



Déformation plastique sévère des surfaces d'alliages à faible densité par grenaillage ultrasonique : gradients de microstructures, comportements en fatigue et en tribologie

Pierre Maurel

► To cite this version:

Pierre Maurel. Déformation plastique sévère des surfaces d'alliages à faible densité par grenaillage ultrasonique : gradients de microstructures, comportements en fatigue et en tribologie. Science des matériaux [cond-mat.mtrl-sci]. Université de Lorraine; École de technologie supérieure (Montréal, Canada), 2020. Français. NNT : 2020LORR0182 . tel-03176365

HAL Id: tel-03176365

<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-03176365>

Submitted on 22 Mar 2021

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.



AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>



École Doctorale C2MP

THÈSE EN COTUTELLE

Pour l'obtention du titre de :

**DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE LORRAINE ET DE
L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE**

Spécialité : Science des Matériaux

Présentée par :

Pierre Maurel

**Déformation plastique sévère des surfaces d'alliages à
faible densité par grenaillage ultrasonique : gradients de
microstructures, comportements en fatigue et en
tribologie.**

Thèse soutenue le 3 décembre 2020 à Metz devant le jury composé de :

Mme. Marion Risbet	Professeure des universités à l'UTC	Rapporteuse
M. Thierry Gloriant	Professeur des universités à l'INSA Rennes	Rapporteur
Mme. Marie-Christine Baietto	Directrice de recherche CNRS à l'INSA Lyon	Examinatrice
Mme. Nicole Demarquette	Professeure des universités à l'ETS	Examinatrice
M. Philippe Bocher	Professeur des universités à l'ETS	Directeur
M. Thierry Grosdidier	Professeur des universités à l'UL	Directeur
M. Laurent Weiss	Maître de conférences à l'UL	Co-directeur

LOPFA, 1100 rue Notre-Dame Ouest, MONTRÉAL, QC H3C 1K3, Canada

LEM3, 7 rue Félix Savart 57073 METZ

LABEX DAMAS, 7 rue Félix Savart, BP 15 082, 57 073, METZ CEDEX 03

REMERCIEMENTS

Je tiens tout d'abord à remercier les institutions qui ont financé cette thèse et qui ont permis d'apporter le cadre dans lequel elle a pu se dérouler dans de bonnes conditions. Le Laboratoire d'Étude des Microstructures et de Mécanique des Matériaux (LEM3), le Laboratoire d'Excellence en Design des Alliages Métalliques pour Allègement des Structures (LABEX DAMAS) et l'Institut Universitaire de Technologie de Metz avec le département GMP en France, ainsi que le Laboratoire d'Optimisation des Procédés de Fabrication Avancés (LOPFA) au Canada.

Un grand remerciement à mes encadrants Thierry Grosdidier, Philippe Bocher et Laurent Weiss pour cette expérience formidable, pour toutes les discussions, les conseils, et les différentes perspectives qu'ils m'ont apportés. Je tiens aussi tout particulièrement à remercier Marc Novelli pour m'avoir aidé sur tous les pans de cette thèse tout au long de ces quatre ans, et qui a toujours été disponible et enthousiaste. Je remercie aussi tout le personnel technique ainsi que tous les enseignants-chercheurs, aussi bien en France qu'au Canada, pour avoir rendu ce projet possible grâce à leurs expertises et à leur aide précieuse sur des domaines très variés. Je les remercie également d'un point de vue personnel pour tout ce qu'ils m'ont apporté.

Enfin, je tiens à remercier aussi tous mes collègues et mes amis de m'avoir supporté et encouragé, d'avoir été présents et de bons conseils, et d'avoir partagé ces moments à mes côtés. Merci pour la motivation que vous m'avez donné qui m'a toujours permis de voir les choses du bon côté et d'aller de l'avant en apprenant de mes erreurs.

Déformation plastique sévère des surfaces d'alliages à faible densité par grenaillage ultrasonique : gradients de microstructures, comportements en fatigue et en tribologie

Pierre MAUREL

RÉSUMÉ

L'impact du grenaillage ultrasonique sur des alliages de titane et d'aluminium est étudié à température ambiante et à température cryogénique. Ce procédé peut aussi s'appeler attrition mécanique ultrasonique de surface (SMAT). La résistance en fatigue ainsi que le comportement tribologique sont étudiés afin de mieux comprendre les avantages et inconvénients liés à ce procédé.

Deux alliages de titanes ont été choisis : un titane pur complètement α et un titane β -métastable sous sa forme complètement β . Ce choix permet de corréler l'influence de la microstructure initiale sur le traitement de déformation plastique sévère et sur les propriétés finales. Le titane β -métastable est sensible à la transformation martensitique induite par déformation ce qui permet d'explorer la possibilité d'introduire de la martensite à la surface grenaillée pour lutter, par exemple, contre la propagation de fissures courte lors des essais de fatigue. Le grenaillage à température cryogénique dans ce cas permet d'améliorer le déclenchement de la transformation martensitique. En plus d'aider la transformation martensitique, la température cryogénique permet d'augmenter la limite élastique des alliages lors du traitement, ce qui a pour impact de réduire le flux de matière à la surface grenaillée, améliorant ainsi l'intégrité de surface et entraînant un impact sur les propriétés tribologiques et en fatigue.

Deux alliages d'aluminium à durcissement par précipitation ont également été étudiés : le 2024 et le 7075. Cette étude sur les aluminiums a pour but de comparer l'impact du grenaillage ultrasonique quand il est employé avant ou après le revenu de précipitation. Les dislocations produites lors du grenaillage ultrasonique servant de sites de nucléation préférentiels, l'objectif est d'explorer la possibilité d'améliorer (en termes de dureté par exemple) le revenu de précipitation en affinant la taille des précipités et en augmentant leur densité. L'emploi de deux séries d'aluminium devrait permettre de comparer l'effet du traitement sur les deux compositions différentes. De plus, ces deux alliages présentent des différences notables en termes de sensibilité aux défauts, ce qui permet d'étudier l'impact de l'intégrité de surface après grenaillage ultrasonique sur les propriétés mécaniques. L'étude des comportements tribologiques et en fatigue permet de tirer des conclusions quant à l'efficacité de ces traitements face à des conditions d'utilisation standards.

Mots-clés: Grenaillage ultrasonique, SMAT, Déformation sévère de surface, Tribologie, Frottement bille-plan, Fatigue en flexion rotative, Titane, Aluminium, Température cryogénique

Surfaces severe plastic deformation of low density alloys by ultrasonic shot-peening: microstructural gradients, fatigue and tribological behaviours

Pierre MAUREL

ABSTRACT

The impact of ultrasonic shot peening on titanium and aluminium alloys is studied at room temperature and at cryogenic temperature. This process may also be called surface mechanical attrition treatment (SMAT). Fatigue strength and tribological behaviour are investigated in order to better understand the pros and cons of this process.

Two titanium alloys were chosen: pure titanium in its fully α form and β -metastable titanium in its fully β form. This choice makes it possible to correlate the influence of the initial microstructure on the treatment of severe plastic deformation and on the final properties. The β -metastable titanium is sensitive to strain-induced martensitic transformation, which allows exploring the possibility of introducing martensite to the shot-peened surface to delay, for example, short crack propagation in fatigue testing. Shot peening at cryogenic temperature in this case improves the initiation of the martensitic transformation. In addition to facilitating martensitic transformation, cryogenic temperature shot peening increases the yield strength of alloys during processing, which has the effect of reducing the flow of material at the shot-peened surface. Thereby, it improves surface integrity and changes tribological and fatigue properties.

Two precipitation hardenable aluminum alloys were also studied: 2024 and 7075. The purpose of this aluminium study is to compare the impact of ultrasonic shot blasting when used before or after precipitation aging. As the dislocations produced during ultrasonic shot-peening serve as preferential nucleation sites, the objective is to explore the possibility of improving (e.g. in terms of hardness) the precipitation aging by refining the size of the precipitates and increasing their density. The use of two series of aluminium should make it possible to compare the effect of the treatment on the two different alloying compositions. In addition, these two alloys show significant differences in terms of defect sensitivity, permitting to study the impact of surface integrity after ultrasonic shot-peening on mechanical properties. The study of tribological and fatigue behaviour allows to conclude about the effectiveness of these treatments under common conditions of use.

Keywords: Ultrasonic Shot-Peening, SMAT, Surface Mechanical Attrition Treatment, Severe plastic deformation, Tribology, Ball-on-plane friction, Rotative bending fatigue, Titanium, Aluminium, Cryogenic temperature

TABLE DES MATIÈRES

	Page
INTRODUCTION	1
REVUE DE LITTÉRATURE	4
1.1 Introduction à la déformation plastique sévère	4
1.1.1 Affinement de la microstructure	5
1.1.2 Affinement en condition cryogénique	7
1.1.3 Procédés de SPD	8
1.1.4 Le grenaillage ultrasonique	10
1.2 Introduction à la tribologie	12
1.2.1 Modèle de Coulomb	13
1.2.2 Concept de troisième corps	15
1.2.3 Mécanismes d'usure	16
1.2.3.1 Usure par abrasion	17
1.2.3.2 Usure par adhésion	17
1.2.3.3 Usure tribo-oxydative	18
1.2.3.4 Autres mécanismes	18
1.2.4 Impact du grenaillage ultrasonique sur la tribologie	19
1.3 Introduction à la fatigue	21
1.3.1 Mécanismes d'initiation et de propagation de fissures	21
1.3.2 Différentes approches de la fatigue	24
1.3.3 Différents types de sollicitations	25
1.3.4 Impact du grenaillage sur la fatigue	29
1.4 Introduction aux titanes	30
1.4.1 Généralités	30
1.4.2 Choix des alliages de titane	32
1.4.3 Microstructures	35
1.4.4 Phases hors d'équilibre ω , α' , α''	37
1.4.5 Mécanismes de déformation du titane	42
1.4.5.1 Glissement	43
1.4.5.2 Maclage	44
1.4.5.3 Kink bands	44
1.4.6 Modification des propriétés par la transformation martensitique induite par déformation	48
1.5 Introduction aux aluminiums	50
1.5.1 Généralités	50
1.5.2 Choix des alliages d'aluminium	51
1.5.3 Microstructures des alliages	52
1.5.3.1 Durcissement structural	53
1.5.3.2 Phases	55
1.5.4 Mécanisme de déformation de l'aluminium	58

1.5.5	Interaction entre déformation et précipitation	59
CHAPITRE 2 DÉMARCHE ET ORGANISATION		62
2.1	Interaction du grenailage ultrasonique avec les transformations microstructurales et impact sur les propriétés de surface	62
2.1.1	Transformation martensitique et formation de Kink bands dans les titanes	62
2.1.2	Précipitation dans les aluminiums	65
2.1.3	Impact de la déformation à température ambiante et cryogénique sur les propriétés de surface	66
2.1.3.1	Les titanes	67
2.1.3.2	Les aluminiums	68
2.2	Effet sur la tribologie	70
2.3	Effet sur la fatigue rotative	73
2.4	Objectifs des articles	75
CHAPITRE 3 MÉCANISMES D'USURE DU TITANE DÉPENDANT DES OXYDES CONTRE UNE SURFACE EN ACIER : INFLUENCE DE LA SURFACE NANOSTRUCTURÉE SMAT		77
3.1	Introduction	77
3.2	Méthodologie	80
3.2.1	Matériaux and traitements	80
3.2.2	Tests tribologiques	81
3.2.3	Microstructure and caractérisation de l'usure	81
3.3	Résultats	83
3.3.1	Modifications par SMAT	83
3.3.2	Comportement en frottement	85
3.3.3	Profils d'usure and volumes d'usure	87
3.3.4	Observations sur l'usure des surfaces en titane	88
3.3.5	Observations sur l'usure de la bille d'acier	90
3.3.6	Caractérisation des oxydes	93
3.4	Discussion	96
3.4.1	Mécanismes de frottement et formation des oxydes	97
3.4.2	Effet des surfaces nanostructurées par SMAT sur le comportement en frottement	102
3.5	Conclusions	105
CHAPITRE 4 EFFETS DU SMAT À TEMPÉRATURES CRYOGÉNIQUE ET AMBIANTE SUR LES FORMATIONS DE KINK BANDS ET DE MARTENSITE AVEC LA RÉSISTANCE EN FATIGUE ASSOCIÉE DANS UN ALLIAGE DE TITANE β -MÉTASTABLE		108
4.1	Introduction	109
4.2	Procédures expérimentales	112
4.2.1	Traitements des matériaux et des surfaces	112

4.2.2	Analyse des microstructures et des surfaces	114
4.2.3	Analyse du comportement en fatigue et des ruptures	116
4.3	Résultats	116
4.3.1	Analyse des structures déformées	116
4.3.2	Propriétés de surfaces et de sous-surfaces	121
4.3.3	Propriétés en fatigue	122
4.3.4	Faciès de rupture	123
4.4	Discussion	126
4.4.1	Microstructures déformées	127
4.4.2	Impact sur la fatigue	130
4.5	Conclusions	131
CHAPITRE 5 COMMENT L'INTÉGRITÉ DES SURFACES NANOSTRUCTURÉES PRODUITES PAR DÉFORMATION PLASTIQUE SÉVÈRE INFLUENCE LE COMPORTEMENT EN FATIGUE DES ALLIAGES D'ALUMINIUM AVEC UNE PRÉCIPITATION AMÉLIORÉE ?		
5.1	Introduction	135
5.2	Méthodologie	138
5.2.1	Matériaux et traitements	138
5.2.2	Caractérisation	141
5.3	Résultats	143
5.3.1	Analyse des structures déformées	143
5.3.2	Rugosité	147
5.3.3	Propriétés de surface et de sous-surface	147
5.3.4	Propriétés en fatigue	151
5.3.5	Analyse de fractures post mortem	153
5.4	Discussion	155
5.4.1	Microstructures modifiées	155
5.4.2	Effets sur la fatigue	157
5.5	Conclusions	161
CHAPITRE 6 DISCUSSION COMPLÉMENTAIRE ET PERSPECTIVES D'APPLICATIONS		
6.1	Impact du SMAT sur le comportement tribologique des titanes	163
6.1.1	Oxydation et transition d'usure du T50 vers l'acier	164
6.1.2	Comparaison titane α (T50), titane β (5553)	166
6.2	L'intégrité de surface	168
6.3	Les effets microstructuraux	171
CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS		176
BIBLIOGRAPHIE		184

LISTE DES TABLEAUX

	Page
Tableau 1.1	Composition chimique de l'alliage T50A étudié (% massique) 33
Tableau 1.2	Composition chimique de l'alliage 5553 étudié (% massique) 34
Tableau 1.3	Distances interréticulaires pour plusieurs plans hkl des phases β et α'' du titane 5553 avec les angles 2θ correspondant pour une source au cobalt 41
Tableau 1.4	Principaux systèmes de glissement dans le titane (Chichili, Ramesh & Hemker, 1998; Hull & Bacon, 2001; Leyens & Peters, 2003) 43
Tableau 1.5	Systèmes de maclage dans le titane (Chichili <i>et al.</i> , 1998; Laheurte, Elmay, Prima & Gloriant, 2014; Rosenbaum, 1964; Zhu, Vassel, Brisset, Lu & Lu, 2004) 44
Tableau 1.6	Classification des alliages d'aluminium et les principaux alliages utilisés (Tec, 2005) 51
Tableau 1.7	Caractéristiques cristallographiques des différents précipités qui peuvent se former en fonction des éléments d'alliage. (Dubost & Saintfort, 1991) 58
Tableau 1.8	Systèmes de glissement dans l'aluminium (Weertman & Weertman, 1964) 59
Tableau 1.9	Comparaison des caractéristiques des précipités formées par traitement thermique T6 dans un alliage d'aluminium 7075 à la microstructure ultra fine (UFG-T6) par rapport au même alliage à la microstructure grossière (CG-T6) (Hu, Ma, Topping, Schoenung & Lavernia, 2013) 60
Tableau 2.1	Valeurs caractéristiques de la rugosité Ra et Rz ainsi que la dureté mesurée sur la surface pour le T50 et le 5553 traités par grenaillage ultrasonique à température ambiante et cryogénique 67
Tableau 2.2	Composition chimique de l'alliage 2024 étudié (% massique) 68
Tableau 2.3	Composition chimique de l'alliage 7075 étudié (% massique) 68
Tableau 2.4	Valeurs caractéristiques de la rugosité Ra et Rz mesurées sur les surfaces en 2024 traitées par grenaillage ultrasonique à température

	ambiante et cryogénique avant (S+A) ou après (A+S) le revenu de précipitation.....	69
Tableau 3.1	Dureté à la surface ($HV_{0,5}$), rugosité Ra (μm) et Rz (μm) pour la surface initiale et la surface SMATée. Perte de volume moyenne après 10 000 cycles de tests tribologiques. Toutes les valeurs sont données avec leurs écarts-types.	84
Tableau 3.2	Mesure de la surface usée de la bille et stades correspondants lorsque les essais ont été arrêtés pour les échantillons initiaux et SMATés	93
Tableau 4.1	Plages de température de traitement pour les échantillons SMAT-RT et SMAT-CT et valeurs caractéristiques de rugosités Ra et Rz	114
Tableau 5.1	Résumé des étapes successives des traitements thermo-mécaniques pour chaque état des échantillons étudiés.....	141
Tableau 5.2	Les paramètres de rugosité Ra (μm) et Rz (μm) sont donnés pour les deux matériaux et pour tous les traitements. La dureté à cœur ($HV_{0,5}$) est donnée pour les deux matériaux, l'augmentation de dureté en surface et la profondeur affectée sont données pour tous les traitements sur les deux matériaux. Un schéma standard représentant la courbe de l'évolution de la dureté en fonction de la profondeur pour des matériaux SMATés est représenté en bas du tableau avec des indications montrant comment les valeurs caractéristiques ont été mesurées.	148
Tableau 6.1	Paramètres de rugosité Ra (μm) et Rz (μm) pour les échantillons plats et cylindriques ayant subi les différents traitements indiqués (RT pour grenaillage ultrasonique à température ambiante, CT à température cryogénique, S+A pour un grenaillage suivi d'un revenu de précipitation et A+S pour le revenu suivi du grenaillage), les échantillons plats ont tous été grenés pendant 10 min, les échantillons cylindriques en 5553 l'ont été pendant 40 min et ceux en aluminium (2024 et 7075) pendant 5 min	169

LISTE DES FIGURES

	Page
Figure 1.1	Modification de la microstructure par déformation plastique sévère, ici avant (a) et après déformation plastique sévère (b) (Valiev, Islamgaliev & Alexandrov, 2000) 5
Figure 1.2	Schéma de l'affinement de la microstructure par mouvement des dislocations (a) et image en microscopie électronique à transmission représentant les murs denses de dislocations (triangles blancs) et les enchevêtrements de dislocations (triangles noirs) (Tao, Wang, Tong, Sui, Lu & Lu, 2002) 6
Figure 1.3	Comparaison de la résistance mécanique après laminage d'un titane pur à température ambiante (293K) (a) et à température cryogénique (77K) (b) (Zherebtsov, Dyakonov, Salem, Sokolenko, Salishchev & Semiatin, 2013) 8
Figure 1.4	Représentations schématiques des procédés d'ECAP et de HPT (Valiev, Estrin, Horita, Langdon, Zehetbauer & Zhu, 2016) 9
Figure 1.5	Schéma du grenaillage ultrasonique et du champ de déformation lors de l'impact des billes 11
Figure 1.6	Schéma du gradient de déformation, de la nanostructure (côté inférieur) au matériau initial (côté supérieur) et représentation du taux de déformation en fonction de la profondeur 12
Figure 1.7	Représentations du modèle de Coulomb dans le cas d'un frottement statique (a) et dans le cas d'un frottement dynamique (b) 14
Figure 1.8	Exemple de l'évolution du coefficient de frottement en fonction du nombre de cycles 14
Figure 1.9	Représentation d'un système tribologique pour le modèle du troisième corps (Berthier, 1990) 15
Figure 1.10	Images de traces d'usure par (a) abrasion (Trezona, Allsopp & Hutchings, 1999) et par (b) adhésion (Idusuyi & Olayinka, 2019) 17
Figure 1.11	Profils de la trace d'usure en condition sèche pour différentes durées de grenaillage ultrasonique (a) et en condition lubrifiée avec (USSP) ou sans (Non traité) grenaillage ultrasonique (b) (Sun, 2013) 20

Figure 1.12	Représentation des différents stades de propagation des fissures (a) et schéma d'une surface après rupture due à de la fatigue (b) (Meyers & Chawla, 2008)	22
Figure 1.13	Schéma représentant le nombre de cycles nécessaire pour initier et propager les fissures pour différentes valeurs de contraintes (Hertzberg, Vinci & Hertzberg, 2012)	27
Figure 1.14	Schéma de l'essai de fatigue en flexion rotative quatre points avec une représentation de la contrainte en fonction de la distance au centre de l'éprouvette	28
Figure 1.15	Résultats d'essais de fatigue à déformation fixe pour l'alliage 7075 après un long traitement thermique (470°C / 30 min, 120°C / 24 h, 200°C / 10 min, 120°C / 24 h) et soit sans grenailage ultrasonique (a), soit suivi d'un grenailage ultrasonique pendant 180 s (b) (Pandey, Chattopadhyay, Santhi Srinivas & Singh, 2017).....	29
Figure 1.16	Représentation schématique des mailles élémentaires α (a) et β (b) du titane (Lütjering & Williams, 2007)	31
Figure 1.17	Représentation schématique de la transformation de la phase β (traits en pointillés) vers la phase α (traits pleins) (Settefrati, 2012)	32
Figure 1.18	Courbes contrainte vraie-déformation vraie pour un chargement suivi d'un déchargement uniaxial sur une éprouvette de 5553 (a) et fraction volumique correspondante de chaque phase en fonction de la déformation vraie (b) (Barriobero-Vila, Gussone, Kelm, Haubrich, Stark, Schell & Requena, 2018)	35
Figure 1.19	Représentation schématique de l'influence des éléments d'addition sur les diagrammes de phase du titane (Leyens & Peters, 2003). De gauche à droite : les éléments neutres (a), α -gènes (b) et β -gènes isomorphes (c), puis eutectoïdes (d)	36
Figure 1.20	Diagramme d'équivalence permettant de prévoir les phases d'équilibre pour les alliages de titane (Laheurte, 2003).....	37
Figure 1.21	Représentation en partie supérieure des phases β , α'' et α avec en noir les atomes représentant la phase orthorhombique α'' . Représentation en partie inférieure du mécanisme de transformation à partir de la phase β vers la phase orthorhombique α'' ou vers la phase hexagonale α . (Settefrati, 2012)	40

