présente une large zone homogène avec une faible quantité des fissures ou cavités en sous-surface. Ceci est illustré sur la [figure 3.21](#). En effet, les empreintes à 15° et 30° possèdent une zone TTS plus large et homogène que celles produites par impact normal. De plus, les empreintes à 0° ([figures 3.21-a,b](#)) révèlent une couche transformée très affectée notamment par la présence des fissures (flèche blanche). Concernant l'empreinte à 30° , la présence de grandes fissures (flèches blanches sur la [figure 3.21-d](#)) peut être également une condition très défavorable lors des tests micro-mécaniques. Par conséquent, les gradients mécaniques et microstructuraux induits par micro-percussion seront explorés et quantifiés (cinquième chapitre) sur une empreinte représentative du traitement de surface : l'empreinte à 10000 impacts et 15° .

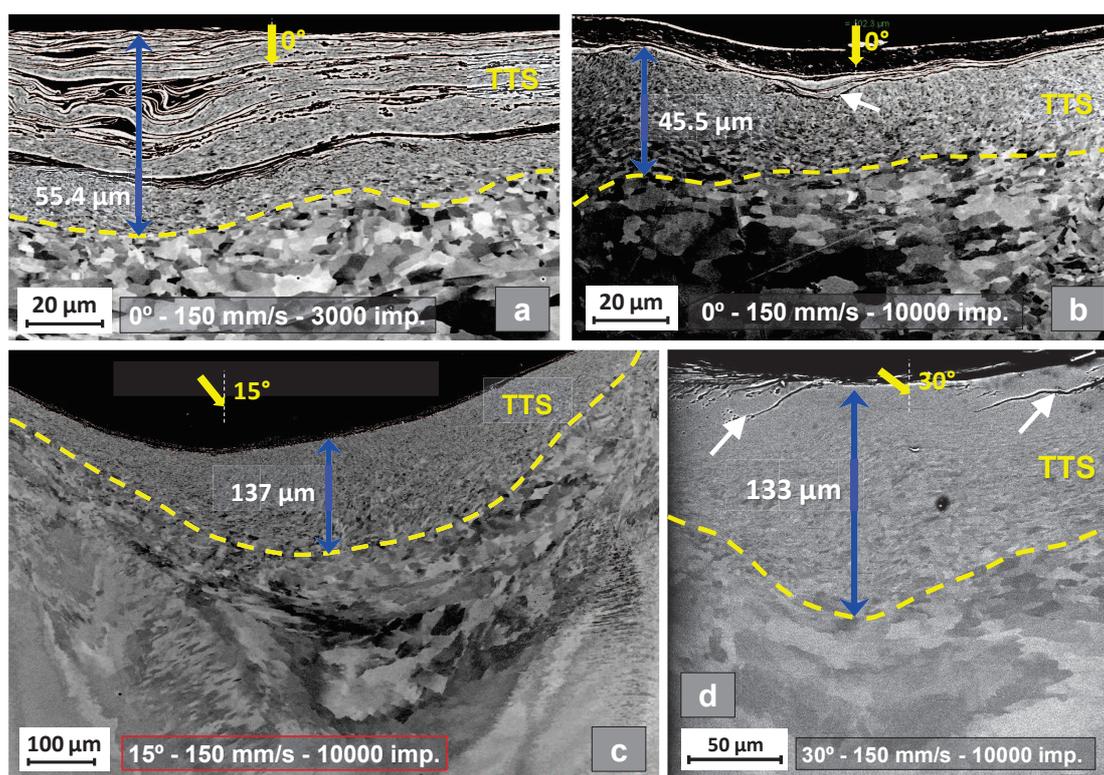


Figure 3.21 – Transformation microstructurale en sous-surface pour les empreintes à grand nombre d'impacts (150 mm/s) : (a) 3000 impacts - 0° , (b) 10000 impacts - 0° , (c) 10000 impacts - 15° et (d) 10000 impacts - 30° .

Caractérisation des surfaces TTS engendrées

Les surfaces traitées par micro-percussion présentent une grande ressemblance avec les transformations produites par grenailage. Tel qu'il a été observé sur les échantillons de *NanoPeening*®, plusieurs zones microstructurales peuvent être identifiées en sous-surface des empreintes de micro-percussion. A ce propos, la cartographie EBSD (IPF) d'une empreinte à 10000 impacts (15° - 150 mm/s) est présentée sur la [figure 3.22](#). Cette cartographie a été réalisée dans un microscope Tescan Lyra3/XMU FEG/FIB en utilisant un pas d'indexation de $2.5\ \mu\text{m}$. Sur cette image, toute la région déformée par les impacts est dénommée *zone mécaniquement affectée* (ZMA) [102]. Cette zone comprend tous les endroits à différents niveaux de transformation microstructurale et/ou de désorientation cristalline. A l'intérieur de cette grande zone, une région plus étroite contient uniquement les parties qui ont été raffinées ou microstructurées (couche TTS). Cette partie a été dénommée *zone d'hyper déformation plastique* (HDP). La microstructure initiale du matériau, sans raffinement de taille de grain, est présente au-delà de la frontière de la *zone mécaniquement affectée*.

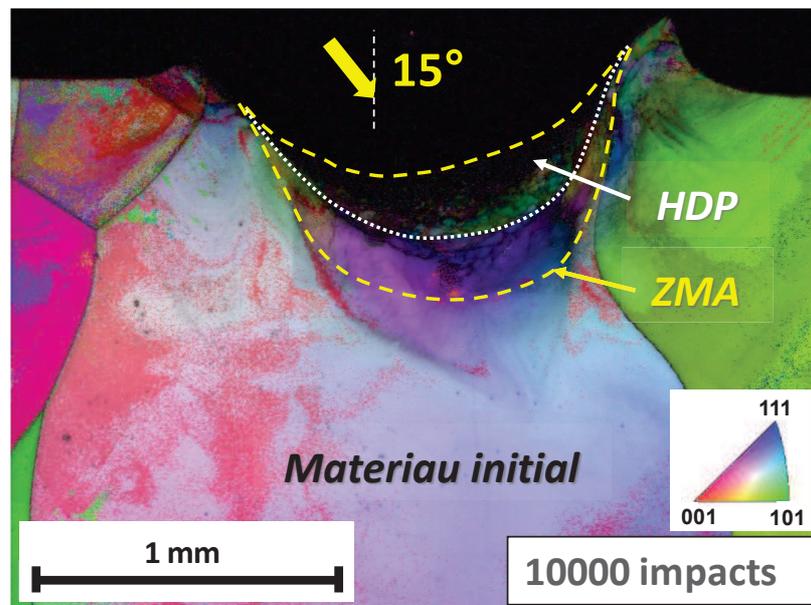


Figure 3.22 – Cartographie EBSD (IPF) d'une empreinte à 10000 impacts, 15° et 150 mm/s . L'EBS est effectué dans un microscope Tescan Lyra3/XMU FEG/FIB en utilisant un pas d'indexation de $2.5\ \mu\text{m}$

Une représentation complémentaire de l'empreinte à 10000 impacts est présentée sur la [figure 3.23-a](#). Cette image MEB (électrons rétro-diffusés) permet d'observer plus en détail les zones préalablement décrites. La *zone mécaniquement affectée* (ZMA) possède une épaisseur d'environ $430\ \mu\text{m}$, tandis que la zone de transformation microstructurale s'étend jusqu'à une profondeur de l'ordre de $150\ \mu\text{m}$. La zone comprise entre les frontières de la *zone d'hyper déformation plastique* (HDP) et celles de la ZMA correspond à une région de faibles désorien-

tations locales (voir [figure 3.22](#)) : *Low Angle Boundaries* (LAB's) en anglais. La [figure 3.23-b](#) montre très localement la zone *hyper déformation plastique*. Sur cette image, deux régions sont présentes : (i) la zone TTS et (ii) la zone de transition. La couche TTS se caractérise par une microstructure raffinée très similaire à celle observée dans les échantillons grenailés. Cependant, la couche TTS produite par micro-percussion semble plus large et homogène (épaisseur d'environ $100 \mu m$). La zone de transition se caractérise par une microstructure moins bien définie avec une déformation plastique non négligeable et la présence de plusieurs bandes de cisaillement (flèche blanche).

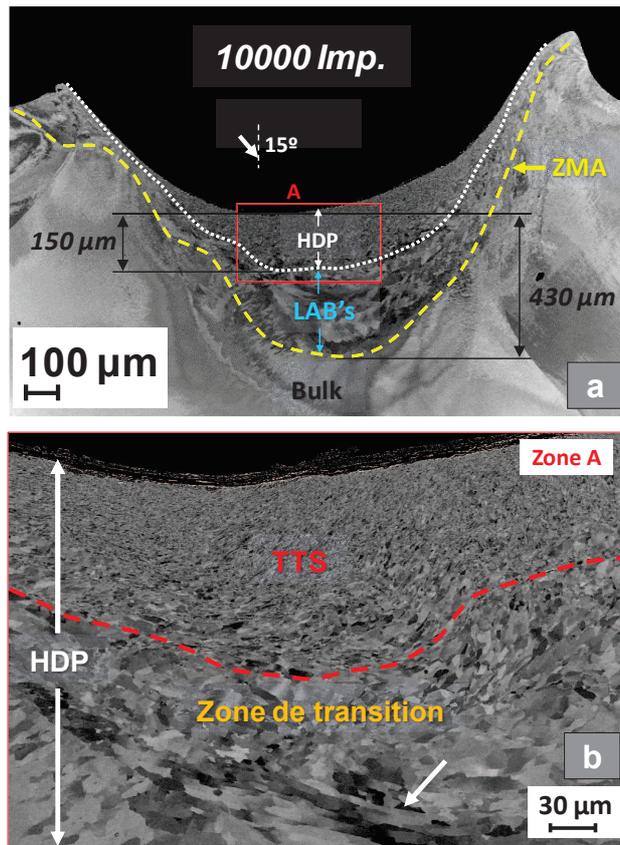


Figure 3.23 – (a) Identification des différentes zones présentes dans une empreinte de micro-percussion de 10000 impacts, 15° et 150 mm/s . La zone microstructurée est détaillée sur la figure b.

Discussion sur les mécanismes de transformation microstructurale induits par micro-percussion

La séquence d'image de la [figure 3.24](#) montre l'évolution de la transformation microstructurale en sous-surface et la formation des couches TTS. Les empreintes à 15° ont été choisies ici car la zone TTS est facile à discerner. Sur les images MEB, la zone TTS se propage progressivement en profondeur vers le centre de l'empreinte, tel qu'indiqué par les flèches

rouges. Ceci suggère que le raffinement microstructural est activé en premier par un mécanisme de cisaillement latéral (flèches blanches) et ensuite par une combinaison de glissement et d'impact normal (au delà des 1000 impacts). Cette hypothèse est à nouveau vérifiée sur les cartographies EBSD (*Inverse Pole Figure* - IPF) réalisées sur les empreintes de 100, 1000 et 3000 impacts. Sur ces figures, la transformation microstructurale est déclenchée sur la partie latérale de l'empreinte et ensuite elle se propage vers la zone centrale des impacts (flèches noires). Il est intéressant de voir que les empreintes à faible nombre d'impacts (figure 3.24-d) ne présentent pas une transformation microstructurale significative ni une désorientation locale très marquée.

En comparant les surfaces obtenues à différents angles d'impact (figure 3.21), il est possible que les charges combinées d'impact et de glissement soient plus favorables pour le raffinement microstructural en sous-surface. Ceci est cohérent avec les mécanismes requis dans la transformation microstructurale des métaux de haute énergie de faute d'empilement (fer- α) : (i) propagation de dislocations et (ii) formation des bandes de cisaillement [35]. En effet, l'angle d'impact dans les tests de micro-percussion peut être avantageux pour la formation des bandes de cisaillement et l'accommodation de la déformation plastique sévère en sous-surface. Il faut préciser que ces observations restent des hypothèses et qu'il faudrait d'autres analyses pour approfondir ce sujet.

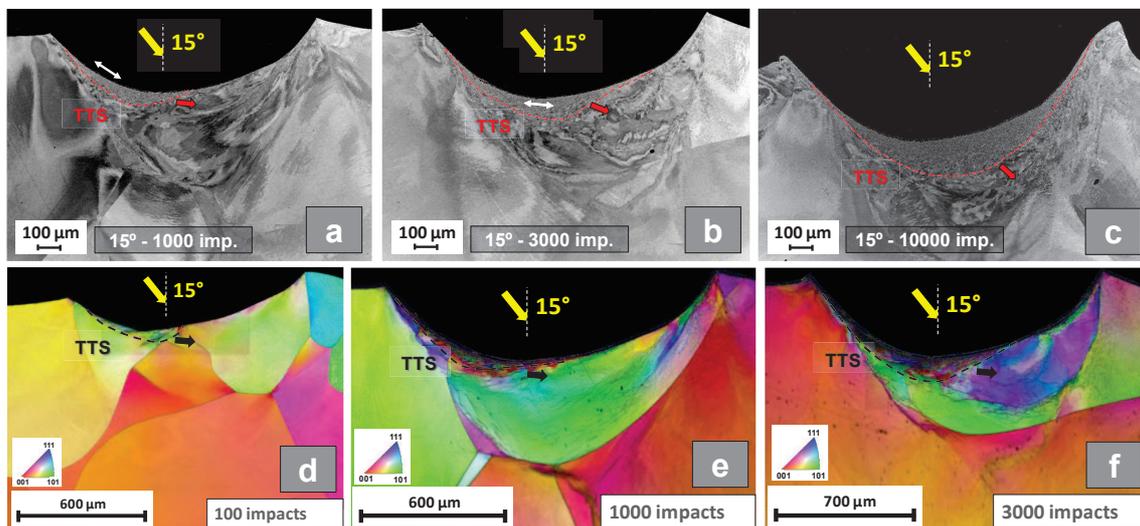


Figure 3.24 – Séquences de formation et croissance des couches TTS dans les empreintes à 150 mm/s et 15° . (a – c) images MEB par électrons rétro-diffusés des empreintes à 1000, 3000 et 10000 impacts. (d – f) Cartographies EBSD des empreintes à 100, 1000 et 3000 impacts. Les images EBSD ont été réalisées en collaboration avec l'EMPA de Thoune (Suisse) dans un microscope Tescan Lyra3/XMU FEG/FIB, en utilisant un pas d'indexation de $2\ \mu\text{m}$.

3.5.3 Quantification de l'oxygène en surface par SDL

Plusieurs tests de spectrométrie à décharge lumineuse (SDL) ont été réalisés afin d'estimer la possible inclusion d'oxygène en surface comme conséquence d'une déformation plastique sévère par impact. Considérant les géométries résultantes des surfaces impactées, les tests SDL ont été faits uniquement sur les échantillons produits par grenailage. En effet, la surface analysée par SDL (voir paragraphe 2.2.3) doit être relativement plane avec une région d'étude suffisamment large : plusieurs mm^2 . Ici, trois échantillons différents de fer- α ont été testés pour voir la présence d'oxygène en sous-surface avant et après le traitement : (i) un échantillon utilisé comme repère dans la calibration de la machine, (ii) un échantillon sans grenailage (surface polie mécaniquement) et (iii) un échantillon après traitement par grenailage (*NanoPeening*®). Les résultats de concentration d'oxygène (%) en profondeur sont illustrés sur la [figure 3.25](#). Les profils de ce graphique sont d'une grande similarité, démontrant que la présence d'oxygène en sous-surface est relativement négligeable (moins de 2% au delà de 3 μm de profondeur) et que la déformation plastique par impact ne produit pas une augmentation significative d'oxygène.

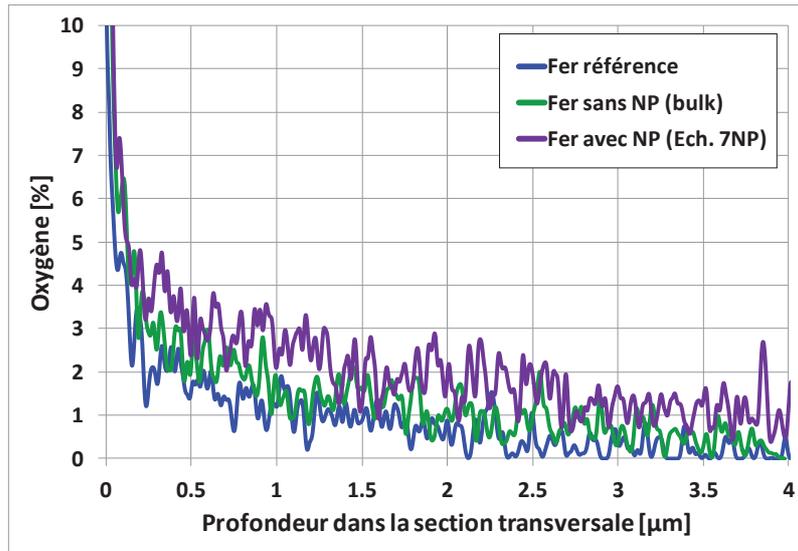


Figure 3.25 – Profils de concentration d'oxygène (%) en sous-surface de fer- α (mesurés par SDL). Trois échantillons ont été considérés : (i) un échantillon de repère de calibration, (ii) un échantillon sans grenailage et (iii) un échantillon après traitement de *NanoPeening*®.

3.6 Conclusion du chapitre III

Le travail présenté dans ce chapitre a permis d'établir et de délimiter le cadre expérimental de notre investigation sur les conséquences microstructurales et mécaniques des traitements superficiels par impact. Au cours de ce chapitre, toutes les étapes de fabrication et de traitements superficiels du fer- α ont été mis en évidence afin de maîtriser et comprendre les divers

enjeux présents dans la transformation microstructurale des surfaces. Les différentes étapes de transformation du fer- α ont permis d'identifier trois échantillons pour la quantification du gradient des propriétés mécaniques : 2 pour le *NanoPeening*® (3-NP et 6-NP) et 1 pour la micro-percussion (empreinte à 10000 impacts et 15°). Ces surfaces ont été sélectionnées en raison de leur microstructure homogène et exploitable (considérant les tailles de couches transformées) pour l'identification des gradients microstructuraux et mécaniques. De même, il a été observé que le fer- α est un matériau globalement favorable vis-à-vis des diverses sollicitations par impact utilisées. En effet, la haute énergie de faute d'empilement du fer- α favorise le raffinement microstructural sans générer des transformations de phase ni l'apparition de macles.

Les surfaces générées par grenailage et micro-percussion se caractérisent par une grande similitude dans le type de couches TTS générées (entre $60\ \mu\text{m}$ et $100\ \mu\text{m}$ d'épaisseur) et la taille de grains en extrême surface : de l'ordre de $1\ \mu\text{m}$. Les deux types de surfaces se caractérisent également par la formation de bandes de cisaillement en sous-surface. A partir de l'analyse paramétrique faite pour chaque type de traitement, il a été observé que les couches TTS ont tendance à augmenter d'épaisseur en fonction du nombre d'impacts, spécialement dans le cas de la micro-percussion. Cependant, les tests de grenailage montrent que le seuil de croissance des couches TTS peut être atteint très rapidement dès les premiers instants du traitement. Concernant l'angle d'impact, les tests de micro-percussion montrent que la zone transformée peut être plus large et homogène avec un angle d'impact $\theta > 0^\circ$. Ceci est probablement en lien avec les mécanismes microstructuraux de raffinement de taille de grain pour le fer- α : les bandes de cisaillement. Comme perspective à cette approche, il reste encore des questions à approfondir par rapport à l'influence de certains paramètres : dans quelles mesures l'angle d'impact ou la taille des billes privilégient la propagation des fissures en sous-surface, et finalement la possible formation du troisième corps ?

Par la suite, les deux derniers chapitres aborderont les questions d'identification des gradients microstructuraux et mécaniques induits par les traitements de grenailage (quatrième chapitre) et de micro-percussion (cinquième chapitre). L'analyse réalisée dans le quatrième chapitre permettra également de faire une première approche vers la détermination des liens entre mesures faites par deux tests micro-mécaniques : la nano-indentation et la micro-compression des piliers. Concernant le cinquième chapitre, une analyse plus approfondie sur les effets microstructuraux impliqués dans l'augmentation des propriétés mécaniques sera abordé. Ces deux types d'études permettront également de faire une analyse transverse entre les surfaces transformées par grenailage et par micro-percussion.

Chapitre 4

Quantification des gradients de propriétés mécaniques après grenailage intensif

4.1 Introduction

Dans le chapitre précédent, les surfaces transformées par traitements de grenailage ont été décrites et caractérisées. Considérant les méthodes de quantification des gradients mécaniques et microstructuraux identifiées dans l'état de l'art, une estimation des évolutions de propriétés mécaniques et distribution de taille de grains en sous-surface seront présentées dans ce chapitre. En effet, deux méthodes différentes (la nano-indentation et la micro-compression de piliers) ont été envisagées pour faire une approche similaire sur l'estimation des gradients mécaniques en sous-surface. Celle-ci consiste à évaluer la dureté (nano-indentation) ou la contrainte d'écoulement (micro-compression) sur la section transversale de l'échantillon à différentes profondeurs de la sous-surface. La dureté (H) obtenue par indentation correspond à une valeur représentative de la contrainte d'écoulement ($\sigma_{0,08}$) mesurée par micro-compression après 8 % de déformation plastique (figure 4.1). Dans ce chapitre, les gradients mécaniques obtenus par indentation seront présentés en premier, ainsi qu'une estimation de l'évolution de la taille des grains en sous-surface (par EBSD). Par la suite, une analyse semblable sera effectuée via les tests de micro-compression. En dernier, le lien entre les gradients mécaniques obtenus par les deux techniques sera discuté et la relation entre les évolutions microstructurales et mécaniques sera abordée (effet Hall-Petch).

4.2 Gradients mécaniques par nano-indentation

Tel qu'il a été mentionné dans le chapitre précédent, les tests d'indentation ont été réalisés sur deux échantillons grenailés représentatifs : *6-NP* et *3-NP*. Les conditions et procédés utilisés pour les essais d'indentation, ainsi que les gradients de microstructure (par EBSD) et mécaniques quantifiés pour ces échantillons seront présentés par la suite.

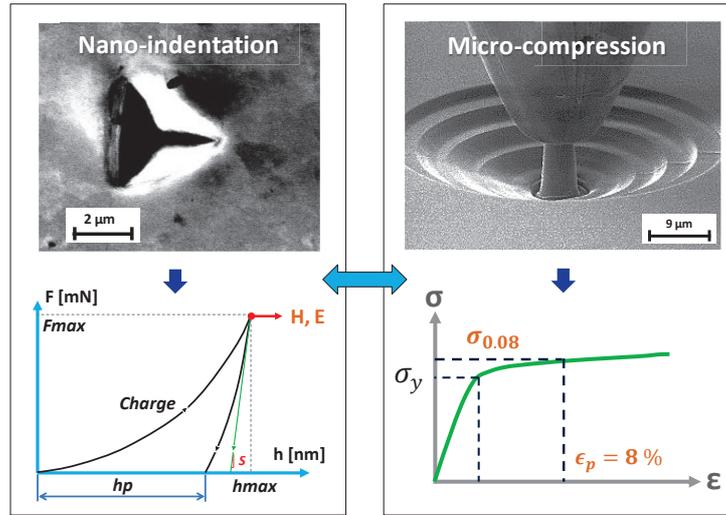


Figure 4.1 – Essais micro-mécaniques employés pour quantifier les gradients de propriétés mécaniques produits par grenailage sur le fer- α . Le test de nano-indentation permet d’obtenir les valeurs de dureté (H) et du module d’élasticité (E), tandis que l’essai de micro-compression permet d’identifier la contrainte d’écoulement à 8 % de déformation plastique ($\sigma_{0.08}$).

4.2.1 Procédés d’indentation sur les échantillons grenailés

Indentations standards

Dans un premier temps, les gradients mécaniques présents sur les sections transversales des échantillons *6-NP* et *3-NP* ont été identifiés avec une machine d’indentation NHT² d’Anton-Paar SA®. Une matrice d’empreintes a été réalisée sur chaque échantillon afin d’explorer plusieurs profondeurs en sous-surface. Toutes les indentations ont été faites avec une pointe Berkovich en appliquant une force maximale de 10 *mN*. Les courbes de chargement sont du type conventionnel, ou *standard* (sans mode CSM), avec une vitesse de charge-décharge de 20 *mN/min*. Sur chaque matrice, la distance entre indentations est supérieure à 2.5 fois la taille caractéristique des empreintes [102], évitant ainsi une interférence mécanique entre mesures. En effet, la force maximale employée (10 *mN*) permet de créer des empreintes d’une taille raisonnable afin d’explorer plusieurs zones de la couche transformée. Dans le but d’avoir des mesures comparatives, la même force d’indentation a été employée le long de toute la section transversale.

Pour l’échantillon *6-NP*, 200 indentations ont été réalisées sur une matrice rectangulaire (10 x 20) ayant un espace vertical et horizontal de 15 μm entre empreintes. Avant les tests d’indentation, la section transversale a été polie mécaniquement (paragraphe 3.2.2) afin de quantifier par EBSD le gradient microstructural présent sur la zone des empreintes (voir résultats dans le paragraphe 4.2.3). La région indentée est illustrée sur la [figure 4.2](#). Sur ces images, une vingtaine de lignes d’indentation à différentes profondeurs ont été évaluées dans

le but d'estimer l'augmentation de dureté sur les trois régions en sous-surface : la couche TTS, la zone de transition et le matériau sans transformation microstructurale (figures 4.2-a,b). Les figures 4.2-c,d montrent l'évolution des empreintes en profondeur : à $2\ \mu\text{m}$ et $285\ \mu\text{m}$ de l'extrême surface, respectivement. En effet, la taille caractéristique des empreintes augmente en profondeur (de $2.8\ \mu\text{m}$ à $4\ \mu\text{m}$ environ) comme conséquence de l'évolution microstructurale en sous-surface. Nous observons que la distance entre indentations ($15\ \mu\text{m}$) est supérieure à trois fois la taille des empreintes ($\leq 4\ \mu\text{m}$).

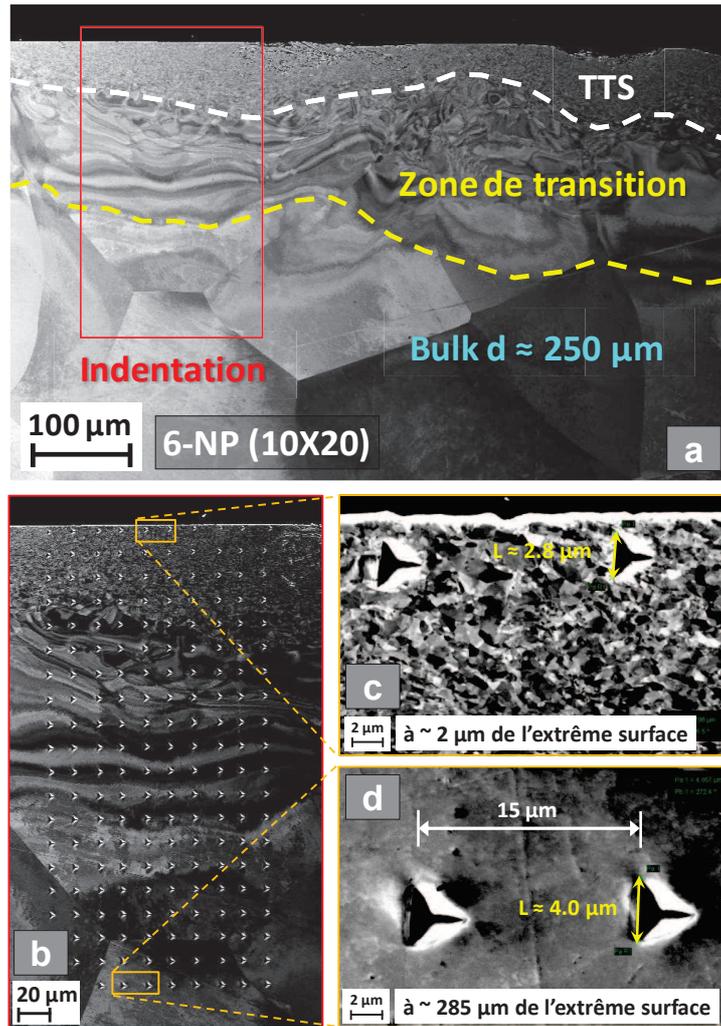


Figure 4.2 – (a) Zone choisie pour faire les tests d'indentation sur la section transversale de l'échantillon *6-NP*. (b) La matrice d'indentation (10×20) est faite avec une pointe Berkovich et une force maximale de $10\ \text{mN}$. Les empreintes résultantes (espacées de $15\ \mu\text{m}$) sont illustrées pour deux profondeurs différentes : (c) à $2\ \mu\text{m}$ et (d) à $285\ \mu\text{m}$ de l'extrême surface.

Concernant l'échantillon *3-NP*, une matrice carrée (15×15) a été faite sur la section transversale (voir figure 4.3). Cette fois-ci, les indentations ont été espacées de $10\ \mu\text{m}$ sur les directions horizontale et verticale. Sur les 15 profondeurs indentées, une évolution de la taille

des empreintes est également observée. Sur les figures 4.3-b,c, la longueur caractéristique des empreintes passe de $2.7 \mu\text{m}$ à $3.9 \mu\text{m}$.

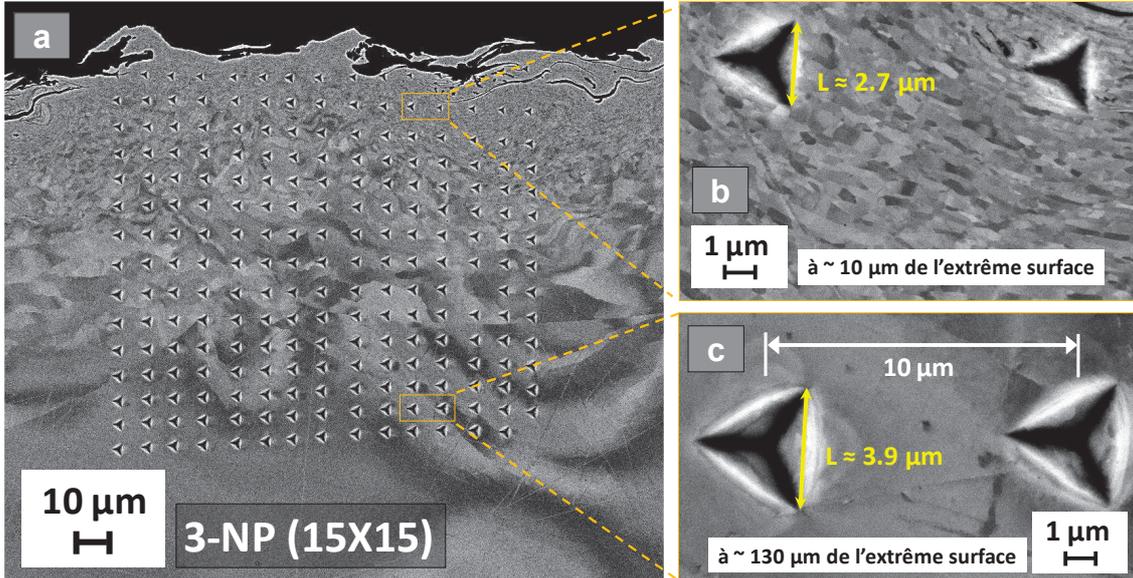


Figure 4.3 – (a) Matrice d’indentation (15 x 15) faite sur la section transversale de l’échantillon 3-NP avec une pointe Berkovich et une force d’indentation de 10 mN. L’espace entre empreintes est de 10 μm. Les empreintes à deux profondeurs différentes sont illustrées : (b) à 10 μm et (d) à 130 μm de l’extrême surface.

Pour les deux cas d’indentation (6N et 3N), le module d’élasticité et la dureté sont estimés à partir de la raideur de contact du point de force maximale [106,141]. Cette dernière correspond à la pente mesurée sur la tangente de la courbe de décharge ($F-h$) au point maximal (F_{max}). Vu le bourrelet formé sur les empreintes par déformation plastique (figures 4.2-d et 4.3-c), les données des courbes d’indentation sont traitées avec le modèle de contact de Loubet [108]. Les résultats sont présentés sur le paragraphe 4.2.2.