Figure 1.22	Diagramme $B_o - M_d$ établi par (Morinaga, Yukawa, Maya, Sone & Adachi, 1988) avec des modifications proposées par (Ahmed, Wexler, Casillas, Ivasishin & Pereloma, 2015) et par (Barriobero-Vila <i>et al.</i> , 2018).....	42
Figure 1.23	Exemples de KB (a et b) dans un Ti_3SiC_2 Barsoum & El-Raghy (2001) et schéma d'une KB parfaite (c).....	45
Figure 1.24	Plusieurs schémas montrant une structure avant l'apparition d'une KB (a), la KB après sa formation (b) et présentant les premier (c) et second (d) modes de croissances des KB Barsoum & El-Raghy (2001).....	46
Figure 1.25	Carte d'orientation EBSD (a) avec la variation de l'orientation du cristal le long de la flèche noire (b) dans un titane avec une microstructure entièrement β . Les figures des pôles $\{100\}$ (c) et $\{110\}$ (d) de la région I sont également représentées (Zheng, Zeng, Wang & Zhang, 2017a)	47
Figure 1.26	Courbe de chargements et déchargements successifs pour un alliage de titane superélastique (Li, Cui, Hao & Yang, 2008)	49
Figure 1.27	Schémas de cohérence entre précipités et matrice (Dubost & Saintfort, 1991).....	54
Figure 1.28	Schémas de la maille d'aluminium ainsi que des différents précipités apparaissant dans le système Al-Cu (Dubost & Saintfort, 1991)	56
Figure 1.29	Courbes contrainte-déformation pour de l'aluminium 2024 après différents traitements : i) mise en solution solide à 493°C (MSS); ii) MSS + revenu à 160°C pendant 10 h; iii) MSS + laminage cryogénique; iv) MSS + laminage cryogénique + revenu à 160°C pendant 13 h; v) MSS + laminage cryogénique + revenu à 100°C pendant 100 h (Cheng, Zhao, Zhu & Ma, 2007).....	60
Figure 2.1	Spectre de diffraction des rayons X à une profondeur de 90 μm d'une surface en 5553 après grenailage ultrasonique, les pics significatifs sont renseignés par leur phases et plans de diffraction correspondants	63
Figure 2.2	Image MEB de la section transverse d'un échantillon de 5553 (a) avec un zoom sur la microstructure (b), la surface grenillée est en haut de l'image a.	64

Figure 2.3	Images MEB des microstructures en extrême surface sur les sections transverses de l'aluminium 2024 pour les traitements : revenu puis grenaillage (A+S, a) et grenaillage puis revenu (S+A, b) 65
Figure 2.4	Profils de dureté en fonction de la profondeur mesurée sur les surfaces grenaillées des échantillons plats en 2024 pour les traitements avec grenaillage avant le revenu (S+A) ou après le revenu (A+S), et pour un grenaillage soit à température ambiante (RT) soit à température cryogénique (CT) 69
Figure 2.5	Évolution du coefficient de frottement en fonction du nombre de cycles sur les surfaces en 5553 (a, b et c) et en T50 (d, e et f) sans grenaillage (noir), avec un grenaillage à température ambiante (rouge) et à température cryogénique (bleu) 70
Figure 2.6	Image MEB de la zone usée sur la bille (a) avec analyses EDS de la chimie à la surface pour les éléments Fe et Ti dans le cadre rouge (b) et séparément pour les éléments Fe (c), Ti (d) et O (e) dans le cadre noir. 71
Figure 2.7	Évolution des coefficients de frottement en fonction du nombre de cycles pour toutes les conditions de surface (S+A pour le grenaillage avant le revenu et A+S pour le grenaillage après le revenu) sur les échantillons plats en 2024 (a, b, c et d), et profils des traces d'usure (e) sur les surfaces grenaillées en 2024 pour les mêmes traitements et sans grenaillage 73
Figure 2.8	Image MEB à la surface de la section transversale de l'alliage 2024 après grenaillage ultrasonique (partie supérieure de l'image) 74
Figure 3.1	Observation MEB de la microstructure de la section transversale d'un échantillon SMATé (a) avec une image à plus fort grandissement de la surface (b) 84
Figure 3.2	Évolution du comportement du frottement pour les échantillons initiaux (a et b) et SMATés (c et d), 3 stades successifs indiqués par I, II et III séparées par T1 et T2 sont représentés. Durée de rodage également indiquée avec BI..... 85
Figure 3.3	Histogrammes des temps caractéristiques T1 (a) et T2 (b) et histogramme de la durée du stade II (c) avec une largeur des intervalles de 1 000 cycles pour cinq essais de frottement de 10 000 cycles sur chaque condition de surface 86

Figure 3.4	Profils d'usure moyens de cinq essais de frottement contre les surfaces initiales (a) et SMATées (b) sur les 6 mm centraux de la trace pour un seul ensemble de paramètres et le même nombre de cycles (10 000) 87
Figure 3.5	Images MEB de la trace d'usure après 1 500 cycles (a) et après 2 000 cycles (b) sur un échantillon SMATé arrêté respectivement pendant les phases I et II avec les carte SDE de Fe (rouge) en transparence. Image MEB de la trace d'usure après 10 000 cycles sur l'échantillon SMATé arrêté pendant la phase III (c) et la même image avec la carte SDE Fe (rouge) en transparence (d). Les flèches rouges indiquent les pics et les vallées de la surface à l'extérieur de la trace. Les flèches blanches indiquent les aspérités attribuées au mécanisme d'usure par adhésion 89
Figure 3.6	Image MEB de la trace d'usure après 10 000 cycles sur l'échantillon initial arrêté pendant le stade III (a) avec carte SDE du Fe (rouge) en transparence et un agrandissement sur l'accumulation des débris d'usure en Fe (b) 91
Figure 3.7	Images MEB des zones usées de la bille pendant les tests de frottement pendant 2 000 cycles contre un échantillon SMATé arrêté pendant le stade II (a) et contre un échantillon initial arrêté pendant le stade III (b). Les cartes SDE du Ti (vert) sont en transparence au-dessus des images MEB. 92
Figure 3.8	Image au microscope optique des traces après 2 000 cycles (a) et 10 000 cycles (c) avec les images reconstruites correspondantes à partir des cartographies Raman (b) et (d). Les spectres Raman (e) et (f) correspondent respectivement aux zones 1 et 2 dans l'image (a) et aux zones 3 et 4 dans l'image (c). Les pics d'oxydes pertinents sont également indiqués au-dessus des spectres dans les images (e) et (f). 94
Figure 3.9	Observations à haute résolution de débris de Ti (a) et de débris de Fe (b) obtenues après 2 000 cycles sur l'échantillon initial et spectres Raman des débris de Ti et de Fe avec pics d'oxydes pertinents (c). 96
Figure 3.10	Théorie de la formation des oxydes pendant le frottement et identification des stades en fonction des principaux mécanismes impliqués 98
Figure 4.1	Représentation du traitement SMAT. L'échantillon cylindrique est représenté en rouge, la chambre de traitement où les billes sont

	confinées est en vert. La surface vibrante (sonotrode) est en bleu. Les radiateurs en orange sont refroidis par l'azote liquide en bleu clair. Les dimensions des échantillons cylindriques usinés sont indiquées.	113
Figure 4.2	Observations MEB des sections transversales de la microstructure à cœur (a). Représentations en contraste de bandes des cartographies EBSD de la section transversale près des surfaces SMATées pour les échantillons SMAT-RT (b) et SMAT-CT (c).	117
Figure 4.3	Cartes de figures de pôles inverses obtenues par EBSD sur la section transverse d'échantillons SMAT-RT (a) et SMAT-CT (b) dans la région déformée en utilisant un pas de 300 μm . Un zoom sur la section transversale de l'échantillon SMAT-RT est donné dans l'image c révélant les caractéristiques de la déformation. L'évolution de la désorientation le long des lignes A à D tracées dans l'image c est présentée dans le graphique d. Les figures des pôles de la région autour des lignes A et C sont présentées en e et f, respectivement pour les pôles $\{541\}$ et $\{110\}$, les cercles en pointillés rouges et jaunes représentent le foyer des pôles autour duquel une rotation se produit.	119
Figure 4.4	Profils de DRX $\theta - 2\theta$ sur des échantillons SMAT-RT (a) et SMAT-CT (b) à des profondeurs successives. La valeur de la ligne de base sur l'axe des y de droite donne la profondeur à laquelle le profil a été mesuré. Trois pics de diffraction pour la phase β et un pic pour la phase α'' sont indiqués. Les zooms sur les profils autour du pic de α'' sont donnés en c et d respectivement pour le SMAT-RT et le SMAT-CT.	120
Figure 4.5	Profils de dureté ($\text{HV}_{0,05}$, a) et de contraintes résiduelles (b) pour les échantillons SMAT-RT et SMAT-CT en fonction de la profondeur.	122
Figure 4.6	Amplitude de contraintes et nombre de cycles jusqu'à rupture pour les échantillons polis, SMAT-RT et SMAT-CT	123
Figure 4.7	Observations MEB du faciès de rupture sur les échantillons polis (a), SMAT-RT (b) et SMAT-CT (c). Les amorces de fissures principales en fatigue sont indiquées par des flèches rouges. Les fissures secondaires reliant des fissures principales existantes sont mises en évidence par des flèches noires. Les flèches blanches indiquent les fissures de fatigue principales qui ont nucléé sous la surface observée et se sont propagées jusqu'à la surface de la fracture. Les images zoomé sur les sites de nucléation sont données en d, e et f respectivement pour les échantillons Polis, SMAT-RT et SMAT-CT.	124

Figure 4.8	Image MEB du faciès de fracture complet pour le même échantillon SMAT-CT après fracture présenté dans la Fig. 4.7c (a). Une image à plus grand grossissement (b) montre la zone où la fissure principale a nucléé. Les flèches rouges pointent vers le site de nucléation. L'image c révèle le faciès de rupture au niveau de la surface cylindrique extérieure à côté de la fissure principale et l'image d montre la représentation du même endroit acquise par tomographie. Une fissure émergeant sur le faciès de rupture est indiquée par une flèche blanche sur l'image c. La taille de cette fissure sur l'image d est agrandie. Les trois autres images (e, f et g) mettent en évidence un réseau de fissures sous la surface avec des orientations différentes. Les images c à g ont la même échelle.125	125
Figure 5.1	Représentation du traitement par attrition mécanique de surface (SMAT) sur des échantillons cylindriques. L'échantillon est représenté en rouge, la chambre de traitement où se trouve le média est en vert et la partie vibrante (sonotrode) propulsant les billes est en bleu.138	138
Figure 5.2	Gamme du traitement thermique (a) pour les échantillons bruts d'usinage (AM) et polis (P) ainsi que les gammes des traitements thermo-mécaniques pour les échantillons S+A (b) et A+S (c).140	140
Figure 5.3	Images MEB des coupes transversales de 2024. La microstructure à cœur est représentée (a, d et e), les microstructures de surface après les traitements A+S5 et S5+A sont respectivement sur les images b, f et c, g. Un faible grossissement (a, b, c) et un grossissement plus élevé (d, f, g) sont présentés pour chaque condition. L'image de la microstructure e a été faite parallèle à la direction L.143	143
Figure 5.4	Images MEB des coupes transversales de 7075. La microstructure à cœur est représentée (a, f), les microstructures de surface après les traitements A+S5 et S5+A sont respectivement sur les images b, d, e et c, g. Un faible grossissement (a, b, c) et un grossissement plus élevé (d, e, f, g) sont présentés pour chaque condition.144	144
Figure 5.5	Largeur de pic à mi-hauteur (Full Width at Half Maximum, FWHM) en fonction de la profondeur pour le 2024 (a) et le 7075 (b).149	149
Figure 5.6	Profils de contraintes résiduelles pour différents traitements sur les deux matériaux. Les valeurs de contrainte résiduelle et les ajustements correspondants sont indiqués. Les traitements S5+A, A+S5 et A+S10 sont évalués pour le 2024 (a) et les traitements S5+A, S10+A et A+S5 sont évalués pour le 7075 (b).150	150

Figure 5.7	Amplitude de contrainte et nombre de cycles à la rupture pour différents traitements sur le 2024 (a) et le 7075 (b).	152
Figure 5.8	Images MEB des faciès de rupture pour les traitements AM (a, 424 000 cycles à 204 MPa), S5+A (b, 776 000 cycles à 214 MPa), A+S5 (d, 1 058 000 cycles à 214 MPa) et A+S10 (c, 895 000 cycles à 254 MPa et e, 843 000 cycles à 254 MPa) sur le 2024.	153
Figure 5.9	Images MEB des faciès de rupture pour les traitements AM (a, 291 000 cycles à 250 MPa), S5+A (b, 684 000 cycles à 214 MPa) et S10+A (d, 881 000 cycles à 234 MPa) sur le 7075. Les images à fort grossissement sur les sites d'amorçage des fissures principales sont indiquées en c et e respectivement pour les traitements S5+A et S10+A.....	154
Figure 6.1	Profils des traces d'usure obtenues sur les surfaces en T50 non grenillées (noir) et après grenailage ultrasonique à température ambiante (Room Temperature, rouge) et cryogénique (Cryogenic Temperature, bleu)	164
Figure 6.2	Volume de la trace mesurée (mm^3/mm) en fonction de la dureté ($\text{HV}_{0,5}$) pour les surfaces en T50 (losanges pleins) et en 5553 (carrés vides) sans grenailage (noir) avec un grenailage à températures ambiante (rouge) ou cryogénique (bleu). Un résultat supplémentaire a été obtenu sur un échantillon de 5553 laminé et grenailé à température ambiante (magenta)	166
Figure 6.3	Extrait d'une figure de pôle inverse (a) obtenue par EBSD et les figures de pôles de cet extrait pour les pôles $\{541\}$ (b) et $\{110\}$ (c) de la phase β et pour le pôle $\{001\}$ (d) de la martensite	171
Figure 6.4	Profils de dureté (a) en fonction de la profondeur pour des échantillons plats de 5553 après différentes durées de grenailages ultrasoniques soit à température ambiante (RT) soit à température cryogénique (CT) et images MEB des microstructures en extrême surface des échantillons après grenailage ultrasonique RT pendant 10 min (b) et 3 h (c)	174

LISTE DES ABRÉVIATIONS, SIGLES ET ACRONYMES

CG	Coarse Grain
CND	Contrôle Non Destructif
CT	Cryogenic Temperature
DDW	Dislocation Dense Wall
DRX	Diffraction des Rayons X
DT	Dislocation Tangle
EBSD	Electron BackScatter Diffraction
ECAP	Equal Channel Angular Pressing
EDS	Energy-dispersive X-ray Spectroscopy
ETS	École de Technologie Supérieure
HCF	High Cycle Fatigue
HPT	High Pressure Torsion
KB	Kink Band
LCF	Low Cycle Fatigue
MEB	Microscope Electronique par Balayage
MSS	Mise en Solution Solide
RT	Room Temperature
SDE	Spectroscopie de rayons X à Dispersion d'Énergie
SMAT	Surface Mechanical Attrition Treatment
SPD	Severe Plastic Deformation
UFG	Ultra Fine Grain
USSP	Ultrasonic Shot-Peening
VHCF	Very High Cycle Fatigue

LISTE DES SYMBOLES ET UNITÉS DE MESURE

α	Phase α du titane
α'	Phase α' du titane
α''	Phase α'' du titane
β	Phase β du titane
γ	Angle de kink
ε -N	Courbe déformation en fonction du nombre de cycles à rupture
$\eta_{1,2,4}$	Phases η_1 , η_2 ou η_4 dans l'aluminium
η'	Phase η' dans l'aluminium
θ	Angle entre la direction d'un rayonnement X et une direction parallèle à la surface mesurée
θ	Phase θ de l'aluminium
θ'	Phase θ' de l'aluminium
θ''	Phase θ'' de l'aluminium
μ	Coefficient de frottement
μ_0	Coefficient de frottement statique ou d'adhérence
σ	Contrainte
σ_e	Résistance élastique
ϕ	Angle entre la frontière du kink et la partie non inclinée
ϕ_k	Angle entre la frontière du kink et la partie inclinée
φ	Angle entre la charge normale à une surface et la force parallèle à la surface
φ_0	Angle entre la charge normale à une surface et la force parallèle à la surface en statique
ω	Phase ω du titane
ω_{ath}	Phase ω athermique du titane

ω_{iso}	Phase ω isotherme du titane
2024	Alliage d'aluminium Al-Cu-Mg
5553	Alliage de titane β -métastable
7075	Alliage d'aluminium Al-Zn
A+S	Traitement consistant en un revenu de précipitation puis en un SMAT
Al_{eq}	Aluminium équivalent
B_o	Indicateur de l'intensité de la liaison covalente entre le titane et l'élément d'addition
d	Taille de grain
d_{hkl}	Distance interréticulaire
GP	Zones de Guinier-Preston dans l'aluminium
GPB	Zones de Guinier-Preston-Bagaryatsky dans l'aluminium
HV	Dureté Vickers
$M_{1...4}$	Modes d'accommodation pour chaque site dans le concept du troisième corps
M_d	Indicateur représentant le niveau d'énergie orbitale en rapport avec l'électro-négativité et le rayon de l'élément métallique
M_f	Température de fin de transformation martensitique
Mo_{eq}	Molybdène équivalent
M_s	Température de début de transformation martensitique
$M_s(\sigma)$	Température de début de transformation martensitique à la contrainte σ
M_s^σ	Température de début de transformation martensitique pour une contrainte égale à la résistance élastique du matériau
$\vec{P}$	Charge normale à une surface
S	Phase S de l'aluminium
S'	Phase S' de l'aluminium

$S_{1...5}$	Sites dans un contact pour le concept du troisième corps
S+A	Traitement consistant en un SMAT puis en un revenu de précipitation
S-N	Courbe de Wöhler
T	Phase T dans l'aluminium
$\vec{T}$	Force parallèle à une surface lors d'un frottement dynamique
T'	Phase T' dans l'aluminium
$\vec{T}_0$	Force parallèle à une surface lors d'un frottement statique
T6	Traitement thermique T6 dans les aluminiums
T50	Alliage de titane commercialement pur
T50A	Alliage de titane commercialement pur aux tolérances aéronautiques

INTRODUCTION

La recherche constante de l'amélioration des technologies et des techniques tout en limitant les coûts entraîne les secteurs industriels à identifier clairement leurs besoins et à développer des solutions précises et adaptées. Dans ce contexte, la problématique environnementale est actuellement un des enjeux majeurs de notre société. De nombreux procédés ont vu le jour pour répondre à ces besoins, améliorant ou modifiant certaines propriétés bien définies. Dans une multitude d'applications industrielles, les surfaces sont les endroits les plus sollicités des pièces mécaniques. Elles doivent supporter les chargements les plus importants, limiter la propagation de fissures ou bien encore résister à l'usure suite à des contacts et des mouvements par rapport à d'autres surfaces. Elles sont également fortement impactées par les environnements d'utilisation et par les problématiques de corrosion. En partant de ce constat, des efforts importants ont été faits pour élaborer des procédés visant à modifier les surfaces afin qu'elles puissent mieux supporter ces sollicitations. Ainsi, de nouveaux designs deviennent possibles pour notamment alléger les structures. Parmi ces procédés, le grenaillage ultrasonique, inventé dans les années 1990, voit le nombre d'études le concernant augmenter d'année en année. Ce procédé permet d'améliorer certaines propriétés de la surface, comme la dureté ou les contraintes résiduelles, grâce à une déformation plastique sévère localisée à la surface. Ce traitement est au centre de l'étude menée dans le cadre de cette thèse. Le grenaillage ultrasonique a déjà montré son efficacité dans un grand nombre d'articles. Et cette thèse n'a pas pour but de rester sur ces acquis. L'objectif ici est d'étudier dans quelle mesure il est possible de combiner des phénomènes microstructuraux tels que la transformation martensitique ou la précipitation avec la déformation plastique sévère en surface. Le champ de recherche a été réduit à l'étude sur des alliages à faible densité comme les aluminiums et les titanes. La tribologie et la fatigue sont deux propriétés particulièrement adaptées pour se rendre compte de la modification des propriétés en surface, car elles sollicitent toutes deux cette surface de façon très marquée. Dans le cadre de cette thèse, le LEM3 - spécialisé dans l'étude des microstructures - et le LOPFA - spécialisé dans

les caractérisations des propriétés mécaniques, et notamment la résistance à la fatigue - ont donc décidé de collaborer afin de mettre en commun leurs expertises complémentaires et ainsi valoriser la contribution scientifique de ce projet.

Tout d'abord, une revue de littérature est proposée dans un premier chapitre. Elle permet d'identifier les enjeux qui seront ensuite discutés dans les chapitres ultérieurs. Elle commence par une présentation des procédés de déformation plastique sévère et de la façon dont ils modifient les propriétés. Le grenaillage ultrasonique est présenté dans ce cadre. La tribologie et la fatigue sont ensuite introduites de façon non exhaustive avec notamment une attention toute particulière sur les mécanismes d'usure, d'initiation et de propagation des fissures. Finalement, les alliages de titanes et d'aluminiums sont ensuite décrits en se focalisant notamment sur les mécanismes microstructuraux qui sont envisagés pour une interaction avec le grenaillage ultrasonique.

Le second chapitre a pour objectif d'identifier clairement les problématiques qui ont été soulevées. Des essais préliminaires ont été réalisés et permettent de valider les concepts de départ, faisant ainsi le lien entre les chapitres 3, 4 et 5 dont le contenu a été publié par des articles dans des revues internationales.

Le premier article présenté dans le chapitre 3 se concentre sur la tribologie. Il fait état d'un comportement d'usure très particulier dépendant de l'oxydation de la surface. Le coefficient de frottement révèle une évolution atypique avec des changements brutaux, mais répétables d'un essai à l'autre. Le changement de la nature des oxydes en titane sur la surface a été identifié comme la raison derrière ce comportement. Les essais se font sur des surfaces en titane sur lesquelles frotte une bille en acier beaucoup plus dure. Surprenamment, c'est au final la surface en acier, qui se trouve usée et qui forme une couche de transfert riche en oxydes de fer protégeant la surface en titane testée.

Le second article, qui fait l'objet du chapitre 4, montre des effets originaux du grenaillage ultrasonique sur un alliage de titane β -metastable. Ce procédé a permis de solliciter plusieurs mécanismes de déformation dont un très rare et relativement peu documenté dans la structure cubique centrée des alliages de titane : les kink bands. Le chapitre présente également les résultats en fatigue d'une telle microstructure obtenue par grenaillage ultrasonique.

Le troisième article présenté dans cette thèse - chapitre 5 - étudie la possibilité de faire interagir le grenaillage ultrasonique avec les traitements thermiques d'alliages d'aluminium. L'effet de ces traitements thermomécaniques est caractérisé en termes de résistance à la fatigue. L'importance de l'intégrité de surface après grenaillage ultrasonique et de la sensibilité aux défauts des alliages est mise en valeur grâce à ces résultats.

Le chapitre 6 a pour objectif de reprendre les différents résultats publiés et de les compléter avec des essais qui n'ont pas été joints aux articles pour fournir une meilleure compréhension des phénomènes et de discuter des impacts qu'ils peuvent avoir sur le secteur industriel.

Finalement, une conclusion générale s'attardera à retracer ces travaux pour permettre d'établir des recommandations et de définir dans quelles mesures des études futures pourraient venir les compléter.

REVUE DE LITTÉRATURE

Le sujet de cette thèse provient d'études précédentes montrant l'intérêt de combiner la déformation plastique sévère aux traitements thermomécaniques afin de modifier les propriétés mécaniques. Comme expliqué dans l'introduction, cette étude se focalise sur les alliages à faible densité : le titane et l'aluminium.

Dans ce chapitre, la revue de littérature va donc traiter dans un premier temps de la présentation des mécanismes de déformation plastique sévère, et notamment le grenaillage ultrasonique qui a été utilisé. Dans un second temps, une brève introduction à la tribologie des surfaces (section 1.2) ainsi qu'au mécanisme de fatigue (section 1.3). Finalement, les deux types de matériaux à faible densité utilisés, les titanes (section 1.4) et les aluminiums (section 1.5) seront présentés avec leurs principales caractéristiques pour mettre en avant les mécanismes sollicités par le grenaillage ultrasonique.

1.1 Introduction à la déformation plastique sévère

Les procédés de déformation plastique sévère rassemblent les méthodes permettant d'affiner grandement la microstructure grâce à un écrouissage intensif. Un nombre conséquent de revues présentent les résultats qu'ils permettent d'obtenir (Azushima, Kopp, Korhonen, Yang, Micari, Lahoti, Groche, Yanagimoto, Tsuji, Rosochowski & Yanagida, 2008 ; Estrin & Vinogradov, 2013 ; Lowe & Valiev, 2004 ; Valiev *et al.*, 2000 ; Valiev, Estrin, Horita, Langdon, Zechetbauer & Zhu, 2006 ; Valiev *et al.*, 2016). Ces procédés sont devenus, au cours des dernières décennies, un moyen largement reconnu pour la production de matériaux avec une microstructure ultrafine ($< 1 \mu\text{m}$). Le principe d'une grande déformation afin d'affiner la microstructure est pourtant apparu bien avant, dès 1935 (Edalati & Horita, 2016). Les procédés de déformation plastique sévère permettent d'obtenir des propriétés mécaniques ou physiques exceptionnelles, difficilement atteignables par d'autres procédés. Les résistances élastiques et à la rupture, la dureté, la résistance en fatigue ou encore la résistance en corrosion sont des exemples typiques de propriétés qui peuvent être modifiées et améliorées par la déformation plastique sévère. Cependant, l'augmentation de ces différentes propriétés va donc de paire avec une réduction importante de la ductilité.

Combattre cette perte de ductilité sans sacrifier l'augmentation des propriétés obtenues constitue actuellement un défi de grande importance dans la communauté scientifique.

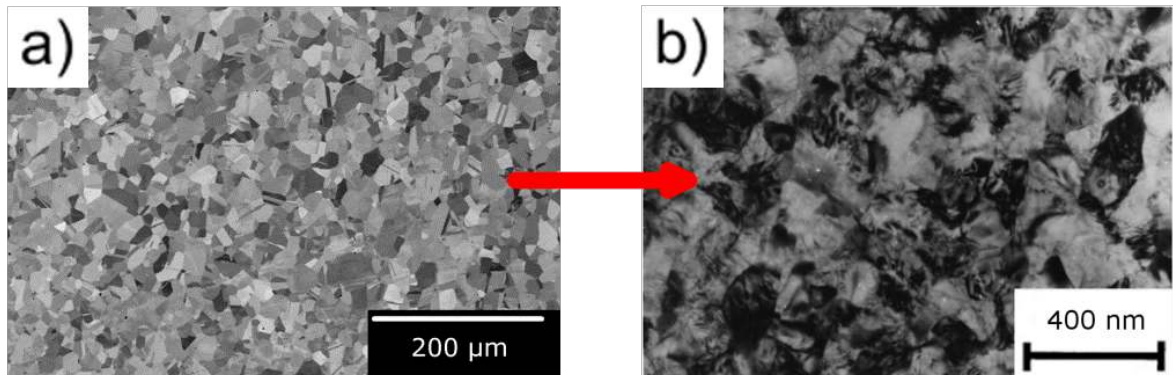


Figure 1.1 Modification de la microstructure par déformation plastique sévère, ici avant (a) et après déformation plastique sévère (b) (Valiev *et al.*, 2000)

Avec les Figs. 1.1a et 1.1b, Valiev *et al.* présentent respectivement une microstructure initiale à gros grains et une microstructure ultrafine après déformation plastique sévère sur le même matériau (Valiev *et al.*, 2016). La microstructure initiale a été affinée par un facteur 100 grâce à la déformation plastique sévère. Les nouveaux grains à l'échelle submicrométrique ont des joints de grains à forte désorientation, au-dessus de 15° . Ces joints de grains agissent comme barrières aux mouvements des dislocations, augmentant ainsi les résistances mécaniques au prix de la baisse de ductilité.

1.1.1 Affinement de la microstructure

Les principaux mécanismes par lesquels l'affinement de la microstructure se déroule lors de la déformation plastique sévère ont été largement étudiés (Lu & Lu, 2004 ; Valiev *et al.*, 2000 ; Zhu *et al.*, 2004). Tao *et al.* (Tao *et al.*, 2002) présentent dans la Fig. 1.2a deux mécanismes d'affinement de la microstructure très communs : les murs et les enchevêtrements de dislocations. Dans la Fig. 1.2b il illustre à quoi correspondent chacun de ces mécanismes dans la microstructure. Lors de la déformation plastique sévère, des dislocations se multiplient dans la matière. L'apport d'énergie du procédé va provoquer le mouvement de ces dislocations. Elles vont alors se

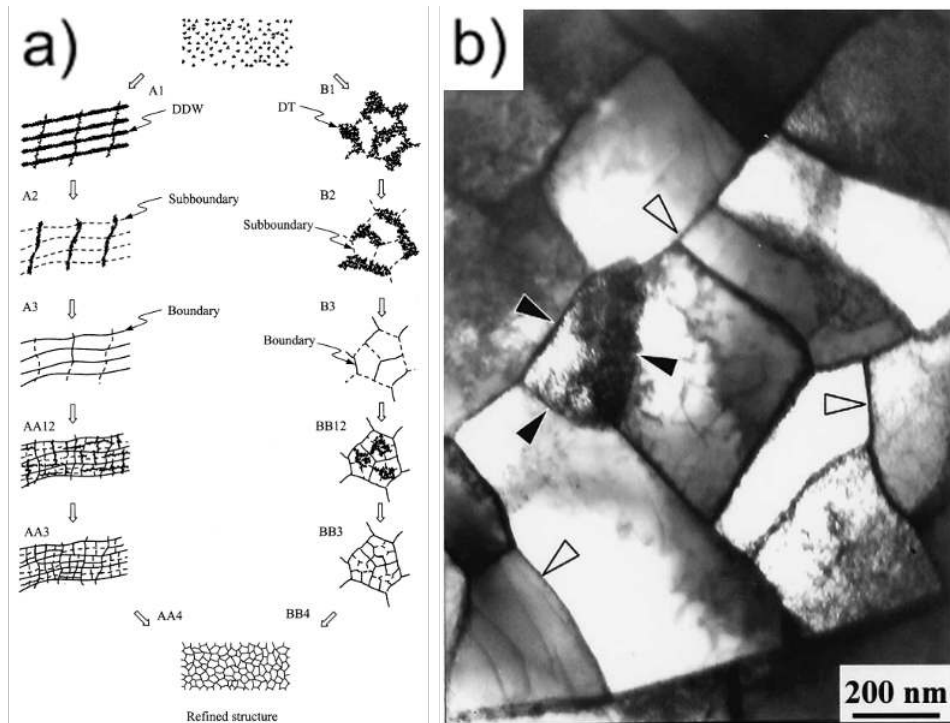


Figure 1.2 Schéma de l'affinement de la microstructure par mouvement des dislocations (a) et image en microscopie électronique à transmission représentant les murs denses de dislocations (triangles blancs) et les enchevêtrements de dislocations (triangles noirs) (Tao *et al.*, 2002)

rassembler soit en "murs denses de dislocations" (Dense Dislocation Wall, DDW) indiqués par les flèches blanches dans la Fig. 1.2b, soit en "enchevêtrements de dislocations" (Dislocation Tangle, DT), les flèches noires. Aussi bien les murs que les enchevêtrements vont progressivement se transformer en sous-joints, puis en joints de grains au fur et à mesure que les dislocations viennent s'y rassembler. Une fois ces joints de grains bien définis, de nouvelles dislocations vont pouvoir interagir au sein des nouveaux grains et former à nouveau des murs ou des enchevêtrements. Finalement, la microstructure est progressivement fragmentée et va permettre l'obtention de tailles de grain nanométriques. D'autres mécanismes de déformation moins communs existent permettant un affinement de la microstructure, tels que la formation et le croisement de macles (Lu & Lu, 2004) par exemple, ils sont plus spécifiques à certains matériaux. Par la suite, il ne sera plus mention des deux premiers mécanismes d'affinement mais uniquement

des dislocations car elles jouent un rôle prépondérant dans l'apparition de ces mécanismes, et c'est avec elles que les méthodes proposées cherchent à interagir.

Des mécanismes telles que la restauration ou la recristallisation dynamiques permettant d'annihiler les dislocations apparaissent quand la taille de grain est suffisamment réduite, ces mécanismes sont responsables d'une augmentation de la taille de grain. Une compétition entre la déformation plastique sévère affinant la taille de grain et entre les restauration et recristallisation dynamique se met en place et résulte en une taille de grain limite obtainable par les méthodes de déformation plastique sévère (Pippan, Wetscher, Hafok & Vorhauer, 2006).

La réduction de la taille de grain conduit à l'augmentation de la résistance élastique via la relation de Hall-Petch :

$$\sigma_e = \sigma_0 + \frac{k}{\sqrt{d}} \quad (1.1)$$

où σ_e est la résistance élastique, d la taille de grain moyenne, σ_0 et k sont des constantes liées au matériau.

1.1.2 Affinement en condition cryogénique

Les mécanismes de restauration et recristallisation dynamiques sont dus à l'énergie apportée lors de la déformation (Pippan *et al.*, 2006) et sont fortement influencés par la température, notamment à une température cryogénique. Ainsi, déformer des matériaux à des températures plus basses va réduire l'impact de ces deux mécanismes et entraîner une taille de grain limite plus fine. Des procédés de déformations plastiques sévères à température cryogénique ont donc été élaborés. Par cette méthode, Zharebtsov *et al.* ont pu obtenir une modification importante de certaines caractéristiques mécaniques comparativement à celles gagnées lors d'une déformation à température ambiante (Zharebtsov *et al.*, 2013). Les Figs. 1.3a et 1.3b présentent les résultats d'essais de traction sur des éprouvettes laminées à température ambiante et à température cryogénique montrant que les résistances élastiques et à rupture sont fortement améliorées pour les éprouvettes laminées à température cryogénique.

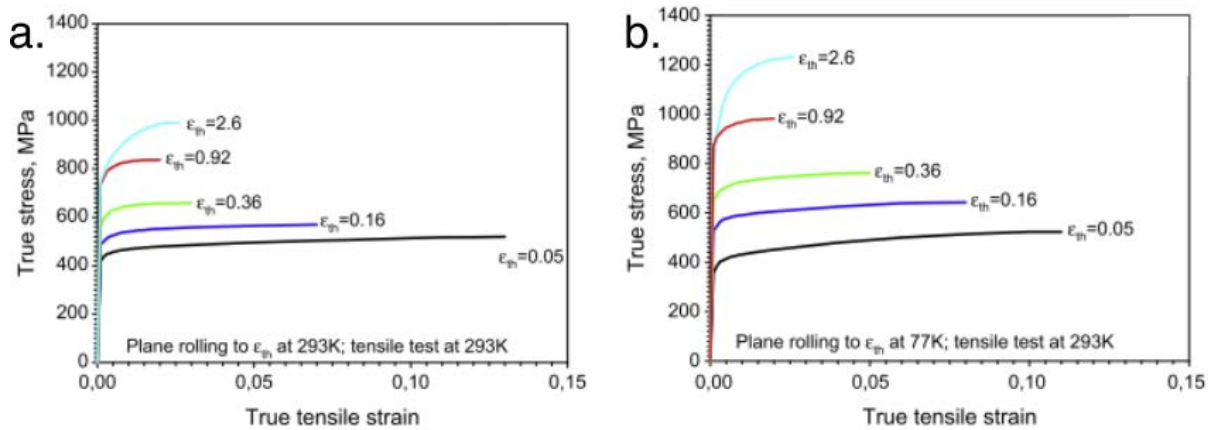


Figure 1.3 Comparaison de la résistance mécanique après laminage d'un titane pur à température ambiante (293K) (a) et à température cryogénique (77K) (b) (Zherebtsov *et al.*, 2013)

1.1.3 Procédés de SPD

De nombreux procédés de déformation plastique sévère ont été développés pour tirer parti des propriétés exceptionnelles des matériaux nanostructurés.

L'un des procédés les plus répandus est l'"Equal Channel Angular Pressing" (ECAP) est illustré dans la Fig. 1.4a (Valiev & Langdon, 2006). Un échantillon de forme parallélépipédique est inséré dans un canal délimité par une matrice. Le canal fait un coude abrupt et une forte pression force l'échantillon à suivre ce changement d'angle. Un très fort cisaillement se produit alors, entraînant un important affinement de la microstructure. Le canal ayant la même taille à l'entrée qu'à la sortie, ce procédé peut se répéter de multiples fois afin de continuer l'affinement de la microstructure. Le taux de déformation total dans l'échantillon peut se calculer avec le nombre de passes ainsi que les angles indiqués dans le schéma en Fig. 1.4a. La vitesse de déformation à l'aide de ce procédé est de l'ordre de 10^{-3} s^{-1} .

Un second procédé de déformation plastique sévère très utilisé est le "High Pressure Torsion" (HPT) (Edalati & Horita, 2016), aussi présenté dans la Fig. 1.4b. Un échantillon de forme cylindrique est enfermé dans les cavités des mors. Les mors exercent une forte pression hydrostatique de l'ordre du GPa sur l'échantillon. L'un des mors est ensuite mis en rotation,

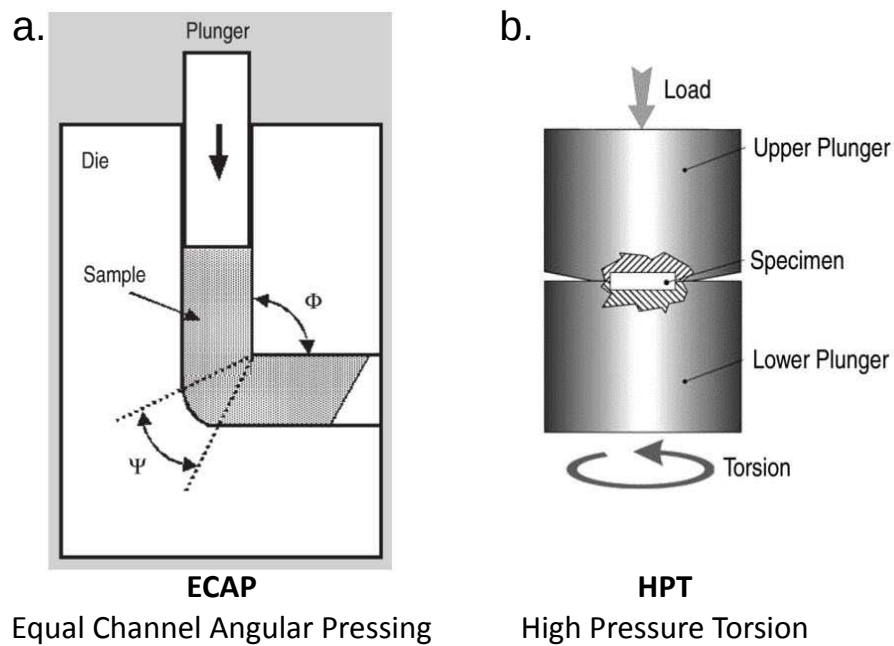


Figure 1.4 Représentations schématiques des procédés d'ECAP et de HPT (Valiev *et al.*, 2016)

provoquant une torsion par adhérence au niveau de l'échantillon. Le montage empêche tout flux de matière vers l'extérieur. Une importante déformation par torsion est alors introduite dans le matériau. La déformation augmente avec l'éloignement de l'axe de rotation. La déformation dans l'échantillon est donc proportionnelle au rayon et au nombre de tours réalisés par la machine. Ainsi, il est possible d'obtenir de très grandes déformations et donc des affinements de la microstructure importants. La vitesse de rotation du mors mobile peut aller jusqu'à quelques tours par minute.

D'autres procédés rivalisent d'imagination pour mettre en application le principe de déformation plastique sévère, tels que l'"Accumulative Roll-Bonding", le "Multi-Directional Forging", le "Cyclic Extrusion and Compression", etc. (Valiev *et al.*, 2006). Cependant, la majorité de ces procédés ont un défaut commun d'importance : ils utilisent des charges extrêmement importantes pour déformer des pièces de faible volume et de simple géométrie. L'utilisation de la déformation plastique sévère dans l'industrie par ces procédés s'en retrouve fortement réduite.

La surface des pièces industrielles étant habituellement la région la plus sollicitée, aussi bien en termes de corrosion, d'usure, de fatigue ou encore de contraintes, des procédés de déformation plastique sévère des surfaces ont vu le jour. Le "Laser Shock Peening" (Montross, Wei, Ye, Clark & Mai, 2002), le "Burnishing" (Murthy & Kotiveerachari, 1981) ou encore le "Surface Mechanical Attrition Treatment" (Lu & Lu, 2004; Zhu *et al.*, 2004) en sont des exemples concrets.

1.1.4 Le grenaillage ultrasonique

Le grenaillage ultrasonique, appelé en anglais "Ultrasonic Shot-Peening" (USSP) (Tao, Sui, Lu & Lua, 1999), aussi connu sous le nom de "Surface Mechanical Attrition Treatment" (SMAT) (Lu & Lu, 2004), est un procédé dérivé du grenaillage de pré-contrainte habituellement employé dans l'industrie. Ces traitements consistent en la projection à grande vitesse d'un média vers la surface à modifier pour la déformer. Dans le cadre du grenaillage de pré-contrainte, l'objectif est l'introduction de contraintes résiduelles en compression (Curtis, De Los Rios, Rodopoulos & Levers, 2002). Ces contraintes vont jouer un rôle prépondérant dans la lutte contre la propagation des fissures en surface et donc l'amélioration de la résistance en fatigue (Benedetti, Fontanari, Scardi, Ricardo & Bandini, 2009). Le grenaillage de pré-contrainte utilise une buse, habituellement à air comprimé, afin de propulser un média de taille submillimétrique. Il s'agit en général soit de fil coupé, soit de billes en divers matériaux. La buse va ensuite se déplacer sur la surface afin que le média soit projeté sur toute la surface.

Le grenaillage ultrasonique possède plusieurs différences clefs par rapport au grenaillage de pré-contrainte et en particulier il induit une déformation plastique sévère pouvant aller jusqu'à des profondeurs de plusieurs centaines de microns. Un schéma du grenaillage ultrasonique est visible en Fig. 1.5. Des billes, d'un diamètre pouvant varier entre 1 et 10 mm, sont propulsées vers l'échantillon grâce à une surface vibrante appelée sonotrode. Il existe généralement deux configurations de SMAT dans la littérature : l'une utilise une fréquence de 50 Hz et des billes de diamètre important (>6 mm) alors que l'autre utilise une fréquence de 20 kHz avec des billes de diamètre plus petit (< 3 mm). Le grenaillage ultrasonique ne correspond qu'à la configuration

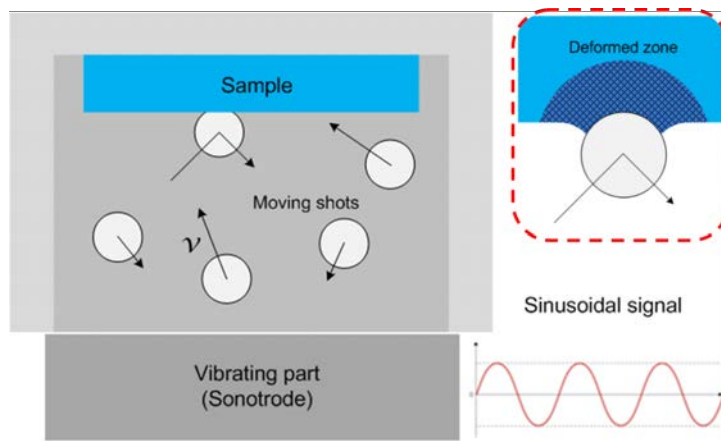


Figure 1.5 Schéma du grenaillage ultrasonique et du champ de déformation lors de l'impact des billes

avec une fréquence de 20 kHz. La vibration de la sonotrode est obtenue grâce à un signal sinusoïdal. Les billes rencontrent la surface de l'échantillon avec un angle aléatoire. Seule la région proche de l'impact se retrouve déformée, comme illustré dans le schéma en Fig. 1.5. Les vitesses des billes imposent à ce traitement de très grandes vitesses de déformation ($> 10^3 \text{ s}^{-1}$). Grâce au confinement des billes dans la chambre de traitement, le grenaillage ultrasonique peut durer aussi longtemps que souhaité. Les billes continuent à impacter et déformer la surface, affinant ainsi progressivement la microstructure. Les traitements durent en général plusieurs minutes, voire dizaines de minutes.