Indentations CSM

D’autres essais d’indentations ont été réalisés avec un indenteur XP-MTS en utilisant le mode CSM sur les courbes de chargement ($F-h$). La quantification des gradients mécaniques en profondeur est faite à partir des matrices d’indentation sur la section transversale des échantillons 6-NP et 3-NP. Chacune des indentations a été réalisée avec une pointe Berkovich en utilisant une force maximale de 10 mN et une vitesse de déformation de 0.03 1/s. Cette valeur en force (10 mN) a été choisie pour pouvoir comparer (à la même échelle) les évolutions mécaniques mesurées avec celles quantifiées précédemment. La fréquence des oscillations de la force lors du chargement est de 75 Hz. Comme pour les indentations conventionnelles (ou standards), les indentations sont espacées d’une distance supérieure à 2.5 fois la longueur caractéristique des empreintes. Les zones indentées sur chaque échantillon sont pré-

sentées sur les figures 4.4-a,c. Les images en microscopie optique des figures 4.4-b,d montrent respectivement les matrices d'indentation : (i) 72 indentations - 6 x 12 - pour l'échantillon 6-NP et (ii) 66 indentations - 6 x 11 - pour l'échantillon 3-NP. Les empreintes sont espacées de 25 μm (6-NP) et 30 μm (3-NP). Les résultats obtenus sont présentés également sur le paragraphe 4.2.2.

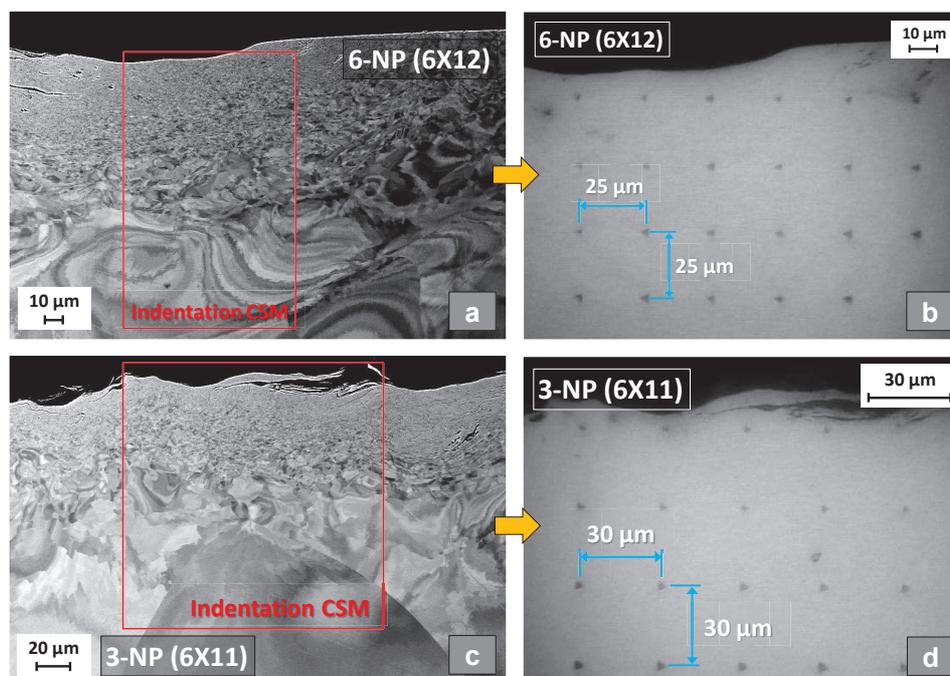


Figure 4.4 – Microstructures des zones indentées en sous-surface des échantillons (a) 6-NP et (c) 3-NP. Les matrices d'indentations sont illustrées sur les figures b (6 x 12) et d (6 x 11), respectivement.

4.2.2 Résultats

Les données obtenues sur les courbes *force - déplacement* sont traitées avec le modèle de Loubet [108] afin d'obtenir les propriétés mécaniques associées : (i) la dureté et (ii) le module d'élasticité. Pour les indentations conventionnelles, ces propriétés sont évaluées au point de charge maximale (F_{max}), tel qu'il est présenté sur le paragraphe 2.3.2. Concernant les indentations CSM, la raideur de contact est mesurée en continu au cours du chargement ($F-h$), permettant ainsi d'estimer la dureté et le module d'élasticité en fonction de la pénétration de l'indenteur (voir la section 2.3.3). Il faut également préciser que dans le dépouillement des données, les valeurs mesurées pour la raideur de contact sont tout d'abord corrigées par rapport à plusieurs facteurs externes (raideur du bâti, défaut de la pointe, dérive thermique, etc.).

Un exemple représentatif des courbes d'indentation obtenues est illustré sur la figure 4.5-a, correspondant aux essais CSM (matrice 6 x 12) faits sur l'échantillon 6-NP. Sur ce graphique,

le déplacement progressif de la valeur du point de force maximale (F_{max}) pour chaque courbe montre la présence d'un gradient mécanique en profondeur. Une fois les données traitées ($F-h$), les courbes de dureté obtenues montrent également une évolution des valeurs moyennes (plateau de chaque courbe) en fonction de la position d'indentation en sous-surface (voir [figure 4.5-b](#)).

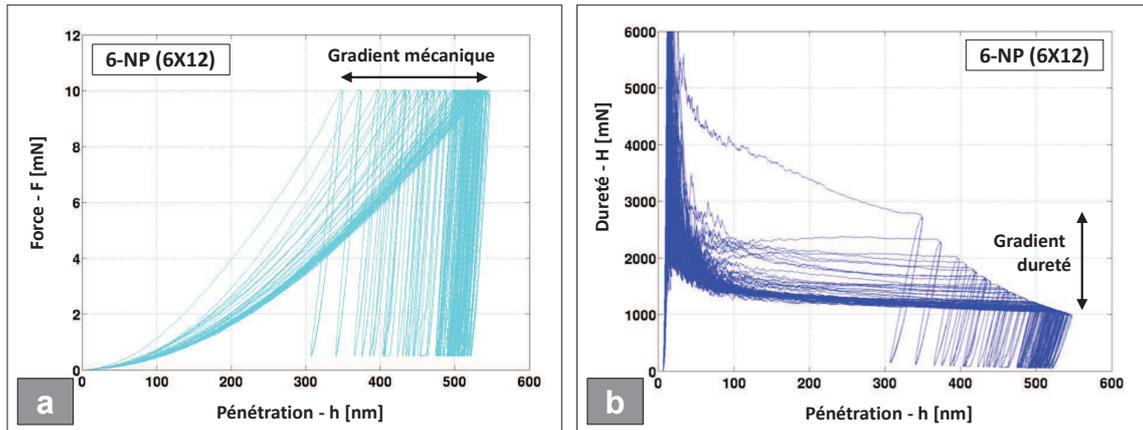


Figure 4.5 – Exemple représentatif (a) des courbes d'indentation CSM et (b) des courbes de dureté obtenues sur la section transversale d'un échantillon grenailé (6-NP). L'évolution des valeurs quantifiées sur la matrice d'indentation (6 x 12) révèlent la présence d'un gradient mécanique en sous-surface.

Afin de mieux comprendre la façon dont les propriétés mécaniques varient en profondeur, les valeurs de dureté et module d'élasticité sont associées à la position cartésienne de chaque indentation en sous-surface. Ceci est représenté pour toutes les zones indentées sur la [figure 4.6](#). Sur ces graphiques, la coordonnée Y représente la profondeur en sous-surface, tandis que la coordonnée X correspond à la position horizontale de chaque indentation (axe parallèle à l'extrême surface). L'axe vertical de ces représentations tridimensionnelles indique la valeur des propriétés mécaniques (dureté et module d'élasticité) en fonction des coordonnées de chaque empreinte d'indentation. Ces graphiques révèlent principalement une forte variation de la dureté en profondeur (d'environ 1000 MPa), alors que le module d'élasticité reste approximativement constant (aux alentours de 200 GPa). En comparant les différentes zones indentées, les valeurs obtenues présentent une grande similarité et ressemblance de distribution en sous-surface ([figure 4.6](#)). L'évolution des propriétés mécaniques est relativement uniforme pour les différents niveaux de profondeur analysés (pour chaque isovaleur de la coordonnée Y). Les perturbations plus significatives se présentent en extrême surface ($Y \approx 0$), où les mesures peuvent être affectées par un effet de bord.

Une comparaison des valeurs obtenues en dureté et module d'élasticité est mieux représentée sur les [figures 4.7-a,b](#). Sur ces graphiques, les propriétés mécaniques sont moyennées pour chaque profondeur (isovaleur de Y) et tracées en fonction de leurs distance à l'extrême

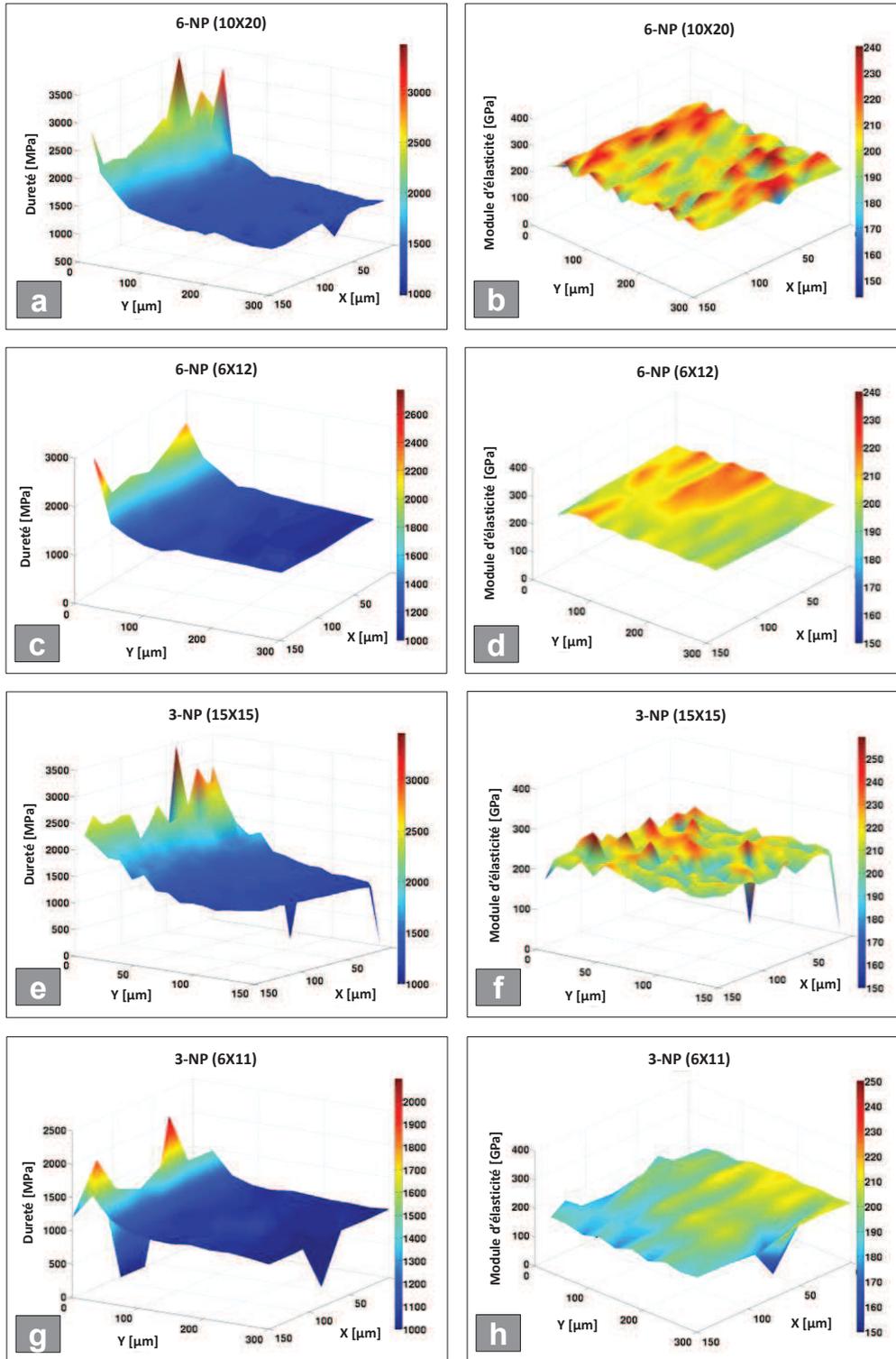


Figure 4.6 – Distribution spatiale des propriétés mécaniques sur la section transversale des échantillons grenailés. La dureté [MPa] et la limite élastique [GPa] sont présentées respectivement pour les matrices d'indentation (a, b) 10 x 20, (c, d) 6 x 12, (e, f) 15 x 15 et (g, h) 6 x 11.

surface. Pour les matrices 10 x 20 (6-NP) et 15 x 15 (3-NP), les points d'indentation correspondant à la première ligne d'empreintes ne sont pas pris en compte car les mesures obtenues sont erronées, dû probablement en raison d'un effet de bord comme mentionné précédemment.

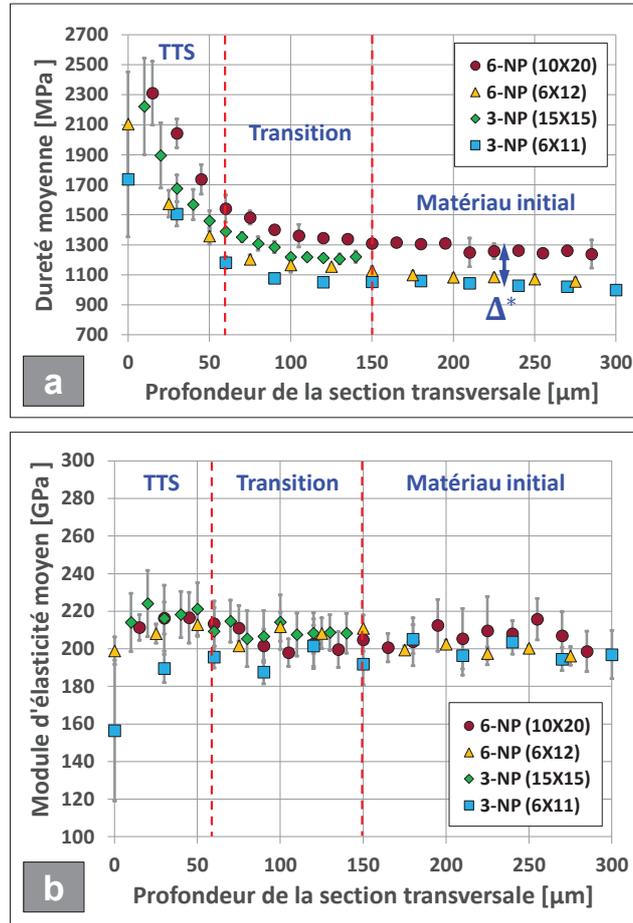


Figure 4.7 – Profils moyens de (a) dureté et (b) module d'élasticité en profondeur pour les différentes zones indentées sur les échantillons 6-NP et 3-NP.

En comparant tous les profils de dureté, il existe une forte réduction sur les premiers 150 μm jusqu'à la formation d'un plateau correspondant aux propriétés initiales du matériau (sans transformation microstructurale). Nous observons également que les profils de dureté présentent la même tendance. Cependant les mesures réalisées sur l'indenteur NHT² (matrices 10 x 20 et 15 x 15) et sur l'indenteur XP-MTS CSM (matrices 6 x 12 et 6 x 11) sont écartées d'environ $\Delta^* \approx 200 \text{ MPa}$ comme illustré sur la figure 4.7-a. Cette différence est due probablement au défaut de pointe ($h_o \approx 7 \text{ nm}$) qui n'a pas été considéré sur les essais réalisés sur le dispositif d'indentation NHT². Un état d'écroutissage différent, engendré par le grenailage ou par la préparation des échantillons, peut contribuer également sur cet écart de mesures. Concernant le module d'élasticité, cette propriété reste constante en profondeur avec

une valeur aux alentours de 210 GPa , ce qui est tout-à-fait comparable aux valeurs décrites dans la littérature [97, 142]. En général, une variation du module d'élasticité dans un matériau métallique peut s'expliquer par divers facteurs : (i) la variation de température [143], (ii) la porosité [142], (iii) les transformations des phases [143] ou (iv) les orientations cristallines. Compte tenu de l'homogénéité et de la pureté du fer- α utilisé ainsi que des aspects tridimensionnelles des sollicitations par indentation [137], il n'est pas étonnant que le module d'élasticité reste constant en profondeur malgré les fortes transformations microstructurales en sous-surface.

Éch. (matrice)	H_{max} [MPa]	H_{min} [MPa]	ΔH [%]	\bar{E} [GPa]
6-NP (10 x 20)	2310	1240	46.4	207
6-NP (6 x 12)	2110	1060	49.8	204
3-NP (15 x 15)	2220	1220	45.1	213
3-NP (6 x 11)	1740	1000	42.5	193

Tableau 4.1 – Comparaison des valeurs de dureté en extrême surface (H_{max}) et au coeur du matériau (H_{min}). Le pourcentage de réduction en dureté (ΔH), ainsi que le module d'élasticité moyen en profondeur (\bar{E}) sont également présentés pour chaque matrice d'indentation.

Sur le [tableau 4.1](#), une comparaison des valeurs de dureté en extrême surface et au coeur du matériau est présentée pour toutes les zones indentées. Nous observons que la dureté en extrême surface (H_{max}) est comprise entre environ 2100 et 2300 MPa . Il faut souligner que la dureté en extrême surface pour la matrice 6 x 11 ($H_{max} = 1740 MPa$) est probablement sous-estimée. Ceci est également visible sur la [figure 4.7-b](#) en considérant la faible valeur du module d'élasticité (160 GPa) obtenue pour ce même point. En revanche, les duretés au coeur du matériau (H_{min}) sont comprises entre 1000 et 1200 MPa , ce qui est semblable aux estimations faites sur le matériau sans transformation microstructurale (voir le paragraphe 3.3.2). La diminution de dureté (ΔH) est comprise entre 42 % et 50 % pour tous les échantillons. Le module d'élasticité moyen en profondeur (\bar{E}) reste près de la valeur théorique pour le fer- α : 210 GPa [97, 142]. En termes généraux, ces gradients mécaniques montrent une même tendance et une grande ressemblance. Ceci est en accord avec les similarités observées en transformation microstructurale pour tous les échantillons grenailés, malgré les différentes conditions de traitement utilisées : (i) taille de bille et (ii) recouvrement (voir le paragraphe 3.5.1).

Pour conclure, il est important de préciser que le gradient de dureté est présent non seulement sur la couche TTS, mais également sur la zone de transition. Par exemple, dans le cas de la matrice 10 x 20 (échantillon 6-NP), la dureté passe de 2310 MPa (H_{max}) en extrême surface à 1240 MPa (H_{min}) au coeur du matériau, ce qui représente une diminution totale

de 46.4 % (ΔH). Sur cette variation totale, 33.3 % de la réduction en dureté est faite sur les premiers 60 μm en profondeur, correspondant à la couche TTS. Les 13.1 % de réduction restantes sont atteints à une profondeur d'environ 150 μm , correspondant à la frontière entre la zone de transition et la microstructure non transformée. Ceci est illustré sur la [figure 4.7-a](#).

4.2.3 Caractérisation microstructurale des zones indentées

Après les tests d'indentation, une cartographie EBSD a été réalisée sur les zones correspondant aux essais. Parmi toutes les régions testées, seulement deux zones ont pu être correctement indexées par EBSD : les matrices 10 x 20 (*6-NP*) et 15 x 15 (*3-NP*). Ceci s'explique par une diminution de la qualité des clichés d'indexation en raison de la faible taille des grains en extrême surface et le fort état d'écroutissage en sous-surface. Les cartographies EBSD ont été produites avec un microscope JEOL JSM-6500F à 20 kV et un pas d'indexation de 0.3 μm (10 x 20) et 0.1 μm (15 x 15). Selon la taille de la zone indexée, ces pas d'acquisition ont été choisis afin d'avoir un temps d'acquisition raisonnable (30 heures environ) et de limiter la dérive du faisceau électronique. Comme mentionné précédemment, les deux surfaces ont été polies mécaniquement (avant les indentations) en suivant la gamme de polissage présentée dans le paragraphe 3.2.2.

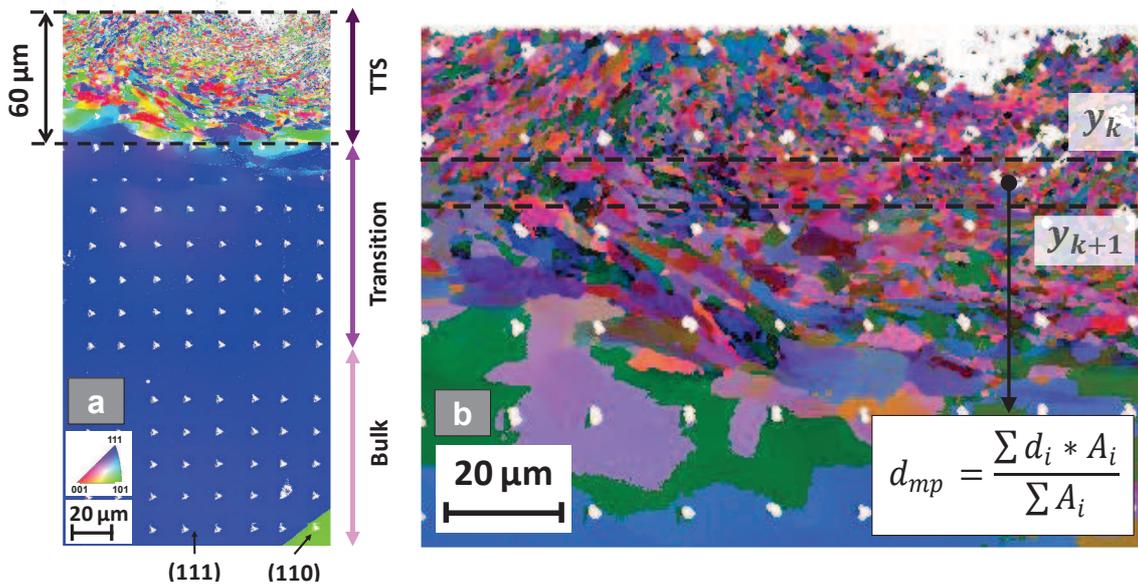


Figure 4.8 – (a) Cartographie EBSD (IPF) correspondante à la matrice d'indentation 10 x 20 (*6-NP*). La couche TTS illustrée en détail sur la figure *b* caractérise la méthode de calcul du gradient de taille de grain en profondeur (cartographie des grains).

La première cartographie (matrice 10 x 20 - *6-NP*) est présentée sur la [figure 4.8-a](#). Sur cette image, nous observons la présence des trois zones préalablement identifiées : (i) la zone TTS, (ii) la zone de transition et (iii) le matériau initial sans transformation. La zone TTS se caractérise par une épaisseur d'environ 60 μm et plusieurs grains bien définis de forme

équi-axiale. L'extrême surface est constituée de plusieurs grains sub-micrométriques avec des orientations cristallines très variées. Sur la zone de transition, la carte EBSD met en évidence une désorientation locale significative, néanmoins la déformation plastique n'est pas suffisante pour engendrer de nouveaux joints des grains [144]. Pour finir, la microstructure initiale sans transformation réapparaît en sous-surface à une profondeur d'environ $150 \mu m$. Vu la taille initiale des grains de fer- α ($250 \mu m$), la microstructure initiale au coeur du matériau apparaît sur la cartographie EBSD comme un mono-cristal. Les points blancs sur la cartographie EBSD représentent la matrice d'indentation faite sur la section transversale. Par ailleurs, les indentations du *bulk* ont été faites principalement sur une orientation cristalline (111), i.e. direction de chargement $\langle 111 \rangle$.

Le gradient de taille moyenne de grains en profondeur a été estimé uniquement sur la zone TTS de la cartographie EBSD, car la zone de transition n'a pas des joints de grains bien définis et le *bulk* est considéré comme un mono-cristal. La méthode employée pour estimer le gradient microstructural est illustrée sur la [figure 4.8-b](#). Sur cette image, la taille moyenne des grains est quantifiée sur différents intervalles de profondeur (entre y_k et y_{k+1}). Le diamètre moyen pondéré (d_{mp}) est estimé à partir des grains (d_i) placés sur le même intervalle, en tenant compte de la proportion d'aire occupée par chaque grain (A_i) par rapport à la superficie totale des grains considérés (ΣA_i). Pour cette cartographie, la taille d'intervalle utilisée est de $6 \mu m$. Le gradient résultant est illustré sur la [figure 4.9](#). Sur la zone caractérisée, la microstructure évolue en allant d'une taille moyenne de $0.76 \mu m$ jusqu'à une taille de $5.82 \mu m$ vers la limite de la zone TTS (à $60 \mu m$ de l'extrême surface). Le ratio de taille entre les grains en extrême surface ($0.76 \mu m$) et les grains initiaux ($250 \mu m$) est d'environ 330.

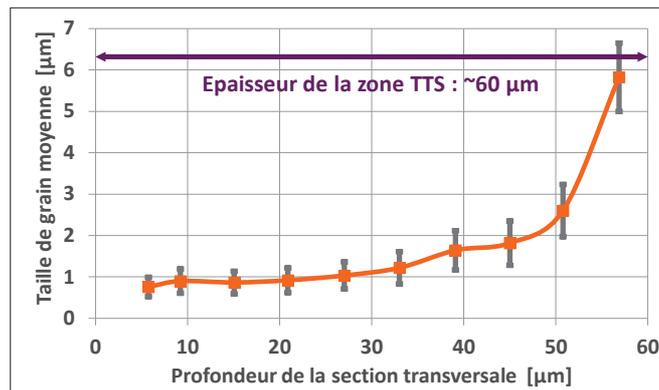


Figure 4.9 – Gradient de taille moyenne de grain (pondérée) sur la couche TTS en fonction de la distance à l'extrême surface.

Concernant la zone d'indentation de la matrice 15×15 (β -NP), la cartographie EBSD révèle une couche TTS plutôt hétérogène et de faible épaisseur : entre 30 et $40 \mu m$ (voir [figure 4.10-a](#)). Les désorientations locales présentées sur la [figure 4.10-b](#) montrent la formation de

jointes de grains ($\theta > 15^\circ$) à l'intérieur de la couche TTS, tandis que les sous-joints des grains ($\theta > 2^\circ$) sont plutôt présents vers la zone de transition. Le gradient de taille moyenne de grain (couche TTS) est présenté sur la [figure 4.10-c](#). A la différence du gradient de la première cartographie ([figure 4.9](#)), la taille des grains évolue deux fois plus vite en raison de la faible épaisseur de la zone transformée. Néanmoins, la taille des grains est du même ordre : $0.86 \mu\text{m}$ en extrême surface et $5.2 \mu\text{m}$ à la fin de la zone TTS.

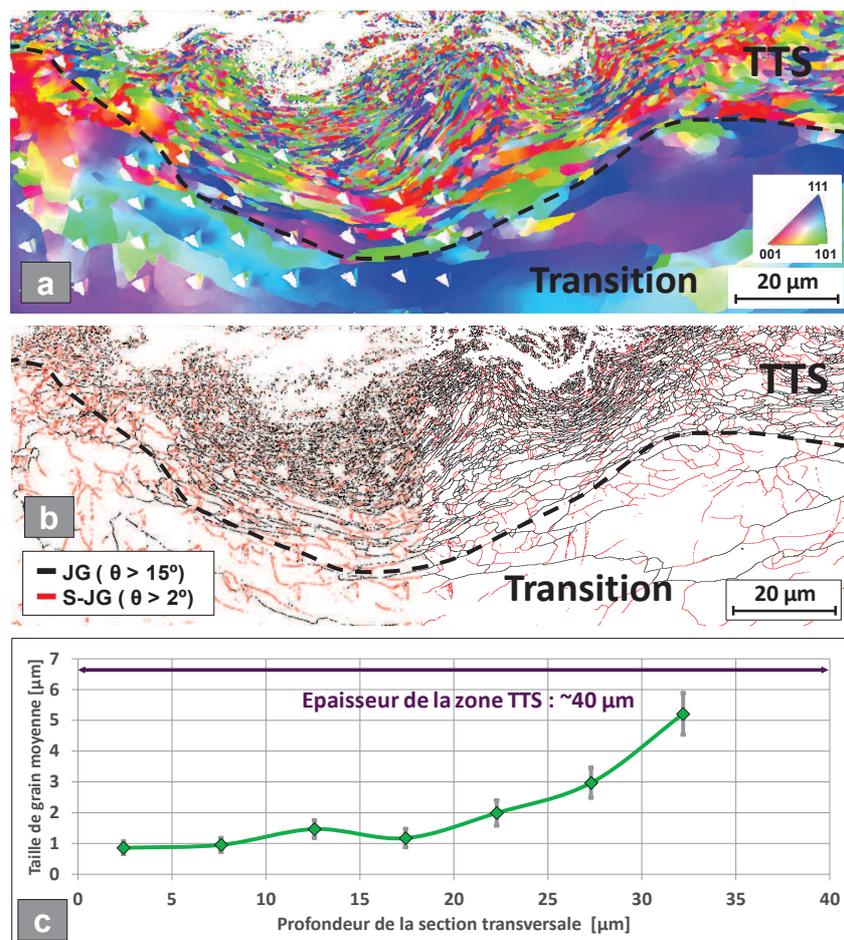


Figure 4.10 – Cartographie EBSD correspondant à la matrice d’indentation 15×15 de l’échantillon 3-NP : (a) IPF et (b) joints et sous-joints de grains. Le gradient de taille moyenne de grains (pondérée) en fonction de la profondeur est illustré sur la figure c.

Il est intéressant de voir que les indentations sur une même profondeur (points blancs) ne correspondent pas forcément au même type de microstructure. En effet, plusieurs empreintes de la même ligne d’indentation (isovaleur Y) sont placées sur différentes régions de la sous-surface (couche TTS et zone de transition). Vu l’hétérogénéité de cette zone, seuls les gradients mécanique et microstructural de la matrice 10×20 (6-NP) seront pris en compte pour évaluer l’effet Hall-Petch induit en sous-surface. Ceci sera discuté par la suite.

4.3 Gradients mécaniques par micro-compression

4.3.1 Caractérisation micro-structurale de la surface d'intérêt

L'échantillon *3-NP* a été choisi pour cette étude. Une cartographie EBSD en sous-surface permet de voir la distribution de taille de grain caractéristique en extrême surface (voir la [figure 4.11-a](#)). Cette cartographie a été produite dans un microscope Tescan Lyra3 avec un pas d'indexation de 120 nm . L'historgramme de la [figure 4.11-b](#) montrent que 92 % des grains placés entre l'extrême surface et une profondeur de $28\ \mu\text{m}$ possèdent un diamètre inférieur à $2\ \mu\text{m}$ et au moins 55 % des grains ont une taille sub-micrométrique ($d < 1\ \mu\text{m}$). De même, l'historgramme de la [figure 4.11-c](#) montre que 73 % des grains placés entre le bord de la surface et une profondeur de $54\ \mu\text{m}$ possèdent une taille de grain inférieur à $3\ \mu\text{m}$. La taille moyenne des grains pour chaque zone évaluée est de $0.56\ \mu\text{m}$ (jusqu'à $28\ \mu\text{m}$) et $0.67\ \mu\text{m}$ (jusqu'à $54\ \mu\text{m}$). Les statistiques sont tout-à-fait semblables aux analyses microstructurales des zones indentées sur les échantillons *6-NP* et *3-NP* (paragraphe 4.2.3).

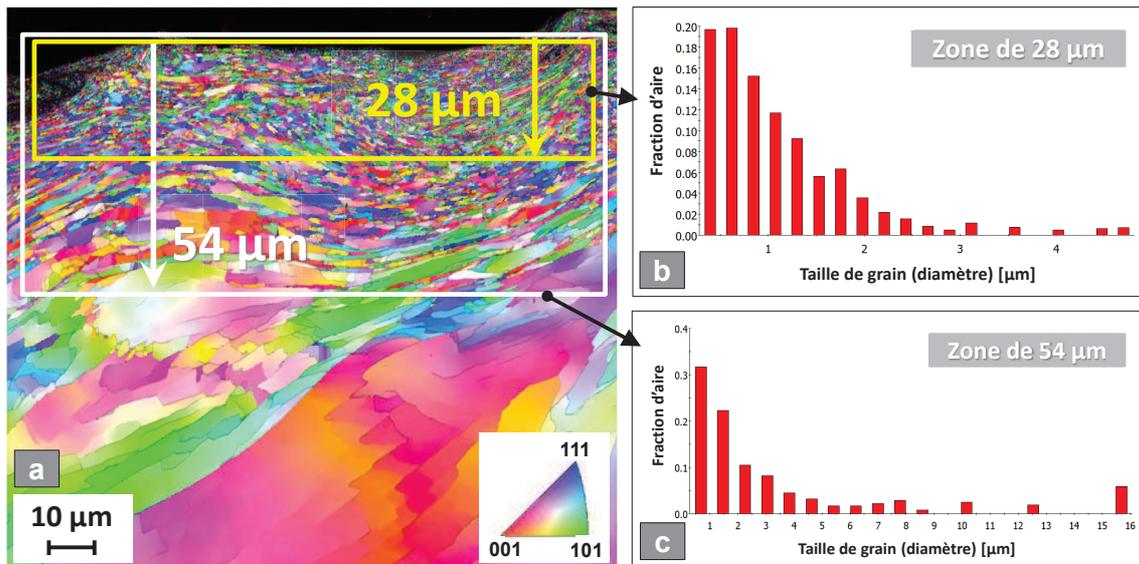


Figure 4.11 – (a) Cartographie EBSD de l'extrême surface de l'échantillon *3-NP*. Sur cette zone représentative, deux analyses statistiques (histogrammes) sont faites entre le bord de la surface et une profondeur de (b) $28\ \mu\text{m}$ et (c) $54\ \mu\text{m}$.

4.3.2 Fabrication de micro-piliers sur l'échantillon grenailé

Deux micro-piliers ont été fabriqués sur la section transversale de l'échantillon *3-NP* : un pilier sur la zone TTS et un pilier au coeur du matériau sans transformation microstructurale. La [figure 4.12](#) présente la microstructure en sous-surface avant la fabrication de piliers. Le cadre sur cette image représente l'endroit choisi pour élaborer le micro-pilier de la zone TTS.

Le pilier correspondant à la microstructure initiale du matériau est fabriqué en bas du pilier TTS à environ $350 \mu m$ de l'extrême surface.

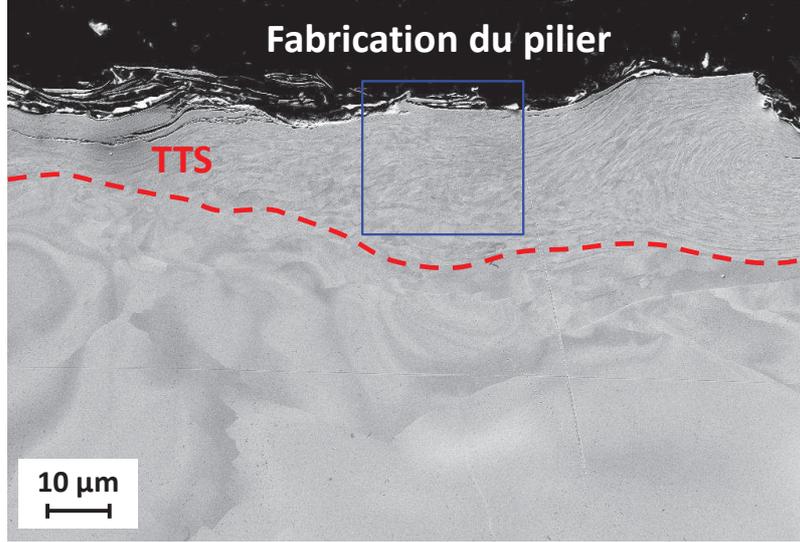


Figure 4.12 – Image MEB (par électrons rétro-diffusés) de la région en sous-surface où les piliers TTS et *bulk* ont été fabriqués.

Pilier	Paramètre	Ét. 1	Ét. 2	Ét. 3	Ét. 4	Finition
TTS	D_{ext} [μm]	39.5	31.5	21.5	14.2	10.5
	D_{in} [μm]	29.1	19.7	12.4	10.0	9.5
	I [nA]	6.5	13	6.5	3	0.7
<i>Bulk</i>	D_{ext} [μm]	40.2	19	19	—	7
	D_{in} [μm]	17.8	7	6.5	—	5.5
	I [nA]	13	6.5	6.5	—	0.7

Tableau 4.2 – Étapes d'usinage des piliers TTS et *bulk*. Les dimensions des anneaux d'usinage (D_{ext} et D_{in}) et le courant FIB (I) sont indiqués pour chaque étape. La vitesse d'usinage pour chaque étape est de l'ordre de $0.275 \mu m^2/nA/s$.

Les deux micro-piliers ont été usinés avec une sonde ionique focalisée (en anglais, *focused ion beam* - FIB) produite avec une source de gallium dans un microscope Zeiss NVision40. La sonde de gallium est utilisée à 30 kV et avec plusieurs courants (entre 13 nA et 700 pA) selon chaque étape de fabrication. La vitesse d'usinage pour les différentes étapes est d'environ $0.275 \mu m^2/nA/s$. Les piliers sont usinés en réduisant progressivement le diamètre et le courant électrique à chaque étape [111, 123, 124]. Les conditions d'usinage sont résumées sur le [tableau 4.2](#) pour toutes les phases de fabrication. Ces étapes sont également illustrées sur les [figures 4.13-a,b](#). Les sections trapézoïdales usinées en face de chaque pilier permettent d'améliorer l'observation des tests de compressions *in situ*.

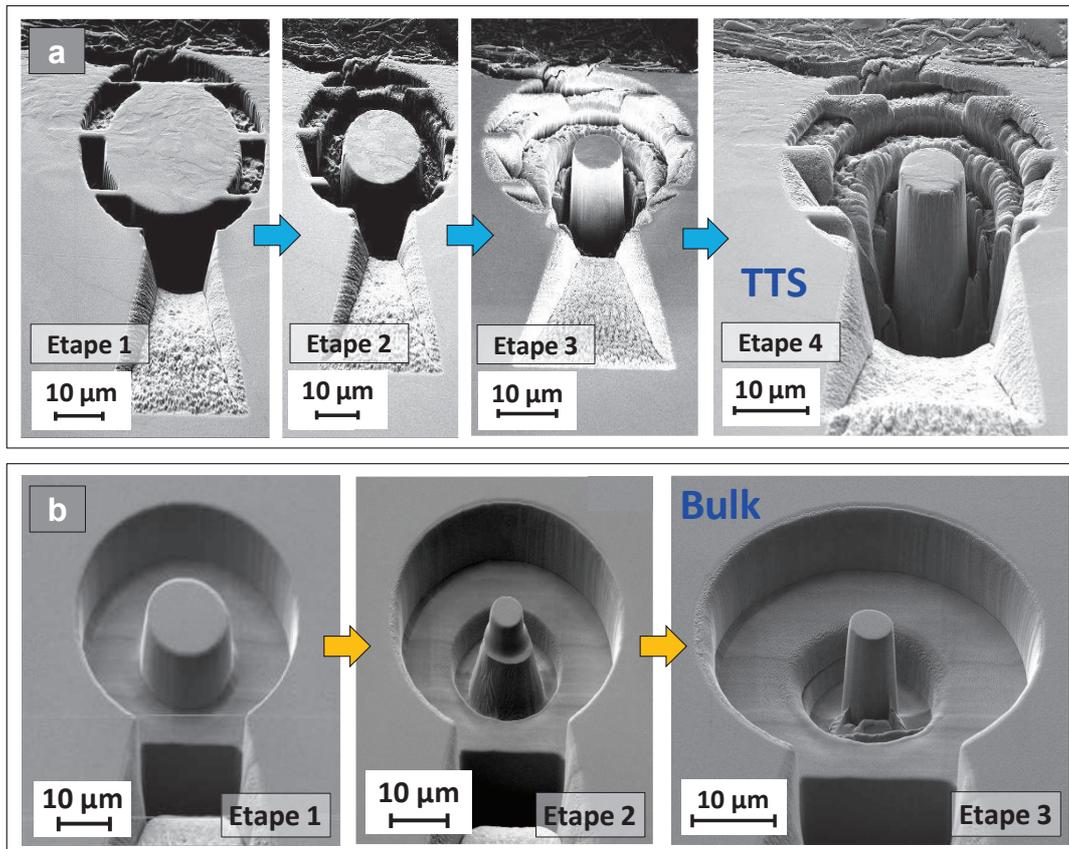


Figure 4.13 – Étapes de fabrication des piliers sur (a) la couche TTS et (b) au cœur du matériau (*bulk*). Les conditions d’usinage sont détaillées sur le [tableau 4.2](#).

Une observation plus globale des piliers fabriqués est présentée sur la [figure 4.14-a](#). Sur cette image nous observons que le pilier *bulk* a été fabriqué au milieu d’un grain d’orientation cristalline (225) par rapport à la direction de chargement (normale à la surface). Les piliers résultants sont détaillés sur les [figures 4.14-b,c](#). Les ratios géométriques des piliers TTS et *bulk* sont respectivement 2.6 (24.0 µm de hauteur et 9.3 µm de diamètre) et 1.9 (10.4 µm de hauteur et 5.4 µm de diamètre). Les deux piliers ont une forme légèrement conique avec des angles de 2.5° (TTS) et 4.5° (*bulk*) par rapport à l’axe de symétrie. Le pilier TTS est placé à 15 µm de l’extrême surface, ce qui correspond à une taille de grain moyenne de l’ordre de 1 µm. En effet, les analyses statistiques préalables montrent une taille sub-micrométrique (0.6 µm en moyenne) pour les premiers 30 µm de la couche TTS (paragraphe 4.2.3) et un diamètre moyen de 1.2 µm à une profondeur de 15 µm (paragraphe 4.3.1). C’est à dire que le pilier TTS est formé d’un matériau polycristallin avec 8 à 15 grains le long de son diamètre.

Les micro-compressions *in situ* sont réalisés avec un indenteur Alemnis [132] à l’intérieur d’un MEB. Ces essais ont été réalisés en collaboration avec l’EMPA de Thoune en Suisse. Un schéma représentatif des essais est illustré sur la [figure 4.15-a](#). L’indenteur et le porte-

échantillon ont une inclinaison de 21.2° par rapport à l'axe de vision du MEB, permettant d'observer la déformation des piliers tout au long des compressions. Les piliers TTS et *bulk* sont illustrés sur les figures 4.15-b,c quelques instants avant le positionnement de l'indenteur sur l'axe de compression. Chaque compression est faite avec un poinçon plat de $15\ \mu\text{m}$ de diamètre et une vitesse de déformation de $0.03\ \text{mm/s}$ lors du chargement.

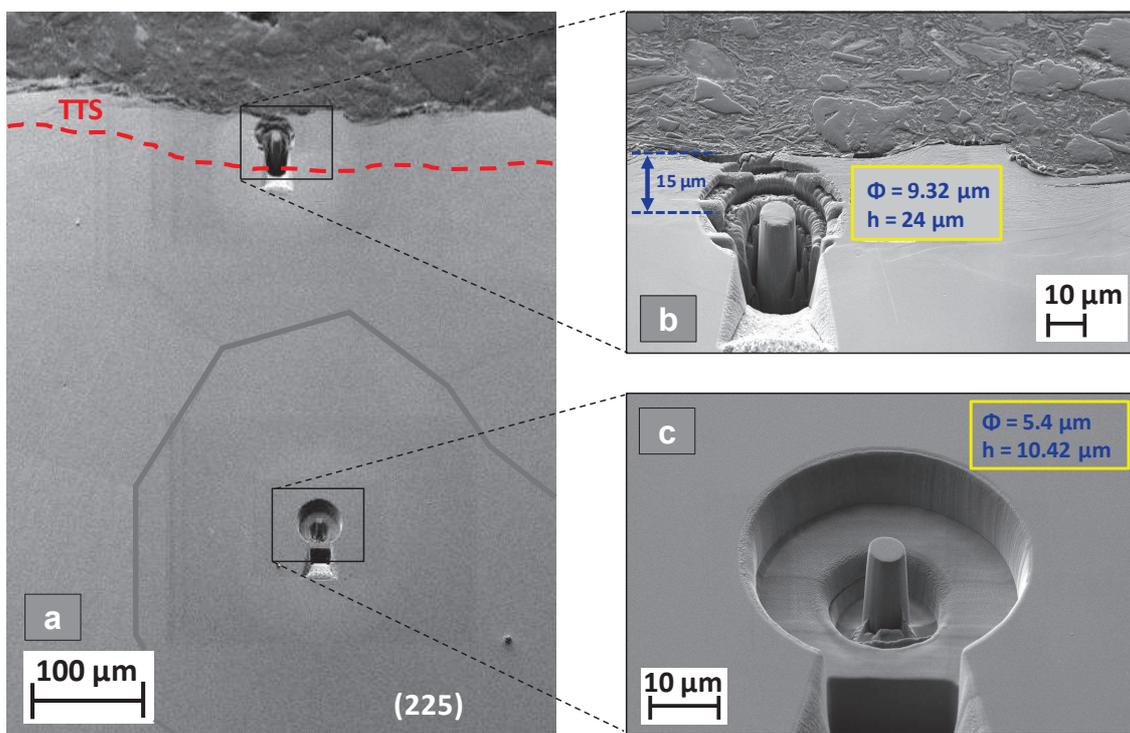


Figure 4.14 – (a) Observation globale de l'échantillon *3-NP* montrant les piliers fabriqués sur deux zones de microstructures différentes : (b) pilier TTS et (c) pilier au coeur du matériau (*bulk*).

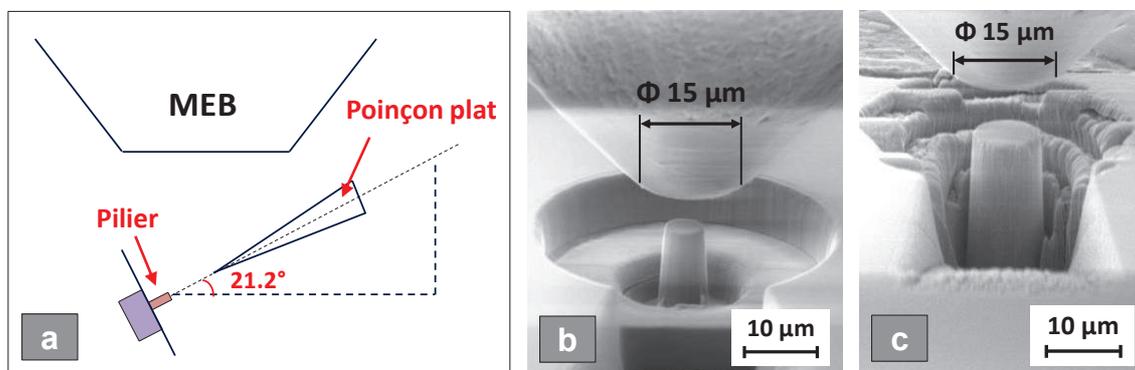


Figure 4.15 – (a) Schéma représentatif de l'indenteur de compression *in situ*. Les piliers (b) TTS et (c) *bulk* sont illustrés avec le poinçon plat de $15\ \mu\text{m}$ de diamètre utilisé lors des compressions.

4.3.3 Résultats de micro-compression : gradients de propriétés mécaniques

Les résultats de micro-compressions sont présentés sur la [figure 4.16](#). Sur ces images, le pilier TTS ([figures 4.16-a,b,c](#)) présente une déformation plutôt homogène en raison de sa nature polycristalline. En revanche, le pilier placé au coeur du matériau ([figures 4.16-d,e,f](#)) se déforme dans un plan de glissement bien défini, tel qu'il est indiqué par les flèches blanches sur les images. Cette réponse mécanique est tout-à-fait typique des mono-cristaux, où les systèmes de glissement préférentiels sont les seuls qui peuvent être activés. La déformation de ce pilier est du même genre que celle des compressions précédentes sur la microstructure initiale du fer- α (voir paragraphe 3.3.2).

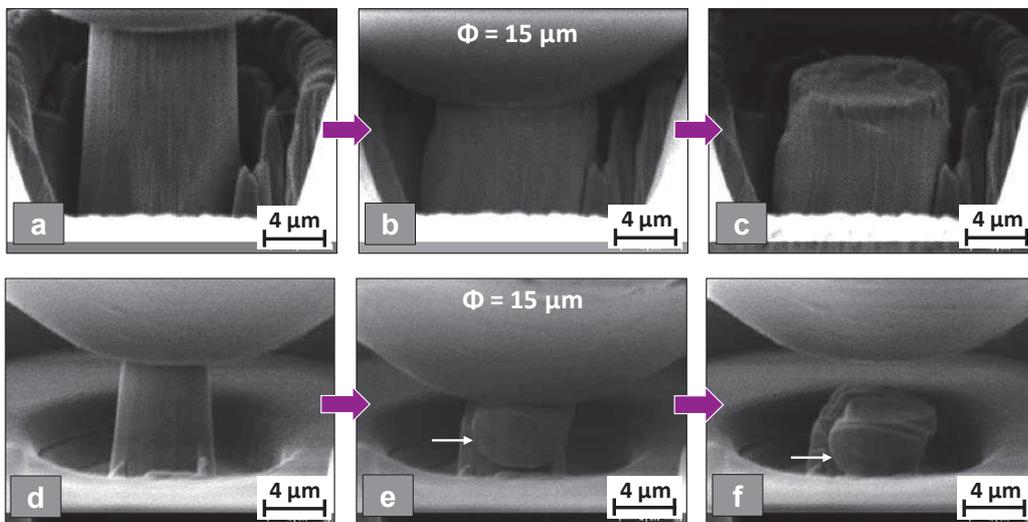


Figure 4.16 – Essais de compression des micro-piliers placés sur (*a, b, c*) la couche TTS et (*d, e, f*) au coeur du matériau initial avec un poinçon plat de $15 \mu\text{m}$ de diamètre.

Les courbes de compression (*contrainte - déformation*) résultantes sont illustrées sur la [figure 4.17](#). Ces courbes sont obtenues avec la méthode de dépouillement présentée sur le paragraphe 2.4.4. La courbe du pilier *bulk* est la seule à présenter un incrément de la contrainte par écrouissage, phénomène qui ne se produit pas sur le pilier TTS car l'extrême surface a probablement déjà été suffisamment écrouie lors du traitement mécanique. Sur ces courbes, les contraintes à 8 % de déformation ($\sigma_{0,08}$) sont de l'ordre de 700 MPa (pilier TTS) et de 300 MPa (pilier *bulk*), ce qui correspond à une réduction en profondeur de la sous-surface d'environ 57.1 %. La contrainte $\sigma_{0,08}$ pour le pilier *bulk* est en accord avec les essais de micro-compression précédemment réalisés sur le fer- α sans transformation microstructurale (paragraphe 3.3.2). En effet, la contrainte $\sigma_{0,08}$ correspond à la contrainte représentative associée à l'indentation Berkovich. Ceci permettra de faire une comparaison entre les mesures obtenues par les deux essais mécaniques (indentation et micro-compression) à la fin du chapitre : paragraphe 4.4.1.

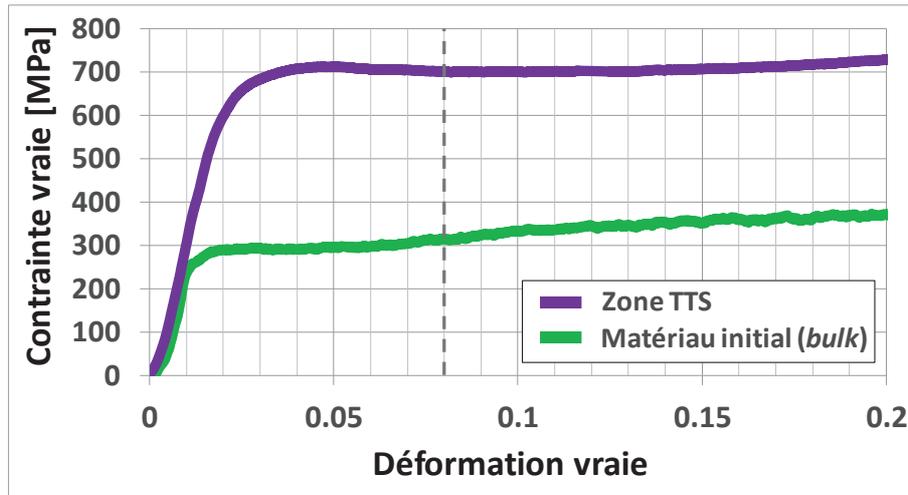


Figure 4.17 – Courbes de compression des piliers de la zone TTS et *bulk*.

Pour ces essais de compression, la contrainte à 8 % de déformation ($\sigma_{0.08}$) est assez proche de la valeur correspondante à la limite d'élasticité (σ_y). Cependant, pour la plupart des métaux un essai classique de micro-compression ne permet pas d'estimer correctement la limite d'élasticité du matériau. En effet, la plasticité des métaux à l'échelle micrométrique est atteinte à une déformation tellement faible, que le moindre désalignement sur l'axe de compression entre le pilier et l'indenteur provoquerait une mesure aberrante de la limite élastique. En revanche, une fois que la zone plastique est atteinte, les valeurs mesurées sont assez fiables car l'ordre de déformation est beaucoup plus important ; d'où l'intérêt de mesurer la contrainte à 8 % de déformation. Par exemple, si le module d'élasticité est mesuré à partir des courbes de la [figure 4.17](#), la valeur estimée serait significativement en dessous de la valeur réelle du fer- α (210 *GPa*).

4.4 Discussion

4.4.1 Nano-indentation vs Micro-compression

Les gradients mécaniques quantifiés par les deux types d'essais micro-mécaniques révèlent un incrément significatif sur les surfaces transformées des échantillons grenailés (*6-NP* et *3-NP*). Les tests de nano-indentation et micro-compression montrent une augmentation de propriétés mécaniques en extrême surface d'environ deux fois les propriétés au coeur du matériau initial : 46 % en moyenne pour les essais d'indentation et 57 % pour les essais de compression.

Les gradients mécaniques mesurés par les deux techniques sont semblables non seulement dans la proportion d'incrément mais également au niveau quantitatif. Pour comparer les résultats obtenus, nous considérons le rapport expérimental entre la dureté (H) et la limite

élastique (point représentatif $\sigma_{0.08}$ [71]) proposé par Tabor pour les matériaux métalliques : $H/\sigma_{0.08} \approx 3$ [67, 69, 71]. Les zones polycristallines (TTS) testées sur les différents échantillons présentent un ratio moyen de 3.16 (voir ratios dans le [tableau 4.3](#)), lequel est en bon accord avec cette relation expérimentale. De même, les ratios estimés pour les zones non-transformées en sous-surface (*bulk*) suggèrent également un rapport mécanique raisonnable entre les duretés et la limite élastique estimée localement. Cependant, ces dernières valeurs sont relativement éloignées du ratio attendu ($H/\sigma_{0.08} \approx 3$), avec des rapports compris entre 3.33 et 4.13. Ceci correspond à des valeurs de dureté beaucoup plus élevées par rapport aux estimations de la contrainte représentative équivalente ($\sigma_{0.08}$).

TTS	H_{TTS} [MPa]	$\sigma_{0.08-TTS}$ [MPa]	Ratio $H/\sigma_{0.08}$
<i>6-NP</i> (10 x 20)	2310	700	3.30
<i>6-NP</i> (6 x 12)	2110		3.01
<i>3-NP</i> (15 x 15)	2220		3.17
Bulk	H_{bulk} [MPa]	$\sigma_{0.08-bulk}$ [MPa]	Ratio $H/\sigma_{0.08}$
<i>6-NP</i> (10 x 20)	1240	300	4.13
<i>6-NP</i> (6 x 12)	1060		3.52
<i>3-NP</i> (15 x 15)	1220		4.07
<i>3-NP</i> (6 x 11)	1000		3.33

Tableau 4.3 – Rapports entre les duretés mesurées par indentation et les contraintes estimées par micro-compression de piliers (à 8 % de déformation) : $H/\sigma_{0.08}$. Les duretés pour chaque échantillon proviennent du [tableau 4.1](#), où $H_{TTS} = H_{max}$ et $H_{bulk} = H_{min}$. La dureté moyenne en extrême surface (TTS) de la matrice d'indentation 6 x 11 (*3-NP*) n'est pas prise en compte car cette mesure est aberrante : $H = 1740\text{MPa}$ et $E = 160\text{GPa}$.

Dans une première approche, il pourrait être présumé que la dissimilitude entre propriétés mécaniques mesurées sur la région *bulk* provient des différentes orientations cristallines entre les zones testées par indentation et par micro-compression. Par exemple, en considérant le cas de la matrice d'indentation 10 x 20 (*6-NP*), les indentations au coeur du matériau sont faites principalement avec une direction de chargement $\langle 111 \rangle$ ([figure 4.8-a](#)), tandis que l'essai de compression *bulk* est fait dans une direction $\langle 225 \rangle$ ([figure 4.14-a](#)). En comparant les facteurs de Schmid maximaux pour ces directions de chargement ($m_{\langle 111 \rangle} = 0.314$ et $m_{\langle 225 \rangle} = 0.433$), la zone indentée semblerait 1.38 fois ($m_{\langle 225 \rangle}/m_{\langle 111 \rangle}$) plus résistante mécaniquement que la zone testée par micro-compression. Ceci est cohérent avec les valeurs indiquées précédemment sur le [tableau 4.3](#) : $\sigma_{\langle 111 \rangle}/\sigma_{\langle 225 \rangle} = 1.37$. Pourtant, cette interprétation doit être prise avec précaution, car les tests d'indentations peuvent activer simultanément plusieurs systèmes de glissement dans un mono-cristal en raison de la nature multi-axiale du chargement [137].

Des auteurs comme Vlassack et Nix [145] ont montré que la dureté et la limite élastique mesurées par indentation n'ont pas une variation très significative par rapport à l'orien-

tation de chargement d'un mono-cristal. A partir de plusieurs analyses expérimentales et numériques, ils ont observé une faible anisotropie en dureté (moins du 13 %) et en module d'élasticité (entre 10 % et 25 %) sur divers matériaux de structure cubique : cuivre, laiton- β , aluminium et tungstène. Ces résultats suggèrent que la dureté estimée dans un mono-cristal correspond à une mesure moyenne du comportement mécanique de tous les systèmes de glissement activés en même temps [137, 146]. De même, ils affirment que l'interaction des divers plans de glissement activés peut entraîner une surestimation des propriétés mécaniques en dureté par rapport à celles quantifiées dans la base de la limite élastique (σ_y) [145].

Selon l'analyse précédente, il est possible que les différences rencontrées entre les mesures de dureté et de limite d'élasticité au coeur du matériau soient liées plutôt à la nature des sollicitations mécaniques par indentation et par micro-compression. En effet, les résultats obtenus par ces deux méthodes sur la couche TTS sont très proches car le matériau sollicité est polycristallin. En revanche, les résultats sur les zones mono-cristallines (*bulk*) sont très sensibles aux effets de plasticité engendrés localement par deux types de charges différentes : uni-axial (micro-compression) et multi-axial (indentation). Malgré les différences obtenues en termes de propriétés mécaniques du *bulk*, les résultats mesurés par les deux techniques restent très cohérents et montrent une même tendance.

Pour conclure, les résultats correspondant au pilier TTS montrent un écrouissage négligeable sur la courbe de compression (figure 4.17). Vu la taille des grains en extrême surface, ceci peut être en lien avec une déformation pilotée principalement par l'interaction entre joints de grains [147] au lieu des interactions entre dislocations ($\tau = \alpha Gb\sqrt{\rho}$) [148]. Par ailleurs, l'effet de taille dans les piliers n'a pas été pris en considération car leurs diamètres ne sont pas d'ordre sub-micrométrique ($d < 1\mu m$) : critère qui est souvent mis en évidence dans la littérature [112, 121, 127].

4.4.2 Relation de dureté et taille de grain : effet Hall-Petch

La diminution des propriétés mécaniques en profondeur est étroitement liée à l'évolution microstructurale en sous-surface. Afin de mieux comprendre la corrélation entre les deux, les gradients mécaniques sont mis en lien avec les évolutions de la taille des grains sur les surfaces grenillées. Tel qu'il a été mentionné dans le paragraphe 4.2.3, les données en dureté et distribution de taille de grain pour l'échantillon 6-NP (10 x 20) sont employées pour faire cette analyse. Ceci est représenté sur la figure 4.18, où la dureté moyenne en profondeur (figure 4.7-a) est mise en fonction du gradient de la taille de grain obtenue pour la même sous-surface (figure 4.9).

Ce graphique illustre une réduction linéaire de la dureté (à l'échelle logarithmique) lorsque la taille moyenne de grain augmente. Pour un diamètre de grain supérieur à 6 μm , correspondant à une profondeur de 60 μm , la zone de transition est atteinte et cette tendance linéaire

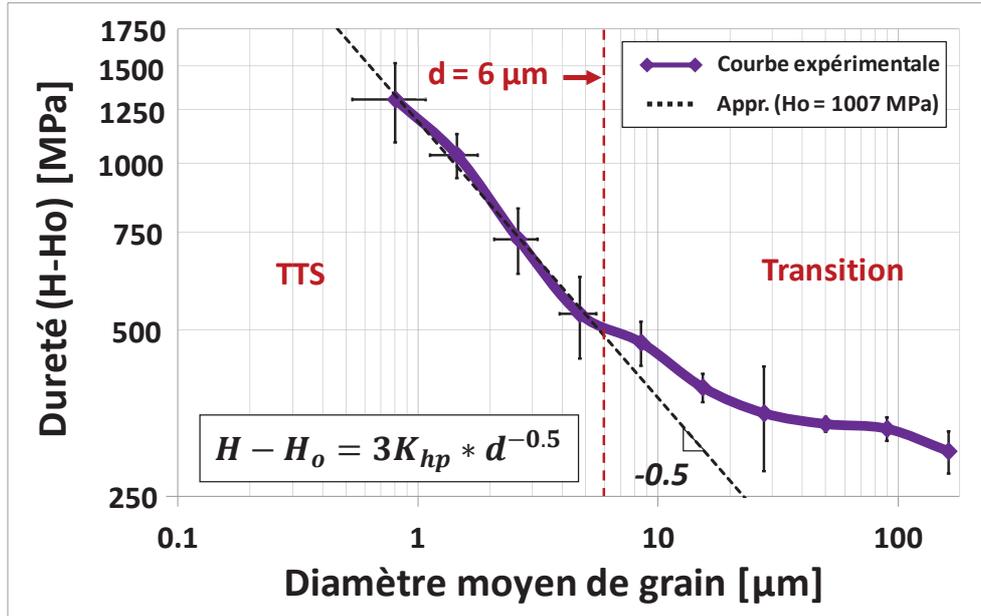


Figure 4.18 – Représentation de la loi de puissance correspondante au gradient de dureté (dureté relative : $H - H_o$) en fonction du gradient de taille moyenne de grain (d) sur la même sous-surface (6-NP - 10 x 20) : effet Hall-Petch.

disparaît progressivement. Vu que les grains ne sont pas très bien définis sur la zone de transition, la corrélation des données par effet Hall-Petch perd toute sa validité. C'est pourquoi, la partie de la courbe tracée sur la zone de transition correspond en réalité à une extrapolation de la taille des grains en extrême surface, de façon à pouvoir observer la réduction de dureté produite au delà de la couche TTS. En effet, la diminution de dureté sur la zone de transition peut être plutôt liée aux gradients de densité de dislocations et de désorientations locales en profondeur (sous-joints de grains observés par exemple sur la [figure 4.10-b](#)) [47,149]. Une approximation de la courbe est faite sur la zone TTS avec l'équation de Hall-Petch : $H - H_o = 3K_{hp}d^{-0.5}$, où K_{hp} est une constante du matériau, H_o est la dureté caractéristique du matériau et d représente la taille moyenne de grains [150]. L'approximation résultante (ligne noire pointillée) est caractérisée par les constantes suivantes : $H_{o-Appr} \approx 1007 \text{ MPa}$ et $K_{hp-Appr} \approx 400 \text{ MPa}\mu\text{m}^{0.5}$.