L'affinement de la microstructure par grenaillage ultrasonique est le même que dans les autres procédés de déformation plastique sévère, décrits dans la partie 1.1.1. Cet affinement de la microstructure par grenaillage ultrasonique a été fortement étudié dans de nombreux matériaux purs ou alliés. À titre d'exemple, les mécanismes d'affinement ont été étudiés par Wu et al. sur l'aluminium 7075 (Wu, Tao, Hong, Xu, Lu & Lu, 2002), par Zhu et al. sur le titane pur (Zhu *et al.*, 2004), par Jin et al. sur un titane β -métastable (Jin, Cui, Song & Zhou, 2015), par Tao et al. sur du fer pur (Tao *et al.*, 2002), par Zhang et al. sur un acier austénitique (Zhang, Hei, Liu, Lu & Lu, 2003) ou encore sur du cuivre pur par Wang et al. (Wang, Tao, Liu, Lu & Lu, 2006a).

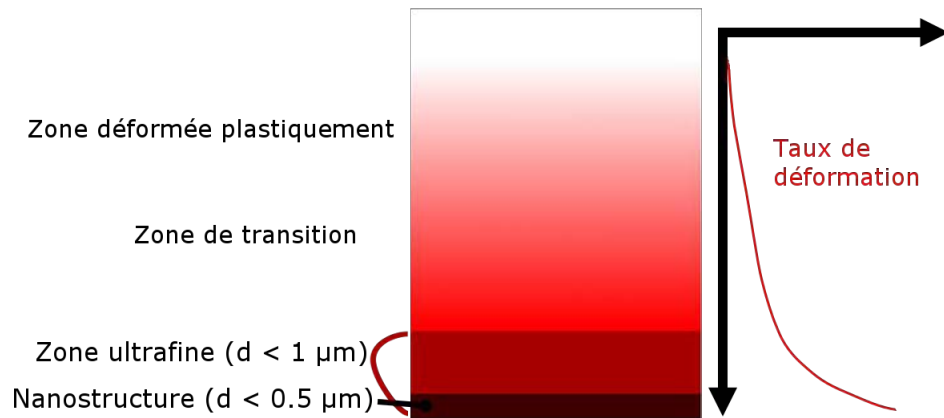


Figure 1.6 Schéma du gradient de déformation, de la nanostructure (côté inférieur) au matériau initial (côté supérieur) et représentation du taux de déformation en fonction de la profondeur

Le grenaillage ultrasonique permet aussi d'introduire un gradient de microstructure à la surface (Lu & Lu, 2004 ; Samih, Beausir, Bolle & Grosdidier, 2013), comme représenté dans la Fig. 1.6. Une nanostructure (taille de grain inférieure à 500 nm) se forme à l'extrême surface, la microstructure grossit progressivement en fonction de la profondeur. Plusieurs régions sont définies en fonction de la microstructure : la zone ultrafine avec une taille de grain inférieure à 1 μm ; la zone de transition où les effets de l'affinement de la microstructure sont visibles, mais la taille de grain est supérieure au micron ; la zone déformée plastiquement où les effets de la déformation sont encore observables, mais ne provoquent plus d'affinement de la microstructure ; et finalement la zone non affectée par le traitement plus en profondeur. Le gradient de microstructure provoque l'apparition de gradients de propriétés, tels que la dureté (Lu & Lu, 2004) ou la résistance mécanique (Chan, Ruan, Chen & Lu, 2010). Le grenaillage ultrasonique introduit également l'apparition d'un fort gradient de contraintes résiduelles bénéfique pour la résistance à la fatigue (Roland, Retraint, Lu & Lu, 2006).

1.2 Introduction à la tribologie

La tribologie est l'étude des contacts entre différentes surfaces qui interagissent. Elle comprend à la fois le frottement, la lubrification et l'usure. Il s'agit donc d'une science pluridisciplinaire

faisant intervenir à la fois la science des matériaux, la mécanique et la connaissance des comportements relatifs aux surfaces. Dans cette partie, un premier modèle macroscopique du frottement sera abordé, avant un second présentant une vision mésoscopique plus détaillée. Les différents mécanismes d'usure seront ensuite abordés et finalement la relation entre la tribologie et les traitements de SPD sera établie, notamment dans le cas du grenaillage ultrasonique. Seule la tribologie en condition sèche sera abordée dans le cadre de cette étude. La lubrification sera laissée de côté.

1.2.1 Modèle de Coulomb

Les notions de frottement et de contact au sens de la tribologie peuvent être définies à partir du modèle de Coulomb. Dans le cas d'un contact sans frottement (dit parfait) entre deux surfaces, la force s'exerçant entre les deux surfaces est perpendiculaire au plan tangent commun aux deux surfaces. Cela est vrai aussi bien si les surfaces sont immobiles ou si elles ont un mouvement relatif entre elles. Dans le cas d'un contact avec frottement, une force s'oppose au mouvement relatif des deux surfaces.

Il faut alors distinguer deux types de frottement que Coulomb définit : avec ou sans mouvement relatif (Coulomb, 1781), ces deux cas sont illustrés dans la Fig. 1.7.

"Étant donné une pièce soumise à une charge verticale $\vec{P}$ en prenant appui sur un plan horizontal, il faut, pour lui faire quitter son immobilité, exercer une force $\vec{T}_0$, parallèle à ce plan. $\vec{P}$ et $\vec{T}_0$ définissent un angle φ_0 dont la tangente $\tan \varphi_0 = \mu_0$ est le coefficient de frottement statique, ou coefficient d'adhérence. Le mouvement, une fois amorcé, se poursuit à vitesse uniforme en exigeant une force $\vec{T}$ inférieure à $\vec{T}_0$ et faisant apparaître un nouveau coefficient $\mu = \tan \varphi$ appelé coefficient de frottement dynamique ou coefficient de frottement en mouvement".

Le modèle de Coulomb est encore largement utilisé et permet de caractériser les comportements mécaniques de façon très simple d'un point de vue macroscopique. Il prend uniquement en compte le chargement normal et les efforts nécessaires pour sortir de l'immobilité ainsi que pour

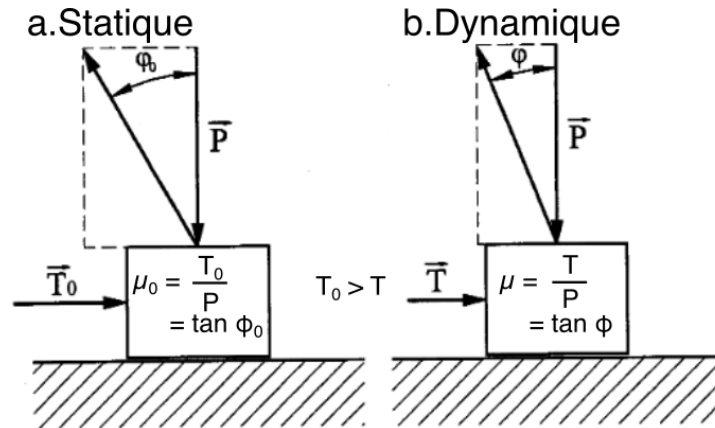


Figure 1.7 Représentations du modèle de Coulomb dans le cas d'un frottement statique (a) et dans le cas d'un frottement dynamique (b)

maintenir le mouvement. Il ne considère absolument pas l'influence des surfaces et l'impact de l'environnement sur le frottement (présence de graisse par exemple).

De façon général le coefficient de frottement se mesure en dynamique avec des dispositifs où une surface frotte répétitivement sur une seconde pendant un certain temps ou un nombre de cycles prédéfini. Le coefficient peut varier au cours du temps en fonction des événements pouvant apparaître sur les surfaces (usure par exemple). Son évolution se représente alors soit en fonction du temps soit en fonction du nombre de cycles tel qu'illustré sur la Fig. 1.8.

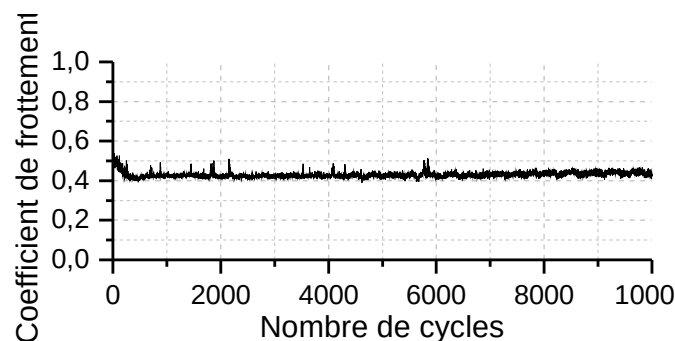


Figure 1.8 Exemple de l'évolution du coefficient de frottement en fonction du nombre de cycles

1.2.2 Concept de troisième corps

Godet a proposé dans les années 1970 et 1980 le concept de troisième corps (Godet, 1984) afin de mieux comprendre les mécanismes à l'œuvre lors du frottement. La Fig. 1.9 représente ce concept tribologique. Les deux solides en contact (sites S_1 et S_5) sont appelés premiers corps. Ils encadrent le contact et répondent aux sollicitations imposées par le contact. Ils peuvent être fissurés localement ou bien déformés plastiquement. Cela va entraîner le détachement de particules, le troisième corps, il s'agit d'un volume matériel entre les deux premiers corps qui inclut la matière détachée des surfaces (site S_3) ainsi que les films (S_2 et S_4) qui se forment sur chaque surface. Ce troisième corps joue plusieurs rôles : il transmet les efforts normaux entre les deux premiers corps, il sépare ces corps et permet d'accommoder les différentes vitesses entre ces corps. Quatre modes d'accommodation sont possibles pour chaque site, notés M_j : un mode élastique, un mode de rupture, un mode de cisaillement et un mode de roulement (Berthier, 1990).

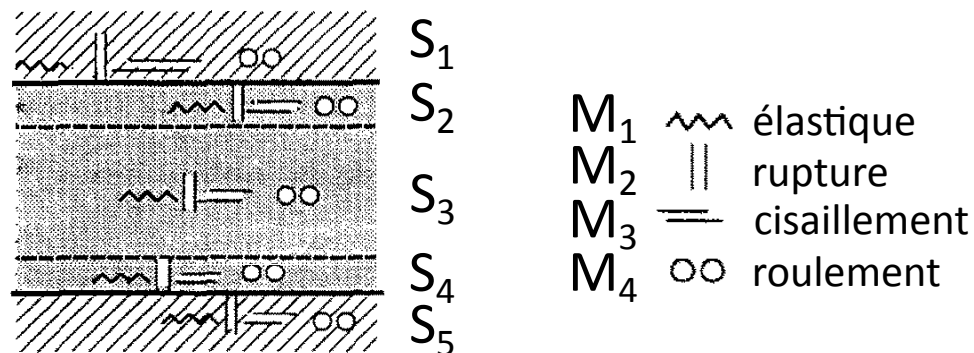


Figure 1.9 Représentation d'un système tribologique pour le modèle du troisième corps (Berthier, 1990)

Le principe du troisième corps inclut également le concept de circuit tribologique : un écoulement du troisième corps se crée entre les deux premiers corps. Le troisième corps se détache des deux premiers corps, puis il peut circuler entre les deux corps. Finalement, il va également pouvoir sortir du contact. Le troisième corps va alors soit être réintroduit dans le contact, il s'agit d'une recirculation, soit être éjecté définitivement du contact. Un système dynamique se crée alors entre la génération de troisième corps, sa circulation (voire recirculation) et son éjection.

1.2.3 Mécanismes d'usure

L'usure est la progressive perte de matière due à des surfaces en contact ayant un mouvement relatif. Avec la fatigue et la corrosion, l'usure est l'un des principaux mécanismes limitant la durée de vie des pièces et des systèmes.

Les effets néfastes de l'usure viennent en premier lieu de la perte de matière qui va modifier les dimensions des surfaces en contact. Cela aura pour conséquence d'augmenter les jeux entre les différentes pièces dans un système et finalement des problématiques apparaitront, telles que de grandes vibrations, de forts bruits, des pertes d'efficacité et même un mauvais fonctionnement du système. Dans le cas de chargements dynamiques, la modification des dimensions pourra accentuer la fatigue à laquelle les pièces sont soumises.

D'autre part, l'usure entraîne un détachement de matière, des débris, qui peuvent avoir des comportements néfastes. Par exemple en agroalimentaire, ils peuvent contaminer de la nourriture ou des boissons si une machine responsable de leur production vient à s'user. Ils peuvent également être particulièrement abrasifs en restant piégés entre les surfaces en contact, provoquant alors une accélération de l'usure. Les débris peuvent également provoquer le mauvais fonctionnement de certains systèmes en se mettant entre des surfaces fonctionnelles, bloquant ainsi leur mouvement (des valves par exemple).

Différents mécanismes d'usure existent et peuvent se combiner pour chaque système tribologique. Ces mécanismes incluent l'usure par abrasion, par adhésion, par oxydation et encore par d'autres actions tribo-chimiques. Il n'est pas possible de faire de généralité sur l'impact de ces mécanismes sur le coefficient de frottement, cela va dépendre très fortement des couples de matériaux mis en jeu ainsi que des conditions de frottement. L'étude de ces mécanismes d'usure permet en revanche de comprendre comment et pourquoi un matériau s'use et ainsi tenter de trouver des solutions pour l'application considérée.

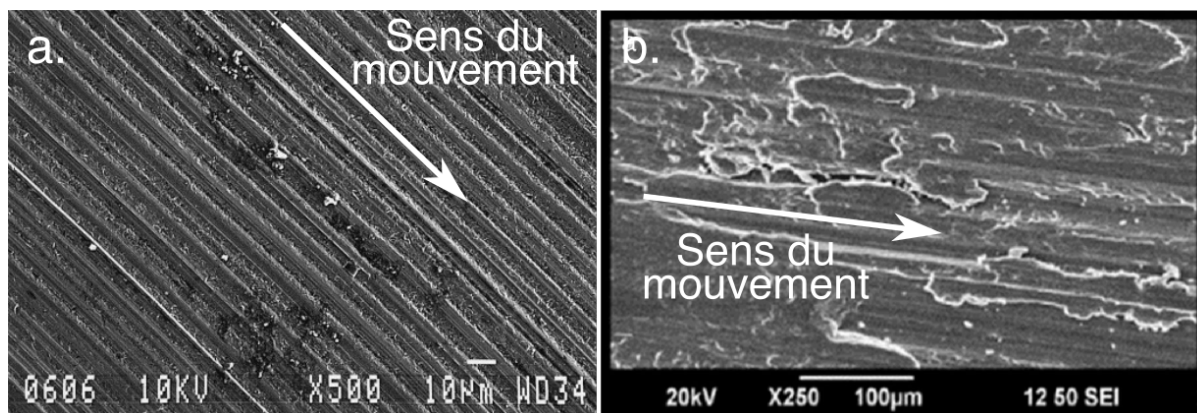


Figure 1.10 Images de traces d'usure par (a) abrasion (Trezona *et al.*, 1999) et par (b) adhésion (Idusuyi & Olayinka, 2019)

1.2.3.1 Usure par abrasion

L'usure par abrasion apparaît en présence de frottement entre un métal et un corps plus dur quand un chargement force le contact (Khrushov, 1974). Le corps peut être un métal, mais également d'origine minérale, par exemple dans le cas où du sable provoque l'usure d'un système en se glissant entre des pièces pouvant bouger. L'usure par abrasion apparaît sous la forme de différents mécanismes endommageant les surfaces, comme du coupage, du rayage, du labourage ou de la déformation plastique. Une condition essentielle pour avoir de l'abrasion est que le corps provoquant l'abrasion doit être plus dur que le corps utilisé. La Fig. 1.10a présente une image des marques habituellement observées lors de l'usure par abrasion. Des rayures se forment parallèlement à la direction du mouvement entre les surfaces.

1.2.3.2 Usure par adhésion

Les surfaces n'étant jamais lisses, cela aura pour conséquence de concentrer le chargement sur les aspérités des deux surfaces se touchant, et ainsi augmenter drastiquement la contrainte locale (Burwell, 1957). Pour des contacts ordinaires, la surface totale réellement en contact dépasse très rarement $1/100^{\text{ème}}$ de la surface apparente. La plastification de ces aspérités apparaît alors naturellement et elles vont pouvoir former de l'adhésion intermétallique par soudage à froid.

Quand un mouvement relatif est imposé, de l'arrachement se produit alors, soit à la jonction entre les surfaces, soit à l'intérieur du matériau, en fonction de ce qui est le moins résistant. Dans le cas où l'adhésion est faible, la jonction cède et provoque une génération très limitée de débris. En revanche, dans le cas où la soudure est plus résistante que le matériau le plus mou (dû au durcissement par déformation par exemple), un arrachement d'une part importante de matière peut avoir lieu et le fragment adhérer avec le matériau le plus dur. Un film de transfert de matière se forme de cette façon. Lors des frottements, ces fragments de matière adhérant à la surface vont être soit arrachés et devenir un troisième corps, soit aplatis sur la surface sur laquelle ils adhèrent. Plusieurs couches peuvent également se superposer par ces mécanismes. La Fig. 1.10b montre une surface sujette à de l'adhésion sur laquelle l'arrachement et le frottement ont permis de former les larges plaquettes visibles.

1.2.3.3 Usure tribo-oxydative

De façon générale, les surfaces en métal sont couvertes d'une couche d'oxyde empêchant le contact direct métal contre métal. Le mécanisme d'usure par oxydation est décrit par Wilson et al. (Wilson, Stott & Wood, 1980). Lors du frottement, l'usure par abrasion apparaît initialement alors quand l'une des surfaces frotte sur la couche d'oxyde de la seconde surface. La couche d'oxyde va alors s'user progressivement, révélant un contact métal contre métal. Le coefficient de frottement augmente alors, puis va diminuer progressivement par la suite. Des oxydes apparaissent sous forme de particules et se regroupent en "ilots" durant le frottement à l'air libre. Ces "ilots" d'oxydes sont particulièrement lisses et légèrement surélevés par rapport au reste de la trace. Ils sont responsables de la diminution du coefficient de frottement, ce mécanisme d'usure est considéré comme peu sévère. Stott et al. parlent de surfaces "glacées" (Stott, Lin & Wood, 1973).

1.2.3.4 Autres mécanismes

Burwell expose en détail d'autres mécanismes d'usure importants tels que l'usure par fatigue et l'usure par corrosion (Burwell, 1957). Cependant, une multitude d'autres comportements

très spécifiques existent. Par exemple le fretting qui consiste en une usure due à un mouvement oscillatoire. Ou encore l'usure par impact, quand des surfaces s'entrechoquent régulièrement. Budinski présente un grand nombre de mécanismes d'usures dans un guide publié par l'ASTM (Budinski, 2007).

1.2.4 Impact du grenaillage ultrasonique sur la tribologie

Le grenaillage ultrasonique permet d'améliorer la dureté et la résistance élastique des surfaces traitées. Parmi différents modèles simulant l'usure, Archard propose que l'usure soit provoquée par la fracture de surface, la génération de débris et qu'elle soit influencée par la dureté des matériaux. Il propose un modèle confirmé expérimentalement dans lequel le frottement et l'usure atteignent un état d'équilibre (Archard, 1953). L'équation d'Archard qui découle de ce modèle peut s'écrire sous la forme suivante (Budinski, 2007) :

$$Usure = \frac{KFD}{H} \quad (1.2)$$

où K est une constante liée au système, D est la distance de glissement parcourue lors du frottement, F est la force pressant les surfaces ensemble et H est la dureté du matériau le plus mou dans le couple.

Cette équation lie l'usure d'un système tribologique au matériau le plus mou. Ainsi, il a été montré que l'augmentation de la dureté grâce aux procédés de déformation plastique sévère pouvait induire une amélioration de la résistance à l'usure. L'étude des propriétés tribologiques des surfaces nanostructurées par ces procédés présente un intérêt certain (Edalati, Ashida, Horita, Matsui & Kato, 2014 ; La, Ma, Zhu, Yang, Liu, Xue & Valiev, 2005 ; Wang, Gao, Gee, Wood & Langdon, 2012). La et al. ont montré qu'un titane pur déformé par HPT présentait une meilleure résistance à l'usure que sa version non déformée (La *et al.*, 2005) et ont mis en avant une différence de mécanismes d'usure : le titane traité par HPT avait plus tendance à s'user par abrasion alors que le titane non traité s'usait par adhésion.

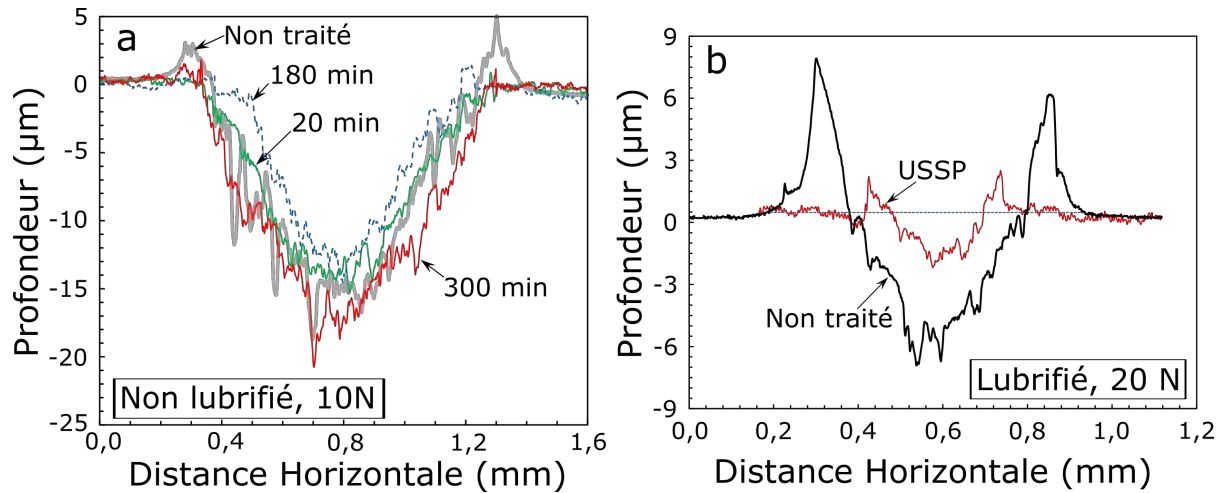


Figure 1.11 Profils de la trace d'usure en condition sèche pour différentes durées de grenaillage ultrasonique (a) et en condition lubrifiée avec (USSP) ou sans (Non traité) grenaillage ultrasonique (b) (Sun, 2013)

Bien que le grenaillage ultrasonique semble être un traitement prometteur dans l'objectif d'amélioration de la résistance à l'usure des surfaces, une comparaison des résultats de différents auteurs montre que le sujet est plus complexe que l'équation d'Archard laisse entendre. Xia et al. ont trouvé une amélioration de la résistance à l'usure d'un alliage de magnésium grâce au grenaillage ultrasonique (Xia, Liu, Fu, Jin & Lu, 2016). Sur un autre alliage de magnésium, Liu et al. ont observé que la résistance à l'usure diminuait avec l'emploi de grenaillage ultrasonique (Liu, Jin, Li, Zeng & Lu, 2015a). Il est à noter que ces deux articles présentent des essais menés dans les mêmes conditions et par une même équipe. Y. Sun avait déjà mis en avant ces résultats d'apparence contradictoires (Sun, 2013). En étudiant un alliage d'acier en condition sèche, le grenaillage ultrasonique n'améliorait pas la résistance à l'usure. Les surfaces non traitées par grenaillage étaient fortement déformées lors du frottement, augmentant leur dureté au même niveau que celle des surfaces traitées. Dans la Fig. 1.11a, Sun présentait des résultats d'usure similaires, peu importe si les surfaces étaient grenaillées ou non. Par contre en condition lubrifiées, Sun a présenté une très forte amélioration de la résistance à l'usure grâce au grenaillage ultrasonique, comme l'illustre la Fig. 1.11b. Dans cette condition la charge est plus élevée, et Sun explique que le rôle de la déformation plastique devient plus important pour l'enlèvement de

matière. Comme la surface grenailée se déformait peu, elle présentait une meilleure résistance à ce mécanisme.

1.3 Introduction à la fatigue

La fatigue est une problématique multidisciplinaire qui regroupe une grande variété de phénomènes physiques. L'ASTM définit la fatigue comme le processus de changement structurel permanent, localisé et progressif se produisant dans un matériau soumis à des conditions qui entraînent des contraintes et des déformations fluctuantes en un ou plusieurs points et qui peuvent aboutir à des fissures ou à une rupture complète après un nombre suffisant de fluctuations (ASTM International, 2013). Il est estimé que la casse de 90 % des pièces subissant des mouvements lors de leur fonctionnement est due à la fatigue (Dowling, 2012). La rupture en fatigue apparaît de façon générale à des contraintes bien plus faibles que pour la rupture lors d'un chargement monotone et sont souvent inférieures à la limite d'élasticité des matériaux. L'une des premières traces de l'étude du phénomène de fatigue remonte à Albert en 1829 qui a soumis une chaîne en fer à une répétition de chargements (Albert, 1838). La fatigue est un sujet d'étude en plein essor comme le montre Mann par le nombre d'articles y faisant référence qui augmentent de façon exponentielle (Mann, 2013).

1.3.1 Mécanismes d'initiation et de propagation de fissures

Avant d'entraîner la rupture, les fissures induites par fatigue passent par différentes étapes. Suresh classe grossièrement ces étapes dans les catégories suivantes (Suresh, 1998) :

1. Les changements microstructuraux entraînant l'apparition d'un endommagement permanent ;
2. La création de fissures microscopiques ;
3. La propagation et la coalescence de défauts microscopiques pour former des fissures "principales", qui peuvent provoquer une rupture catastrophique, cette étape correspond au changement de l'initiation vers la propagation des fissures ;
4. La propagation stable des grandes fissures principales ;

5. L'instabilité structurale ou la rupture complète.

Il faut cependant noter que la définition de l'initiation des fissures change selon les points de vues. Pour un métallurgiste, l'initiation peut apparaître dès les premiers défauts micrométriques dans la matrice, alors que pour un ingénieur, l'initiation sera liée à la limite de la résolution des appareils permettant de détecter ces fissures (Suresh, 1998). Dans le cadre de cette thèse, c'est la première définition qui sera utilisée.

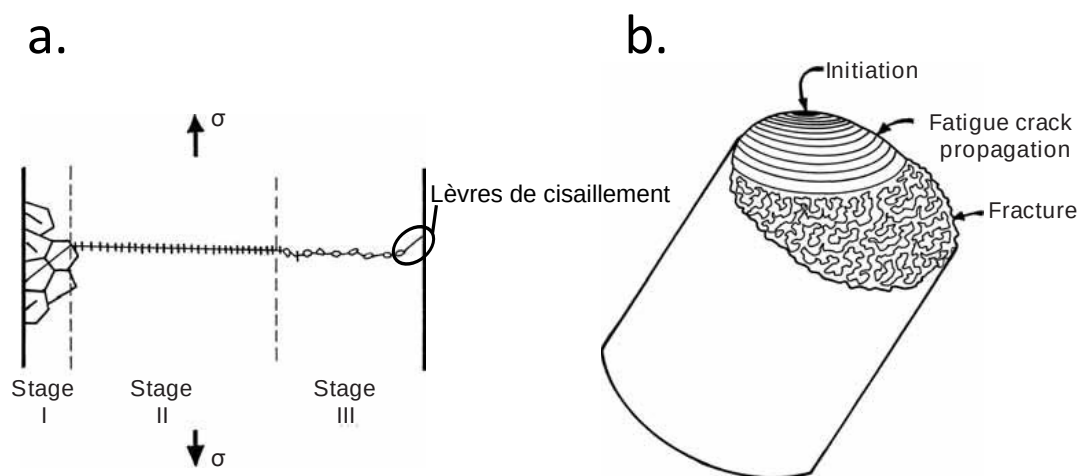


Figure 1.12 Représentation des différents stades de propagation des fissures (a) et schéma d'une surface après rupture due à de la fatigue (b) (Meyers & Chawla, 2008)

La nucléation des fissures de fatigue se fait à des singularités ou des discontinuités pour la plupart des matériaux (Meyers & Chawla, 2008). Elles s'amorcent généralement à la surface car c'est l'endroit qui possède des défauts importants tels que des rayures ou des géométries augmentant localement la contrainte (Hertzberg *et al.*, 2012). Elles peuvent aussi s'amorcer plus rarement au cœur du matériau sur des impuretés, des particules d'une autre phase ou une configuration cristalline défavorable. Même dans le cas idéal où aucun défaut n'est présent, une déformation plastique cyclique peut apparaître dans des grains ayant une orientation préférentielle sous la forme d'un "glissement" (cf. partie 1.4.5.1). Des bandes de glissement persistantes se forment alors et peuvent être à l'origine de la nucléation de fissures (Hertzberg *et al.*, 2012; Meyers & Chawla, 2008). Une fois initié, la fissure se propage suivant différents stades

représentés dans le schéma de la Fig. 1.12a. Dans un premier temps, elle va être grandement influencée par la microstructure et prend le nom de fissure courte, il s'agit du stade I. Quand elle atteint une taille suffisamment importante (quelques grains en général), elle se propage perpendiculairement à l'axe de traction principal et n'est pratiquement plus influencée par la microstructure. Il s'agit d'une fissure longue, elle entre dans le stade II. Avec l'augmentation de la taille de la fissure, et donc une diminution de la surface supportant la charge, la contrainte sur cette surface augmente, entraînant un agrandissement de la zone déformée plastiquement. Quand la taille de cette zone de déformation plastique est équivalente à l'épaisseur de la pièce, alors la fissure entre dans le stade III. Le plan de la fissure tourne et favorise alors plutôt du cisaillement. Une instabilité apparaît et provoque une rupture rapide de la pièce. Les lèvres de cisaillement représentées tout à la fin de la fissure dans la Fig. 1.12a sont une caractéristique souvent observée dans la fracture des matériaux ductiles. Elles se produisent lors du stade III et se constate par un changement de plan de propagation de la fissure brutal et sur une grande distance, jusqu'à la rupture du matériaux. Un faciès de rupture due au processus de fatigue présente souvent certaines caractéristiques présentées dans le schéma de la Fig. 1.12b. La fissure provient d'un ou plusieurs endroits, souvent à la surface. Des marques concentriques peuvent apparaître lors de la propagation en fatigue de la fissure et partent de ce ou ces points d'initiation. Finalement, la rupture catastrophique peut se présenter sous plusieurs formes en fonction de la nature et de la fragilité des matériaux, mais dans tous les cas se fait de façon très différente de la propagation en fatigue.

Il faut tout de même mentionner que le stade II de propagation des fissures en fatigue se fait souvent de façon très progressive. Ainsi, pour des chargements cycliques, il est possible dans ces cas d'utiliser l'équation de Paris-Erdogan pour estimer la vitesse de propagation des fissures (Meyers & Chawla, 2008) :

$$\frac{da}{dN} = c(\Delta K)^m \quad (1.3)$$

où la plage du facteur d'intensité de contrainte est $\Delta K = K_{max} - K_{min}$ avec K_{max} et K_{min} qui sont les facteurs d'intensité de contrainte maximum et minimum en fonction des chargements maximum et minimum, respectivement. $\frac{da}{dN}$ est l'augmentation de la taille de la fissure pour

chaque cycle de sollicitation. C et m sont des constantes dépendantes des matériaux considérés. Pour les alliages d'aluminium 7075 et 2024, c vaut respectivement 6.85×10^{-8} et 3.0×10^{-8} avec des valeurs de m similaires (Huang, Torgeir & Cui, 2008), cela signifie qu'une même fissure se propagera nettement plus vite dans le 7075 par rapport à dans le 2024.

1.3.2 Différentes approches de la fatigue

Il existe plusieurs approches pour caractériser le comportement des matériaux et des pièces en fatigue. Ils correspondent aux besoins soit pour la conception des pièces, soit pour la compréhension du processus de fatigue. Deux principales approches sont actuellement les plus employées (Suresh, 1998).

La première - et la plus ancienne - est l'approche de la durée de vie. Elle permet de caractériser la durée de vie complète en fatigue jusqu'à la rupture pour des pièces soumises à des contraintes ou des déformations cycliques. Les courbes S-N (ou courbe de Wöhler) et ϵ -N sont alors utilisées et représentent respectivement la contrainte ou la déformation en fonction du nombre de cycles nécessaires pour atteindre la rupture. De façon générale, cette approche se fait en laboratoire sur des échantillons sans fissure préalable. Ainsi, la durée de vie dépend à la fois du temps nécessaire à l'initiation ainsi que du temps de propagation des fissures principales.

La seconde approche se concentre sur la tolérance au dommage en se basant sur la mécanique de la rupture. L'hypothèse derrière cette approche est de supposer que toutes les pièces mécaniques qui seront sollicitées ont des défauts. Ces défauts peuvent venir des méthodes d'élaboration des matériaux ou des procédés de mise en forme et d'usinage. Leurs tailles et leurs sévérités peuvent être caractérisées par des techniques de contrôle non destructif (CND), telles que les ultrasons, par ressuage, par radiographie, ou encore par courants de Foucault. Dans le cas où aucun défaut n'est détecté, un test de mise sous contrainte peut être réalisé. La contrainte sera légèrement supérieure aux sollicitations en service de la pièce. Si aucun défaut n'est observé dans ces conditions avec les techniques de CND, alors il est possible de supposer que la taille maximale que peut avoir un défaut dans la pièce est égale à la limite de résolution des équipements. À

partir de cette hypothèse, la durée de vie effective de la pièce en question est le temps que mettrait une fissure pour se propager jusqu'à obtenir une taille critique à partir de cette taille initiale de défaut. La taille critique est dépendante de la ténacité et de la résilience des matériaux utilisés, ainsi que des caractéristiques spécifiques à l'application, en termes de chargement maximum par exemple. Cette approche se base sur des équations de comportement empiriques, telle que l'équation de Paris-Erdogan (équation 1.3), qui ne sont applicables que dans des cas bien déterminés avec un certain nombre de prérequis. Par exemple, le plus souvent, il faut que la contrainte dans l'ensemble du matériau reste principalement sous le seuil de plasticité. Cette approche est notamment employée dans des domaines d'application où la casse brutale d'une pièce pourrait avoir des conséquences importantes et notamment s'il peut y avoir des pertes humaines.

Une autre approche plus rare a été développée dans l'aérospatiale. Elle consiste à réaliser des essais sur des pièces en condition de fonctionnement en allant jusqu'à la casse. Une fois que la fiabilité statistique des résultats est garantie, un coefficient de sécurité est appliqué pour déterminer la durée de vie assurée de ces pièces. Elles seront alors systématiquement changées quand elles atteindront cette durée de vie assurée.

Dans le cadre de cette thèse, l'étude portera sur l'efficacité de différents traitements. Ainsi, il est nécessaire de mener la fatigue jusqu'à la rupture pour caractériser et comparer ces traitements entre eux. Pour répondre à cet objectif, la première approche (durée de vie) sera appliquée.

1.3.3 Différents types de sollicitations

Dans l'approche de la durée de vie à l'aide des courbes S-N et ε -N il est nécessaire de savoir quel type de sollicitations est pertinent pour les applications que les essais tentent d'approximer. Ainsi, trois domaines de sollicitations sont distingués en fonction du nombre de cycles qu'elles permettent avant la casse du matériau :

- Moins de 10^5 cycles : la fatigue à faible nombre de cycles ou oligocyclique (low cycle fatigue ou LCF en anglais), l'aspect plastique joue un rôle important ;

- Entre 10^5 et 10^8 cycles : la fatigue à grand nombre de cycles ou mégacyclique (high cycle fatigue ou HCF en anglais) ;
- Au-delà de 10^8 cycles : la fatigue à très grand nombre de cycles ou gigacyclique (very high cycle fatigue ou VHCF en anglais), elle rassemble essentiellement des phénomènes élastiques.

Les sollicitations en LCF, aussi bien en contraintes qu'en déformation, dépassent souvent la limite élastique du matériau. Dans ces conditions, rapidement après le début des essais, la plastification cyclique plus ou moins importante des échantillons peut entraîner l'apparition de durcissement ou d'adoucissement pour certains matériaux (Hertzberg *et al.*, 2012). Ces phénomènes, quand ils apparaissent, augmentent ou diminuent la résistance élastique des matériaux, respectivement pour le durcissement et l'adoucissement. Ils vont avoir un impact non négligeable sur les résultats de fatigue. En LCF, les fissures s'initient rapidement, le plus souvent sur des défauts de surface augmentant localement la concentration des contraintes. De plus, le nombre de cycles nécessaires pour l'apparition des fissures est répétable avec peu de variabilité statistique et plusieurs fissures peuvent se manifester simultanément. Dans ces conditions de sollicitations, la durée de propagation des fissures constitue alors une majeure partie de la durée de vie, environ 90 % (Meyers & Chawla, 2008). La Fig. 1.13 montre schématiquement deux courbes représentant le nombre de cycles nécessaires pour amorcer une fissure et pour obtenir la rupture des éprouvettes pour des essais de fatigue avec une amplitude de la contrainte constante. La fatigue à faible nombre de cycles (et donc contraintes élevées) est visible sur la gauche de ce schéma, elle montre un nombre de cycles réduit pour l'initiation (courbe la plus basse) et un nombre de cycles important pour la propagation (espace entre les deux courbes). Dans la réalité, peu d'applications sont soumises à ce type de sollicitations très sévères et il s'agit le plus souvent de régimes transitoires très limités en nombre de cycles. L'étude de ces sollicitations permet notamment la compréhension des phénomènes de plastification en bout de fissure entraînant la propagation. Des éprouvettes avec des défauts très prononcés peuvent alors être utilisées (Suresh, 1998).

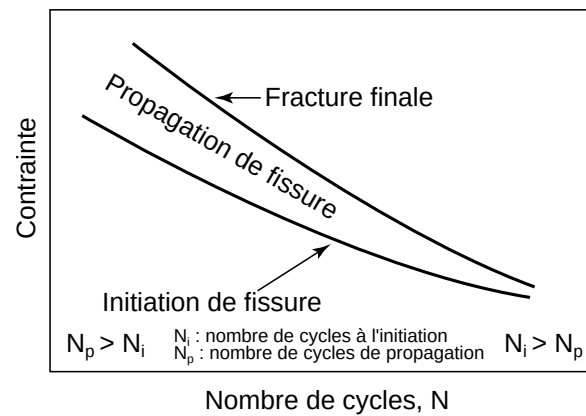


Figure 1.13 Schéma représentant le nombre de cycles nécessaire pour initier et propager les fissures pour différentes valeurs de contraintes (Hertzberg *et al.*, 2012)

Les sollicitations dans le domaine HCF sont en revanche relativement faibles, de l'ordre de la moitié de la limite élastique. Peu ou pas de plastification cyclique apparaît macroscopiquement. L'initiation des fissures se fait encore souvent en surface à cause de l'importante densité de défauts, mais elle peut également se faire au cœur de la matière sur des défauts importants, comme des impuretés. Le nombre de cycles nécessaires à amorcer les fissures est alors beaucoup plus important et variable, ce qui peut entraîner une dispersion importante des résultats (Hertzberg *et al.*, 2012). Ce temps peut représenter jusqu'à 90 % de la durée de vie totale (Suresh, 1998). Ce domaine de sollicitation se retrouve sur la partie droite du schéma en Fig. 1.13. La courbe contrainte en fonction de la déformation atteint souvent un plateau horizontal autour de 10^6 et 10^7 cycles, il s'agit de la limite d'endurance conventionnelle (Hertzberg *et al.*, 2012). Dans ces conditions, il est possible d'observer le ralentissement voire l'arrêt des fissures quand les contraintes cycliques ne sont pas assez importantes pour franchir des obstacles dans la microstructure ou dans le cas où des contraintes résiduelles en compression sont présentes dans le matériau (Meyers & Chawla, 2008).

Auparavant, il était pensé que la limite d'endurance était la contrainte en dessous de laquelle la durée de vie était infinie. Cependant, des essais dans le domaine VHCF ont été menés et ont montré la possibilité d'obtenir des ruptures pour des contraintes plus faibles que cette limite d'endurance. Une transition des mécanismes d'initiation apparaît pour ces faibles sollicitations

(Hertzberg *et al.*, 2012). Les fissures apparaissent sur des défauts métallurgiques très isolés, comme des impuretés ou des inclusions, et vont lentement se propager jusqu'à la rupture. Bien que la probabilité de trouver ces défauts soit la même dans tout le matériau, ils se retrouvent principalement au cœur du matériau. Le volume de matière à l'intérieur des pièces est la majorité du temps beaucoup plus important que les quelques centaines de microns sous la surface. Ces essais demandent des machines particulières utilisant des éléments piézoélectriques afin de solliciter les pièces à des fréquences élevées (jusqu'à 20 kHz).

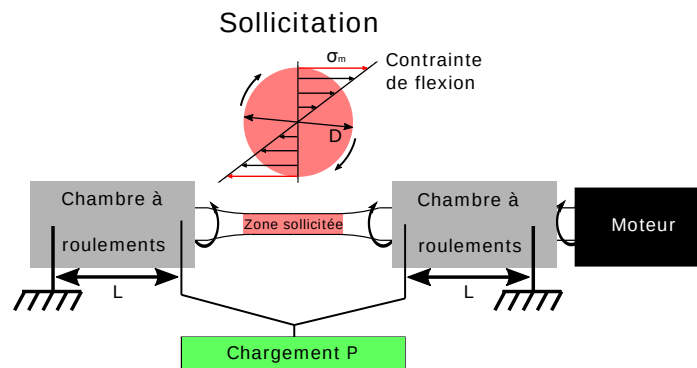


Figure 1.14 Schéma de l'essai de fatigue en flexion rotative quatre points avec une représentation de la contrainte en fonction de la distance au centre de l'éprouvette

Dans le cadre des études menées dans cette thèse, il a été fait le choix de ne se concentrer que sur la fatigue à grand nombre de cycles. Cela permet de montrer l'efficacité éventuelle du traitement pour des applications industrielles standards. Une machine de flexion rotative quatre points (essais R. R. Moore, Fig. 1.14) sera employée afin de solliciter principalement la surface. Cela permettra de se concentrer sur l'impact du traitement, puisqu'il s'agit de l'endroit modifié par le grenaillage ultrasonique. Le principal avantage de l'essai de flexion rotative quatre points est d'avoir une même variation de contraintes à la surface de toute la section utile de l'éprouvette, et ainsi solliciter tous les défauts qui s'y trouvent de la même façon. C'est un moyen efficace d'améliorer les statistiques et de mettre en avant l'intégrité de la surface car ce sera le défaut le plus critique sur toute la section utile qui entraînera la rupture.

1.3.4 Impact du grenaillage sur la fatigue

Les contraintes résiduelles de compression constituent l'un des apports principaux des traitements de grenaillage face à la fatigue. Curtis et al. ont mis en évidence leur importance pour limiter la vitesse de propagation des fissures, voire les arrêter (Curtis *et al.*, 2002). La caractérisation en fatigue du grenaillage a ainsi montré qu'il permettait une amélioration de la résistance en fatigue (Benedetti *et al.*, 2009 ; Ludian & Wagner, 2007). Des essais sur les performances du grenaillage ultrasonique ont même été réalisés par Pandey et al. sur des alliages d'aluminium pour des sollicitations à faible nombre de cycles (Pandey, Rao, Chattopadhyay, Santhi Srinivas & Singh, 2015 ; Pandey *et al.*, 2017). La Fig. 1.15 présente les résultats en fatigue sur le 7075 sans grenaillage ultrasonique (a) et pour un grenaillage ultrasonique de 3 min (b) (Pandey *et al.*, 2017). Grâce au grenaillage ultrasonique ils ont pu obtenir une augmentation de la vie en fatigue de 220 %.