Les mêmes données de dureté et de taille de grains sont retracées sur le graphique de la [figure 4.19](#) afin de les comparer à l'approximation obtenue expérimentalement (droite noire pointillée) avec le modèle proposé dans la littérature pour le fer- α (droite bleue) [151,152]. Les deux lignes correspondent à l'équation $H = H_o + 3K_{hp}d^{-0.5}$, étant $K_{hp-F/Z} = 480 \text{ MPa}\mu\text{m}^{0.5}$ et $H_{o-F/Z} = 300 \text{ MPa}$ les paramètres du modèle expérimental de Fu et al. [151] et Zhao et al. [152]. Ces auteurs affirment également que la tendance linéaire pour la relation Hall-Petch disparaît lorsque la taille de grain s'approche des valeurs nanométriques ($d < 100 \text{ nm}$). Pour

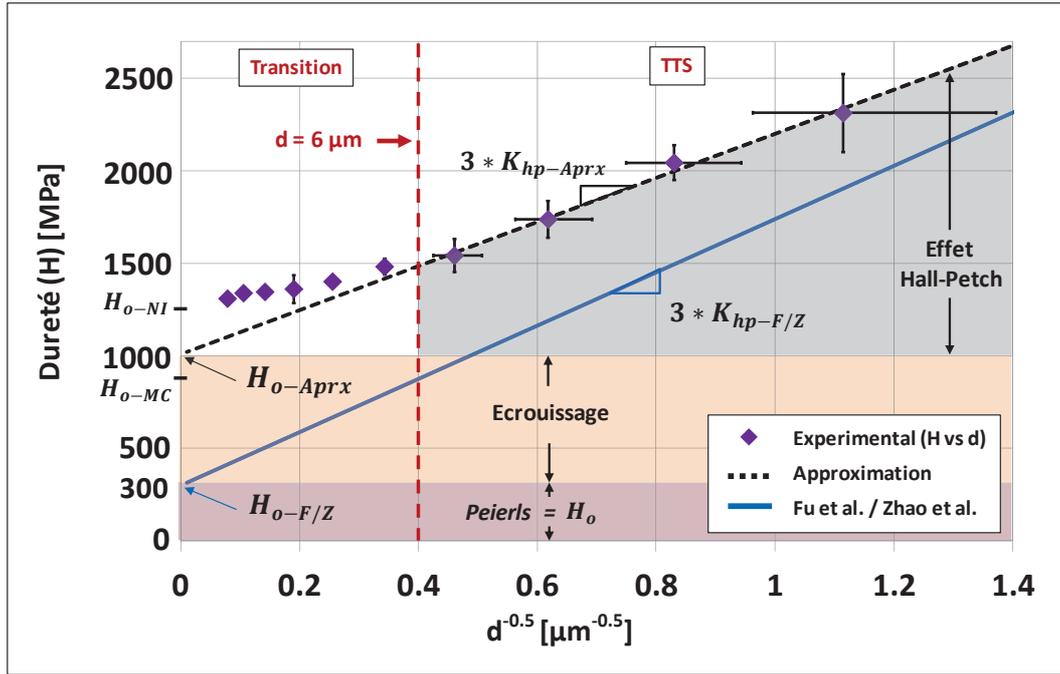


Figure 4.19 – Comparaison de l’effet Hall-Petch mesuré sur l’échantillon 6-NP et celui du modèle présenté par Fu et al. [151] et Zhao et al. [152]. Les lignes droites correspondent à l’équation $H = H_o + 3K_{hp}d^{-0.5}$, avec $H_{o-APrx} \approx 1007$ MPa et $K_{hp-APrx} \approx 400$ MPa $\mu\text{m}^{0.5}$ pour l’approximation, et $H_{o-F/Z} = 300$ MPa et $K_{hp-F/Z} = 480$ MPa $\mu\text{m}^{0.5}$ pour le modèle. Les valeurs de H_{o-NI} et H_{o-MC} sont respectivement 1240 MPa et 900 MPa.

ce genre de cas, la pente de l’équation ($K_{hp-F/Z}$) évolue d’une valeur aux alentours de 480 MPa $\mu\text{m}^{0.5}$ vers une valeur de l’ordre de 210 MPa $\mu\text{m}^{0.5}$. Considérant la taille moyenne des grains de la couche TTS (0.76 μm), la constante $K_{hp-APrx}$ (400 MPa $\mu\text{m}^{0.5}$) estimée pour le fer- α est tout-à-fait en accord avec la constante proposée dans la littérature ($K_{hp-F/Z} = 480$ MPa $\mu\text{m}^{0.5}$) [151]. Ceci est constaté en comparant la pente de chacune des droites sur le graphique de la [figure 4.19](#). La divergence entre ces valeurs peut être en lien avec la présence des grains sub-micrométriques (environ 100 à 300 nm), entraînant une diminution de la pente (K_{hp}) vers un régime nanométrique ($d < 100$ nm).

La différence la plus significative entre les deux droites de la [figure 4.19](#) correspond notamment au point d’intersection avec l’axe vertical (y), i.e. la valeur caractéristique H_o . Cette valeur représente le comportement mécanique associé aux interactions et aux mouvements de dislocations lors de la déformation plastique. Certains auteurs affirment que cette valeur correspond à l’effet combiné de la contrainte de Peierls et l’écrouissage produit par l’incrément de dislocations [45]. Considérant que la dureté associée à la contrainte de Peierls pour le fer- α est de l’ordre de 334 MPa ($H_p \approx 3\sigma_p$) [38], il est possible d’imaginer que la dureté caractéristique du modèle de Fu et al. et Zhao et al. ($H_{o-F/Z}$) [151,152] ne prenne pas en

compte l'effet de durcissement par interaction de dislocations. En d'autres termes, l'écart entre les deux constantes ($H_{o-Apprx}$ et $H_{o-F/Z}$) est essentiellement lié à l'érouissage préexistant sur le matériau initial et/ou induit par le traitement de surface. Ceci sera approfondi sur le paragraphe 5.5.2 du cinquième chapitre.

En résumé, le diagramme de la [figure 4.19](#) présente les différents effets mécaniques et microstructuraux associés au gradient de dureté induit en sous-surface par traitement mécanique. La première région du graphique (H_o) représente les propriétés initiales d'un fer- α quasi-libre d'interactions entre dislocations. Ensuite, la deuxième zone (*Érouissage*) représente l'augmentation de propriétés mécaniques en raison de l'incrément de densité de dislocations par déformation plastique, ainsi que des dislocations initialement présentes dans le matériau (*Statistically Stored Dislocations* - SSD) [78]. La dernière région (*Effet Hall-Petch*) correspond à l'augmentation de propriétés mécaniques induite par la réduction de la taille des grains, correspondant au terme $3K_{hp}d^{-0.5}$ de l'équation Hall-Petch. Dans ce cas particulier, l'effet Hall-Petch est limité jusqu'à une taille de grain de l'ordre de $6 \mu m$, correspondant à la frontière entre la couche TTS et la zone de transition.

Il est intéressant de voir que la valeur estimée pour $H_{o-Apprx}$ est du même ordre de grandeur que celles du [tableau 4.3](#) pour le matériau non-transformé (*bulk*). Dans ce cas particulier, la valeur obtenue est comprise entre la dureté estimée par indentation ($H_{o-NI} \approx 1240 MPa$) et la dureté équivalente à la contrainte mesurée par micro-compression ($H_{o-MC} \approx 3 * 300MPa = 900MPa$) [153, 154]. La divergence entre valeurs est due probablement à la nature des sollicitations de chaque essai mécanique, tel qu'il a été discuté précédemment sur le paragraphe 4.4.1 [145]. Cependant, il est possible que les différences de propriétés mécaniques soient également associées aux divers niveaux de densités de dislocations engendrés sur les différentes zones et échantillons explorés. Par exemple, la cartographie EBSD correspondante à la matrice d'indentation 15 x 15 ([figure 4.10-a](#)) montre une couche TTS très hétérogène et de faible épaisseur, pourtant le gradient de dureté est du même ordre que les autres zones explorées ([figure 4.7-a](#)). Tenant compte des mécanismes impliqués sur la transformation microstructurale (interaction de dislocations) il est judicieux de considérer d'autres facteurs microstructuraux qui peuvent jouer un rôle aussi important dans l'augmentation de propriétés mécaniques. Ceci sera un des sujets abordés dans le chapitre suivant (chapitre 5), où les différentes contributions microstructurales dans le durcissement de surfaces seront quantifiées et analysées.

Pour conclure, il reste la question de l'influence des contraintes résiduelles en sous-surface. En effet, plusieurs auteurs [51, 56] ont montré que les contraintes résiduelles peuvent influencer les estimations faites par nano-indentation. Cependant, la présence négligeable de contraintes résiduelles sur les micro-piliers en zone polycristalline, ainsi que le bon accord de résultats obtenus en extrême surface ($H/\sigma_{0.08} \approx 3$) par les deux techniques (micro-compression et in-

dentation), nous conduisent à penser que l'influence des contraintes résiduelles en profondeur est du second ordre par rapport aux autres facteurs microstructuraux, comme l'effet Hall-Petch ou l'interaction de dislocations. Néanmoins, l'investigation de l'influence de contraintes résiduelles permettrait une estimation plus précise des gradients mécaniques ainsi que des constantes du fer- α (H_o , K_{hp}). Ceci est une des perspectives envisagées pour des futurs projets de recherche.

4.5 Conclusion du chapitre IV

Les études expérimentales présentées dans ce chapitre montrent la quantification et l'analyse des gradients mécaniques et microstructuraux produits par grenailage en sous-surface. Deux méthodes ont été considérées pour mesurer les évolutions de dureté (indentation) et de limite élastique représentative (micro-compression), montrant une augmentation considérable des propriétés mécaniques en surface par rapport aux caractéristiques initiales du fer- α (environ deux fois les propriétés au coeur du matériau). De même, les gradients identifiés par les deux techniques montrent un bon accord quantitatif selon le rapport expérimental proposé par Tabor ($H/\sigma_{0.08} = 3$) [71, 72], spécialement pour les tests faits sur les zones polycristallines (couche TTS). Par ailleurs, les gradients mécaniques ont été mis en lien avec la distribution de taille de grain engendrée par la transformation microstructurale en surface (estimés par EBSD). Le rapport entre les deux a permis d'identifier l'effet Hall-Petch présent en sous-surface et d'évaluer les constantes associées au matériau (H_o , K_{hp}). L'effet de taille de grain observé est en bon accord avec les modèles expérimentaux proposés dans la littérature [151, 152]. Néanmoins, cette comparaison a mis également en évidence la forte influence d'autres effets microstructuraux dans le gradient de propriétés mécaniques en extrême surface, comme par exemple l'augmentation de la densité de dislocations par déformation plastique sévère. Ces phénomènes seront investigués par la suite (chapitre 5) dans le cadre d'une surface modèle produite par un essai de micro-percussion. A l'issue des travaux présentés dans ce chapitre, deux articles ont été publiés dans les journaux scientifiques *Matériaux & Techniques* [155] et *Materials Science and Engineering A* [156].

Chapitre 5

Gradient de propriétés mécaniques de surfaces hyper-déformées par micro-percussion

5.1 Introduction

Dans le chapitre précédent, les gradients mécaniques sur les surfaces grenillées ont été mesurés par deux types de tests micro-mécaniques (indentation et micro-compression). A partir de ces expériences, l'effet de taille de grain (Hall-Petch) a été principalement mis en évidence. Dans ce chapitre, une approche expérimentale et théorique est considérée pour décrire le gradient mécanique dans les surfaces transformées par micro-percussion. La partie expérimentale est tout d'abord présentée, dans laquelle plusieurs essais de micro-compression ont été réalisés afin de quantifier les évolutions de la contrainte d'écoulement ($\sigma_{0,08}$). Par la suite, un modèle d'estimation de la limite d'élasticité locale (σ_y) est mis en place en prenant en compte le gradient microstructural observé par EBSD (tailles de grains, orientations cristallines, densité de dislocations, etc). Les deux approches seront confrontées. Également, le gradient mécanique estimé sera comparé avec les résultats obtenus sur les échantillons grenillés.

5.2 Caractérisation microstructurale de la surface transformée par micro-percussion

Après l'observation des transformations microstructurales produites par micro-percussion (paragraphe 3.5.2), l'empreinte réalisée à 10000 impacts, 15° et 150 mm/s a été choisie pour étudier le gradient mécanique en sous-surface ainsi que les microstructures induites. La section transversale de cette empreinte est présentée sur la [figure 5.1-a](#) (voir [figure 3.23-a](#) du paragraphe 3.5.2). Les impacts répétés forment une *zone mécaniquement affectée* (ZMA) en sous-surface d'épaisseur $\sim 430 \mu\text{m}$. Sur cette zone, deux couches sont identifiées : (i) une zone d'*hyper-déformation plastique* (HDP) avec une épaisseur de l'ordre de $200 \mu\text{m}$, et (ii) une

région monocristalline de faibles désorientations locales (*low angles boundaries* - LAB's) [35]. Cette dernière est dite "monocristalline" car la taille initiale des grains au coeur du matériau est de l'ordre de 1 mm.

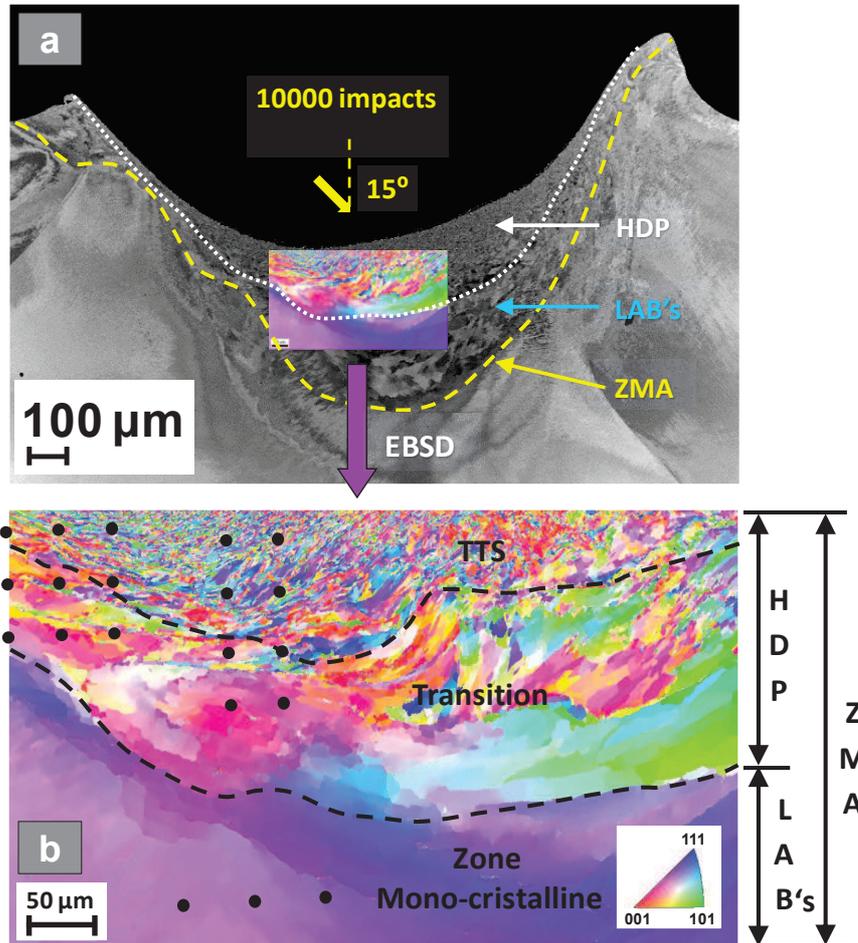


Figure 5.1 – (a) Vue globale de la section transversale (image d'électrons rétro-diffusés) d'une empreinte de micro-percussion produite par 10000 impacts à 150 mm/s et 15°. (b) Cartographie EBSD réalisée avec un microscope Tescan Lyra3 (pas d'acquisition de 0.3 μm) sur une zone locale de la sous-surface. Les points noirs correspondent aux piliers fabriqués à différentes profondeurs.

La cartographie EBSD réalisée plus localement en sous-surface (figure 5.1-b) permet d'observer en détail le raffinement de taille de grain engendré en extrême surface (grains sub-micrométriques). Cette cartographie a été réalisée avec un microscope Tescan Lyra3 et un pas d'indexation de 0.3 μm. Considérant le temps d'acquisition (~ 50 h) pour une cartographie EBSD de cette taille (350 μm x 500 μm), le pas d'indexation choisi a permis d'avoir une vision globale du gradient microstructural et en même temps d'identifier les grains sub-micrométriques en extrême surface. Sur cette image, nous observons que la région d'*hyper-déformation plastique* (HDP) se divise en deux couches : (i) une zone à fort

raffinement microstructural en extrême surface (couche TTS), et (ii) une zone de transition entre les régions polycristalline et monocristalline. La couche TTS peut atteindre des profondeurs de l'ordre de $70 \mu\text{m}$ à $100 \mu\text{m}$, alors que la zone de transition peut s'étendre jusqu'à une profondeur d'environ $200 \mu\text{m}$. Il faut préciser que la région monocristalline de la cartographie EBSD est localisée à l'intérieur de la *zone mécaniquement affectée* (ZMA), sans pour autant présenter de grandes désorientations locales (zone LAB's de la [figure 5.1-a](#)).

En résumé, trois zones en profondeur sont considérées pour cette étude (telles que pour les échantillons de grenailage) : (i) la couche TTS, (ii) la zone de transition et (iii) la zone monocristalline (due à la taille initiale des grains : $\sim 1\text{mm}$). Les points noirs sur la cartographie EBSD représentent les positions des piliers fabriqués à différentes profondeurs afin d'évaluer le gradient mécanique. Les piliers de la zone monocristalline sont dans une orientation cristalline $(84\bar{3})$ - proche de l'orientation $(21\bar{1})$ - correspondant à la normale sortante de la cartographie EBSD. La fabrication et la compression *in situ* de micro-piliers sont présentées par la suite.

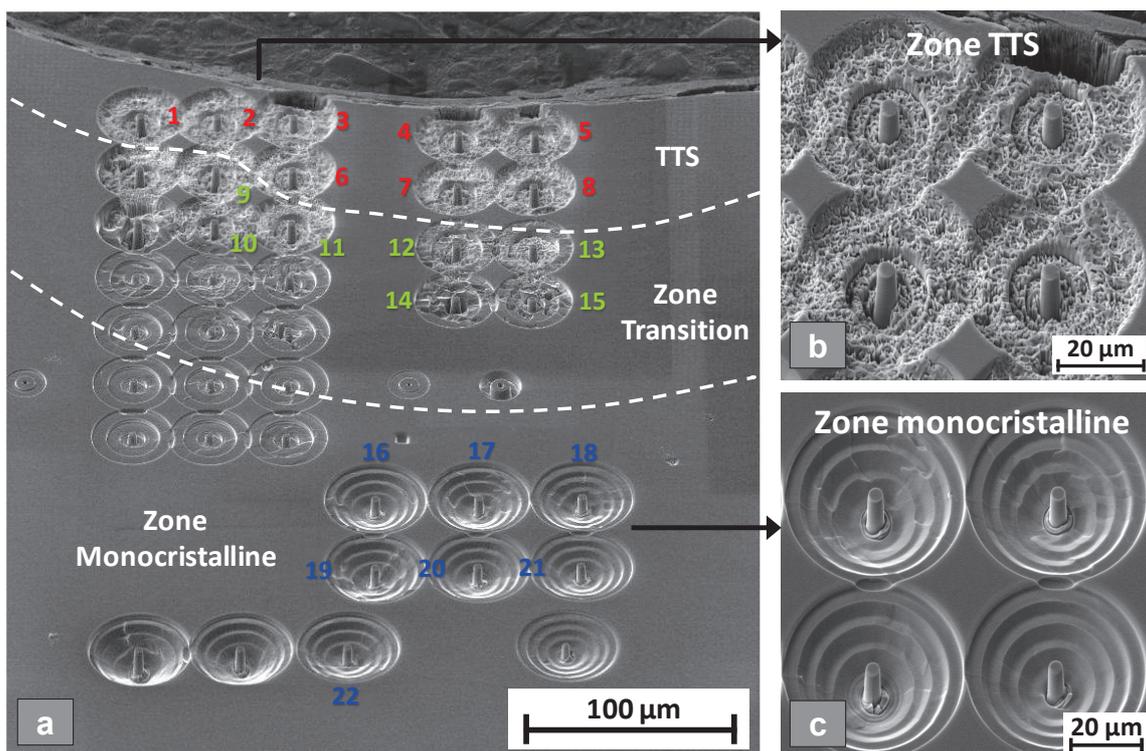


Figure 5.2 – (a) Piliers fabriqués sur la section transversale de l’empreinte à 10000 impacts et 15° . Seulement les piliers comprimés sont numérotés et référencés en couleur selon la zone où ils se trouvent : TTS (rouge), zone de transition (vert), zone monocristalline (bleu). Les piliers fabriqués sur les zones TTS et monocristalline sont détaillés respectivement sur les figures b et c.

5.3 Tests de micro-compression en sous-surface

5.3.1 Fabrication de micro-piliers et compression *in situ*

Trois matrices rectangulaires de piliers ont été réalisées à plusieurs endroits de la section transversale permettant d'évaluer mécaniquement les trois zones identifiées précédemment (voir [figure 5.2-a](#)). Pour les matrices plus proches de l'extrême surface (zones TTS et de transition), les piliers sont espacés de $38 \mu\text{m}$. Les piliers de la zone monocristalline sont plutôt espacés de $40 \mu\text{m}$. Parmi les 27 piliers fabriqués, seulement 22 ont pu être exploités pour la compression. Les piliers comprimés sont référencés sur la [figure 5.2-a](#) selon la zone sur laquelle ils se trouvent : 8 piliers sur la zone TTS (1 à 8 en rouge), 7 piliers sur la zone de transition (9 à 15 en vert) et 7 piliers sur la zone monocristalline (16 à 22 en bleu). Il faut préciser que seuls les piliers 19 à 22 n'apparaissent pas sur la cartographie EBSD ([figure 5.1-b](#)) car ils sont en dehors de la zone indexée.

Les piliers de la zone TTS et de transition (matrices 3×3 et 2×4) ont été produits avec un microscope FEI Helios NanoLAB 600i (*Dual Beam*), tandis que les piliers de la zone monocristalline ont été réalisés avec un microscope Tescan Lyra3. La sonde ionique focalisée (FIB de source Gallium) de chaque microscope a été utilisée respectivement avec une vitesse d'usinage de $0.115 \mu\text{m}^2/n\text{A}/s$ (30 kV) et $0.156 \mu\text{m}^2/n\text{A}/s$ (30 kV). En raison des différentes orientations cristallines des zones TTS et de transition, les piliers de ces zones ont été fabriqués sur trois phases d'usinage avec un courant décroissant (21 nA , 2.5 nA et 790 pA) et une étape de finition (à 430 pA) [102, 111, 124]. Concernant les piliers de la zone monocristalline, ceux-ci ont été usinés en deux étapes : une phase à 3.6 nA et une étape de finition à 280 pA . Les [figures 5.2-b,c](#) illustrent les différentes réactions du matériau usiné face aux caractéristiques microstructurales de chaque zone. Pour les zones poly-cristallines, l'usinage est très hétérogène selon les différentes orientations cristallines présentes ([figure 5.2-b](#)), entraînant un procédé de fabrication plus lent. En revanche, la fabrication des piliers sur la zone monocristalline est très homogène car l'orientation cristalline est globalement la même, permettant une fabrication rapide sur une phase d'usinage générale et une étape de finition.

Les piliers ont été produits en envisageant un ratio 2 entre le diamètre (D) et la hauteur (h) de chaque pilier ($h/D \approx 2$) : $4 \mu\text{m}$ de diamètre et $8 \mu\text{m}$ de hauteur. Pour les mêmes conditions d'usinage, les dimensions exactes des piliers peuvent varier selon les caractéristiques microstructurales locales. Le diamètre de chaque pilier a été estimé comme la valeur moyenne entre le diamètre en haut et en bas du pilier. Pour les 22 piliers comprimés, le diamètre moyen résultant est de l'ordre de $4.51 \mu\text{m}$ ($0.17 \mu\text{m}$ d'écart type), tandis que la hauteur moyenne obtenue est d'environ $8.66 \mu\text{m}$ ($1.27 \mu\text{m}$ d'écart type). Le ratio géométrique moyen entre le diamètre et la hauteur des piliers est aux alentours de 1.92. Tous les piliers présentent une forme conique avec un angle moyen de $\sim 4.3^\circ$ par rapport à l'axe de symétrie (environ 1° d'écart type).

Comme illustré sur la [figure 5.3](#), les tests de compression ont été réalisés *in situ* dans un MEB avec un dispositif d'indentation Alemnis [132]. Ces essais ont été réalisés en collaboration avec l'EMPA de Thoune en Suisse. Chaque compression a été réalisée avec un poinçon plat de $10\ \mu\text{m}$ de diamètre. Le déplacement de l'indenteur pour chaque essai est contrôlé avec une vitesse de $0.03\ \mu\text{m}/\text{s}$.

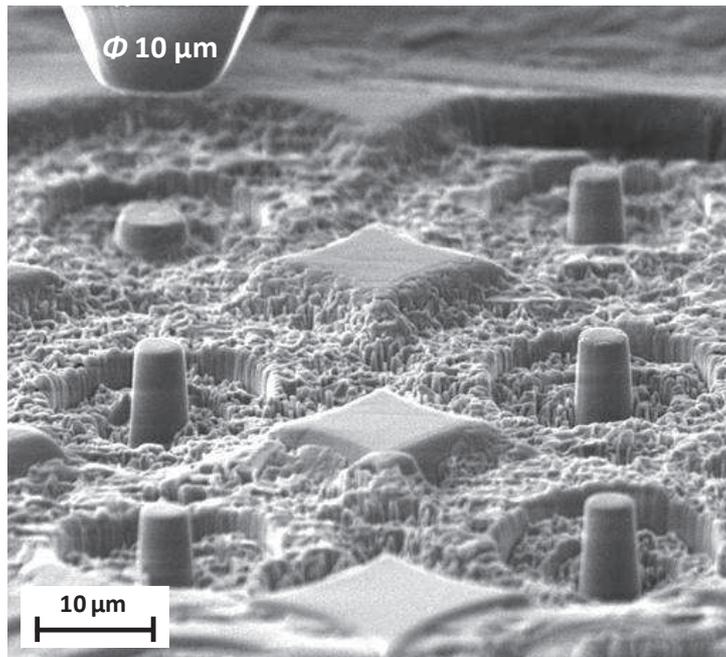


Figure 5.3 – Illustration des tests de micro-compression *in situ* avec un indenteur Alemnis [132] en utilisant une pointe de $10\ \mu\text{m}$ de diamètre et une vitesse de déformation de $0.03\ \mu\text{m}/\text{s}$. Le diamètre moyen (\bar{D}) des piliers est de $4.51\ \mu\text{m}$ et la hauteur moyenne (\bar{h}) est d'environ $8.66\ \mu\text{m}$ ($\bar{h}/\bar{D} \approx 1.92$).

5.3.2 Résultats

Les tests de micro-compression illustrés sur la [figure 5.4](#) représentent les trois types de déformations observées sur les différentes régions explorées en sous-surface (couche TTS, zone de transition et région monocristalline). Les piliers de la zone monocristalline se déforment sur deux systèmes de glissement bien définis qui ont été activés lors du chargement ([figure 5.4-d](#)). En revanche, les piliers de la zone TTS se déforment de façon très homogène en raison de la nature poly-cristalline du matériau à l'échelle du chargement mécanique ([figure 5.4-f](#)). Concernant les piliers de la zone de transition, leur déformation est plutôt homogène avec la présence de plusieurs "pseudo-plans" de glissement caractéristiques d'un matériau monocristallin (voir flèche blanche de la [figure 5.4-e](#)). Ceci correspond à la forte désorientation cristalline de cette région (sous-joints de grains) malgré l'absence de grains bien définis après la formation de l'empreinte à 10000 impacts (voir cartographie EBSD de la [figure 5.1-b](#)).

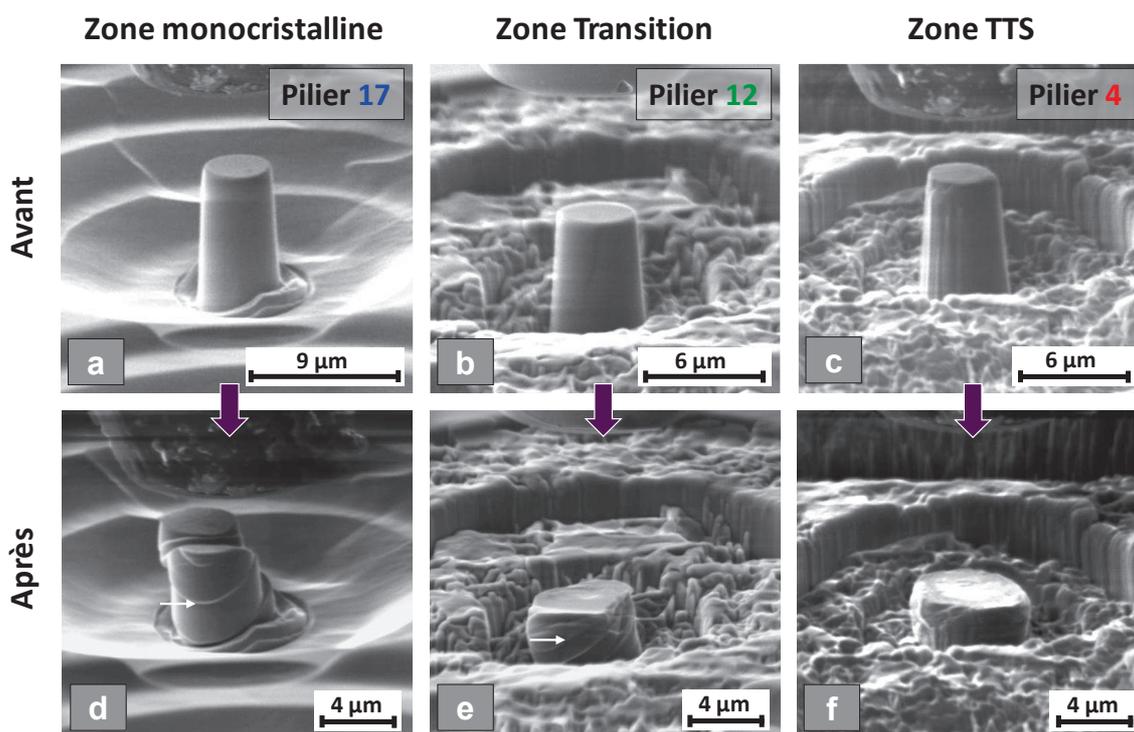


Figure 5.4 – Essais de compression de micro-piliers dans (a, d) la zone monocristalline, (b, e) la zone de transition et (c, f) la couche TTS. Ces exemples correspondent aux piliers (a, d) 17, (b, e) 12 et (c, f) 4 avant et après les essais de micro-compression.