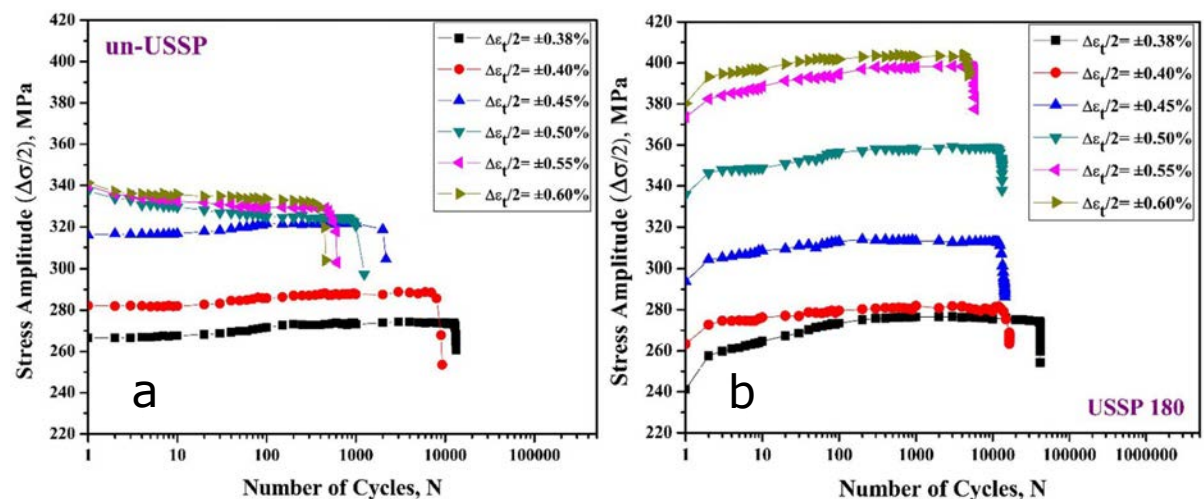


Figure 1.15 Résultats d'essais de fatigue à déformation fixe pour l'alliage 7075 après un long traitement thermique (470°C / 30 min, 120°C / 24 h, 200°C / 10 min, 120°C / 24 h) et soit sans grenaillage ultrasonique (a), soit suivi d'un grenaillage ultrasonique pendant 180 s (b) (Pandey *et al.*, 2017).

Cependant, les contraintes résiduelles sont très dépendantes de la température. En effet, une augmentation légère de la température peut avoir pour effet de les relaxer, ce qui va alors fortement réduire leur efficacité vis-à-vis du comportement en fatigue. Ludian et al. ont montré

une chute importante de la résistance en fatigue pour un échantillon grenailé qui avait subi un traitement de relaxation (Ludian & Wagner, 2007). Sa résistance était même bien en dessous de celle de l'échantillon juste électropoli. D'autre part, le grenailage va obligatoirement fortement déformer les surfaces et va donc les dégrader en augmentant leurs rugosités. Mutoh et al. ont même noté que les surfaces grenillées pouvaient se replier sur elle-même, introduisant alors une augmentation locale des contraintes très élevée (Mutoh, Fair, Noble & Waterhouse, 1987). Cela est d'autant plus vrai pour le grenailage ultrasonique qui est encore plus intense. Ce type de défaut apparaît donc sous la surface et est alors invisible aux méthodes de mesure de la rugosité. Les contraintes résiduelles de compression permettent normalement d'empêcher ces défauts de se développer en fissure, mais ce n'est plus forcément le cas après une relaxation.

1.4 Introduction aux titanes

Cette partie s'attache dans un premier temps à fournir des informations d'intérêt général sur le titane. Ensuite, les microstructures ainsi que les mécanismes de déformation seront explicités afin de comprendre l'effet de la déformation plastique sévère. Au regard de ces différentes caractéristiques, le choix des matériaux sera justifié. Finalement, des caractéristiques plus spécifiques, liées aux transformations microstructurales que le grenailage ultrasonique peut déclencher, seront abordées.

1.4.1 Généralités

Le titane est l'un des éléments métalliques les plus abondants dans l'écorce terrestre. Il se trouve habituellement sous forme des oxydes ilménite ($FeTiO_3$) et rutile (TiO_2). Malgré sa forte présence, il a fallu attendre les années 1910 pour qu'un premier procédé permettant de l'extraire sous forme métallurgique apparaisse. Et c'est dans les années 1950 qu'il commence à se répandre dans les applications industrielles grâce à la méthode Kroll, encore utilisée aujourd'hui. Une très grande majorité du minerai extrait est utilisé sous la forme de pigments ou d'additifs dans les industries de la peinture, du plastique, du papier et des céramiques. Seulement 5 à 10 % de la production se retrouve dans les métaux (Combres, 1997). Le titane présente des

résistances spécifiques élevées pour une faible densité (4.54 g/cm^3) et une excellente résistance à la corrosion. Ces caractéristiques en font un matériau de choix pour l'industrie aéronautique, notamment.

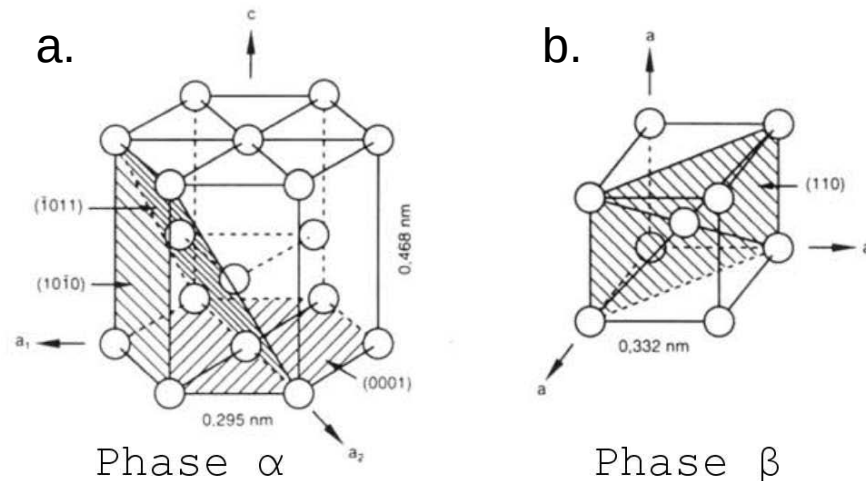


Figure 1.16 Représentation schématique des mailles élémentaires α (a) et β (b) du titane (Lütjering & Williams, 2007)

Le titane est connu pour ses deux phases d'équilibre présentées dans la Fig. 1.16. La phase α a une structure hexagonale compacte avec pour paramètres de maille $a = 0,295 \text{ nm}$, $c = 0,468 \text{ nm}$ et pour ratio $c/a = 1,587$ (Leyens & Peters, 2003). La phase β , stable à haute température pour le titane pur, a une structure cubique centrée avec comme paramètre de maille $a = 0,332 \text{ nm}$. Le rapport c/a de la phase α est inférieur à la valeur théorique des structures hexagonales compactes. Cela a pour conséquence l'apparition de deux autres plans à densité élevée en plus du plan basal (0001) : les plans pyramidaux $\{\bar{1}011\}$ et les plans prismatiques $\{10\bar{1}0\}$. Cette caractéristique du titane α lui confère l'existence de plusieurs systèmes de glissement et de maillage. Grâce à cela, il présente une ductilité élevée comparativement aux autres métaux à structure hexagonale compacte. La phase β possède une seule famille de plans denses : les plans $\{110\}$.

Au transus β à 882°C (dans le titane pur), la transition allotropique α/β est considérée comme martensitique (Leyens & Peters, 2003). C'est-à-dire qu'il s'agit d'un faible déplacement

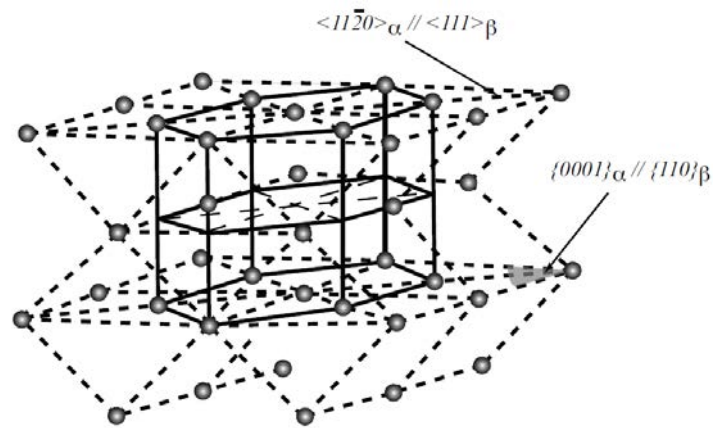


Figure 1.17 Représentation schématique de la transformation de la phase β (traits en pointillés) vers la phase α (traits pleins) (Settefrati, 2012)

coordonné des atomes pour passer d'une structure à l'autre. La Fig. 1.17 présente les deux structures superposées avec en pointillés la maille cubique et en traits pleins la maille hexagonale. Cette transition répond aux relations d'orientation suivantes : $\{0001\}_\alpha \parallel \{110\}_\beta$ et $\langle 11\bar{2}0 \rangle_\alpha \parallel \langle 111 \rangle_\beta$.

1.4.2 Choix des alliages de titane

Dans le cadre de cette étude, le choix des matériaux s'est porté sur un titane pur et un alliage de titane β -metastable. Les différences entre ces alliages et en particulierité leurs microstructures seront expliquées dans la partie 1.4.3. De cette façon, il sera possible de caractériser et de comparer certaines propriétés mécaniques obtenues après grenaillage ultrasonique entre les deux structures, α et β .

T50A

Le T50 est un titane pur et ne forme que de la phase α à température ambiante. Plusieurs catégories de titanes commercialement purs existent en fonction du taux d'impuretés présentes dans la matière. Dans cette thèse, le T50 utilisé dans le cadre de cette thèse répond plus spécifiquement à la désignation T50A, car ses tolérances envers certaines impuretés fragilisant

la matière sont plus sévères pour répondre aux normes aéronautiques. Le titane pur présente des propriétés mécaniques plus faibles que ses alliages, et est nettement moins cher. De plus, sa très bonne résistance à la corrosion, sa ductilité et sa formabilité en font un matériau utilisé dans le médical, la marine, l'automobile ou encore l'industrie chimique. Le T50A permet aucun durcissement structural à cause de l'absence d'éléments d'addition, et par conséquent il ne dispose pas de gamme de traitement thermique. De fait, la déformation plastique sévère est l'un des rares moyens d'améliorer la dureté d'un tel matériau grâce à la fois par écrouissage et par un affinement de la taille de grain. La composition de l'alliage T50A utilisé est reportée dans le tableau 1.1.

Tableau 1.1 Composition chimique de l'alliage T50A étudié (% massique)

Éléments	Fe	C	O	N	Ti
% massique	0.02	0.005	0.16	0.002	reste

Des études ont déjà largement expliqué les mécanismes de déformation mis en jeu lors du grenailage ultrasonique du titane pur (Zhu *et al.*, 2004). La déformation commence par l'apparition de macles et de leur croisement, les dislocations s'arrangent ensuite en murs denses. La séparation de ces murs permet la formation de microbandes qui se subdivisent en grains submicrométriques au fur et à mesure de la déformation. La fragmentation subséquente de ces grains entraîne finalement l'apparition de nanograins. Une description plus approfondie des mécanismes de déformation sera fournie en partie 1.4.5.

5553

Le Ti-5553, aussi appelé 5553, est un alliage de titane récent, disponible à l'achat en Europe depuis quelques années et est basé sur l'alliage russe VT22 (Ti-5Al-5Mo-5V-1Fe-1Cr). L'intérêt qu'il suscite dans l'industrie est croissant. Il est envisagé en aéronautique pour des pièces de grande taille, notamment les trains d'atterrissage où il remplacerait le Ti-1023 actuellement utilisé. La composition du 5553 utilisé dans cette étude est fournie dans le tableau 1.2.

Tableau 1.2 Composition chimique de l'alliage 5553 étudié (% massique)

Éléments	Al	V	Mo	Cr	Fe	O	H
% massique	5.30	4.93	4.84	3.04	0.3	0.14	0.005
Éléments	Si	Zr	C	Y	N	Ti	
% massique	<0.03	<0.005	0.008	<0.001	0.004	reste	

Bien qu'une grande diversité de microstructures puisse être obtenue dans cet alliage, un focus sera fait sur la microstructure complètement β . Des études ont montré que le 5553 est relativement stable puisqu'il n'a besoin que d'une vitesse de refroidissement supérieure à $0,25^\circ\text{C/s}$ depuis le domaine β pour prévenir la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ (Cotton, Boyer, Briggs, Baggerly, Meyer, Carter, Wood, Tewksbury, Li & Yao, 2007). Cependant, un refroidissement lent favorise la formation de phase ω_{ath} qui peut fragiliser la matière. Ainsi, le traitement thermique choisi pour former une microstructure β consiste en une mise en solution à 925°C pendant 1 h, suivie d'une trempe à l'eau. Des explications quant au contrôle des microstructures seront présentées dans la partie suivante 1.4.3. L'interaction de la microstructure complètement β avec le traitement de grenaillage ultrasonique semble particulièrement intéressante au vu de la transformation martensitique potentiellement réversible dans cet alliage. Les détails de cette transformation microstructurale seront présentés en partie 1.4.4. La Fig. 1.18 présente la contrainte en fonction de la déformation pour un chargement suivi d'un déchargement en compression sur un échantillon de 5553 (a) ainsi que la variation des fractions volumiques des phases β et α'' en fonction de cette même déformation (b) Les résultats dans la littérature montrent également que des kink bands peuvent potentiellement apparaître en fonction des procédés de déformation (Qin & Li, 2019; Sadeghpour, Abbasi, Morakabati, Kisko & Karjalainen, 2018). La déformation par kink bands est détaillée dans la partie 1.4.5.3. L'utilisation du grenaillage ultrasonique pourrait permettre d'activer ces mécanismes et d'apporter des réponses quant aux conditions les provoquant.

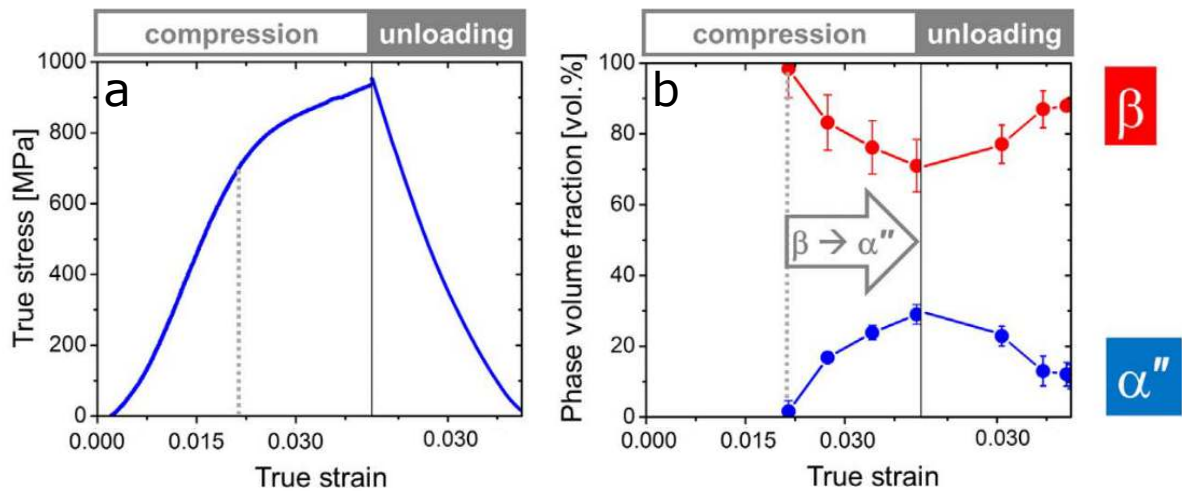


Figure 1.18 Courbes contrainte vraie-déformation vraie pour un chargement suivi d'un déchargement uniaxial sur une éprouvette de 5553 (a) et fraction volumique correspondante de chaque phase en fonction de la déformation vraie (b) (Barriobero-Vila *et al.*, 2018)

1.4.3 Microstructures

Le titane et ses alliages peuvent se trouver sous deux structures différentes : les phases α et β , elles sont illustrées dans la figure 1.16. Dans le cas du titane pur, la phase α , stable à basse température, se transforme naturellement en phase β au-delà de 882°C (Leyens & Peters, 2003). Certains éléments d'addition dans les alliages vont permettre de stabiliser l'une ou l'autre de ces phases. Ils portent alors le nom d'éléments α -gènes s'ils stabilisent la phase α ou β -gènes pour stabiliser la phase β (Combres & Millet, 1999). De façon générale, la température de transus β est la température au-delà de laquelle le matériau se transforme entièrement en phase β . Les différents éléments d'addition sont indiqués dans la Fig. 1.19 avec leurs effets respectifs sur la stabilité des phases. Parmi les β -gènes, il faut distinguer les éléments isomorphes stabilisant la phase β à température ambiante, des éléments eutectoïdes permettant l'apparition de composés métalliques. Les éléments dits neutres ne vont avoir aucun effet sur la stabilité des phases.

Les alliages sont répartis en différentes catégories en fonction de la nature des phases en présence à température ambiante (Leyens & Peters, 2003).

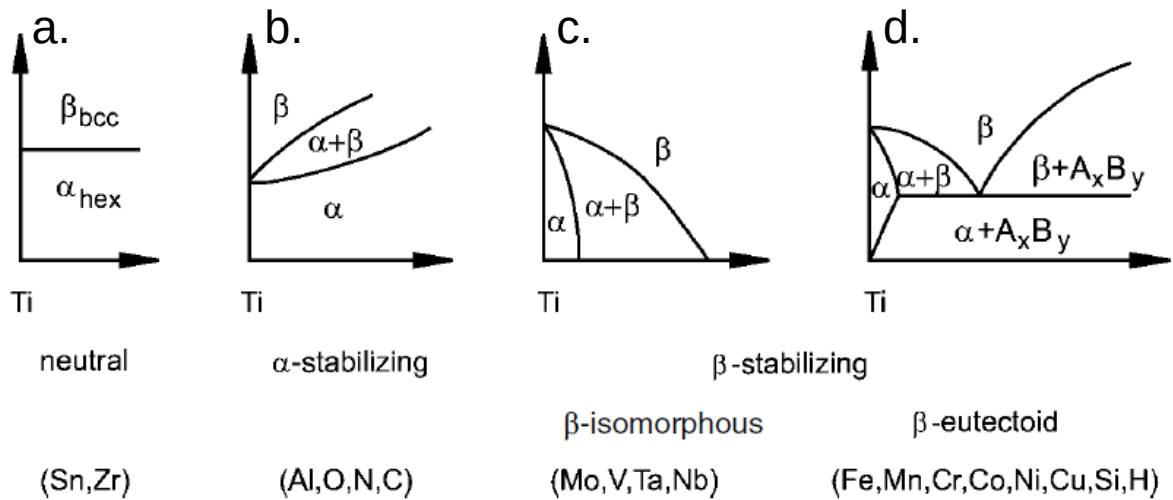


Figure 1.19 Représentation schématique de l'influence des éléments d'addition sur les diagrammes de phase du titane (Leyens & Peters, 2003). De gauche à droite : les éléments neutres (a), α -gènes (b) et β -gènes isomorphes (c), puis eutectoïdes (d)

- Les alliages α ou quasi- α sont respectivement composés, à température ambiante, uniquement de la phase α ou d'une proportion volumique de phase β inférieure à 5 %. Ces alliages présentent un bon maintien des propriétés avec la température. Cependant, ils ont dans l'ensemble des propriétés inférieures aux autres alliages. Le T50 fait partie de cette catégorie.
- Les alliages α/β ont une proportion de phase β entre 5 et 20 %. Ces alliages présentent une grande diversité de microstructures et donc de propriétés grâce aux traitements thermiques qu'ils subissent.
- Les alliages β -métastables et β -riches ont une proportion de la phase β au-delà de 20 % lors d'un refroidissement lent de l'alliage. Il est en revanche possible d'obtenir une microstructure entièrement β avec un refroidissement rapide à partir d'une température excédant le transus β . Ces alliages peuvent atteindre des propriétés mécaniques très élevées en contrôlant l'apparition de la phase α au cours du traitement thermique. Le 5553 fait partie de cette catégorie.

Des indicateurs de stabilité sont utilisés afin de déterminer l'effet global de l'ensemble des éléments d'addition sur la microstructure. Les paramètres nommés aluminium équivalent (Al_{eq})

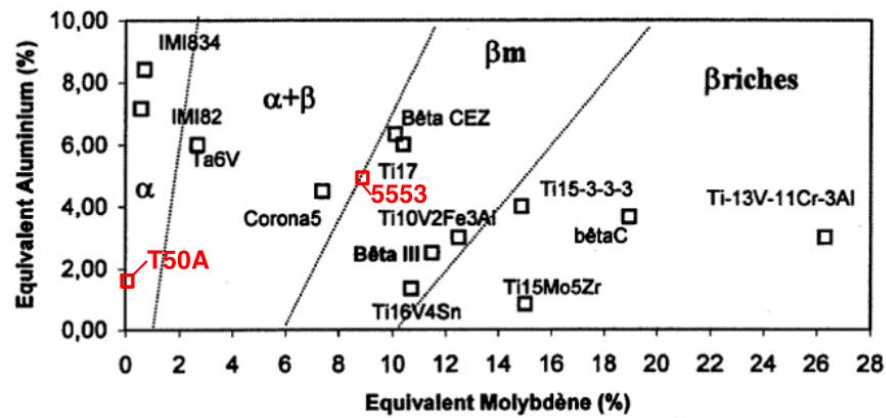


Figure 1.20 Diagramme d'équivalence permettant de prévoir les phases d'équilibre pour les alliages de titane (Laheurte, 2003)

et molybdène équivalent (Mo_{eq}) tiennent compte des effets de chaque élément et se calculent à l'aide des relations (Bania, 1994 ; Laheurte, 2003) :

$$[Mo]_{eq} = [Mo] + 0,67[V] + 0,44[W] + 0,28[Nb] + 0,22[Ta] + 2,9[Fe] + 1,6[Cr] + 1,25[Ni] + 1,7[Mn] + 1,7[Co] - 1,0[Al] \quad (1.4)$$

$$[Al]_{eq} = [Al] + 0,33[Sn] + 0,17[Zr] + 10[O + C + 2N] \quad (1.5)$$

La Fig. 1.20 présente les domaines de stabilité des diverses microstructures en fonction des Al_{eq} et Mo_{eq} . Ainsi, à partir de la composition d'un alliage de titane, il est possible d'avoir une idée grossière de sa microstructure et de ses potentielles propriétés. Le niveau de stabilité de la phase beta permet également d'anticiper la présence de certains mécanismes de déformation, par exemple le mécanisme TRIP (Transformation Induced Plasticity, plus de détails dans la section 1.4.6) qui peut être présent dans les alliages β -métastables.