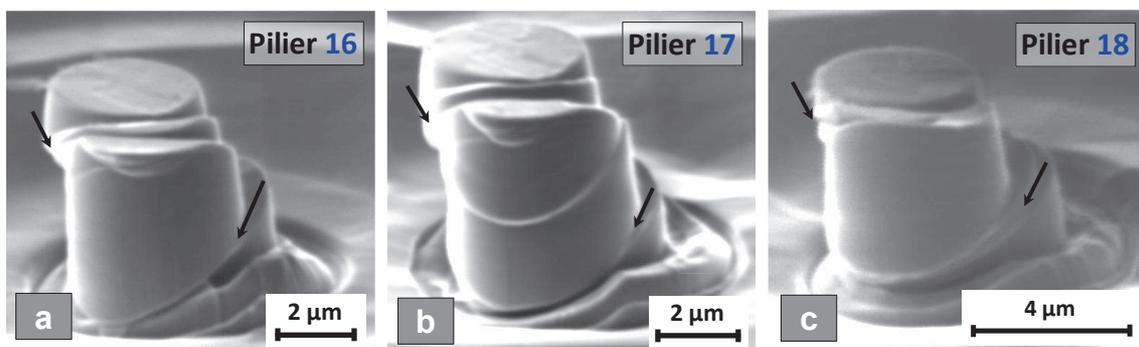


Figure 5.5 – Piliers comprimés dans la zone monocristalline (piliers 16, 17 et 18) sur la direction $\langle 84\bar{3} \rangle$. Ces piliers se déforment sur deux systèmes de glissement activés selon les facteurs de Schmid maximaux : $0.4541 - (10\bar{1}) \langle 111 \rangle$ - et $0.4525 - (\bar{2}\bar{1}3) \langle 111 \rangle$ -.

Les figures 5.5-a,b,c montrent trois piliers comprimés sur la zone monocristalline : piliers 16, 17 et 18. Nous observons que la déformation de ces piliers se manifeste par l'activation quasi-simultanée de deux systèmes de glissement (flèches noires sur les images). La ressemblance des systèmes activés pour les trois piliers est tout-à-fait remarquable, montrant que

les piliers se trouvent dans une zone d'orientation cristalline très uniforme. A partir des angles d'Euler mesurés pour chaque pilier (par EBSD), la direction de compression estimée correspond au vecteur $\langle 84\bar{3} \rangle$. Considérant les facteurs de Schmid maximaux pour cette direction de chargement (0.4541 et 0.4525), il est probable que les systèmes de glissement activés soient respectivement le $(10\bar{1}) \langle 111 \rangle$ et le $(\bar{2}\bar{1}3) \langle 111 \rangle$. L'estimation des facteurs de Schmid pour tous les piliers comprimés sera discutée ultérieurement dans le paragraphe 5.4.4.

Les courbes des compressions résultantes (*contrainte - déformation*) sont illustrées sur la [figure 5.6](#). Ces courbes ont été obtenues à partir des données de force et déplacement mesurées par le dispositif d'indentation (voir méthode de dépouillement du paragraphe 2.4.4). Les trois zones identifiées sur la cartographie EBSD (TTS, Transition et monocristalline) sont associées respectivement aux courbes de couleur rouge, verte et bleue. La contrainte d'écoulement à 8 % de déformation pour chaque pilier (voir paragraphe 2.3.4) est présentée sur le [tableau 5.1](#).

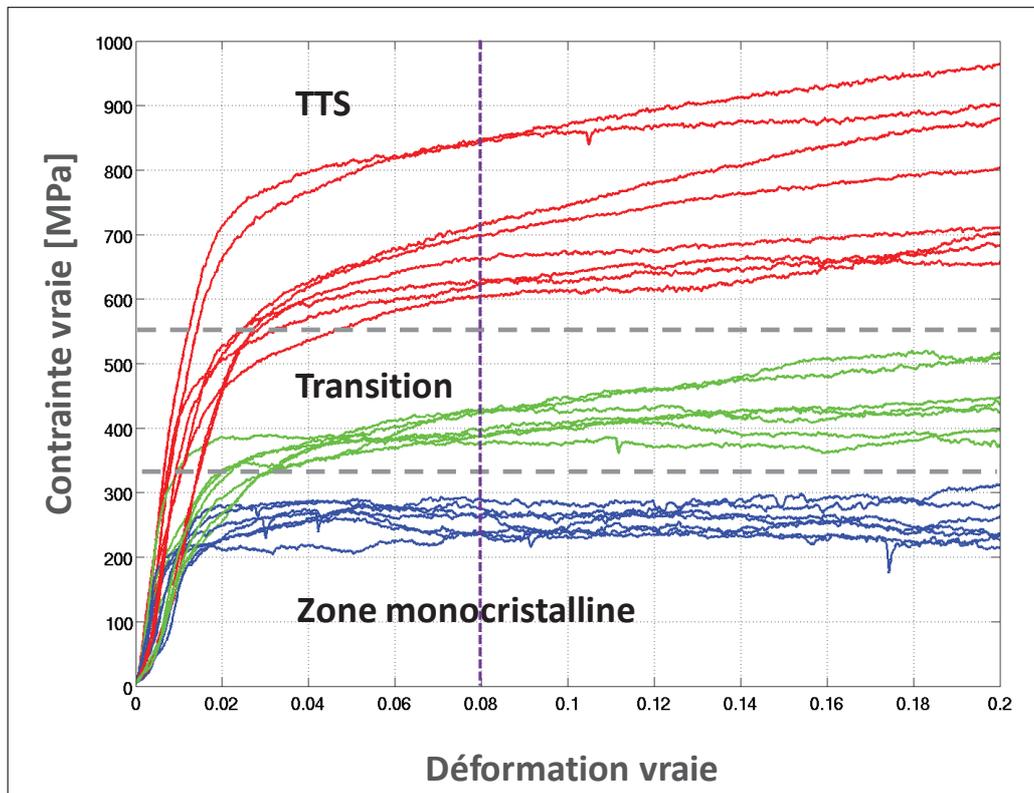


Figure 5.6 – Courbes de compression des piliers de la couche TTS (en rouge), de la région de transition (en vert) et de la zone monocristalline (en bleu).

Les compressions des piliers sur la zone monocristalline montrent une grande similarité des contraintes d'écoulement mesurées à 8 % de déformation, avec une valeur moyenne de $\sim 257 \text{ MPa}$ et un écart type de l'ordre de 20 MPa . Ces valeurs sont du même ordre que les compressions réalisées sur le matériau initial (paragraphe 3.3.2). Pour la région de transition,

la contrainte d'écoulement moyenne est de l'ordre de 404 MPa avec un écart type de 20 MPa . Concernant les essais réalisés sur la couche TTS, la contrainte $\sigma_{0.08}$ varie entre 606 MPa et 846 MPa , avec une valeur moyenne de 703 MPa et un écart type d'environ 89 MPa . Les écarts observés sur les courbes de compression de la zone TTS sont probablement liés aux divers états microstructuraux de chaque pilier (taille de grain, densité de dislocations, orientation cristalline prédominante, etc).

En résumé, ces résultats montrent que la contrainte d'écoulement moyenne est réduite de 63.5 % pour une profondeur de 250 μm , correspondant à l'écart entre la couche TTS et la zone monocristalline. Sur la variation totale en profondeur de $\sigma_{0.08}$, la diminution la plus significative est entre la couche TTS et la zone de transition, avec une réduction de la contrainte de l'ordre de 42.5 % (sur une profondeur de l'ordre de 100 μm). Pour conclure, les courbes de compression de la [figure 5.6](#) révèlent l'écroutissement du matériau lors des essais mécaniques, spécialement pour les piliers de la couche TTS. Ceci sera discuté ultérieurement dans le paragraphe 5.5.2.

Zone	Pilier	$\sigma_{0.08}$ [MPa]	$\sigma_{0.08}$ moyen [MPa]	Écart type [MPa]
TTS	1	606	703	89
	2	663		
	3	699		
	4	846		
	5	843		
	6	715		
	7	624		
	8	628		
Transition	9	388	404	20
	10	399		
	11	389		
	12	429		
	13	423		
	14	375		
	15	427		
Monocristalline	16	265	257	20
	17	234		
	18	235		
	19	261		
	20	288		
	21	238		
	22	276		

Tableau 5.1 – Contrainte d'écoulement à 8 % de déformation ($\sigma_{0.08}$) pour chaque pilier. La valeur moyenne et l'écart type de chaque zone investiguée (TTS, Transition et monocristalline) sont également présentés.

5.4 Estimation des différentes contributions microstructurales en sous-surface

5.4.1 Contribution de contraintes sur la valeur totale de σ_y

Afin de comprendre quels sont les phénomènes plus significatifs dans l'augmentation de propriétés mécaniques en extrême surface, la limite d'élasticité théorique (σ_y) de chaque pilier est estimée en considérant divers facteurs mécaniques et microstructuraux. Les valeurs calculées seront comparées avec les contraintes d'écoulement expérimentales ($\sigma_{0.08}$) obtenues avec les tests de micro-compression (paragraphe 5.3.2). La méthode de calcul employée est représentée sur la [figure 5.7](#).

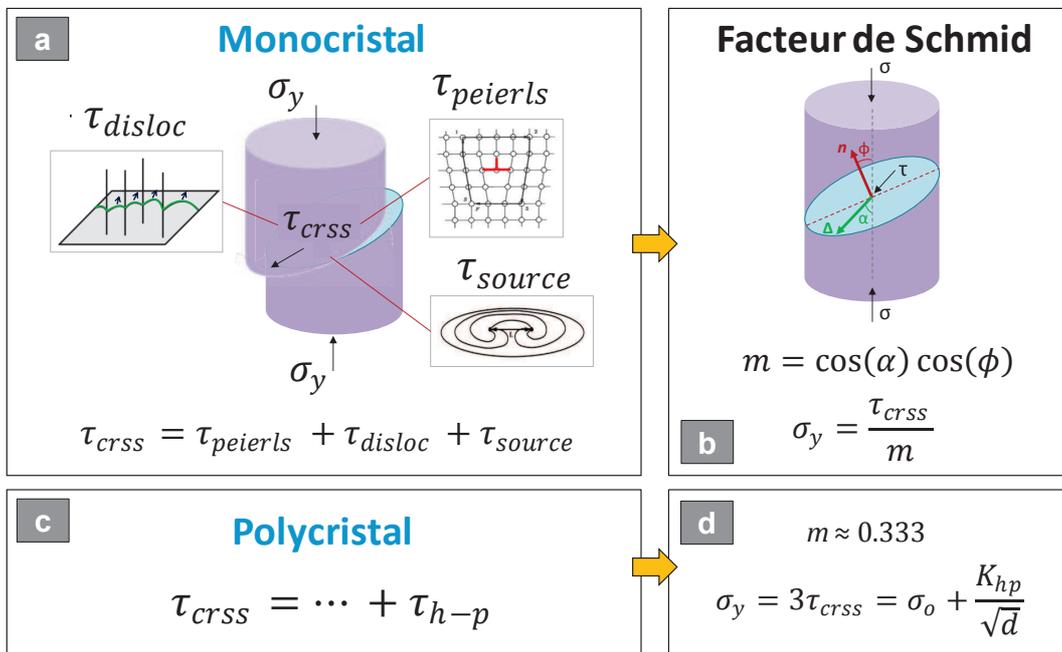


Figure 5.7 – Schéma de calcul de la limite d'élasticité théorique (σ_y) selon le type de microstructure présente pour chaque pilier fabriqué en sous-surface : (a, b) matériau mono-cristallin et (c, d) matériau poly-cristallin.

La limite d'élasticité (σ_y) est estimée à partir de la contrainte de cisaillement critique τ_{crss} (*critical resolved shear stress*) et le facteur de Schmid (m) maximal selon la direction de compression : $\sigma_y = \tau_{crss}/m$ [32]. Dans le cas d'un monocristal, la contrainte de cisaillement (τ_{crss}) correspond à la somme de trois éléments (voir [figure 5.7-a](#)) [134] : (i) la contrainte de Peierls ($\tau_{peierls}$), nécessaire pour initier le déplacement des dislocations (paragraphe 1.2.1), (ii) la contrainte liée à l'activation des sources de dislocations (τ_{source}) et finalement (iii) la contrainte liée à l'interaction entre dislocations (τ_{disloc}). Pour le cas d'un poly-cristal (zone TTS), ces trois éléments sont également considérés ainsi que l'effet de taille de grain (Hall-Petch) [133] représenté par la contrainte τ_{h-p} sur la [figure 5.7-c](#).

Le facteur de Schmid maximal des monocristaux est estimé à partir des angles caractéristiques (ϕ , α) des systèmes de glissement préférentiels (figure 5.7-b) [32]. En revanche, le facteur de Schmid d'un matériau poly-cristallin (zone TTS) est considéré plutôt comme une valeur moyenne représentative de tous les systèmes de glissement qui peuvent être activés par la charge uni-axiale. Des auteurs comme Stoller *et al.* montrent que le facteur de Taylor ($T = \sigma_y/\tau_{crss}$) pour un matériau poly-cristallin de structure cubique (CFC et CC) est environ $T \approx 3$ [157]. Par conséquent, le facteur de Schmid associé est de l'ordre de $m = 1/T \approx 0.333$ et la contrainte de Hall-Petch correspond à $\tau_{h-p} = K_{hp}/3\sqrt{d}$ (figure 5.7-d). Le cas des piliers se trouvant sur la zone de transition sera discuté dans le paragraphe 5.4.4. Les équations de chaque type de contrainte ($\tau_{peierls}$, τ_{disloc} , τ_{source} , τ_{h-p}), ainsi que les paramètres de calcul correspondants au fer- α sont présentés ci-dessous :

- **La contrainte de Peierls** ($\tau_{peierls}$) : Telle que présentée dans le paragraphe 1.2.1, cette contrainte représente la force nécessaire pour vaincre la friction des plans d'empilement et faire glisser les dislocations à travers le réseau cristallin [31]. Plusieurs auteurs affirment que cette contrainte correspond à la limite élastique du matériau en absence d'interactions entre les dislocations [37]. La contrainte de Peierls est estimée à partir des équations 5.1 et 5.2 (1.1 et 1.2) [31, 33, 37].

$$\tau_{p_{coin}}^* = \frac{2G}{1-\nu} \exp\left(\frac{-2\pi h}{b(1-\nu)}\right) \quad \text{ou} \quad \tau_{p_{vis}}^* = 2G \exp\left(\frac{-2\pi h}{b(1-\nu)}\right) \quad (5.1)$$

$$\tau_{peierls} = \left(1 - \frac{T_t}{T_c}\right) \tau_{p_{coin/vis}}^* \quad (5.2)$$

Les équations 5.1 correspondent à la contrainte de Peierls pour les dislocations *coin* et *vis* à une température de 0 K. L'effet de la température est pris en compte par l'intermédiaire de l'équation 5.2. Pour le fer- α , le module de cisaillement est $G \approx 80$ GPa, le vecteur de Burgers correspond à $b = 248$ pm, le coefficient de Poisson est $\nu = 0.3$ et la distance inter-planaire est $h = 202.7$ pm (voir paragraphe 3.3.1) [38]. Des auteurs comme Kashyap *et al.* [38] montrent que la contrainte de Peierls est estimée à partir de l'équation correspondant aux dislocations *coin*, car cette équation est plus restrictive en raison du facteur $(1-\nu)$. En d'autres termes, la contrainte requise pour activer une dislocation *coin* est plus élevée que celle requise pour activer une dislocation *vis*. Concernant la température critique (T_c) de l'équation 5.2, plusieurs auteurs affirment que celle-ci est comprise entre 300 K et 350 K pour le fer- α [158]. A

partir des travaux de Huang *et al.* [159] et Caillard *et al.* [160], T_c est considérée aux alentours de ~ 340 K pour cette étude. Les essais de compression ont été réalisés à température ambiante ($T_t \approx 298$ K).

- **La contrainte d'interaction entre dislocations** (τ_{disloc}) : cette contrainte évalue la résistance mécanique du matériau correspondant à l'interaction de dislocations lors de la déformation plastique (voir paragraphe 1.2.3). Ce phénomène est décrit par l'équation 5.3 (1.6) [47–49], aussi connue comme l'équation de Taylor. Sur cette expression, la contrainte (τ_{disloc}) est proportionnelle à la racine carrée de la densité totale de dislocations du matériau ($\sqrt{\rho_t}$).

$$\tau_{disloc} = \alpha G b \sqrt{\rho_t} \quad \text{avec} \quad \rho_t = \rho_{MP} + \Delta\rho \quad (5.3)$$

Pour les compressions réalisées dans cette étude, la contrainte τ_{disloc} de chaque pilier est associée à la densité de dislocations du matériau après le traitement de micro-percussion (ρ_{MP}) et à l'augmentation de dislocations ($\Delta\rho$) au cours de l'essai (voir équation 5.3) : $\rho_t = \rho_{MP} + \Delta\rho$ [134]. Dans le cas de cette étude, seulement la densité de dislocations avant l'essai de compression (ρ_{MP}) sera considérée pour évaluer la contrainte τ_{disloc} de chaque pilier. Plusieurs auteurs comme Mughrabi [161] ou Toth *et al.* [162] suggèrent que la densité de dislocations correspond à la somme des dislocations GND (*geometrically necessary dislocations*) et de dislocations SSD (*statistically stored dislocations*) : $\rho_{MP} = \rho_{GND} + \rho_{SSD}$.

Généralement, les dislocations SSD correspondent aux défauts cristallins qui ont été "piégés" et accumulés dans la microstructure lors des différents mécanismes de déformation plastique du matériau [163]. En revanche, les dislocations GND apparaissent plus particulièrement dans des zones à fort gradient de désorientation cristalline, permettant d'accommoder les "courbures" du matériau sans interrompre la continuité du cristal [163]. Pour cette raison les dislocations GND ont tendance à se concentrer près des joints de grains [164]. L'estimation des dislocations GND pour chaque pilier sera présentée dans le paragraphe 5.4.2. Concernant les dislocations SSD, plusieurs auteurs comme Arechabaleta *et al.* [165], Queyreau *et al.* [49] ou Wang *et al.* [166] montrent que cette valeur est de l'ordre de $\rho_{SSD} \approx 1.2 * 10^{14}$ pour le fer- α à des niveaux de déformation intermédiaires et élevés (~ 14 %). Cette valeur est considérée pour tous les piliers comprimés car ils se trouvent à l'intérieur de la *zone mécaniquement affectée* (ZMA) par les impacts de micro-percussion (voir [figure 5.1-a](#)). Toutefois, cette hypothèse doit être prise avec précaution car l'augmentation de la densité de dislocations

(ρ_{MP}) en extrême surface (par hyper-déformation plastique) peut être vue comme une conséquence de gradient de déformation et serait donc essentiellement pilotée par l'augmentation de dislocations GND (ρ_{GND}) [167].

Pour conclure, la constante du matériau (α) dans l'équation 5.3 est définie dans la littérature comme une valeur comprise entre 0.1 et 1 [134]. Plusieurs auteurs affirment que cette valeur est de l'ordre de ~ 0.2 pour le fer- α [49, 161].

- **La contrainte de source de dislocations (τ_{source})** : La contrainte d'activation de sources de dislocations (τ_{source}) est un élément important à considérer dans les essais de micro-compression en raison des faibles tailles des piliers, spécialement lorsque le diamètre est d'ordre sub-micrométrique ($D > 1\mu m$). Ce phénomène est donc pris en compte dans cette étude malgré la taille micrométrique des piliers comprimés ($D \approx 4.5 \mu m$). Des auteurs comme Rao *et al.* [168] ont montré par simulations DD (*dislocation dynamics*) que la contrainte d'activation de sources de dislocations (équation 1.3) dans un pilier pouvait être exprimée par l'équation 5.4.

$$\tau_{source} = KG \frac{\ln(\bar{\lambda}/b)}{\bar{\lambda}/b} \quad (5.4)$$

Pour cette expression, plusieurs auteurs ont montré que la taille de la source de dislocations ($\bar{\lambda}$) pouvait être considérée du même ordre que le diamètre du pilier (D) en raison des restrictions géométriques imposées par la forme et taille du pilier : $\bar{\lambda} \approx D$ [32, 134, 168]. De même Zou *et al.* affirment que la constante K de l'équation 5.4 est de l'ordre de ~ 0.1 pour la plupart des métaux de structure cubique centrée [134].

- **La contrainte Hall-Petch (τ_{h-p})** : Cette contrainte est étroitement liée à la taille des grains d'un matériau poly-cristallin (voir paragraphe 1.2.3) et elle correspond au terme K_{hp}/\sqrt{d} de l'équation 5.5 (1.5). En effet, la contrainte σ_o représente la somme de toutes les autres contraintes ($\tau_{peierls}$, τ_{disloc} , τ_{source}). Telle que mentionnée précédemment, la contrainte Hall-Petch dans la base de la contrainte de cisaillement τ_{crss} est équivalente à $\tau_{h-p} = K_{hp}/3\sqrt{d}$ (facteur de Taylor ~ 3). Pour le cas du fer- α , K_{hp} est de l'ordre de $480 MPa\mu m^{0.5}$ (voir paragraphe 4.4.2) [151, 152].

$$\sigma_y = \sigma_o + \frac{K_{hp}}{\sqrt{d}} \quad (5.5)$$

Contrainte	Équation	Paramètre	Valeur
Peierls	$\tau_{peierls} = \left(1 - \frac{T_t}{T_c}\right) \tau_{P_{coin}}^*$	Température du test (T_t)	298 K
		Température critique (T_c)	340 K
Dislocations	$\tau_{disloc} = \alpha G b \sqrt{\rho_{MP}}$ $\rho_{MP} = \rho_{SSD} + \rho_{GND}$	Coefficient α (0.1 - 1)	0.2
		Densité SSD (ρ_{SSD})	1.2E+14 m ⁻²
Source	$\tau_{source} = K G \frac{\ln(\lambda/b)}{\lambda/b}$ $\bar{\lambda} \approx D$	Constante (K)	0.1
Hall-Petch	$\tau_{h-p} = K_{hp}/3\sqrt{d}$	Constante (K_{hp})	480 MPa $\mu\text{m}^{0.5}$

Tableau 5.2 – Résumé des équations et constantes théoriques correspondantes aux différentes contributions mécaniques dans la quantification de la valeur totale de la limite d'élasticité (σ_y) pour le fer- α . Le module de cisaillement est de l'ordre de $G \approx 80 \text{ GPa}$ et le vecteur de Burgers est $b \approx 248 \text{ pm}$ [38].

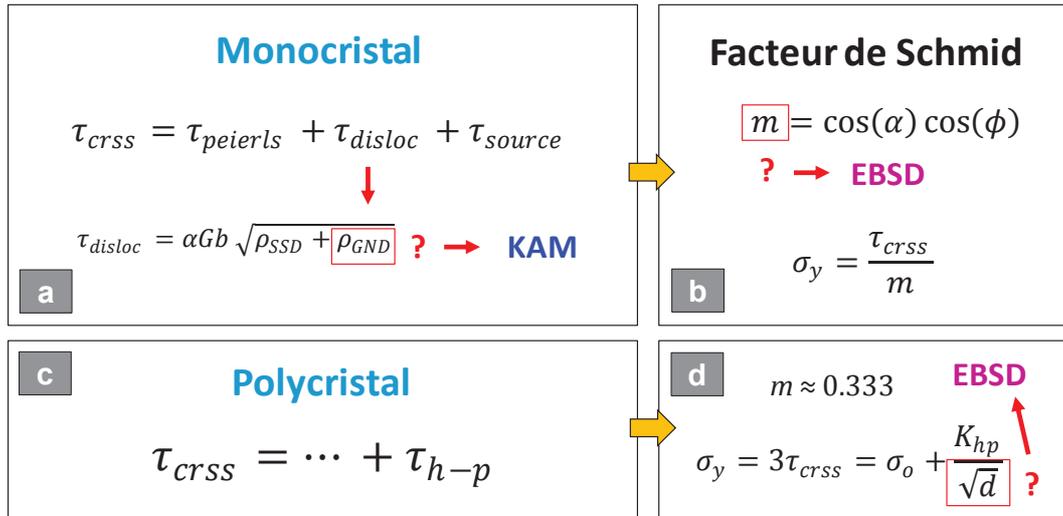


Figure 5.8 – Paramètres du schéma de calcul général qui peuvent être mesurés expérimentalement à partir de la cartographie EBSD (et KAM) pour tous les piliers comprimés : (a, c) densité de dislocations ρ_{GND} , (b) facteur de Schmid m et (d) taille moyenne de grain locale d .

Toutes ces équations, ainsi que les paramètres de calcul considérés, sont résumés sur le [tableau 5.2](#). Parmi toutes les variables requises dans l'estimation des différentes contraintes envisagées ($\tau_{peierls}$, τ_{disloc} , τ_{source} , τ_{h-p}), trois termes en particulier peuvent être estimés expérimentalement à partir de la cartographie EBSD ([figure 5.1-b](#)) pour chacun des piliers testés : (i) la densité de dislocations ρ_{GND} , (ii) la taille moyenne des grains d et (iii) le facteur de Schmid m . Ceci est illustré sur la [figure 5.8](#). En effet, la densité de dislocations GND est estimée à partir de la cartographie des désorientations locales KAM (*Kernel Average*

Misorientation), aussi bien pour les piliers monocristallins que poly-cristallins (figures 5.8-a,c). Cette valeur intervient directement dans le calcul de la contrainte liée aux interactions de dislocations (τ_{disloc}). En revanche, la taille de grains estimée permet de calculer la contrainte Hall-Petch (τ_{h-p}) pour les piliers poly-cristallins (figure 5.8-d). Finalement, le facteur de Schmid (m) permet de convertir la contrainte de cisaillement critique résultante dans la base de la limite d'élasticité (figure 5.8-b,d). L'estimation de chacun de ces éléments est précisée dans les paragraphes suivants.

5.4.2 Densité de dislocations GND par KAM

Telle que présentée dans le paragraphe 2.2.2, la cartographie EBSD permet d'estimer l'angle de désorientation moyen local pour chaque point d'indexation par rapport aux pixels voisins. La cartographie KAM (*Kernel Average Misorientation*) résultante des indexations EBSD est illustrée sur la figure 5.9-a. Pour cette image, chaque pixel a été comparé avec ses "premiers voisins" (*1st neighbours*) et les pixels séparés par des joints de grains (désorientation supérieure à 15°) ne sont pas considérés dans l'estimation de l'angle moyen de chaque point. La plupart des points indexés (99.7 %) présentent un angle moyen de désorientation compris entre 0° et 5° . Le code de couleur de l'image est compris entre 0° et 7° .

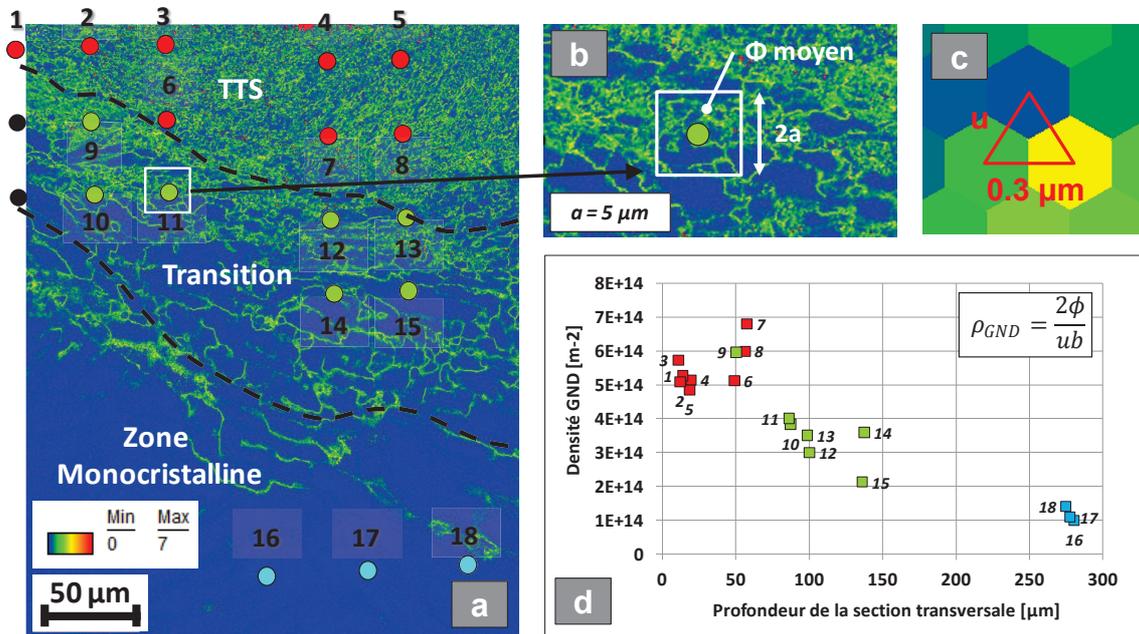


Figure 5.9 – (a) Cartographie KAM (0° à 7°) sur la région des essais de micro-compression. La densité moyenne de dislocations ρ_{GND} est estimée sur (b) une région carrée de $10 \mu m$ de coté en considérant (c) le pas d'indexation entre pixels ($0.3 \mu m$). (d) ρ_{GND} est illustré en fonction de la position en profondeur de chaque pilier. Les piliers sont repérés selon la zone où ils se trouvent : TTS (rouge), transition (vert) et monocristalline (bleu).

Dans la littérature, plusieurs auteurs comme Kubin et Mortensen [167] proposent une approche d'estimation de la densité de dislocations GND à partir des angles de désorientation locale obtenus dans une cartographie KAM (équation 5.6). Sur cette expression, Φ représente l'angle de désorientation locale de chaque pixel (en radians), b est le vecteur de Burgers (248 pm pour le fer- α) et u est la distance sur laquelle la désorientation locale est considérée, i.e. le pas d'indexation de la cartographie EBSD (0.3 μm sur la [figure 5.9-c](#)). En d'autres termes, la densité GND est évaluée comme la quantité de dislocations nécessaires pour créer une rotation d'ordre Φ sur un sous-joint de grain formé par deux séries de dislocations *vis* dans un espace de longueur u [167,169]. Des auteurs comme Calcagnotto *et al.* ont montré le bon accord de cette méthode vis-à-vis d'autres techniques d'estimation de dislocations GND par EBSD (typiquement le tenseur de Nye) [169].

$$\rho_{GND} = \frac{2\Phi}{ub} \quad (5.6)$$

Afin de quantifier la densité de dislocations locale de chaque pilier, la désorientation moyenne ($\bar{\Phi}$) est estimée à partir des mesures KAM réalisées sur une zone entourant chaque pilier (voir exemple de la [figure 5.9-b](#)). La densité de dislocations moyenne ($\rho_{GND} = 2\bar{\Phi}/ub$) est estimée sur une zone carrée de 10 μm de côté. Les résultats obtenus sont illustrés sur la [figure 5.9-d](#) en fonction de la position de chaque pilier en profondeur. Les points du graphique sont également repérés selon la zone et le pilier correspondants. Les piliers 19 à 22 de la zone monocristalline n'ont pas été inclus dans cette analyse car leur position se trouve en dehors de la zone identifiée par EBSD.

Ces résultats montrent la présence d'un gradient progressif de la densité de dislocations GND sur les trois zones identifiées (TTS, transition et monocristalline), variant entre $\rho_{GND} = 6.8 * 10^{14} m^{-2}$ en extrême surface et $\rho_{GND} = 9.9 * 10^{13} m^{-2}$ dans la zone monocristalline. Il est intéressant d'observer que ρ_{GND} sur la zone monocristalline est du même ordre que la densité de dislocations SSD présumée pour la *zone mécaniquement affectée* ($\rho_{SSD} \approx 1.2 * 10^{14} m^{-2}$). En revanche, la densité de dislocations GND semble être prédominante pour les piliers polycristallins ($\rho_{GND} \gg \rho_{SSD}$), car les désorientations cristallines sont plus importantes sur la zone TTS et elles sont plus "nécessaires" pour accommoder l'hyper-déformation plastique en extrême surface [167]. Il faut cependant noter que la mesure de ρ_{GND} est réalisée uniquement dans le plan 2D de la cartographie EBSD, et par conséquent la valeur quantifiée ne serait qu'une approximation de la quantité totale de dislocations présentes dans le volume des piliers.