1.4.4 Phases hors d'équilibre ω , α' , α''

Les phases hors d'équilibre sont à l'origine de la grande variabilité des propriétés des alliages de titane α/β et β -métastable. Elles sont issues de la phase β et apparaissent lors de la trempe et

grâce à des traitements thermiques ou mécaniques. Trois phases hors d'équilibre sont distinguées : ω , α' et α'' .

La phase ω

La phase ω a une structure hexagonale avec un rapport $c/a = 0,613$ et se forme principalement dans les alliages β -métastable. Il en existe de deux sortes : une phase ω dite athermique (ω_{ath}) qui apparaît lors de la trempe depuis le domaine β (Duerig & Williams, 1983); et une phase ω dite isotherme (ω_{iso}) qui se forme lors d'un vieillissement. La phase ω est particulièrement fragile et peut être responsable d'une forte baisse de ductilité malgré une augmentation des résistances mécaniques. Cette phase agit en site préférentiel pour la nucléation de la phase α (Zheng, Williams, Wang, Shi, Nag, Kami, Sosa, Banerjee, Wang & Fraser, 2016).

La phase ω_{ath} se forme sans diffusion par un léger déplacement des atomes (similaire à une transformation martensitique). Elle possède la même composition que la phase β dont elle est issue. Sa formation consiste en un effondrement périodique de plans $\{111\}_{\beta}$ suivant la direction $\langle 111 \rangle$ (De Fontaine, Paton & Williams, 1971). Elle est parfaitement cohérente avec la phase β et les relations d'orientation sont définies par : $\{111\}_{\beta} \parallel \{0001\}_{\omega_{ath}}$ et $\langle 1\bar{1}0 \rangle_{\beta} \parallel \langle 11\bar{2}0 \rangle_{\omega_{ath}}$. Cette phase apparaît sous la forme de précipités d'une taille de l'ordre de quelques nanomètres (Zheng *et al.*, 2016).

La phase ω_{iso} s'obtient dans des alliages β -métastables trempés et revenus à des températures entre 100°C et 500°C. La phase ω_{iso} respecte les mêmes relations d'orientation et le même mécanisme de germination que la phase ω_{ath} mais elle grossit grâce au maintien en température. De plus, les précipités ω_{ath} se transforment en précipités ω_{iso} lors du revenu (Zheng *et al.*, 2016). La taille de ces phases ω est inférieure à la dizaine de nanomètres.

La phase ω ne sera plus mentionnée dans le reste du document, mais elle demeure importante car elle constitue une grande limitation pour les traitements thermiques utilisables en raison de la fragilisation qu'elle entraîne.

La martensite α'

La phase α' est une martensite obtenue par refroidissement extrêmement rapide du domaine β en dessous de la température M_s . Elle possède la même structure cristallographique que la phase α (Duerig & Williams, 1983). Cependant, elle a la composition chimique de la phase β puisqu'elle en provient sans mécanisme de diffusion. Elle possède les mêmes relations d'orientation avec la phase β que la phase α : $\{0001\}_{\alpha'} \parallel \{110\}_{\beta}$ et $\langle 11\bar{2}0 \rangle_{\alpha'} \parallel \langle 111 \rangle_{\beta}$. Elle n'apparaît pas ni dans les alliages β -métastables ni dans les β -riches car M_s est trop basse.

La martensite α''

La phase α'' est également une martensite qui se forme à partir de la phase β avec une structure cristalline orthorhombique intermédiaire entre les structures α et β et une relation d'orientation différente : $\{110\}_{\beta} \parallel \{001\}_{\alpha''}$ et $\langle 111 \rangle_{\beta} \parallel \langle 110 \rangle_{\alpha''}$. Deux mécanismes permettent de la former. Le premier est le refroidissement rapide, comme pour la plupart des martensites. Le second est grâce soit à une déformation soit à une contrainte induisant un cisaillement de la phase β de faible amplitude sur les plans $\{112\}$ avec une direction $\langle 111 \rangle$. La partie supérieure du schéma en Fig. 1.21 présente la phase α'' avec la façon dont elle s'oriente par rapport aux phases β et α , les atomes en noir appartiennent à la martensite α'' . la structure martensitique est intermédiaire entre les structures β et α comme l'illustre la partie inférieure de la Fig. 1.21, les mouvements des atomes permettant de former cette martensite sont indiqués. Les atomes bougent de façon coordonnée de la grandeur "y" qui varie entre 0 et 1/6, respectivement pour former une structure cubique centrée et une structure hexagonale compacte (Settefrati, 2012).

De la même façon que dans les aciers, la martensite α'' se caractérise par une plage de température et à condition que la vitesse de refroidissement soit suffisamment élevée. M_s caractérise la température à partir de laquelle la transformation martensitique commence et M_f la température de fin de cette transformation, quand toute la phase β s'est transformée en α'' . Et finalement, les températures A_s et A_f qui caractérisent le mécanisme inverse, respectivement le début et la fin de la réversion de la martensite vers la phase β lors d'une chauffe.

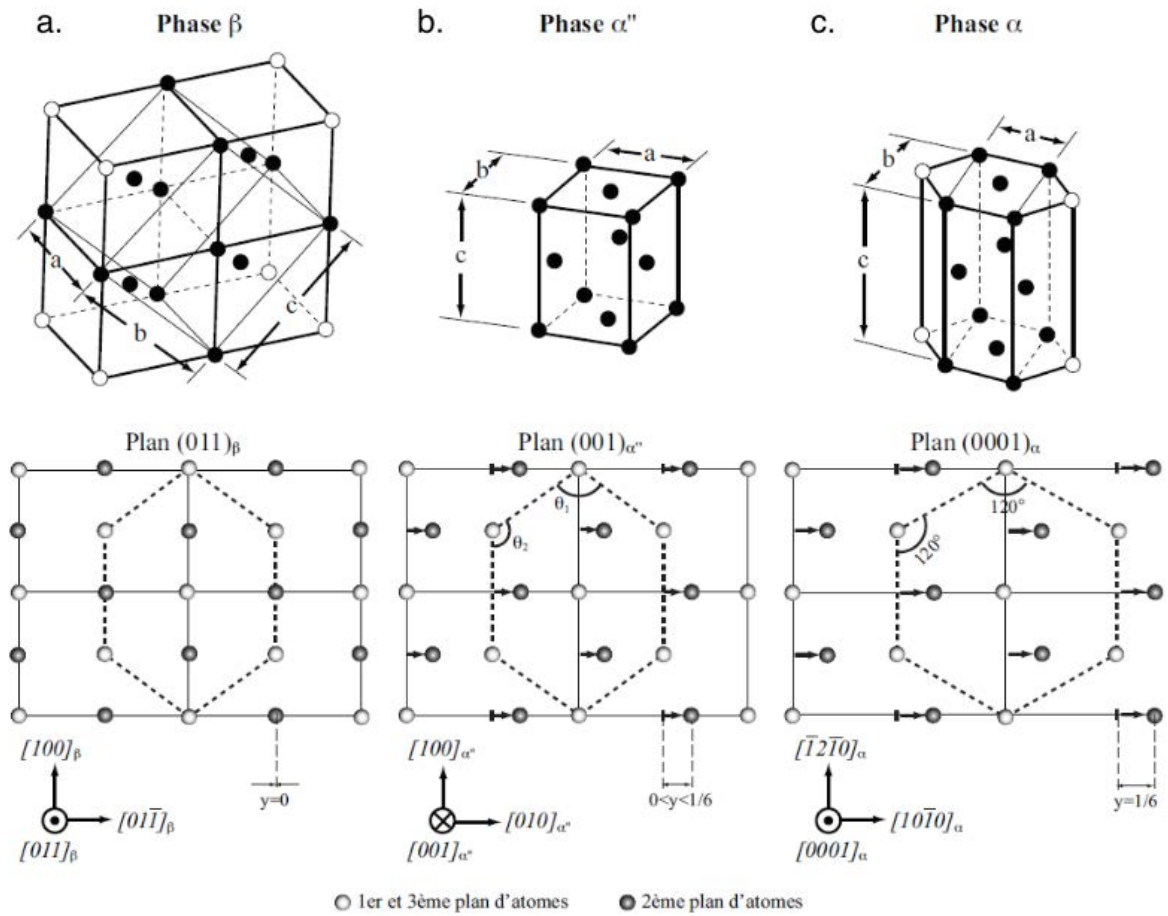


Figure 1.21 Représentation en partie supérieure des phases β , α'' et α avec en noir les atomes représentant la phase orthorhombique α'' . Représentation en partie inférieure du mécanisme de transformation à partir de la phase β vers la phase orthorhombique α'' ou vers la phase hexagonale α . (Settefrati, 2012)

Comme mentionné plus tôt, une contrainte ou une déformation peuvent favoriser le cisaillement nécessaire à la formation de la martensite α'' . La stabilité thermomécanique de la phase β est suffisamment faible pour que l'application d'une contrainte ou une déformation puisse la déstabiliser et permettre la transformation martensitique. La température à laquelle le début de la transformation se produit augmente avec la contrainte appliquée : $M_s(\sigma)$. Ainsi, plus l'écart est important entre M_s et la température à laquelle la phase β est contrainte, plus la contrainte doit être élevée pour démarrer la transformation. La température M_s^σ est définie comme la température à laquelle la transformation martensitique apparaît pour une contrainte égale à la

limite élastique du matériau ($M_s(\sigma) = M_s^\sigma$ pour $\sigma = Re$). Quand la température est comprise entre M_s et M_s^σ , la transformation martensitique est induite par la contrainte et ne provoque pas de déformation. C'est dans ce domaine que la superélasticité de certains alliages de titane se produit. Il s'agit d'un phénomène par lequel la transformation martensitique est réversible lors du relâchement de la contrainte. Grâce à cette propriété, ces alliages peuvent présenter des comportements particuliers et exceptionnels. Quand la température est au-dessus de M_s^σ , une déformation plastique du matériau se produit lors du chargement de la phase β et la martensite va apparaître pour l'accommoder.

A l'aide des caractéristiques cristallographique des phases β et α'' , il est possible de calculer les angles de diffraction de différents plans et ainsi confirmer la présence de la phase α'' sur un spectre de diffraction des rayons X (DRX). Le tableau 1.3 présente quelques distances interréticulaires pour les plans cristallographiques renseignés par leurs indices de Miller pour les deux phases dans un alliage de titane. Les angles de diffraction 2θ correspondants ont été calculés avec la loi de Bragg ($2d \sin \theta = n \cdot \lambda$) pour une source au Cobalt et sont également présentés ($\lambda = 1,789$).

Tableau 1.3 Distances interréticulaires pour plusieurs plans hkl des phases β et α'' du titane 5553 avec les angles 2θ correspondant pour une source au cobalt

Phase	Plan			d_{hkl} [nm]	2θ [°]
	h	k	l		
β	1	1	0	2,298	45,81
	2	0	0	1,625	66,80
	2	1	1	1,327	84,78
α''	0	0	2	2,313	45,51
	1	1	1	2,250	46,86
	0	2	1	2,162	48,89
	1	3	0	1,435	77,11

1.4.5 Mécanismes de déformation du titane

Cette section s'attache à décrire les mécanismes de déformation dans les phases α et β . Les deux mécanismes les plus courants sont le glissement et le maillage. La transformation martensitique peut également avoir lieu pour accommoder une déformation.

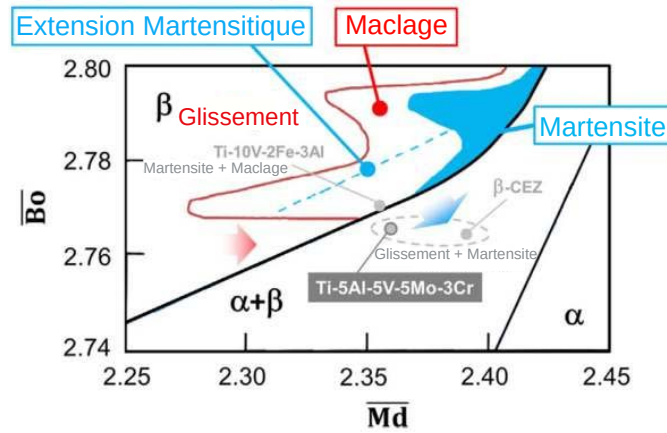


Figure 1.22 Diagramme $B_o - M_d$ établi par (Morinaga *et al.*, 1988) avec des modifications proposées par (Ahmed *et al.*, 2015) et par (Barriobero-Vila *et al.*, 2018).

Morinaga *et al.* ont élaboré un moyen de prédire grossièrement les mécanismes de déformation qui devraient se produire en fonction des éléments d'alliage dans un matériau. Pour cela, ils ont proposé un critère électronique basé sur la méthode orbitale moléculaire (Morinaga *et al.*, 1988) avec les paramètres B_o et M_d . Ces paramètres dépendent de certaines relations entre les éléments chimiques ainsi que de caractéristiques propres aux atomes. Les valeurs moyennes de ces critères électroniques se calculent à l'aide des relations 1.6 où x_i est la fraction molaire de l'élément i , $(B_o)_i$ et $(M_d)_i$ sont les valeurs de B_o et M_d de l'élément i .

$$\overline{B_o} = \sum_i x_i (B_o)_i \quad \text{et} \quad \overline{M_d} = \sum_i x_i (M_d)_i \quad (1.6)$$

La Fig. 1.22 présente une partie du diagramme $B_o - M_d$ pour les alliages de titane. Plusieurs études ont proposé des modifications pour correspondre à des résultats plus récents (Ahmed *et al.*, 2015 ; Barriobero-Vila *et al.*, 2018). Le diagramme présenté ici fait état de ces modifications. Les domaines d'équilibre des trois types de microstructures α , α/β et β sont différenciés. Les

mécanismes de glissement, de maclage et de transformation martensitique sont tous trois présents dans la phase β .

Un autre mécanisme pouvant se développer dans les alliages de titane β est la déformation en "pliure en genoux", aussi appelée kink bands en anglais (KB). Il n'est pas inclus dans le diagramme car les domaines des différents mécanismes de déformation représentés ont été déterminés de façon empirique à l'aide d'un nombre important d'études et trop peu d'articles font mention des KB dans la phase β pour définir un nouveau domaine avec certitude.

1.4.5.1 Glissement

Le glissement est l'un des mouvements que peuvent employer les dislocations : des défauts cristallins nécessaires à l'accommodation de la déformation. Il s'agit de la manifestation la plus classique des déformations plastiques dans les matériaux métalliques (Hull & Bacon, 2001). Le glissement se produit en général sur les plans cristallographiques les plus denses suivant une direction dense, l'ensemble de ces deux éléments caractérise un système de glissement. Lorsqu'un glissement se produit, la matière de part et d'autre du plan de glissement n'est pas perturbée. Cela se constate par l'absence de désorientation du réseau cristallin au passage de la dislocation par glissement. Le tableau 1.4 présente les différents systèmes de glissement principaux pour les phases α et β . Les systèmes de glissements les plus actifs sont : $\{0001\}\langle 11\bar{2}0\rangle$ pour la phase α et $\{110\}\langle 111\rangle$ pour la phase β .

Tableau 1.4 Principaux systèmes de glissement dans le titane (Chichili *et al.*, 1998 ; Hull & Bacon, 2001 ; Leyens & Peters, 2003)

Phase	Structure	Plan de glissement	Direction de glissement
α	Hexagonal compact	$\{0001\}$	$\langle 11\bar{2}0\rangle$
		$\{\bar{1}011\}$	$\langle 11\bar{2}3\rangle$
β	Cubique centré	$\{110\}$	$\langle 111\rangle$
		$\{112\}$	

1.4.5.2 Maclage

Le maclage est un mécanisme de déformation dû à une modification cristalline en volume du matériau. Elle provient de sources de dislocations partielles. Il peut se visualiser comme un basculement symétrique d'une partie du cristal par rapport à l'autre. La déformation des matériaux polycristallins nécessite l'activation de cinq directions de glissement indépendantes pour satisfaire le critère de Von Mises (Hull & Bacon, 2001). Les matériaux hexagonaux ne disposant que de quatre directions de glissement indépendantes principales, le maclage leur permet d'en obtenir une cinquième grâce à la rotation du cristal (Hull & Bacon, 2001). Pour cette raison il est particulièrement présent dans les systèmes hexagonaux. Cependant, il se rencontre également dans les systèmes cubiques centrés et cubiques à faces centrées. L'apparition d'une macle se fait généralement de façon brutale et peut s'entendre par un craquement. Les systèmes de maclage se caractérisent par un plan de macle et une direction de cisaillement. Le tableau 1.5 présente les systèmes de maclage dans les deux phases du titane.

Tableau 1.5 Systèmes de maclage dans le titane (Chichili *et al.*, 1998 ; Laheurte *et al.*, 2014 ; Rosenbaum, 1964 ; Zhu *et al.*, 2004)

Phases	Structures	Plans de macle	Cisaillement
α	Hexagonal compact	$\{10\bar{1}2\}$	$\langle\bar{1}011\rangle$
		$\{11\bar{2}1\}$	$\langle11\bar{2}6\rangle$
		$\{11\bar{2}2\}$	$\langle\bar{1}123\rangle$
		$\{10\bar{1}1\}$	$\langle\bar{1}012\rangle$
β	Cubique centré	$\{112\}$	$\langle111\rangle$
		$\{332\}$	$\langle113\rangle$

1.4.5.3 Kink bands

Les kink bands (KB) ont été constatées dans des domaines très différents : la géologie (Suppe, Sàbat, Muñoz, Poblet, Roca & Vergés, 1997) ou encore dans des matériaux composites (Moran, Liu & Shih, 1995). Le mécanisme de formation de ces bandes n'est actuellement toujours

pas parfaitement compris, malgré des études poussées dès les années 40. Elles semblent principalement présentes dans des milieux ayant une forte anisotropie (Zheng *et al.*, 2017a).

Une description simplifiée de ce mécanisme peut se faire en deux dimensions dans le cas d'une KB parfaite. Les Figs. 1.23a et b présentent deux exemples de KB observés dans un matériau métallique. La Fig. 1.23c présente un schéma de ces KB avec les différents paramètres importants les caractérisant. L'angle de kink γ est l'angle entre la pente de la KB et le matériau non déformé. L'angle entre la frontière de kink et la partie non inclinée est ϕ . À l'inverse, ϕ_k est l'angle entre la frontière de kink et la partie inclinée. L'hypothèse de maintien de la cohésion du matériau impose $\phi_k = \phi$ pour une KB parfaite (Srivastava, Lisle, Imaran & Kandpal, 1998 ; Weiss, 1980).

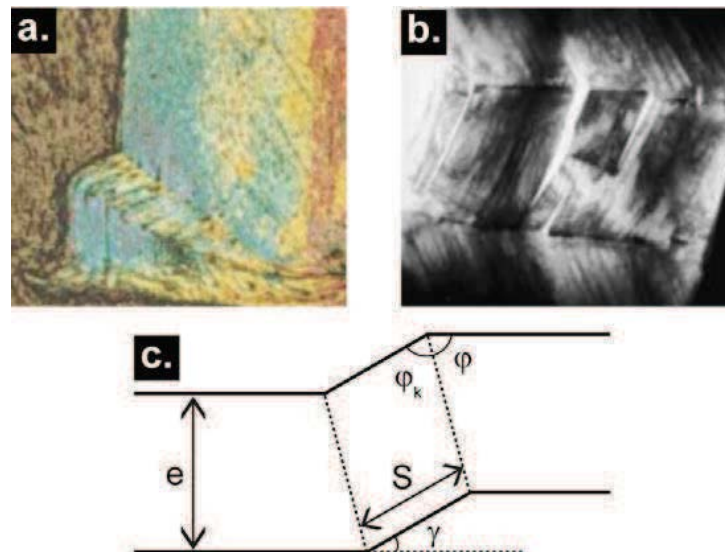


Figure 1.23 Exemples de KB (a et b) dans un Ti_3SiC_2 Barsoum & El-Raghy (2001) et schéma d'une KB parfaite (c)

Cette hypothèse de cohésion permet d'envisager deux modes de croissance des KB :

- Avec une variation des angles $\phi_k = \phi$. Une rotation des frontières de kink apparait, elle est visible dans la Fig. 1.24. Un élargissement du kink (S) s'impose alors avec l'augmentation progressive de l'angle γ . De par l'hypothèse $\phi_k = \phi$, la frontière de kink se déplace et change d'inclinaison simultanément.

- Avec les angles $\phi_k = \phi$ constants. La KB s'élargit par un déplacement progressif de la frontière de kink dans le matériau non déformé en conservant γ constant, tel que représenté dans la Fig. 1.24.

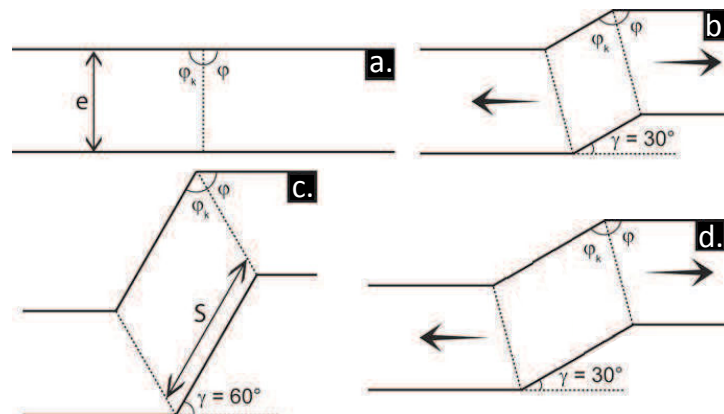


Figure 1.24 Plusieurs schémas montrant une structure avant l'apparition d'une KB (a), la KB après sa formation (b) et présentant les premier (c) et second (d) modes de croissances des KB Barsoum & El-Raghy (2001)

Plusieurs modèles existent afin de décrire le comportement des KB, de leur nucléation à leur équilibre en passant par leur propagation. Ils font également le lien avec les dislocations qui composent ces KB. Un modèle proposé par Orowan (Orowan, 1942), suivi d'un second par Hess et Barrett (Hess & Barrett, 1949a) ont finalement été complétés par Frank et Stroh (Frank & Stroh, 1952). La nucléation du kink peut s'expliquer par la déformation élastique d'une colonne en compression. Cela fera apparaître deux points de cisaillement, qui lorsque le cisaillement est suffisamment important provoquera la formation des paires de dislocations coin avec des vecteurs de Burgers opposés. Elles se déplacent alors dans des directions opposées et permettent la formation d'une région avec une légère désorientation cristallographique. Les dislocations coin continuent de s'accumuler dans deux plans qui formeront les frontières de kink. La KB ressemble macroscopiquement à une aiguille dont la direction est normale au plan du schéma en Fig. 1.23. La désorientation reste alors uniquement dans le plan du schéma.