5.4.3 Taille moyenne de grain pour chaque pilier

La procédure de calcul de la taille moyenne de grains pour les piliers poly-cristallins est très similaire à celle employée dans le calcul de la densité moyenne de dislocations GND. C'est-à-dire que la taille moyenne des grains est mesurée sur la même zone carrée ($10\ \mu\text{m}$ de côté) pour laquelle les désorientations cristallines ont été quantifiées (KAM). Ceci est représenté sur la cartographie EBSD de la [figure 5.10-a](#). La taille moyenne des grains mesurée pour chaque pilier est illustrée sur la [figure 5.10-b](#) en fonction de la profondeur. Le gradient de taille de grain varie entre $1.2\ \mu\text{m}$ en extrême surface et $3.6\ \mu\text{m}$ à $100\ \mu\text{m}$ en profondeur.

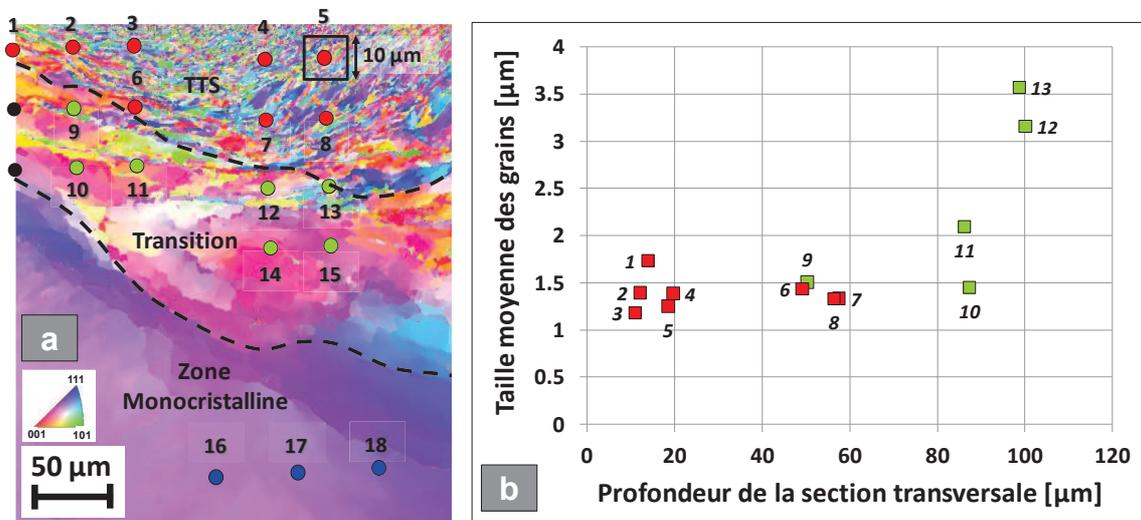


Figure 5.10 – (a) Cartographie EBSD montrant les piliers testés sur la sous-surface de l'empreinte de micro-percussion à 10000 impacts et 15° . (b) La taille moyenne de grain est estimée autour de chaque pilier sur une zone carrée de $10\ \mu\text{m}$ et est ensuite mise en relation avec la profondeur sur la section transversale de l'empreinte.

Compte tenu des résultats, les piliers de la zone TTS présentent entre 3 et 4 grains le long de leur diamètre ($\sim 4.5\ \mu\text{m}$). Cependant, les observations microstructurales des sous-surfaces transformées (paragraphe 3.5.2) révèlent la présence de grains sub-micrométriques ($d < 1\ \mu\text{m}$) dans la région TTS, signifiant que la quantité des grains présumée à l'intérieur de certains piliers poly-cristallins pourrait être d'un ordre supérieur (spécialement pour les piliers en extrême surface). Concernant les piliers de la zone de transition, l'estimation de la taille de grains peut être hasardeuse en raison de la présence des bandes de cisaillement et de sous-joints de grain de grande désorientation ([figure 5.10-a](#)). Par exemple, nous observons sur la cartographie KAM ([figure 5.9-a](#)) que les piliers de la zone de transition, proches de la frontière avec la couche TTS, se trouvent dans des zones de forte densité de désorientation cristalline locale. Considérant que la taille de grain quantifiée sur la zone de transition peut être du même ordre que le diamètre des piliers, et sachant que cette zone ne présente pas des

grains bien définis (paragraphe 3.5.2), l'effet Hall-Petch (τ_{h-p}) n'est pas pris en compte pour l'estimation totale de la limite d'élasticité (σ_y) pour les piliers de cette zone.

5.4.4 Facteur de Schmid

Pour l'estimation du facteur de Schmid (m), les orientations cristallines sont déterminées à l'endroit précis où se trouve chaque pilier sur la cartographie EBSD de la [figure 5.10-a](#). Ainsi que pour la quantification des densités de dislocation GND et la taille moyenne de grains, les orientations cristallines sont mesurées (en angles d'Euler) à partir des pixels autour du pilier (zone carrée de $10 \mu m$ de coté). En effet, toutes les possibles orientations présentes sont classées selon la répétitivité des angles d'Euler (ϕ_1 , Φ , ϕ_2) sur la zone étudiée (considérant $\Delta\phi_1$, $\Delta\Phi$, $\Delta\phi_2 < 0.1 \text{ rad} - 5.7^\circ$ - entre deux orientations de la même classe). Le nombre d'orientations trouvées pour chaque pilier (N), l'orientation cristalline prédominante et la répétitivité de celle-ci sont présentées sur le [tableau 5.3](#).

Zone	Pilier	N	Orientation prédominante			répétitivité
			ϕ_1 [rad]	Φ [rad]	ϕ_2 [rad]	
TTS	1	200	2.685	1.500	5.211	11.0 %
	2	290	0.254	0.535	1.081	5.4 %
	3	322	0.064	2.251	4.444	3.9 %
	4	253	2.418	1.533	2.722	3.6 %
	5	310	0.144	1.618	1.083	2.8 %
	6	207	0.903	0.228	0.282	16.9 %
	7	267	2.078	1.743	0.942	5.1 %
	8	159	3.235	1.124	5.244	27.9 %
Transition	9	194	1.072	1.541	6.122	6.5 %
	10	57	5.402	2.841	3.978	12.9 %
	11	81	1.785	1.642	5.984	19.8 %
	12	65	1.991	1.722	1.145	20.7 %
	13	108	1.686	1.736	6.031	11.9 %
	14	27	5.986	2.802	4.182	19.3 %
	15	10	0.013	1.268	1.275	51.1 %
Monocristalline	16	2	2.063	1.895	1.106	90.6 %
	17	6	2.034	1.905	1.093	87.5 %
	18	6	1.979	1.952	1.047	89.7 %

Tableau 5.3 – Nombre d'orientations cristallines (N) trouvées pour chaque pilier. Les orientations prédominantes (en angles d'Euler) ainsi que leur répétitivité (%) sont également présentées.

Les piliers de la zone TTS présentent en moyenne ~ 250 orientations cristallines différentes avec une orientation prédominante de faible répétitivité (moins de 11 % pour la plupart de cas). De même, les piliers de la zone de transition montrent une grande hétérogénéité d'orientations cristallines (en moyenne ~ 80 orientations différentes), ce qui n'est pas

surprenant compte tenu des sous-joints de grains et bandes de cisaillement dans cette région. A l'exception du pilier 15, la zone de transition ne montre aucune orientation cristalline prédominante d'une répétitivité supérieure à 20 %. En revanche, la zone où se trouve le pilier 15 est caractérisée par deux orientations cristallines prédominantes qui occupent 95 % de la région. Concernant les piliers de la zone monocristalline, l'orientation prédominante est très similaire pour les trois zones analysés, avec une répétitivité de l'ordre de 90 %.

A partir de ces résultats, le facteur de Schmid pour les piliers de la couche TTS et de la zone de transition (à l'exception du pilier 15) est présumé de l'ordre de $m \approx 0.3333$, considérant le facteur de Taylor ($T \approx 3$) pour les matériaux poly-cristallins [157]. En effet, les piliers de la zone de transition ont un facteur de Schmid semblable à celui des piliers poly-cristallins malgré l'absence de joints de grains bien définis. Ces piliers présentent donc un comportement hybride entre un matériau monocristallin (pas d'effet Hall-Petch) et un matériau poly-cristallin (facteur de Schmid du même ordre que les piliers TTS). Concernant les piliers monocristallins (et le pilier 15), le facteur de Schmid est estimé à partir de la direction de chargement $\langle hkl \rangle$ prédominante selon les 48 systèmes de glissement préférentiels du fer- α . Comme mentionné sur le paragraphe 5.3.2, les trois piliers monocristallins montrent une orientation cristalline aux alentours du plan $(hkl) = (84\bar{3})$, correspondant aux angles d'Euler $\phi_1 \approx 2.0$, $\Phi \approx 1.9$ et $\Phi \approx 1.1$. Dans le cas du pilier 15, le facteur de Schmid est moyenné entre les deux orientations cristallines préférentielles. Les facteurs de Schmid employés dans le calcul de la limite d'élasticité (σ_y) de chaque pilier sont résumés dans le [tableau 5.4](#).

Pilier	Chargement $\langle hkl \rangle$	m
1 à 14	—	0.3333
15	$\sim \langle 311 \rangle$	0.4538
	$\sim \langle 832 \rangle$	
16	$\sim \langle 84\bar{3} \rangle$	0.4541
17	$\sim \langle 84\bar{3} \rangle$	0.4515
18	$\sim \langle 84\bar{3} \rangle$	0.4411

Tableau 5.4 – Facteurs de Schmid (m) utilisés dans l'estimation de la limite d'élasticité (σ_y) pour chaque pilier. Les directions de chargement prédominantes $\langle hkl \rangle$ pour les piliers monocristallins sont également présentées.

5.4.5 Somme de différentes contributions sur la limite d'élasticité σ_y

La limite d'élasticité totale (σ_y) est calculée pour tous les piliers à partir des contributions des différentes contraintes présentées dans le paragraphe 5.4.1 ($\tau_{peierls}$, τ_{disloc} , τ_{source} et τ_{h-p}). Les facteurs de Schmid, la densité de dislocations GND et la taille moyenne des grains (piliers TTS) établis précédemment pour chaque pilier sont également inclus sur la méthode de calcul ([figure 5.8](#) du paragraphe 5.4.1). Les sommes résultantes des différentes contributions mécaniques sont présentées sur l'histogramme de la [figure 5.11](#). La contrainte

totale obtenue pour chaque pilier (σ_y) est comparée avec la contrainte d'écoulement à 8 % ($\sigma_{0.08}$) de déformation mesurée expérimentalement à partir des essais de micro-compression *in situ*. Sur cette image, nous observons très clairement que les contraintes de Peierls et de sources de dislocations sont du second ordre par rapport aux contraintes liées à l'interaction de dislocations (σ_{disloc}) et l'effet de taille de grain (σ_{h-p}).

En comparant les valeurs de la limite d'élasticité totale estimée (σ_y) et la contrainte expérimentale ($\sigma_{0.08}$), nous observons un bon accord général avec le gradient mécanique identifié selon la profondeur. L'augmentation des propriétés mécaniques sur la couche TTS (piliers 1 à 8) semble être liée principalement à l'apparition de l'effet de taille de grains et à l'augmentation de l'interaction entre dislocations. En revanche l'augmentation de propriétés mécaniques sur la zone de transition (piliers 9 à 15) peut être liée plutôt au gradient de la densité de dislocations. Finalement, l'estimation de propriétés mécaniques sur la zone monocristalline est en accord avec l'ordre de grandeur trouvé sur cette zone par les essais de micro-compression. La proportion d'influence de chaque facteur mécanique et microstructural sur le gradient mécanique engendré en sous-surface sera discuté par la suite dans le paragraphe 5.5.1. Pour conclure, les différences entre les résultats numériques et expérimentaux pour les piliers de la zone TTS semblent être occasionnées par une sous-estimation de la taille des grains pour certains piliers (spécialement ceux qui se trouvent près de la zone de transition). Par exemple, une erreur de l'ordre de 20 % dans l'estimation de la taille moyenne de grain entraînerait une variation de ~ 10 % dans la contrainte de Hall-Petch.

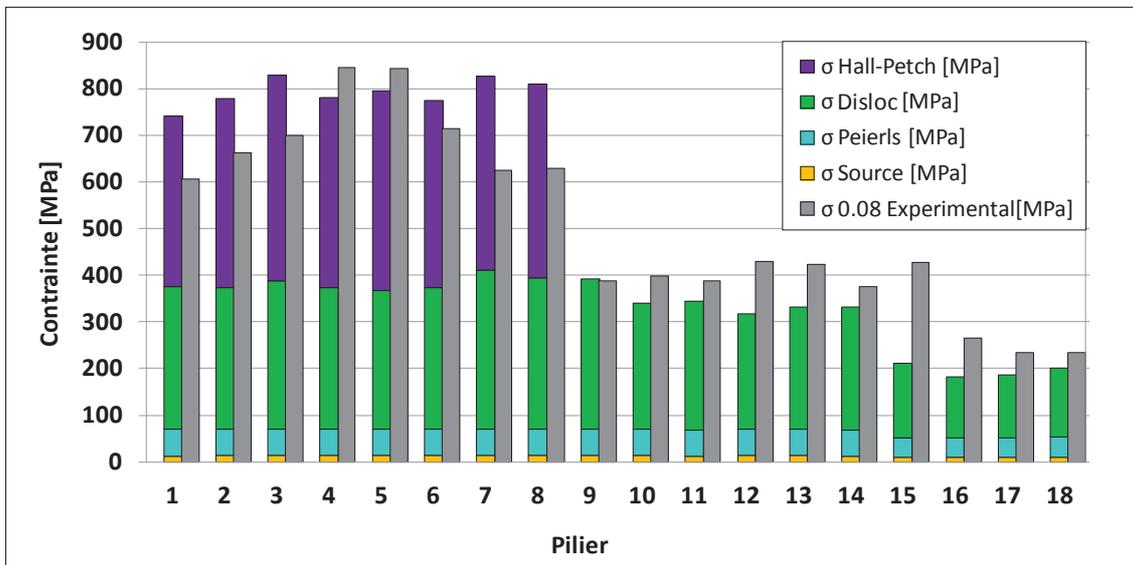


Figure 5.11 – Somme des différentes contributions mécaniques dans l'estimation de la limite d'élasticité (σ_y) de chaque pilier. Les valeurs totales sont comparées avec les contraintes d'écoulement mesurées expérimentalement ($\sigma_{0.08}$).

5.5 Discussion

5.5.1 Influence mécanique de chaque phénomène microstructural

Les essais de micro-compression ont révélé la présence d'un gradient mécanique significatif en sous-surface en raison de l'hyper-déformation plastique produite par les impacts répétés. Afin de comprendre quelle est l'influence des différents phénomènes microstructuraux sur le gradient mécanique total, chacune des contraintes estimées théoriquement ($\sigma_{peierls}$, σ_{disloc} , σ_{source} et σ_{h-p}) est tracée en fonction de la profondeur en sous-surface (figure 5.12). Les points de chaque courbe correspondent aux contraintes moyennes pour les piliers qui se trouvent à une même profondeur. Sur ce même graphique, la contrainte d'écoulement à 8 % ($\sigma_{0.08}$) est représentée pour chaque pilier selon sa position en profondeur. Ces points expérimentaux sont référencés selon la région où ils se trouvent en sous-surface : TTS (en rouge), zone de transition (en vert) et zone monocristalline (en bleu). La courbe noire représente la limite d'élasticité totale (σ_y), montrant une tendance d'évolution très similaire au gradient mécanique mesuré expérimentalement et un bon accord avec les valeurs des contraintes d'écoulement quantifiées ($\sigma_{0.08}$). Il faut préciser que les contraintes correspondantes au pilier 9 n'ont pas été prises en compte pour l'estimation des courbes moyennes, car l'effet Hall-Petch n'a pas été considéré pour ce pilier alors qu'il se trouve à une profondeur du même ordre de grandeur que celle des piliers TTS.

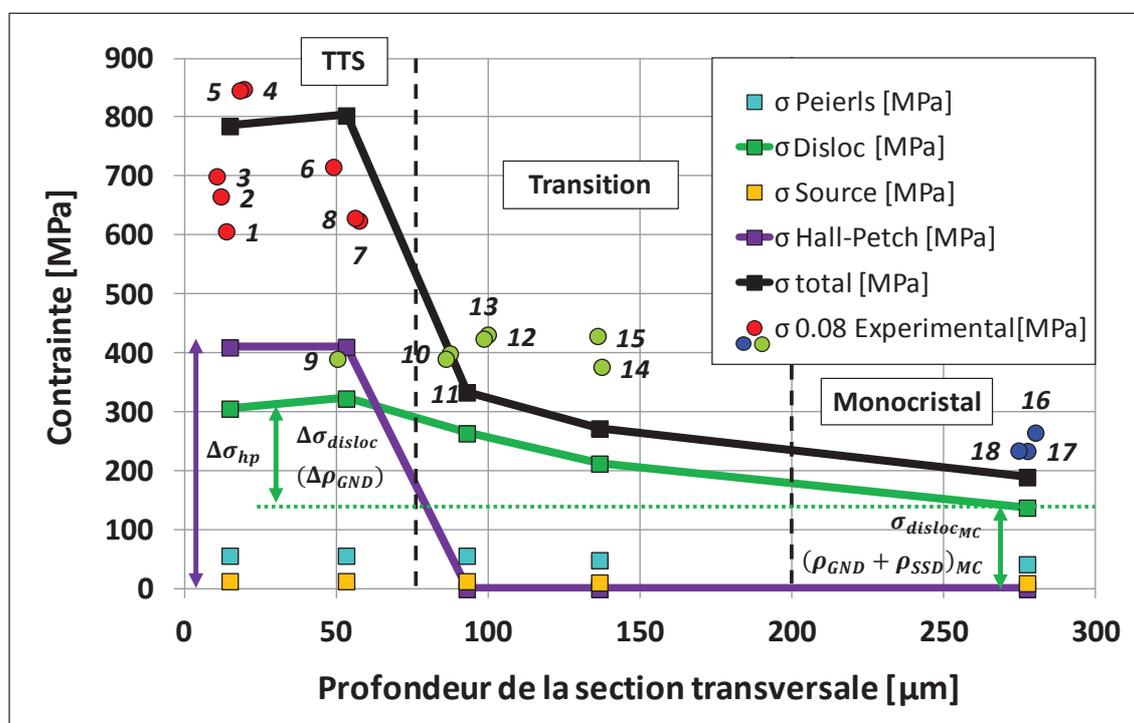


Figure 5.12 – Gradients mécaniques en profondeur des différents phénomènes microstructuraux présents dans l'augmentation de propriétés mécaniques en extrême surface.

En général, la courbe correspondant à la somme des contraintes (σ_y) montre un gradient mécanique total qui varie entre $\sim 800 \text{ MPa}$ (TTS) et $\sim 200 \text{ MPa}$ (zone monocristalline), dont la réduction plus significative est produite à la frontière entre la zone TTS et la zone de transition ($\Delta\sigma_y \approx 470 \text{ MPa}$). En d'autres termes, la limite élastique totale (σ_y) diminue d'environ 75 % en profondeur, dont 59 % correspond à l'évolution de la contrainte entre la zone TTS et la zone de transition. Les 16 % restants dans la diminution de la contrainte se produisent entre la zone de transition et la zone monocristalline.

Les contraintes correspondant à l'effet de taille des grains (Hall-Petch) et à l'interaction des dislocations (écrouissage) sont les phénomènes plus significatifs dans l'augmentation de propriétés mécaniques sur les surfaces hyper-déformées de fer- α . En effet, la contrainte Hall-Petch montre un gradient mécanique ($\Delta\sigma_{hp}$) de l'ordre de 400 MPa sur la couche TTS. De même, l'écrouissage (σ_{disloc}) évolue en profondeur avec des valeurs du même ordre, tel que $\sim 300 \text{ MPa}$ sur la zone polycristalline et $\sim 150 \text{ MPa}$ sur la zone monocristalline ($\Delta\sigma_{disloc} \approx 150 \text{ MPa}$). Telle que présentée sur la [figure 5.12](#), l'évolution de l'écrouissage en profondeur est étroitement lié au gradient de la densité de dislocations GND ($\Delta\rho_{GND}$) mesuré à partir du KAM. A partir des hypothèse du modèle, l'état "quasi-initial" des dislocations mesuré sur la zone monocristalline ($\sigma_{disloc_{MC}}$) correspond à la somme des densités de dislocations ρ_{GND} et ρ_{SSD} . Concernant les contraintes de Peierls et de source de dislocations, les valeurs estimées pour celles-ci sont de l'ordre de $\sigma_{peierls} \approx 60 \text{ MPa}$ et $\sigma_{source} \approx 13 \text{ MPa}$, respectivement. Les faibles intensités de ces contraintes sont complètement inhérentes au fer- α , car ce matériau favorise la mobilité et multiplication de dislocations lors de l'hyper-déformation plastique en raison de sa haute énergie de faute d'empilement [35, 41].

Considérant que le gradient mécanique est entièrement piloté par l'écrouissage sur les régions plus profondes (voir [figure 5.12](#)), il est très probable que la forte augmentation des propriétés mécaniques sur la couche TTS soit principalement dominée par l'effet Hall-Petch ($\Delta\sigma_{hp} \approx 400 \text{ MPa}$). En effet, si seul le phénomène d'écrouissage était considéré dans le gradient mécanique en extrême surface ($\Delta\sigma_{disloc}$), l'augmentation de la limite d'élasticité (σ_y) ne dépasserait pas les $\sim 150 \text{ MPa}$. Ceci expliquerait pourquoi le gradient mécanique identifié expérimentalement ($\sigma_{0.08}$) décroît subitement après la zone TTS : 42.5 % sur une réduction totale de 63.5 %. Ce phénomène est également visible sur les gradients mécaniques observés expérimentalement sur les surfaces transformées par grenailage (paragraphe 4.2.2 du quatrième chapitre).

Pour conclure, il faut préciser que les écarts existants entre les contraintes estimées théoriquement et celles mesurées expérimentalement sont à l'origine de plusieurs facteurs. Tout d'abord, l'estimation des contraintes liées à l'écrouissage du matériau (τ_{disloc}) provient d'estimations approximatives dans la densité de dislocations. Si bien que les matériaux à fort gradient de désorientation cristalline ont tendance à avoir une densité de dislocations GND

très élevée ($\rho_{GND} \gg \rho_{SSD}$) [167]; plusieurs considérations prises en compte dans le modèle de calcul devraient être vérifiées expérimentalement en perspective de cette étude (par exemple, la densité de dislocations réelle des zones écrouies). De même, une sous-estimation de la taille des grains sur quelques piliers de la zone poly-cristalline ou l'activation de plusieurs plans de glissement dans les piliers monocristallins pourrait également expliquer les écarts observés entre les résultats du modèle (σ_y) et ceux des essais de micro-compression ($\sigma_{0.08}$). Finalement, plusieurs constantes et paramètres du modèle ont été choisis en fonction de différentes études dont les propriétés initiales du fer- α peuvent avoir des variations non négligeables. Malgré toutes ces incertitudes, les résultats obtenus semblent globalement cohérents avec les mesures expérimentales et plusieurs phénomènes microstructuraux ont pu être corrélés de manière satisfaisante avec les gradients mécaniques identifiés.

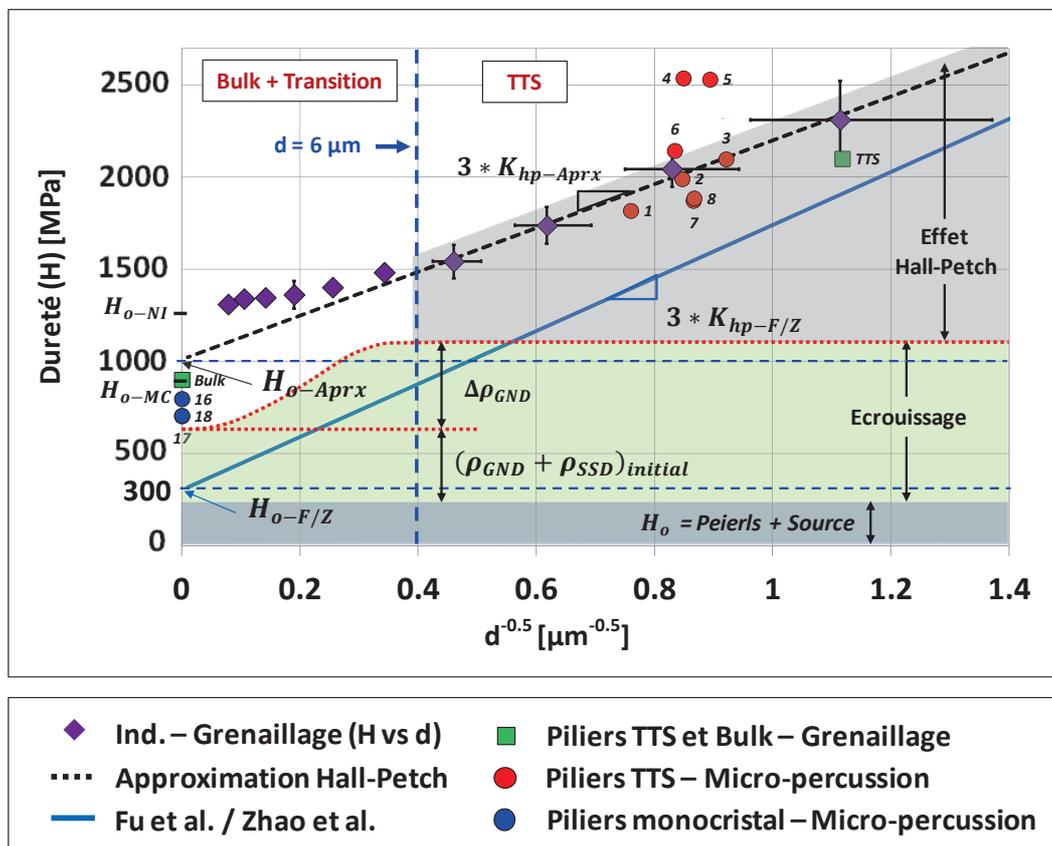


Figure 5.13 – Comparaison des gradients mécaniques obtenues sur les deux types de surfaces traitées : par grenailage et par micro-percussion. L'estimation des différentes contributions microstructurales est superposée aux interprétations réalisées préalablement sur la [figure 4.19](#) du quatrième chapitre (lignes pointillées bleues). La limite d'élasticité (expérimentalement contrainte d'écoulement $H_{0.08} \approx 3\sigma_{0.08}$) correspond à la somme de la contrainte de Peierls (et de source de dislocations), de l'écrouissage et de l'effet Hall-Petch : $H \approx H_0 + H_{\text{écrouissage}} + H_{hp}$.

5.5.2 Comparaison avec le gradient mécanique obtenu par grenailage

Les gradients mécaniques obtenus par essais mécaniques sur les deux types de surfaces (traitées par grenailage et micro-percussion) sont comparés sur le graphique de la [figure 5.13](#) (repris de la [figure 4.19](#)). Sur ce diagramme, toutes les contraintes d'écoulement ($\sigma_{0.08}$) quantifiées par micro-compression sont converties en dureté (H) en considérant le rapport de Tabor ($H/\sigma_{0.08} \approx 3$) [67, 69, 71].

Dans cette représentation, uniquement les tests de compression sur la zone TTS et la zone monocristalline ($d^{-0.5} \approx 0$) sont pris en compte car les tests sur la zone de transition n'ont pas une taille de grain bien définie pour être placés sur le graphique. De même, les points de dureté identifiés par nano-indentation sur les surfaces grenillées sont tracés en fonction de la taille de grains (les points de la zone de transition correspondent à une extrapolation de $d^{-0.5}$). La frontière indiquée entre la zone TTS et la zone de transition correspond à la taille de grain mesurée à cet endroit pour les échantillons grenillés ($d \approx 6 \mu m$). Finalement, nous observons également les deux tests de compression réalisés sur les échantillons grenillés (TTS et *bulk*). Il est intéressant de voir que les gradients mécaniques dans les deux types de surfaces sont du même ordre, avec une variation générale comprise entre $\sim 1000 MPa$ (zone *bulk* ou monocristalline) et $\sim 2300 MPa$ en extrême surface (TTS).

Les résultats de la région poly-cristalline sont en bon accord. Les contraintes d'écoulement mesurées ($H_{0.08} \approx 3\sigma_{0.08}$) se placent sur la courbe d'approximation Hall-Petch estimée pour les surfaces grenillées (ligne pointillée noire). En comparant les valeurs des micro-compressions pour les deux types de surfaces, les contraintes d'écoulement obtenues sont du même ordre ($H_{0.08} \approx 2100 MPa$). La différence de taille de grain dans les deux cas pourrait expliquer l'écrouissage observé dans les courbes de compression des piliers TTS sur l'échantillon de micro-percussion ([figure 5.6](#)).

En regardant la zone monocristalline (*bulk*), les contraintes mesurées par indentation et micro-compression (H_{o-NI} , H_{o-MC}) montrent une différence significative sur les deux types de surfaces. Comme mentionné précédemment sur le paragraphe 4.4.2, ceci peut s'expliquer par le type de chargement de chaque essai. L'indentation étant un test multi-axial, l'activation simultanée de plusieurs systèmes de glissement peut entraîner une surestimation des propriétés mécaniques dans la région monocristalline [145]. Les différences observées entre les tests de micro-compression peuvent être étroitement liées à l'activation de plusieurs systèmes de glissement et aux directions de chargement sur chaque monocristal : $\langle 225 \rangle$ pour l'échantillon grenillé et $\langle 84\bar{3} \rangle$ pour l'échantillon de micro-percussion. Malgré ces différences, les contraintes d'écoulement mesurées semblent cohérentes avec les propriétés mécaniques mesurées sur le matériau initial ($\sigma_{0.08} \approx 250 MPa$). De même, ces propriétés mécaniques sont en accord avec la contrainte d'écoulement estimée à partir d'un essai de compression ma-

croscopique dans un échantillon du même fer- α (voir [figure 5.14](#)). Cette étude, réalisée par Al-Baida *et al.* [138] dans le cadre d'une collaboration entre l'École des Mines de Saint-Étienne et le laboratoire LERMPS de l'Université Technologique de Belfort-Montbéliard, montre que $H_{0.08} \approx 3\sigma_{0.08} \approx 750 \text{ MPa}$ (voir paragraphe 3.3.2).

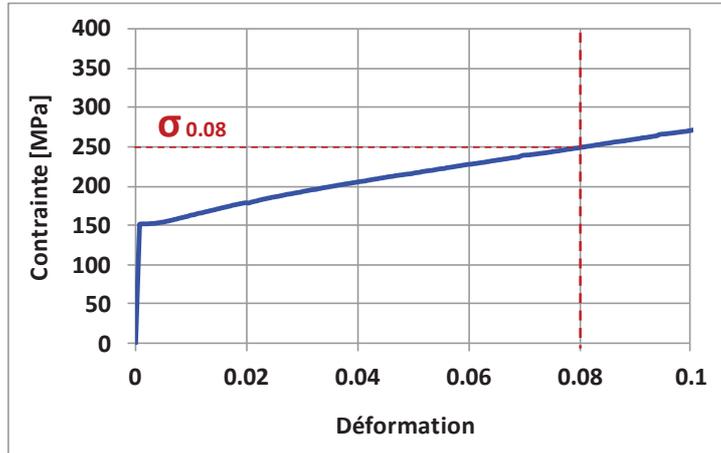


Figure 5.14 – Test de compression macroscopique dans un échantillon de fer- α de 4 mm de diamètre. La vitesse de déformation est de 0.1 /s. La contrainte d'écoulement est d'environ 250 MPa à 8 % de déformation.

Concernant les contributions mécaniques estimées pour les différents types de phénomènes microstructuraux ($\sigma_{peierls}$, σ_{source} , σ_{disloc} , σ_{h-p}), celles-ci ont été retracées sur les zones identifiées préalablement dans la discussion du quatrième chapitre (voir [figure 5.13](#)) : (i) propriétés initiales du matériau H_o , (ii) écrouissage et (iii) effet Hall-Petch. La ressemblance des zones d'écrouissage et de la zone de propriétés initiales du matériau (H_o) montre un bon accord entre les deux types d'analyses. En effet, l'écart entre l'approximation de l'effet Hall-Petch estimée par indentation et le modèle Hall-Petch proposé dans la littérature par Fu *et al.* [151] et Zhao *et al.* [152] est étroitement lié à l'écrouissage du matériau. Toutefois, une question reste en suspens : "est-ce que cet écrouissage est engendré par l'hyper-déformation plastique du traitement de surface ou est-ce qu'il provient de l'état initial du matériau ?"

Considérant les résultats de micro-compression dans la zone monocristalline ($H_{0.08} \approx 750 \text{ MPa}$), il est évident que le matériau initial utilisé dans ce projet est caractérisé par un état mécanique supérieur à celui considéré dans la littérature ($H_{o-F/Z} \approx 300 \text{ MPa}$) [151,152]. En d'autres termes l'état initial du fer- α employé possède un niveau d'interaction de dislocations considérable, i.e. une densité de dislocations initiale non-négligeable. Ceci est observé dans le modèle de calcul de la limite d'élasticité (σ_y), où la contrainte totale sur la zone monocristalline peut être deux à trois fois plus grande que les contraintes de Peierls et de sources de dislocations. Il est possible que les procédés utilisés dans la préparation des échantillons soient en partie responsables de l'état mécanique élevé du matériau initial.

En revanche, sur la [figure 5.13](#), nous observons que le gradient d'écroissage induit par le traitement de surface fait également évoluer les propriétés mécaniques totales ($H \approx 3\sigma_y$) entre la zone monocristalline et la zone TTS. En effet, les propriétés mécaniques initiales du matériau, déjà élevées dans le cas du fer- α utilisé, continuent à augmenter en raison du gradient de la densité de dislocations. C'est-à-dire que le terme $H_{o-total}$ ($H_{peierls} + H_{source} + H_{disloc}$) de l'équation Hall-Petch ($H = H_{o-total} + 3K_{hp}/\sqrt{d}$) n'est pas tout-à-fait constant dans le cas de surfaces à fort gradient de déformation plastique.

En résumé, l'écroissage observé sur les zones poly-cristallines a deux origines (voir [figure 5.13](#)) : (i) un état initial d'interactions de dislocations ($(\rho_{GND} + \rho_{SSD})_{initial}$), qui dans ce cas est plus important que celui observé dans la littérature, et (ii) une augmentation de propriétés mécaniques dans la zone de transition en raison du gradient de densité de dislocations ($\Delta\rho_{GND}$). Malgré le fait que l'effet Hall-Petch est prédominant sur la zone TTS, il a été observé que l'écroissage peut également continuer à évoluer sur cette zone en raison de l'augmentation de dislocations. Sur cette étude, seule l'évolution de dislocations GND a été considérée en raison du fort gradient de désorientation cristalline (voir paragraphes 5.4.1 et 5.4.2) [167]. Toutefois, il est très probable que la densité de dislocations SSD évolue également en profondeur. En perspective de cette étude, une estimation réelle du gradient de densité de dislocations totale permettrait d'approfondir sur cette analyse.

Pour conclure, il est possible que des phénomènes comme la quantité de carbone à l'intérieur du matériau initial soient également responsables de l'état mécanique élevé du matériau initial. En effet, le durcissement du matériau par la présence du carbone en solution solide n'a pas été considéré dans cette analyse. Il est connu que les propriétés mécaniques du fer- α augmentent avec une quantité de carbone plus significative [41]. En d'autres termes, la contrainte de cisaillement du fer- α varie proportionnellement avec la racine carrée de la quantité de carbone ($\Delta\tau_{ss} \propto \sqrt{c}$). Cette expression montre que la contrainte requise pour déformer plastiquement le matériau dépend du niveau d'interactions entre les dislocations et les particules de la solution solide (le carbone) à l'intérieur du fer- α . Malgré la faible quantité de carbone estimée (15 ppm), une possible augmentation de cet élément lors des étapes de préparation des échantillons pourrait contribuer au durcissement du matériau initial. Dans ce cas là, un cinquième facteur de durcissement devrait être considéré à la frontière entre la contrainte de Peierls ($\sigma_{peierls}$) et la contrainte liée aux interactions de dislocations (σ_{disloc}). En perspective de cette étude, l'effet combiné du carbone et du gradient de déformation pourrait être analysé dans des futurs travaux, en considérant différents alliages de fer- α .

5.6 Conclusion du chapitre V

Dans ce dernier chapitre, plusieurs phénomènes microstructuraux ont été considérés, montrant que divers facteurs sont à l'origine du gradient mécanique engendré en sous-surface par des effets de contact. Plus particulièrement, deux phénomènes ont été identifiés comme responsables des évolutions mécaniques en profondeur : l'effet Hall-Petch et l'écroutissage du matériau. Malgré le fait que ces deux phénomènes sont du même ordre de grandeur, il semblerait que l'effet de taille de grain (Hall-Petch) est le principal responsable des forts écarts mécaniques entre la couche TTS et les zones mécaniquement affectées en profondeur (zone de transition). De même, l'effet Hall-Petch pilote le gradient de propriétés mécaniques en extrême surface malgré les fortes désorientations cristallines du matériau, i.e. le gradient de densité de dislocations. D'autre part, l'écroutissage du matériau provient en partie de l'augmentation des interactions entre dislocations sur les zones plus proches de l'extrême surface. Dans les perspectives de cette étude, il serait judicieux de prendre en compte les effets liés aux contraintes résiduelles (que nous avons négligé ici considérant que l'usinage FIB peut relâcher une grande partie de contraintes résiduelles) et faire une estimation expérimentale du gradient de densité de dislocations en profondeur. Pour conclure, il est intéressant d'observer que les gradients mécaniques engendrés par les deux types de contacts (micro-percussion et grenailage) sont du même ordre. Vu que l'effet Hall-Petch est le phénomène prédominant sur la région poly-cristalline, il n'est pas surprenant que les gradients mécaniques soit semblables ; car la taille de grains est du même ordre en extrême surface (sub-micrométrique) malgré les différences d'épaisseurs des couches TTS induites.

Conclusion Générale

Trois objectifs principaux ont été considérés pour ce projet :

1. Déterminer les gradients mécaniques et microstructuraux pour les deux types de surfaces transformées (grenailage, micro-percussion).
2. Évaluer le lien quantitatif entre les mesures faites par deux types d'essais micro-mécaniques (nano-indentation, micro-compression).
3. Identifier les effets microstructuraux impliqués dans l'augmentation des propriétés mécaniques par hyper-déformation de surfaces.

Les techniques de caractérisation utilisées pour aborder ces questions ont été spécifiées dans le chapitre 2. Concernant les **méthodes de caractérisation microstructurale**, l'imagerie MEB (par électrons rétro-diffusés) a permis de faire une description globale et locale des surfaces microstructurées. L'EBSD nous a offert la possibilité de quantifier les évolutions microstructurales et de pouvoir établir un lien avec les gradients mécaniques en sous-surface. Il a été également employé pour identifier d'autres aspects métallurgiques comme la désorientation locale et la densité des dislocations GND (KAM). Quant à la SDL, cette méthode a été utilisée pour estimer les possibles variations de concentration d'oxygène induites en surface lors des impacts répétés.

En ce qui concerne la **caractérisation mécanique**, les essais envisagés avaient pour objectif d'associer une approche globale des gradients en sous-surface (nano-indentation), à des courbes contrainte - déformation locales (micro-compression). L'étude bibliographique (chapitre 2) montre que la nano-indentation est une technique relativement simple à mettre en place avec des méthodes de dépouillement assez laborieuses. Quant à la compression de micro-piliers, cette technique offre de grands avantages dans l'estimation directe des contraintes d'écoulement locales, malgré les complexités associées aux étapes de fabrication (spécialement pour les zones poly-cristallines) et de compression *in situ*. L'intérêt d'utiliser ces deux techniques a résidé notamment dans la possibilité d'associer les résultats mécaniques (dureté - H - et contrainte d'écoulement à 8 % de déformation - $\sigma_{0.08}$ -) par l'intermédiaire de l'expression de Tabor : $H \approx 3\sigma_{0.08}$ (point représentatif pour un indenteur Berkovich) [71, 72].

Quant au **matériau de travail**, le fer- α a été choisi car il présente certaines caractéristiques avantageuses lors de l'hyper-déformation plastique : *(i)* sa haute énergie de faute d'empilement (EFE) favorise la mobilité de dislocations et la formation de bandes de cisaillement, *(ii)* le raffinement de taille de grain ne provoque pas la formation de macles ou les transformations de phase et *(iii)* ce matériau ne présente pas d'inclusions. Dans le chapitre 3, toutes les étapes de fabrication et de **traitements superficiels du fer- α** ont été détaillées. Dans cette partie, le cadre expérimental de notre investigation a été établi et délimité. En termes généraux, les surfaces obtenues (par grenailage et micro-percussion) se caractérisent par :

- **des microstructures** : un raffinement microstructural progressif avec une réduction en taille de grain très importante en extrême surface ($\sim 1 \mu m$) par rapport à la taille initiale des grains (entre $200 \mu m$ et $1 mm$). Plusieurs grains en extrême surface présentent une taille sub-micrométrique qui peut être de l'ordre de quelques centaines de nm
- **des régions en sous-surface** : Les deux types de surfaces générées se caractérisent par la présence de diverses zones en sous-surface. En général nous observons la présence *(i)* d'une zone de raffinement microstructural importante (couche TTS), suivie *(ii)* d'une zone de transition et ensuite *(iii)* du matériau initial (ou *bulk*). Compte tenu de la taille initiale des grains (plusieurs centaines de μm), la zone dite de "transition" correspond à la région de passage entre la couche poly-cristalline de l'extrême surface (TTS) et les zones "monocristallines" du *bulk*. La présence de bandes de cisaillement et de sous-joints de grains ont été souvent observés dans la zone de transition. Dans le cas d'empreintes de micro-percussion, la déformation plastique atteint des profondeurs tellement importantes (environ $430 \mu m$) qu'une partie de la zone monocristalline observée est à l'intérieur de la *zone mécaniquement affectée* (ZMA). En résumé, les couches TTS se caractérisent par une épaisseur de l'ordre $60 \mu m$ à $100 \mu m$, tandis que les ZMA peuvent atteindre des profondeurs comprises entre $\sim 200 \mu m$ et $\sim 400 \mu m$.
- **des mécanismes de formation** : En général, l'épaisseur des couches TTS a tendance à augmenter en fonction du nombre d'impacts, spécialement dans le cas de la micro-percussion. Le seuil de croissance des couches TTS peut être atteint très rapidement pour les échantillons grenailés. Les tests de micro-percussion ont montré que la zone transformée peut être plus large et homogène avec un angle d'impact $\theta > 0^\circ$. Ceci est probablement en lien avec les mécanismes de transformation microstructurale, tel que les bandes de cisaillement [35]. Il est probable que l'hyper-déformation plastique associée à des mécanismes combinés de glissement et d'impact soit plus favorable dans la transformation microstructurale du fer- α . Cette hypothèse reste à confirmer.

Les deux derniers chapitres abordent la question de l'identification des **gradients mécaniques** induits par les traitements de grenailage (chapitre 4) et de micro-percussion (chapitre 5). Les différentes étapes de transformation du fer- α ont permis d'identifier trois échantillons exploitables pour la quantification du gradient des propriétés mécaniques : 2 pour le grenailage (*NanoPeening*®) et 1 pour la micro-percussion. Les conclusions les plus remarquables de ces deux chapitres sont présentées par la suite afin de répondre à chacune des problématiques énoncées précédemment (voir numérotation) :

1. **les gradients mécaniques** : les essais mécaniques dans la section transversale des surfaces transformées ont montré que les propriétés mécaniques en extrême surface ($H \approx 3\sigma_{0.08} \approx 2100 \text{ MPa}$) peuvent être le double de celles au coeur du matériau ($H \approx 3\sigma_{0.08} \approx 900 \text{ MPa}$). Pour les deux types de surfaces, le taux de réduction mécanique en profondeur varie entre 45 % et 60 % environ. En général, 3/4 de l'évolution des propriétés mécaniques en profondeur est achevé le long de la couche TTS (zone poly-cristalline). Le dernier quart du gradient mécanique correspond aux zones plastiquement déformées en profondeur (typiquement la zone de transition). Malgré les différentes épaisseurs des couches TTS pour les deux types de surfaces (par grenailage et micro-percussion), les gradients mécaniques sont quantitativement du même ordre.

2. **nano-indentation vs micro-compression** : dans le cas de surfaces grenillées, le gradient mécanique a été estimé à partir des essais d'indentation (dureté - H -) et micro-compression (contrainte d'écoulement - $\sigma_{0.08}$ -). Considérant le rapport expérimental de Tabor ($H/\sigma_{0.08} \approx 3$) [71, 72], les résultats obtenus par ces deux techniques sont en bon accord. Dans le cas des zones poly-cristallines (TTS) les ratios trouvés varient entre ~ 3.1 et ~ 3.3 . En revanche des écarts plus significatifs ($H/\sigma_{0.08} \approx 4$) sont observés sur les zones monocristallines (*bulk*) en raison de la nature multi-axiale des essais d'indentation [145].

- 3-a **l'effet Hall-Petch** : le lien entre les gradients mécaniques (par indentation) et microstructuraux (par EBSD) ont été mis en évidence pour les surfaces grenillées à travers l'effet Hall-Petch ($H = H_o + 3K_{hp}/\sqrt{d}$). Les constantes caractéristiques du matériau (H_o, K_{hp}) ont été évaluées, révélant un bon accord entre l'effet de taille de grain mesuré ($K_{hp} \approx 400 \text{ MPa}\mu\text{m}^{0.5}$) et celui proposé dans la littérature ($K_{hp} \approx 480 \text{ MPa}\mu\text{m}^{0.5}$) [151, 152]. Cependant l'état initial du matériau proposé dans la littérature ($H_o = 300 \text{ MPa}$) [151, 152] est très bas par rapport à celui trouvé sur le fer- α utilisé ($H_o \approx 1000 \text{ MPa}$). Ces résultats ont mis en évidence la participation d'autres mécanismes microstructuraux dans l'augmentation de propriétés mécaniques en sous-surface. Cette partie du projet a été publiée dans les journaux scientifiques *Matériaux & Techniques* [155] et *Materials Science and Engineering A* [156].

3-b **les autres facteurs microstructuraux** : l'influence de plusieurs facteurs microstructuraux dans le durcissement des surfaces hyper-déformées a été étudié sur l'un des échantillons de micro-percussion. Parmi les quatre éléments considérés dans la valeur totale de σ_y (contrainte de Peierls - $\sigma_{peierls}$ -, interaction de dislocations - σ_{disloc} -, contrainte de source de dislocations - σ_{source} -, effet Hall-Petch - σ_{hp} -), l'écroissage et l'effet de taille de grain semblent les phénomènes les plus significatifs dans l'augmentation des propriétés mécaniques. Plus précisément, l'effet Hall-Petch présente un gradient mécanique plus important ($\Delta\sigma_{hp} \approx 400 \text{ MPa}$) par rapport au phénomène d'écroissage ($\Delta\sigma_{disloc} \approx 150 \text{ MPa}$). De même, il semblerait que l'effet Hall-Petch pilote l'évolution de propriétés mécaniques en extrême surface (couche TTS), raison pour laquelle le gradient mécanique diminue très vite entre la couche TTS et la zone de transition.

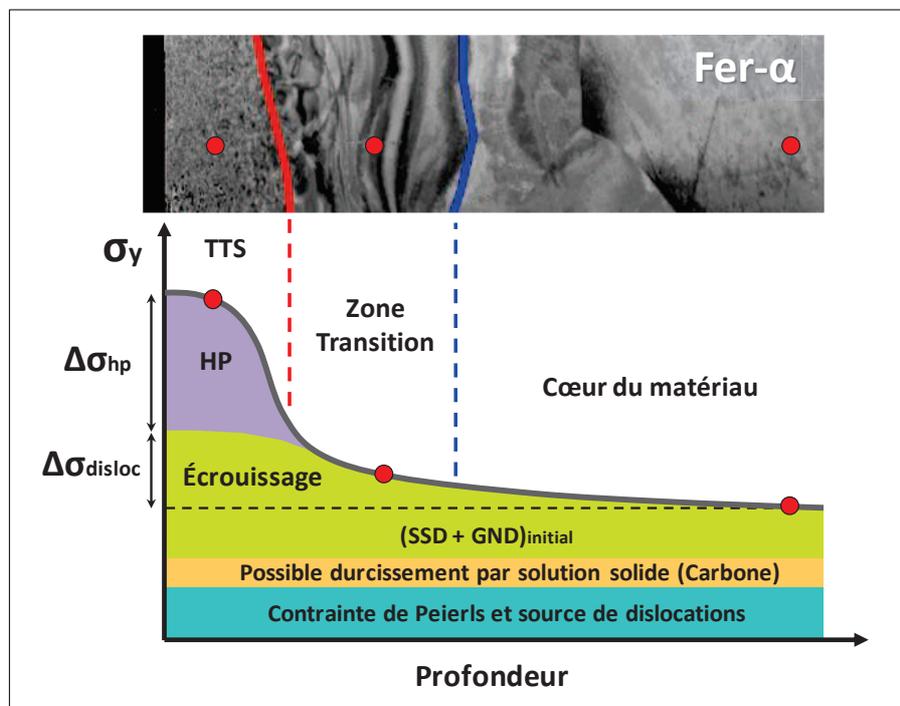


Figure 5.15 – Représentation schématique des facteurs microstructuraux présents dans l'augmentation des propriétés mécaniques en sous-surface par hyper-déformation plastique.

L'évolution des propriétés mécaniques au-delà de la couche TTS est directement liée au gradient de la densité de dislocations en profondeur. D'ailleurs, seule l'évolution de la densité de dislocations GND a pu être estimée. Dans la littérature plusieurs auteurs [167] suggèrent que les dislocations GND pilotent la déformation plastique dans les zones à fort gradient de désorientation cristalline ($\rho_{GND} \gg \rho_{SSD}$). En perspective de ce travail, une estimation du gradient réel de la densité de dislocations (GND et SSD) pourrait être judicieux afin d'approfondir cette analyse. Pour conclure, la

figure 5.15 résume la phénoménologie proposée dans ce travail pour la "Caractérisation du comportement mécanique de surfaces hyper-déformées par des phénomènes de contact".

Perspectives

A partir des discussions abordées dans ce projet, plusieurs perspectives sont envisagées vis-à-vis de certaines problématiques qui pourraient être encore approfondies par de futurs travaux de recherche :

- **les mécanismes de transformation microstructurale** : dans l'approche expérimentale, il reste encore à approfondir l'influence de certains paramètres : (i) Quel est le compromis entre les phénomènes de glissement et d'impact normal dans la formation de couches TTS ? (ii) dans quelle mesure l'angle d'impact ou la taille des billes privilégient la formation de fissures en sous-surface et finalement la possible apparition du troisième corps ? Une approche combinée entre la simulation numérique des impacts et une analyse paramétrique expérimentale pourrait mettre en lumière le rapport entre les mécanismes de transformation microstructurale en sous-surface [30]. La simulation numérique devrait permettre de relier le champ de contraintes et de déformation avec la formation et la propagation de fissures selon les caractéristiques des impacts. La simulation numérique permettrait également de mettre en lien la plasticité cristalline des zones hyper-déformées avec les conditions d'impact [170].
- **les contraintes résiduelles** : plusieurs études scientifiques montrent l'influence de contraintes résiduelles dans l'augmentation de propriétés mécaniques des surfaces hyper-déformées [51, 56]. Dans ce projet, l'effet des contraintes résiduelles a été négligé considérant que l'usinage FIB permet de relâcher une grande partie des contraintes. Cependant, la quantification de ce phénomène permettrait d'approfondir l'interprétation des facteurs mécaniques influençant le durcissement de surfaces hyper-déformées. Ce type d'analyse pourrait être abordé en combinant une caractérisation des gradients mécaniques comme dans ce manuscrit, avec une estimation de contraintes résiduelles par DRX (Llaneza *et al.* [50] et Frutos *et al.* [56]).
- **les gradients de dislocations SSD et GND** : les résultats présentés montrent le lien existant entre le gradient de densité de dislocations et les gradients mécaniques en sous-surface. Cependant, seule une partie des dislocations GND ont pu être considérées et il reste encore à comprendre quelle est la proportion réelle entre dislocations SSD et GND ? Malgré le fait que plusieurs auteurs considèrent que les dislocations GND sont prédominantes dans les zones à fort gradient de désorientation cristalline [167],

une quantification réelle de la densité de dislocations (par DRX par exemple [171]) pourrait compléter l'analyse réalisée dans ce projet. De même, une estimation du tenseur de Nye à partir des cartographies EBSD sur les zones à gradient de déformation pourrait confirmer les estimations réalisées pour les dislocations GND [169].

Bibliographie

- [1] A. Cornet and J.P. Deville. Physique et ingénierie des surfaces. *Monographie de Maté-riologie - EDP Sciences, 7 Avenue du Hoggar, Les Ulis-91944, France*, 1998.
- [2] J. Marteau and S. Bouvier. Characterization of the microstructure evolution and sub-surface hardness of graded stainless steel produced by different mechanical or thermo-chemical surface treatments. *Surface & Coatings Technology*, 296 :136 – 148, 2016.
- [3] J. Marteau. Caractérisation multi-échelle et analyse par essai d’indentation instrumen-tée de matériaux à gradient générés par procédés mécaniques et thermochimiques de traitement de surface. *Thèse, Université Technologique de Compiègne*, 2013.
- [4] L. Wagner. Mechanical surface treatments on titanium, aluminum and magnesium alloys. *Materials Science and Engineering A*, 263 :210 – 216, 1999.
- [5] V. Lacaille, C. Morel, E. Feulvarch, G. Kermouche, and J.M. Bergheau. Finite element analysis of the grain size effect on diffusion in polycrystalline materials. *Computational Materials Science*, 95 :187 – 191, 2014.
- [6] S. Descartes, C. Desrayaud, E. Niccolini, and Y. Berthier. Presence and role of the third body in a wheel-rail contact. *Wear*, 258 :1081 – 1090, 2005.
- [7] S. Descartes, M. Busquet, and Y. Berthier. An attempt to produce ex situ tts to understand their mechanical formation conditions - the case of an ultra high purity iron. *Wear*, 271 :1833 – 1841, 2011.
- [8] E. Nordin and B. Alfredsson. Measuring shot peening media velocity by indent size comparison. *Journal of Materials Processing Technology*, 235 :143 – 148, 2016.
- [9] A. Ahmed, M. Mhaede, M. Wollmann, and L. Wagner. Effect of micro shot peening on the mechanical properties and corrosion behavior of two microstructure ti-6al-4v alloy. *Applied Surface Science*, 363 :50 – 58, 2016.
- [10] A. Drechsler, T. Dorr, and L. Wagner. Mechanical surface treatments on ti-10v-2fe-3al for improved fatigue resistance. *Materials Science and Engineering A*, 243 :217 – 220, 1998.
- [11] S.E. Khany, M.A. Moyeed, M. ShahabuddinSiddiqui, G.M. Sayeed Ahmed, and M.M.A. Baig. An experimental study of the effect of shot peening on the low carbon steel and identification of optimal process parameters. *Materials Today : Proceedings. 4th International Conference on Materials Processing and Characterization (ICMPC 2015)*, 2 :3363 – 3370, 2015.
- [12] K. Lu and J. Lu. Nanostructured surface layer on metallic materials induced by surface mechanical attrition treatment. *Materials Science and Engineering A*, 375-377 :38 – 45, 2004.

- [13] N.R. Tao, Z.B Wang, W.P. Tong, M.L. Sui, J. Lu, and K. Lu. An investigation of surface nanocrystallization mechanism in fe induced by surface mechanical attrition treatment. *Acta Materialia*, 50 :4603 – 4616, 2002.
- [14] K. Dai and L. Shaw. Analysis of fatigue resistance improvements via surface severe plastic deformation. *International Journal of Fatigue*, 30 :1398 – 1408, 2008.
- [15] T. Roland, D. Reirant, K. Lu, and J. Lu. Fatigue life improvement through surface nanostructuring of stainless steel by means of surface mechanical attrition treatment. *Scripta Materialia*, 54 :1949 – 1954, 2006.
- [16] M. Okada, S. Suenobu, K. Watanabe, Y. Yamashita, and N. Asakawa. Development and burnishing characteristics of roller burnishing method with rolling and sliding effects. *Mechatronics*, 29 :110 – 118, 2015.
- [17] A. Sagbas. Analysis and optimization of surface roughness in the ball burnishing process using response surface methodology and desirability function. *Advances in Engineering Software*, 42 :992 – 998, 2011.
- [18] W. Tillmann, P. Hollingsworth, I. Baumann, L. Hiegemann, C. Weddeling, E. Takkaya, S. Rausch, and D. Biermann. Thermally sprayed finestructured wc-12co coatings finished by ball burnishing and grinding as an innovative approach to protect forming tools against wear. *Surface & Coatings Technology*, 268 :134 – 141, 2015.
- [19] B. Tadic, S. Randjelovic, P. Todorovic, J. Zivkovic, V. Kocovic, I. Budak, and D. Vukelic. Using a high-stiffness burnishing tool for increased dimensional and geometrical accuracies of openings. *Precision Engineering*, 43 :335 – 344, 2016.
- [20] G. Kermouche. Etude de traitements mécaniques des surfaces reposante sur des sollicitations de rayure (superfinition, polissage, galetage). *Matériaux & Techniques*, 101, 308, 2013.
- [21] P. Delgado, I.I. Cuesta, J.M. Alegre, and A. Diaz. State of the art of deep rolling. *Precision Engineering*, In press, 2016.
- [22] O. Maiss, B. Denkena, and T. Grove. Hybrid machining of roller bearing inner rings by hard turning and deep rolling. *Journal of Materials Processing Technology*, 230 :211 – 216, 2016.
- [23] V.M. Segal. Materials processing by simple shear. *Materials Science and Engineering A*, 197 :157 – 164, 1995.
- [24] Y. Iwahashi, J. Wang, Z. Horita, M. Nemoto, and T. Langdon. Principle of equal-channel angular peessing for the processing of ultra-fine grained materials. *Scripta Materialia*, 35, No. 2 :143 – 146, 1996.
- [25] M.R. Jandaghi, H. Pouraliakbar, M.K.G. Shiran, G. Khalaj, and M. Shirazi. On the effect of non-isothermal annealing and multi-directional forging on the microstructural evolutions and correlated mechanical and electrical characteristics of hot-deformed al-mg alloy. *Materials Science & Engineering A*, 657 :431 – 440, 2016.
- [26] S. Descartes, C. Desrayaud, and E.F. Rauch. Inhomogeneous microstructural evolution of pure iron during high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering A*, 528 :3666 – 3675, 2011.
- [27] Z. Yanushkevich, A. Belyakov, R. Kaibyshev, C. Haase, and D.A. Molodov. Effect of cold rolling on recrystallization and tensile behavior of a high-mn steel. *Materials Characterization*, 112 :180 – 187, 2016.

- [28] Y. Saito, H. Utsunomiya, N. Tsuji, and T. Sakai. Novel ultra-high straining process for bulk materials-development of the accumulative roll-bonding (arb) process. *Acta Materialia*, 47, No. 2 :579 – 583, 1999.
- [29] H. Al-Baida, C. Langlade, G. Kermouche, and R. Ambriz. Identification du comportement mécanique des matériaux à l'aide d'essais de micro-impact répétés. *Matériaux & Techniques*, 102, 604, 2014.
- [30] G. Kermouche, G. Pacquaut, C. Langlade, and J.M. Bergheau. Investigation of mechanically attrited structures induced by repeated impacts on an aisi1045 steel. *Comptes Rendus Mécanique*, 339 :552 – 562, 2011.
- [31] J. Benard, A. Michel, J. Philibert, and J. Talbot. Métallurgie générale. *Masson S.A.*, 120 Bd Saint-Germain, 75280 Paris, 1984.
- [32] D. Hull and D.J. Bacon. Introduction to dislocations. *Butterworth-Heinemann*, 225 Wildwood Avenue, Woburn, MA 01801-2041 20 rue des Grands-Augustins, Paris-75006, France, 2001 - 4th edition.
- [33] J.L. Martin. Dislocations et plasticité des cristaux. *Presses polytechniques et universitaires romandes*, CH-1015 Lausanne, 2000.
- [34] S. Mahajan. Critique of mechanisms of formation of deformation, annealing and growth twins : Face-centered cubic metals and alloys. *Scripta Materialia*, 68 :95 – 99, 2013.
- [35] T. Sakai, A. Belyakov, R. Kaibyshev, H. Miura, and J.J. Jonas. Dynamic and post-dynamic recrystallization under hot, cold and severe plastic deformation conditions. *Progress in Materials Science*, 60 :130 – 207, 2014.
- [36] H. Ghodizadeh. The influence of alloying and temperature on the stacking-fault energy of iron-based alloys. *Thèse, Montanuniversitat Leoben*, 2013.
- [37] J.C. Toledano. Bases physiques de la plasticité des solides. *Les éditions de l'école polytechnique*, 20 rue des Grands-Augustins, Paris-75006, France, 2007.
- [38] K.T. Kashyap, A. Bhat, P.G. Koppad, and K.B. Puneeth. On peierls nabarro stress in iron. *Computational Materials Science*, 56 :172 – 173, 2012.
- [39] M. Dietiker, S. Buzzi, G. Pigozzi, J.F. Löffler, and R. Spolenak. Deformation behavior of gold nano-pillars prepared by nanoimprinting and focused ion-beam milling. *Acta Materialia*, 59 :2180 – 2192, 2011.
- [40] A. Chen, J. Liu, H. Wang, J. Lu, and Y.M. Wang. Gradient twinned 304 stainless steels for high strength and high ductility. *Materials Science & Engineering A*, 667 :179 – 188, 2016.
- [41] A. Abbasi, A. Dick, T. Hickel, and J. Neugebauer. First-principles investigation of the effect of carbon on the stacking fault energy of fe-c alloys. *Acta Materialia*, 59 :3041 – 3048, 2011.
- [42] S.M. Lim, M. El-Wahabi, C. Desrayaud, and F. Montheillet. Microstructural refinement of an fe-c alloy within the ferritic range via two different strain paths. *Materials Science & Engineering A*, 460 - 461 :532 – 541, 2007.
- [43] J. Aldazabal and J. Gil-Sevillano. Hall-petch behaviour induced by plastic strain gradients. *Materials Science & Engineering A*, 365 :186 – 190, 2004.
- [44] T.G. Nieh and J. Wadsworth. Hall-petch relation in nanocrystalline solids. *Scripta Metallurgica et Materialia*, 25 :955 – 958, 1991.

- [45] D.J. Dunstan and A.J. Bushby. Grain size dependence of the strength of metals : The hall-petch effect does not scale as the inverse square root of grain size. *International Journal of Plasticity*, 53 :56 – 65, 2014.
- [46] K.E. Aifantis and A.A. Konstantinidis. Hall-petch revisited at the nanoscale. *Materials Science & Engineering B*, 163 :139 – 144, 2009.
- [47] S.O. Gashti, A. Fattah-alhosseini, Y. Mazaheri, and Keshavarz M.K. Effects of grain size and dislocation density on strain hardening behavior of ultrafine grained aa1050 processed by accumulative roll bonding. *Journal of Alloys and Compounds*, 658 :854 – 861, 2016.
- [48] G. Angella, F. Zanardi, and R. Donnini. On the significance to use dislocation-density-related constitutive equations to correlate strain hardening with microstructure of metallic alloys : The case of conventional and austempered ductile irons. *Journal of Alloys and Compounds*, 669 :262 – 271, 2016.
- [49] S. Queyreau, G. Monnet, and B. Devincre. Slip systems interactions in α -iron determined by dislocation dynamics simulations. *International Journal of Plasticity*, 25 :361 – 377, 2009.
- [50] V. Llana and F.J. Belzunce. Study of the effects produced by shot peening on the surface of quenched and tempered steels : roughness, residual stresses and work hardening. *Applied Surface Science*, 356 :475 – 485, 2015.
- [51] P. Mann, H.Y. Miao, A. Gariepy, M. Levesque, and R.R. Chromik. Residual stress near single shot peening impingements determined by nanoindentation and numerical simulations. *Journal of Materials Science*, 50 :2284 – 2297, 2015.
- [52] H.H. Ruan, A.Y. Chen, H.L. Chan, and J. Lu. Characterization of plastically graded nanostructured material : Part ii.the experimental validation in surface nanostructured material. *Mechanics of Materials*, 42 :698 – 708, 2010.
- [53] H.W. Zhang, Z.K. Hei, G. Liu, J. Lu, and K. Lu. Formation of nanostructured surface layer on aisi 304 stainless steel by means of surface mechanical attrition treatment. *Acta Materialia*, 51 :1871 – 1881, 2003.
- [54] Y. Lin, J. Lu, T. Xu, and Q. Xue. Surface nanocrystallization by surface mechanical attrition treatment and its effect on structure and properties of plasma nitrided aisi 321 stainless steel. *Acta Materialia*, 54 :5599 – 5605, 2006.
- [55] Y. Samih, B. Beausir, B. Bolle, and T. Grosdidier. In-depth quantitative analysis of the microstructures produced by surface mechanical attrition treatment (smat). *Materials Characterization*, 83 :129 – 138, 2013.
- [56] E. Frutos, M. Multigner, and J.L. Gonzales-Carraso. Novel approaches to determining residual stresses by ultramicroindentation techniques : Application to sandblasted austenitic stainless steel. *Acta Materialia*, 58 :4191 – 4198, 2010.
- [57] W.P. Tong, Z. Han, L.M. Wang, J. Lu, and K. Lu. Low-temperature nitriding of 38cr-moal steel with a nanostructured surface layer induced by surface mechanical attrition treatment. *Surface & Coatings Technology*, 202 :4957 – 4963, 2008.
- [58] X. Zhang, N. Hansen, Y. Gao, and X. Huang. Hall-petch and dislocation strengthening in graded nanostructured steel. *Acta Materialia*, 60 :5933 – 5943, 2012.
- [59] S. Bagherifard, I. Fernandez-Pariente, R. Ghelichi, and M. Guagliano. Effect of severe shot peening on microstructure and fatigue strength of cast iron. *International Journal of Fatigue*, 65 :64 – 70, 2014.

- [60] Z. Sun, D. Retraint, B. Guelorget, and L. Waltz. Micro-pillar compression tests to characterize the mechanical behavior of a nanocrystalline layer induced by smat in a 316l stainless steel. *Materiaux & Techniques*, 103, 304, 2015.
- [61] J. Sun, W.P. Tong, H. Zhang, X.D. Du, and Y.C. Wu. Enhanced strength and plasticity of gas nitrided iron by surface mechanical attrition pretreatment. *Surface & Coatings Technology*, 286 :279 – 284, 2016.
- [62] V. Lacaille, G. Kermouche, D.Y. Tumbajoy-Spinel, E. Feulvarch, C. Morel, and J.M. Bergheau. Modeling nitriding enhancement resulting from the nanopeening treatment of a pure iron. *Materials Science & Engineering - 6th International Conference on Nanomaterials by Severe Plastic Deformation*, 63, 2014.
- [63] S. Dai, Y. Zhu, and Z. Huang. Microstructure evolution and strengthening mechanisms of pure titanium with nano-structured surface obtained by high energy shot peening. *Vacuum*, 125 :215 – 221, 2016.
- [64] W.L. Li, N.R. Tao, and K. Lu. Microstructure evolution and strengthening mechanisms of pure titanium with nano-structured surface obtained by high energy shot peening. *Scripta Materialia*, 59 :546 – 549, 2008.
- [65] S.Q. Deng, A. Godfrey, W. Liu, and C.L. Zhang. Microstructural evolution of pure copper subjected to friction sliding deformation at room temperature. *Materials Science & Engineering A*, 639 :448 – 455, 2015.
- [66] S.Q. Deng, A. Godfrey, W. Liu, and N. Hansen. A gradient nanostructure generated in pure copper by platen friction sliding deformation. *Scripta Materialia*, 117 :41 – 45, 2016.
- [67] P. Zhang, S.X. Li, and Z.F. Zhang. General relationship between strength and hardness. *Materials Science & Engineering A*, 529 :62 – 73, 2011.
- [68] J. Zhao, W. Xia, L. Ning, and F.L. Li. A gradient nano/micro-structured surface layer on copper induced by severe plasticity roller burnishing. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 24 :441 – 448, 2014.
- [69] I. Brooks, P. Lin, G. Palumbo, G.D. Hibbard, and U. Erb. Analysis of hardness-tensile strength relationships for electroformed nanocrystalline materials. *Materials Science & Engineering A*, 491 :412 – 419, 2008.
- [70] A. Saulot, S. Descartes, and Y. Berthier. Sharp curved track corrugation : from corrugation observed on-site, to corrugation reproduced on simulators. *Tribology International*, 42 :1691 – 1705, 2009.
- [71] M. Dao, N. Chollacoop, K.J. Van Vliet, T.A. Venkatesh, and S. Suresh. Computational modeling of the forward and reverse problems in instrumented sharp indentation. *Acta Materialia*, 49 :3899 – 3918, 2001.
- [72] G. Kermouche, J.L. Loubet, and J.M. Bergheau. An approximate solution to the problem of cone or wedge indentation of elastoplastic solids. *C. R. Mécanique*, 333 :389 – 395, 2005.
- [73] D.K. Yang, J.T. Wang, D. Fabijanic, P. Cizek, B.S. Li, J.Z. Lu, and P.D. Hodgson. Ti-based amorphous/nanocrystal composite with high ductility and strain-hardening. *Materials Science & Engineering A*, 560 :339 – 342, 2013.
- [74] D. Kiener, W. Grosinger, G. Dehm, and R. Pippan. A further step towards an understanding of size-dependent crystal plasticity : In situ tension experiments of miniaturized single-crystal copper samples. *Acta Materialia*, 56 :580 – 592, 2008.

- [75] B. Laik, L. Eude, J.P. Pereira-Ramos, C.S. Cojocaru, D. Pribat, and E. Rouviere. Silicon nanowires as negative electrode for lithium-ion microbatteries. *Electrochimica Acta*, 53 :5528 – 5532, 2008.
- [76] F. Iqbal, J. Ast, M. Goken, and K. Durst. In situ micro-cantilever tests to study fracture properties of nial single crystals. *Acta Materialia*, 60 :1193 – 1200, 2012.
- [77] D. Mordehai, S.W. Lee, B. Backes, D.J. Srolovitz, W.D. Nix, and E. Rabkin. Size effect in compression of single-crystal gold microparticles. *Acta Materialia*, 59 :5202 – 5215, 2011.
- [78] M. Zamanzade, J.R. Velayarce, O. Torrents-Abad, C. Motz, and A. Barnoush. Mechanical behavior of iron aluminides : A comparison of nanoindentation, compression and bending of micropillars. *Materials Science & Engineering A*, 652 :370 – 376, 2016.
- [79] B.R. Soras-Rogne and C. Thaulow. Effect of crystal orientation on the strengthening of iron micro pillars. *Materials Science & Engineering A*, 621 :133 – 142, 2015.
- [80] K.D. Vernon-Parry. Scanning electron microscopy : an introduction. *Ill-Vs Review*, 13, No 4. :40 – 44, 2000.
- [81] A. Bogner, P.H. Jouneau, G. Thollet, D. Basset, and C. Gauthier. A history of scanning electron microscopy developments : Towards "wet-stem" imaging. *Micron*, 38 :390 – 401, 2007.
- [82] Y. Zhang, N. Brodusch, S. Descartes, R.R. Chromik, and R. Gauvin. Microstructure refinement of cold-sprayed copper investigated by electron channeling contrast imaging. *Microsc. Microanal.*, 20 :1499 – 1506, 2014.
- [83] S. Wright, M.M. Nowell, S.P. Lindeman, P.P. Camus, M. De-Graef, and M. Jackson. Introduction and comparison of new ebsd post-processing methodologies. *Ultramicroscopy*, 159 :81 – 94, 2015.
- [84] T.B. Britton, J. Jiang, Y. Guo, A. Vilalta-Clemente, D. Wallis, L.N. Hansen, A. Winkelmann, and A.J. Wilkinson. Tutorial : Crystal orientations and ebsd - or which way is up? *Materials Characterization*, 117 :113 – 126, 2016.
- [85] K. Dicks. Oxford instruments © - analytical 2003. *www.EBSD.com*, 2003.
- [86] A. Moreira-Jorge, E. Prokofiev, G. Ferreira de Lima, E.F. Rauch, M. Veron, W.J. Botta, M. Kawasaki, and T.G. Langdon. An investigation of hydrogen storage in a magnesium-based alloy processed by equal-channel angular pressing. *International Journal of hydrogen energy*, 38 :8306 – 8312, 2013.
- [87] E. Cossette, D. Schneider, P. Audet, B. Grasemann, and G. Habler. Seismic properties and mineral crystallographic preferred orientations from ebsd data : Results from a crustal-scale detachment system, aegean region. *Tectonophysics*, 651 - 652 :66 – 78, 2015.
- [88] C. Schayes, J. Bouquerel, J.B. Vogt, F. Palleschi, and S. Zaefferer. A comparison of ebsd based strain indicators for the study of fe-3si steel subjected to cyclic loading. *Materials Characterization*, 115 :61 – 70, 2016.
- [89] Z. Weiss and K. Marshall. Elemental depth profiling of coated and surface-modified materials by gd-oes : hard coatings on cutting tools. *Thin Solid Films*, 308 - 309 :382 – 388, 1997.
- [90] F. Mohs. Treatise on mineralogy : or, the natural history of the mineral kingdom, a. *Constable and co.*, 1825.

- [91] G. Guillonneau. Nouvelles techniques de nano-indentation pour des conditions expérimentales difficiles : très faibles enfoncements, surfaces rugueuses, température. *Thèse, Ecole Centrale de Lyon - Université de Lyon*, 2012.
- [92] G. Kermouche. Contribution à la modélisation théorique et numérique des essais d'indentation et de rayure. *Thèse, Ecole Centrale de Lyon - Université de Lyon*, 2005.
- [93] J.B. Pethica, C.J. Wilson, and B.K. Ambrose. An instrument for mechanical testing on the nanometer scale. *Materials & Design*, 7 :23 – 24, 1986.
- [94] G. Guillonneau, G. Kermouche, S. Bec, and J.L. Loubet. Extraction of mechanical properties with second harmonic detection for dynamic nanoindentation testing. *Experimental mechanics*, 52 (7) :933 – 944, 2011.
- [95] M. Van Landingham. Review of instrumented indentation. *Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology*, 108 :249 – 265, 2003.
- [96] J. Woïrgard, J.C. Dargenton, C. Tromas, and V. Audurier. A new technology for nanohardness measurements : principle and applications. *Surface & Coatings technology*, 100 - 101 :103 – 109, 1998.
- [97] J.L. Bucaille, S. Stauss, E. Felder, and J. Michler. Determination of plastic properties of metals by instrumented indentation using different sharp indenters. *Acta Materialia*, 51 :1663 – 1678, 2003.
- [98] C.E. Foerster, J.H. Stankiewicz, F.C. Serbena, C.M. Lepienski, and F.C. Zawislak. Flat end and berkovich instrumented indentation of n and si irradiated polyethylene - viscoelastic behavior, hardness and elastic modulus. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, 257 :510 – 514, 2007.
- [99] S. Jayaraman, G.T. Hahn, W.C. Oliver, C.A. Rubin, and P.C. Bastias. Determination of monotonic stress-strain curve of hard materials from ultra-low-load indentation tests. *Int. J. Solids Structures*, 35 :365 – 381, 1998.
- [100] G. Kermouche, J.L. Loubet, and J.M. Bergheau. Extraction of stress-strain curves of elastic-viscoplastic solids using conical/pyramidal indentation testing with application to polymers. *Mechanics of Materials*, 40 :271 – 283, 2008.
- [101] K.L. Johnson. The correlation of indentation experiments. *J. Mech. Phys. Solids*, 18 :115 – 126, 1970.
- [102] P. Juran, P.J. Liotier, C. Maurice, F. Valiorgue, and G. Kermouche. Investigation of indentation-, impact- and scratch-induced mechanically affected zones in a copper single crystal. *C. R. Mecanique*, 343 :344 – 353, 2015.
- [103] G. Kermouche, A.L. Kaiser, P. Gilles, and J.M. Bergheau. Combined numerical and experimental approach of the impact-sliding wear of a stainless steel in a nuclear reactor. *Wear*, 263 :1551 – 1555, 2007.
- [104] I.N. Sneddon. The relation between load and penetration in the axisymmetric boussinesq problem for a punch of arbitrary profile. *Int. J. Engng Sci.*, 3 :47 – 57, 1965.
- [105] M.F. Doerner and W.D. Nix. A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments. *Journal of Materials Research*, 1 - No.4 :601 – 609, 1986.
- [106] W.C. Oliver and G.M. Pharr. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *J. Mater. Res.*, 7 :1564 – 1583, 1992.

- [107] Y.F. Gao, H.T. Xua, W.C. Oliver, and G.M. Pharr. Effective elastic modulus of film-on-substrate systems under normal and tangential contact. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 56 :402 – 416, 2008.
- [108] J.L. Loubet, M. Bauer, A. Tonck, S. Bec, and B. Gauthier-Manuel. Nanoindentation with a surface force apparatus. *Mechanical properties and deformation of materials having a ultra-fine microstructures*, pages 429 – 447, 1993.
- [109] C. Bernard, V. Keryvin, J.C. Sangleboeuf, and T. Rouxel. Indentation creep of window glass around glass transition. *Mechanics of Materials*, 42 :196 – 206, 2010.
- [110] G. Guillonneau, G. Kermouche, S. Bec, and J.L. Loubet. A simple method to minimize displacement measurement uncertainties using dynamic nanoindentation testing. *Tribology International*, 70 :190 – 198, 2014.
- [111] M.D. Uchic and M. Dimiduk. A methodology to investigate size scale effects in crystalline plasticity using uniaxial compression testing. *Materials Science and Engineering A*, 400 - 401 :268 – 278, 2005.
- [112] J.Y. Zhang, S. Lei, Y. Liu, J.J. Niu, Y. Chen, G. Liu, X. Zhang, and J. Sun. Length scale-dependent deformation behavior of nanolayered cu/zr micropillars. *Acta Materialia*, 60 :1610 – 1622, 2012.
- [113] R. Lacroix, G. Kermouche, J. Teisseire, and E. Barthel. Plastic deformation and residual stresses in amorphous silica pillars under uniaxial loading. *Acta Materialia*, 60 :5555 – 5566, 2012.
- [114] B. Su, D. Zhang, and T.W. Button. Embossing of ceramic micro-pillar arrays. *Journal of the European Ceramic Society*, 32 :3345 – 3349, 2012.
- [115] S. Ito, Y. Takao, Y. Okamoto, K. Noritada, M. Tokeshi, and Y. Baba. Fabrication of pmma micropillars by reactive ion etching towards separation of white and red blood cells. *Miniaturized Systems for Chemistry and Life Sciences*, 16th International Conference - Okinawa, Japan :1234 – 1236, 2012.
- [116] J. Liu, X. Zhang, G. Dong, Y. Liao, B. Wang, T. Zhang, and F. Yi. The performance of silicon solar cell with selective pillars fabricated by cesium chloride self-assembly lithography and uv-lithography. *Solar Energy*, 105 :274 – 279, 2014.
- [117] M. Mizuhata, T. Miyake, Y. Nomoto, and S. Deki. Deep reactive ion etching (deep-rie) process for fabrication of ordered structural metal oxide thin films by the liquid phase infiltration method. *Microelectronic Engineering*, 85 :355 – 364, 2008.
- [118] M. Rommel, M. Rumler, A. Haas, A.J. Bauer, and L. Frey. Processing of silicon nanostructures by ga+ resistless lithography and reactive ion etching. *Microelectronic Engineering*, 110 :177 – 182, 2013.
- [119] G. Monnet and M.A. Pouchon. Determination of the critical resolved shear stress and the friction stress in austenitic stainless steels by compression of pillars extracted from single grains. *Materials Letters*, 98 :128 – 130, 2013.
- [120] M. Mutoh, T. Nagoshi, T.M. Chang, T. Sato, and M. Sone. Micro-compression test using non-tapered micro-pillar of electrodeposited cu. *Microelectronic Engineering*, 111 :118 – 121, 2013.
- [121] J.R. Greer, W.C. Oliver, and W.D. Nix. Size dependence of mechanical properties of gold at the micron scale in the absence of strain gradients. *Acta Materialia*, 53 :1821 – 1830, 2005.

- [122] H. Fei, A. Abraham, N. Chawla, and H. Jiang. Evaluation of micro-pillar compression tests for accurate determination of elastic-plastic constitutive relations. *Journal of Applied Mechanics*, 79 (061011) :1 – 9, 2012.
- [123] E.M. Grieveson, D.E.J. Armstrong, S. Xu, and S.G. Roberts. Compression of self-ion implanted iron micropillars. *Journal of Nuclear Materials*, 430 :119 – 124, 2012.
- [124] J.Y. Zhang, G. Liu, and J. Sun. Strain rate effects on the mechanical response in multi- and single-crystalline cu micropillars : Grain boundary effects. *International Journal of Plasticity*, 50 :1 – 17, 2013.
- [125] D. Kiener, C. Motz, M. Rester, M. Jenko, and G. Dehmb. Fib damage of cu and possible consequences for miniaturized mechanical tests. *Materials Science and Engineering A*, 459 :262 – 272, 2007.
- [126] H. Asoh, S. Kotaka, and S. Ono. High-aspect-ratio gaas pores and pillars with triangular cross section. *Electrochemistry Communications*, 13 :458 – 461, 2011.
- [127] C.P. Frick, B.G. Clark, S. Orso, A.S. Schneider, and E. Arzt. Size effect on strength and strain hardening of small-scale [1 1 1] nickel compression pillars. *Materials Science and Engineering A*, 489 :319 – 329, 2008.
- [128] M.B. Lowry, D. Kiener, M.M. LeBlanc, C. Chisholm, J.N. Florando, J.W. Morris, and A.M. Minor. Achieving the ideal strength in annealed molybdenum nanopillars. *Acta Materialia*, 58 :5160 – 5167, 2016.
- [129] J.P. McCaffrey, M.W. Phaneuf, and L.D. Madsen. Surface damage formation during ion-beam thinning of samples for transmission electron microscopy. *Ultramicroscopy*, 87 :97 – 104, 2001.
- [130] Y. Greenzweig, Y. Drezner, S. Tan, R.H. Livengood, and A. Raveha. Current density profile characterization and analysis method for focused ion beam. *Microelectronic Engineering*, 155 :19 – 24, 2016.
- [131] S. Lee, J. Jeong, Y. Kim, S.M. Han, D. Kiener, and S.H. Oh. Fib-induced dislocations in al submicron pillars : Annihilation by thermal annealing and effects on deformation behavior. *Acta Materialia*, 110 :283 – 294, 2016.
- [132] R. Rabe, J.M. Breguet, P. Schwaller, S. Stauss, F.J. Haug, J. Patscheider, and J. Michler. Observation of fracture and plastic deformation during indentation and scratching inside the scanning electron microscope. *Thin Solid Films*, 469 - 470 :206 – 213, 2004.
- [133] Y. Zou, H. Ma, and R. Spolenak. Ultrastrong ductile and stable high-entropy alloys at small scales. *Nat. Commun.*, 6 :7748 :doi : 10.1038/ncomms8748, 2015.
- [134] Y. Zou, S. Maiti, W. Steurer, and R. Spolenak. Size-dependent plasticity in an nb25mo25ta25w25 refractory high-entropy alloy. *Acta Materialia*, 65 :85 – 97, 2014.
- [135] G. Kermouche, G. Guillonneau, J. Michler, J. Teisseire, and E. Barthel. Perfectly plastic flow in silica glass. *Acta Materialia*, 114 :146 – 153, 2016.
- [136] K.M. Mostafa, P.R. Calvillo, J. De Baerdemaeker, K. Verbeken, C.A. Palacio, D. Segers, and Y. Houbaert. Physical, microstructural and mechanical study of isochronal annealing of deformed commercial iron. *Journal of Alloys and Compounds*, 656 :378 – 382, 2016.
- [137] D. Esqué-de los Ojos, J. Ocenásek, and J. Alcalá. Sharp indentation crystal plasticity finite element simulations : Assessment of crystallographic anisotropy effects on the mechanical response of thin fcc single crystalline films. *Computational Materials Science*, 86 :186 – 192, 2014.

- [138] H. Al-Baida, C. Langlade, G. Kermouche, and R.R. Ambriz. Identifying the stress-strain curve of materials by microimpact testing. application on pure copper, pure iron, and aluminum alloy 6061-t651. *J. Mater. Res.*, 30, No.14 :2222 – 2230, 2015.
- [139] T. Prezeau, T. Muller, M. Baron, J. Samuel, and E. Dransart. Surface treatment of a metal part. *USPatentApp.14/126,602*, June 19, 2014.
- [140] T. Prezeau, T. Muller, and J. Samuel. Traitement de surface d’une pièce métallique par grenailage oblique. *EPPatentApp.EP20,110,815,553*, November 6, 2013.
- [141] G. Guillonneau, G. Kermouche, J.M. Bergheau, and J.L. Loubet. A new method to determine the true projected contact area using nanoindentation testing. *C.R. Mec.*, 343 :410 – 418, 2015.
- [142] G.E. Fougere, L. Riestler, M. Ferber, J.R. Weertman, and R.W. Siegel. Young’s modulus of nanocrystalline fe measured by nanoindentation. *Materials Science and Engineering A*, 204 :1 – 6, 1995.
- [143] J.I. Rojas and D. Crespo. Modeling of the effect of temperature, frequency, and phase transformations on the viscoelastic properties of aa 7075-t6 and aa 2024-t3 aluminum alloys. *Metall. Mater. Trans. A*, 43 :4633 – 4646, 2012.
- [144] Y. Ivanisenko, R.Z. Valiev, and H.J. Fecht. Grain boundary statistics in nano-structured iron produced by high pressure torsion. *Materials Science and Engineering A*, 390 :159 – 165, 2005.
- [145] J.J. Vlassack and W.D. Nix. Measuring the elastic properties of anisotropic materials by means of indentation experiments. *J. Mech. Phys. Solids*, 42, No.8 :1223 – 1245, 1994.
- [146] O. Casals and S. Forest. Finite element crystal plasticity analysis of spherical indentation in bulk single crystals and coatings. *Computational Materials Science*, 45 :774 – 782, 2009.
- [147] Y. Champion. Competing regimes of rate dependent plastic flow in ultrafine grained metals. *Materials Science and Engineering A*, 560 :315 – 320, 2013.
- [148] D. Kuhlmann-Wilsdorf. Competing regimes of rate dependent plastic flow in ultrafine grained metals. *Materials Science and Engineering A*, 113 :1 – 41, 1989.
- [149] H. Parvin and M. Kazeminezhad. Development a dislocation density based model considering the effect of stacking fault energy : Severe plastic deformation. *Computational Materials Science*, 95 :250 – 255, 2014.
- [150] J.S.C. Jang and C.C. Koch. The hall-petch relationship in nanocrystalline iron produced by ball milling. *Scripta Metallurgica et Materialia*, 24 :1599 – 1604, 1990.
- [151] H.H. Fu, D.J. Benson, and M.A. Meyers. Analytical and computational description of effect of grain size on yield stress of metals. *Acta Materialia*, 49 :2567 – 2582, 2001.
- [152] M. Zhao, J.C. Li, and Q. Jiang. Hall-petch relationship in nanometer size range. *Journal of Alloys and Compounds*, 361 :160 – 164, 2003.
- [153] K.A. Padmanabhan, H. Dinda, H. Hahn, and H. Gleiter. Inverse hall-petch effect and grain boundary sliding controlled flow in nanocrystalline materials. *Materials Science and Engineering A*, 452 - 453 :462 – 468, 2007.
- [154] J. Alcalá and D. Esqué-de los Ojos. Toward the development of continuum single-crystal contact mechanics analyses to microindentation experiments. *Computational Materials Science*, 52 :14 – 19, 2012.

- [155] D. Tumbajoy-Spinel, G. Kermouche, S. Descartes, J.M. Bergheau, V. Lacaille, G. Guillonéau, and J. Michler. Identification des propriétés mécaniques des surfaces tribologiquement transformées (tts) à partir des essais de nano-indentation et micro-compression de piliers. *Matériaux & Techniques*, 103, 303 :1 – 9, 2015.
- [156] D. Tumbajoy-Spinel, S. Descartes, J.M. Bergheau, V. Lacaille, G. Guillonéau, J. Michler, and G. Kermouche. Assessment of mechanical property gradients after impact-based surface treatment : application to pure alpha-iron. *Materials Science and Engineering A*, 667 :189 – 198, 2016.
- [157] R.E. Stoller and S.J. Zinkle. On the relationship between uniaxial yield strength and resolved shear stress in polycrystalline materials. *Journal of Nuclear Materials*, 283 - 287 :349 – 352, 2000.
- [158] T. Suzuki, H. Koizumi, and H.O.K. Kirchner. Plastic flow stress of b.c.c. transition metals and the peierls potential. *Acta metall. mater.*, 43, No.6 :2177 – 2187, 1995.
- [159] R. Huang, Q.J. Li, Z.J. Wang, L. Huang, J. Li, E. Ma, and Z.W. Shan. Flow stress in submicron bcc iron single crystals : sample-size-dependent, strain-rate sensitivity and rate-dependent size strengthening. *Mater. Res. Lett.*, 3, No.3 :121 – 127, 2015.
- [160] D. Caillard. Kinetics of dislocations in pure fe. part ii. in situ straining experiments at low temperature. *Acta Materialia*, 58 :3504 – 3515, 2010.
- [161] H. Mughrabi. The alpha-factor in the taylor flow-stress law in monotonic, cyclic and quasi-stationary deformations : Dependence on slip mode, dislocation arrangement and density. *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, In press, 2016.
- [162] L.S. Toth, C.F. Gu, B. Beausir, J.J. Fundenberger, and M. Hoffman. Geometrically necessary dislocations favor the taylor uniform deformation mode in ultra-fine-grained polycrystals. *Acta Materialia*, 117 :35 – 42, 2016.
- [163] A. Arsenlis and M. Parks. Crystallographic aspects of geometrically-necessary and statistically-stored dislocation density. *Acta Materialia*, 47, No.5 :1597 – 1611, 1999.
- [164] J. Jiang, B. Britton, and A.J. Wilkinson. Accumulation of geometrically necessary dislocations near grain boundaries in deformed copper. *Philosophical Magazine Letters*, 92 :11 :580 – 588, 2012.
- [165] Z. Arechabaleta, P. van Liempt, and J. Sietsma. Quantification of dislocation structures from anelastic deformation behaviour. *Acta Materialia*, 115 :314 – 323, 2016.
- [166] S. Wang, N. Hashimoto, and S. Ohnuki. Effects of hydrogen on activation volume and density of mobile dislocations in iron-based alloy. *Materials Science and Engineering A*, 562 :101 – 108, 2013.
- [167] L.P. Kubin and A. Mortensen. Geometrically necessary dislocations and strain-gradient plasticity : a few critical issues. *Scripta Materialia*, 48 :119 – 125, 2003.
- [168] S.I. Rao, D.M. Dimiduk, T.A. Parthasarathy, M.D. Uchic, M. Tang, and C. Woodward. Athermal mechanisms of size-dependent crystal flow gleaned from three-dimensional discrete dislocation simulations. *Acta Materialia*, 56 :3245 – 3259, 2008.
- [169] M. Calcagnotto, D. Ponge, E. Demir, and D. Raabe. Orientation gradients and geometrically necessary dislocations in ultrafine grained dual-phase steels studied by 2d and 3d ebsd. *Materials Science and Engineering A*, 527 :2738 – 2746, 2010.
- [170] F. Barbe, R. Quey, and T. Lakhdar. Numerical modelling of the plasticity induced during diffusive transformation. case of a cubic array of nuclei. *European Journal of Mechanics A/Solids*, 26 :611 – 625, 2007.

- [171] M.A. Vicente-Alvarez, J.R. Santisteban, P. Vizcaíno, G. Ribárik, and T. Ungar. Quantification of dislocations densities in zirconium hydride by x-ray line profile analysis. *Acta Materialia*, 117 :1 – 12, 2016.

Abstract

Characterization of the mechanical behavior of hyper-deformed surfaces induced by contact effects

The mechanical surface treatments confer better local mechanical properties against wear or fatigue service conditions. In the case of impact-based treatments, the material is exposed to repeated mechanical loadings, producing a severe plastic deformation in the near-surface. It leads to a local and progressive refinement of the microstructure into the affected zone, commonly known as *Tribologically Transformed Surface* (TTS). For this project, two mechanical surface treatments are used in a model material (pure α -iron) : (i) shot-peening and (ii) micro-percussion.

The resulting surfaces are characterized by a mechanical property gradient in-depth as a consequence of the microstructural transformation over a few tens of microns. Nowadays, it is well-known that this rise of local mechanical properties could improve the service lifetime of materials. However, a simple micro-hardness test is not quite enough to quantify precisely the engendered variation of mechanical properties and understand the influence of several microstructural effects. For this purpose, two micro-mechanical tests are considered : (i) nano-indentation and (ii) in situ micro-pillar compression.

The main issue of this work is to characterize the mechanically-induced transformed surfaces and correlate the mechanical properties gradients with the local microstructural evolutions. Indeed, three main goals are considered : (i) quantify the mechanical and microstructural gradients induced by the surface treatments (shot-peening and micro-percussion), (ii) correlate the results obtained by the means of both mechanical tests (nano-indentation and micro-pillar compression) and finally (iii) investigate the influence of several microstructural effects related with the graded strengthening of hyper-deformed surfaces.

Keywords : Mechanical surface treatments, Nano-indentation, Micro-pillar compression, α -Iron, Tribologically Transformed Surfaces (TTS).

David TUMBAJOY SPINEL

École des Mines de Saint-Étienne

Speciality : Science and Engineering of Materials

NNT : 2016LYSEM025

Résumé

Caractérisation du comportement mécanique de surfaces hyper-déformées par des phénomènes de contact

Dans l'industrie, les traitements mécaniques de surface métalliques permettent d'améliorer les conditions de service des pièces mécaniques. Les effets de contact de ces types de procédés engendrent une forte déformation plastique du matériau et par conséquent une transformation microstructurale en sous-surface. Cette transformation se manifeste dans le raffinement progressif de la microstructure dans une couche de quelques dizaines de micromètres. Celle-ci est souvent dénommée "surface tribologiquement transformée" (en anglais : *Tribologically Transformed Surface* - TTS). Une telle transformation microstructurale conduit à une augmentation des propriétés mécaniques en extrême surface et rend le matériau plus résistant aux conditions de frottement, usure et fatigue.

Dans le cadre de cette étude, deux procédures de transformation microstructurale ont été employées sur un matériau modèle : le fer- α . Pour la première technique (grenaillage), la surface est impactée de façon répétitive avec des billes métalliques projetées à grande vitesse. Concernant la deuxième méthode (micro-percussion), la surface est impactée répétitivement à un endroit précis avec un indenteur conique rigide.

L'objet de ce projet se centre sur trois aspects principaux : (i) déterminer les gradients mécaniques et microstructuraux induits sur les deux types de surfaces transformées (grenaillage et micro-percussion), (ii) établir un lien quantitatif entre les mesures faites par deux types d'essais micromécaniques (nano-indentation et micro-compression de piliers) et (iii) mettre en évidence les effets microstructuraux impliqués (taille de grain, densité de dislocations, etc...) dans l'augmentation des propriétés mécaniques par hyper-déformation de surfaces.

Mots clefs : Traitement mécanique de surface, Nano-indentation, Micro-compression des piliers, Fer- α , Transformation Tribologique Superficielle (TTS).

David TUMBAJOY SPINEL

École des Mines de Saint-Étienne

Spécialité : Sciences et Génie des Matériaux

NNT : 2016LYSEM025