Bien que ce mécanisme soit presque uniquement observé dans des structures hexagonales pour les matériaux métalliques, des études font état de sa participation dans la déformation de la

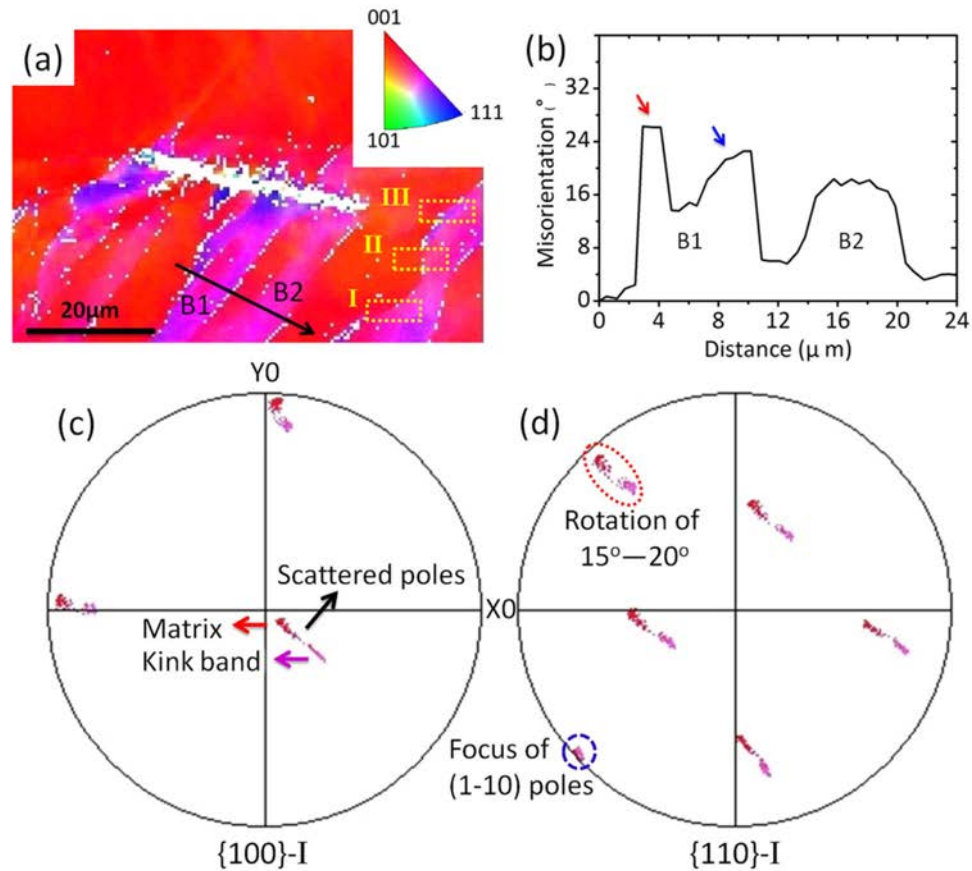


Figure 1.25 Carte d'orientation EBSD (a) avec la variation de l'orientation du cristal le long de la flèche noire (b) dans un titane avec une microstructure entièrement β . Les figures des pôles $\{100\}$ (c) et $\{110\}$ (d) de la région I sont également représentées (Zheng *et al.*, 2017a)

phase β du titane, qui est cubique centrée. À l'état actuel des études, les KB ont été observées uniquement dans des titanes β -métastables et β -riches quand ils ont été traités pour ne garder que la phase β . Zheng *et al.* ont largement contribué à la détermination des différentes caractéristiques des KB dans les titanes β (Zheng *et al.*, 2017a). La Fig. 1.25a, issue de leur article, présente une carte EBSD montrant l'orientation cristallographique de la région d'intérêt et la Fig. 1.25b montre la variation d'orientation cristallographique à travers la KB (le long de la flèche noire). Ils montrent que les KB présentent des désorientations aléatoires par rapport à l'orientation cristallographique initiale, ces variations d'orientation se font également de façon progressive. En plus de cela, ils ont déterminé les pôles cristallographiques sur lesquels les KB s'axent pour

désorienter le cristal : la Fig. 1.25d montre que la KB tourne autour du pôle $(1\bar{1}0)$ indiqué par le cercle bleu. Ils distinguent trois axes autour desquels les KB vont tourner : $[1\bar{1}0]$, $[5\bar{4}1]$, $[12\bar{1}]$. Dans ce cas un système de glissement plus exotique est activé : $\{123\}\langle 111\rangle$. Les trois axes correspondent alors au mouvement des dislocations suivant les trois systèmes de glissement : $(112)[1\bar{1}\bar{1}]$, $(123)[1\bar{1}\bar{1}]$, $(101)[1\bar{1}\bar{1}]$, respectivement.

De façon intéressante, un même alliage de titane (le Ti-5553) a permis la formation de KB lors d'un essai de déformation à l'aide de barres de Hopkinson (Qin & Li, 2019), alors qu'un essai de compression plus classique ne les a pas mis en évidence (Sadeghpour *et al.*, 2018), il semble donc que la vitesse de déformation influe sur la formation de ces KB. De plus, ce dernier essai de compression a permis l'apparition de KB dans un autre alliage de titane β -metastable, le Ti-3Al-8Mo-7V-3Cr (Sadeghpour *et al.*, 2018), ainsi la composition chimique des alliages semble également influencer sur la formation de ces KB.

1.4.6 Modification des propriétés par la transformation martensitique induite par déformation

La formation de la martensite α'' permet l'apparition de certains effets très spécifiques provoquant des modifications particulières des propriétés mécaniques.

L'un des principaux effets est, comme déjà mentionné, l'effet superélastique. Il apparaît quand la température de mise sous contrainte est inférieure à M_s^σ . Ce comportement se caractérise lors d'essais de traction par des courbes similaires à celles présentées en Fig. 1.26 lors d'une série de cycles de chargement et de déchargement à des contraintes progressivement croissantes. Il est possible de voir que lors du déchargement, la déformation ne baisse pas de façon linéaire avec la contrainte. Et même dans le cas des petites contraintes, la déformation revient à son état initial de façon non linéaire. Ce comportement est dû à la réversibilité de la martensite α'' . La formation réversible de la martensite permet d'accommoder la déformation et de limiter grandement la plastification du matériau (Li *et al.*, 2008). Ainsi, ces matériaux peuvent exhiber des allongements exceptionnels avant rupture.

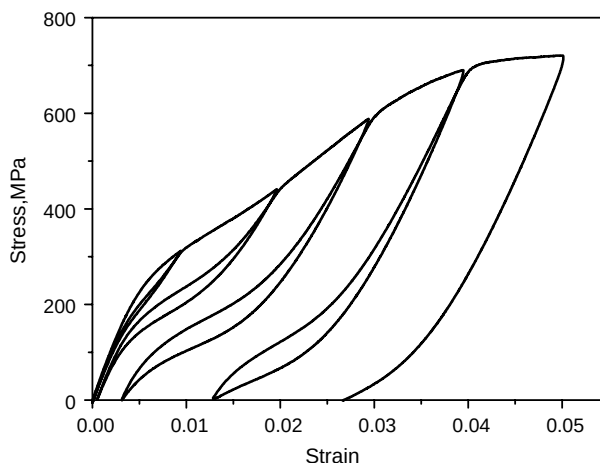


Figure 1.26 Courbe de chargements et déchargements successifs pour un alliage de titane superélastique (Li *et al.*, 2008)

Cet effet superélastique permet notamment de bonnes propriétés en fatigue. L'accommodation de la déformation par la transformation martensitique réversible plutôt que par l'apparition de dislocations permet de fortement limiter l'endommagement en fatigue (Li *et al.*, 2008). Cependant, des dislocations se forment quand même au fur et à mesure des cycles et vont s'accumuler localement, induisant l'apparition de fissures. Ces fissures vont alors se propager progressivement jusqu'à provoquer la ruine des pièces selon les mécanismes déjà expliqués dans la partie 1.3.

Un autre effet particulier, lié à la formation de martensite α'' , apparaît dans le cadre de la déformation plastique sévère. Zafari et al. ont montré la possibilité de pousser l'affinement de la microstructure encore plus loin grâce à la transformation martensitique (Zafari, Wei, Xu & Xia, 2015). Ils ont pu obtenir une microstructure d'une taille inférieure à 50 nm, alors que pour un alliage sans transformation la taille de la microstructure ne pouvait pas descendre en dessous de 100 nm. Il s'agit d'un mécanisme qui permet de contourner les limites habituelles des restauration et recristallisation dynamiques. Ce résultat est dû à l'instabilité thermodynamique de la phase α'' en dessous d'une certaine taille, cette martensite obtenue par déformation subit alors spontanément une réversion vers la structure β , plus stable à ces tailles là. La transformation martensitique aura permis de fragmenter la microstructure β initiale plus finement que ne le

permettent les dislocations, et la réversion vers la phase β permet de récupérer la structure cristalline initiale. Ainsi, un affinement particulièrement conséquent et stable de la microstructure peut être obtenu.

1.5 Introduction aux aluminiums

Cette partie se concentre sur des généralités sur l'aluminium. Sa métallurgie a une place importante, avec notamment les différentes familles d'alliages utilisés. Des informations seront rajoutées par rapport aux microstructures et aux mécanismes de durcissement d'intérêt dans le cadre de cette étude. Le choix des aluminiums étudiés sera ensuite expliqué. Cela permettra de se concentrer finalement sur les mécanismes de déformation sollicités par déformation plastique sévère et sur leur influence dans les mécanismes microstructuraux.

1.5.1 Généralités

L'aluminium a trouvé un essor industriel à la fin du 19^{ème} siècle (Tec, 2005). Il s'agit du matériau métallique le plus abondant dans l'écorce terrestre et actuellement le second métal le plus employé après le fer. Il s'obtient à partir de l'alumine (Al_2O_3) par électrolyse et de la bauxite (un mélange de divers oxydes dont l'alumine) par une attaque préalable suivie de l'électrolyse. Grâce à sa faible densité ($2,7 \text{ g/cm}^3$), l'aluminium présente une bonne résistance spécifique (résistance élastique divisée par la densité) qui peut facilement être le double de celle d'aciers à moyennes performances. Il dispose de plus de bonnes conductivités thermique et électrique, d'une résistance à la corrosion très bonne dans de nombreux milieux et d'une facilité de mise en œuvre élevée. Cela le rend très attractif pour une grande variété d'applications et permet de comprendre son emploi massif. Cependant, dans des domaines où l'encombrement est une problématique importante, et donc où la taille des composants est très limitée, sa résistance mécanique relativement réduite (dépassant difficilement 500 MPa) va réduire son application. Des matériaux tels que les alliages de titane ou les aciers à très hautes performances vont alors être favorisés.

Sept séries d’alliages d’aluminium se distinguent en fonction des éléments utilisés pour modifier ses propriétés. Le tableau 1.6 présente ces différentes familles avec les éléments correspondant ainsi que les noms des principaux alliages utilisés.

Tableau 1.6 Classification des alliages d’aluminium et les principaux alliages utilisés (Tec, 2005)

Série	Éléments d’alliage	Principaux alliages
1000	Al pur (~ 99%)	1050 A
2000	Al-Cu et Al-Cu-Mg	2017 A, 2024, 2030
3000	Al-Mn	3003, 3004
4000	Al-Si	4006
5000	Al-Mg	5083, 5086, 5754
6000	Al-Mg-Si	6060, 6082
7000	Al-Zn-Mg et Al-Zn-Mg-Cu	7075

Les séries 1000, 3000 et 5000 sont connues pour être non trempantes et non durcissable par précipitation, elles ne peuvent alors être durcies que par écrouissage, ie. par déformation. Les séries trempantes sont les 2000, 6000 et 7000, cela signifie qu’elles sont susceptibles au durcissement structural. La série 4000 est quant à elle utilisée pour du moulage ou comme métal d’apport lors du soudage.

1.5.2 Choix des alliages d’aluminium

Cette étude s’intéressant au potentiel du SMAT sur la modification de l’état de précipitation et sur les propriétés mécaniques ainsi obtenues, il est nécessaire que les alliages choisis soient sensible au durcissement structural ainsi qu’à la précipitation (voir la partie 1.5.3). Les alliages à sélectionner font donc partie des alliages sensibles au durcissement structural : les séries 2000, 6000 et 7000. Pour un alliage de la série 6000, Gutierrez-Urrutia et al. ont caractérisé l’influence d’un traitement de SPD sur le revenu de précipitation et ont trouvé que la perte de résistance par restauration des dislocations était plus grande que le gain réalisé avec la précipitation (Gutierrez-Urrutia, Muñoz-Morris & Morris, 2006), le choix s’est donc finalement porté sur les séries 2000 et 7000.

L'alliage 2024

Le 2024 fait partie des alliages d'aluminiums les plus utilisés, il se retrouve notamment dans l'industrie aéronautique pour le fuselage des avions. Il est réputé pour ses bonnes résistances mécaniques et à la fatigue. Cheng et al. ont montré que cet alliage possède un grand potentiel pour l'amélioration des propriétés par déformation plastique sévère suivie d'un traitement de précipitation (Cheng *et al.*, 2007) (plus de détails en partie 1.5.5). Il devient donc particulièrement intéressant d'étudier ses propriétés, et notamment la résistance en fatigue que le grenaillage ultrasonique suivi d'un revenu permet d'obtenir. Le traitement thermique choisi pour le 2024, favorisant la précipitation, consiste en une mise en solution solide à 495°C pendant 1 h, puis d'une trempe à l'eau et d'un revenu de précipitation à 190°C pendant 10 h. Plus de détails sur les traitements thermiques dans la partie 1.5.3.1.

L'alliage 7075

Le 7075 a été sélectionné pour observer le potentiel d'amélioration des propriétés par la déformation plastique sévère suivie d'un revenu de précipitation sur un alliage de la série 7000. D'autre part, le 7075 est connu pour sa plus forte sensibilité à l'entaille (Grover, Hyler & Jackson, 1952) et vitesse de propagations des fissures (Huang *et al.*, 2008 ; Lehr & Liu, 1969) comparé au 2024. Cette caractéristique devrait permettre également de comprendre l'importance de l'intégrité de surface après grenaillage ultrasonique vis-à-vis de la résistance en fatigue. La principale propriété d'intérêt du 7075 est donc sa résistance à la fatigue vis à vis de sa sensibilité aux défauts introduits en surface par le grenaillage ultrasonique. Un traitement thermique centré sur l'étape de précipitation est également employé. Il consiste en une mise en solution à 465°C pendant 1 h, suivie d'une trempe à l'eau et d'un revenu de précipitation de 122°C pendant 24 h.

1.5.3 Microstructures des alliages

Dans le cadre des études qui seront menées, seuls les alliages trempants sont considérés, car ils sont sensibles aux traitements thermiques de durcissement structural. Ainsi, le durcissement

structural sera présenté dans un premier temps et les différentes phases qui se forment lors des traitements thermiques seront détaillées dans un second temps.

1.5.3.1 Durcissement structural

Le durcissement structural est un moyen très performant d'augmenter les propriétés mécaniques dans les alliages d'aluminium. Les traitements thermiques de durcissement structural peuvent être divisés en trois étapes (Dubost & Saintfort, 1991).

- Tout d'abord, l'alliage est monté en température, au-dessus du solvus, pendant une durée assez grande afin d'obtenir une mise en solution totale et stable des atomes miscibles à l'aluminium.
- Un refroidissement rapide intervient ensuite par une opération de trempe. Cela permet de prévenir la décomposition de la solution solide en précipités grossiers qui ne renforceraient pas l'alliage. À température ambiante, l'alliage atteint donc un état sursaturé en éléments d'addition qui sont positionnés en substitution dans la maille d'aluminium.
- Finalement, la dernière étape consiste en un maintien à une température fixe, inférieure à la température de mise en solution, pendant une durée qui peut aller de quelques minutes à plusieurs jours selon les alliages et les traitements voulus. Ce maintien permet la diffusion des éléments d'addition qui vont alors se rassembler pour former des précipités. Un durcissement important sera alors observé pendant cette étape appelée revenu de précipitation.

Les précipités durcissants seront formés pendant le revenu isotherme même si certains peuvent être formés pendant la trempe. En plus de ces précipités, deux autres sortes de particules intermétalliques peuvent apparaître dans les alliages.

- Les particules dispersées, ou dispersoïdes, ils se forment à l'état solide par précipitation lors de la mise en solution et ne peuvent pas être complètement dissous après leur apparition, à l'inverse des précipités mentionnés plus haut. Ils sont constitués d'éléments à faible solubilité dans l'aluminium à l'état solide. Il est possible de faire varier leur taille, fraction volumique et leur distribution grâce à des traitements thermomécaniques.

- Les particules intermétalliques grossières, elles sont dues à des impuretés (telles que le fer ou le silicium) qui sont complètement insolubles dans l'aluminium. Présentes au départ dans la solution liquide, elles vont se combiner avec les autres éléments d'addition lors de la solidification pour former des particules grossières. Elles ne peuvent pas être remises en solution, mais leur taille peuvent être réduite par des traitements thermiques.

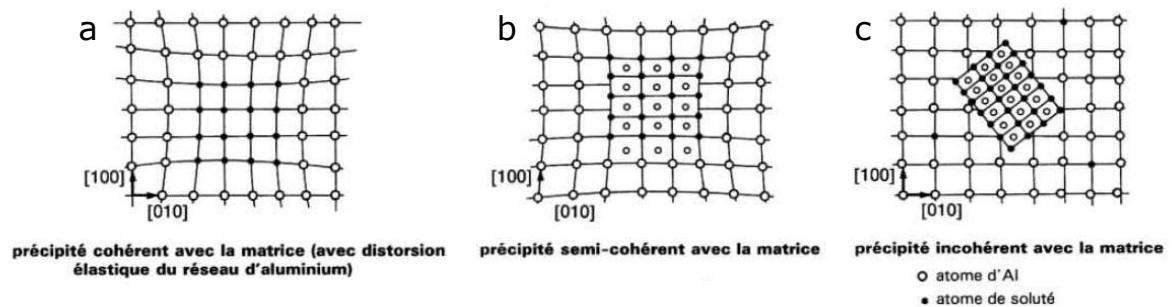


Figure 1.27 Schémas de cohérence entre précipités et matrice (Dubost & Saintfort, 1991)

Les précipités peuvent s'organiser de plusieurs façons par rapport à la matrice dans laquelle ils se forment. La Fig. 1.27 présente trois organisations. Les précipités peuvent être cohérents avec le réseau d'aluminium (a), ils permettent une continuité du réseau dans toutes les directions et imposent une distorsion élastique qui sera particulièrement efficace pour bloquer les dislocations. Ils peuvent également être semi-cohérents avec la matrice et ne permettre la continuité du réseau que dans une partie des directions. Finalement, ils peuvent également être incohérents avec le réseau et ne s'aligner sur aucune des directions du réseau. De façon générale, les précipités les plus fins sont cohérents, ceux de taille intermédiaire sont semi-cohérents et les plus gros sont incohérents.

Le durcissement des précipités provient de la gêne qu'ils imposent aux mouvements des dislocations. Les dislocations disposent de deux mécanismes pour franchir ces obstacles (Arzt, 1998) : le cisaillement (effet Friedel) et le contournement (mécanisme d'Orowan). Quand les précipités sont petits et cohérents, les dislocations vont pouvoir les cisailer. L'augmentation de la taille des précipités ainsi que leur perte de cohérence va progressivement augmenter l'énergie que doivent dépenser les dislocations pour franchir ces obstacles par cisaillement. À l'inverse,

le passage des précipités par contournement est difficile pour des petits précipités avec une forte cohérence, il va progressivement être de plus en plus facile avec la perte de cohérence et l'augmentation de la taille des précipités. L'effort maximum pour franchir les précipités se situe à la transition entre les deux mécanismes, quand l'énergie nécessaire au contournement devient inférieure à l'énergie nécessaire au cisaillement. Ainsi, une taille et une cohérence optimales des obstacles existe pour maximiser l'énergie nécessaire que les dislocations doivent fournir pour bouger.

1.5.3.2 Phases

L'aluminium dispose d'une structure cristallographique cubique à faces centrées avec un paramètre de maille $a = 0,404$ nm. La maille d'aluminium est visible dans la Fig. 1.28c à gauche. Il est naturel que les structures des précipités varient fortement en fonction des éléments d'addition. Dans cette partie, seuls les précipités formés dans les alliages Al-Cu-Mg (série 2000) et dans les alliages Al-Zn-Mg-Cu (série 7000) sont présentés. Il s'agit des structures apparaissant dans les matériaux choisis dans la partie 1.5.2. Un exemple d'organisation des atomes dans une solution solide saturée, à partir de laquelle les précipités vont apparaître, est visible en Fig. 1.28a.

Les alliages Al-Cu-Mg (notamment le 2024) dont le rapport Cu/Mg est de 2,2 présentent une séquence de précipitation mixte depuis leur solution solide sursaturée (Dubost & Saintfort, 1991) présentée ci-dessous :



La première partie de la séquence de précipitation correspond à la décomposition classique des alliages Al-Cu. La solution sursaturée forme dans un premier temps des zones de Guinier-Preston (GP) en forme de disque complètement cohérent avec la matrice, elles sont représentées dans la Fig. 1.28b. Les structures des précipités θ'' , θ' et θ sont présentées dans la Fig. 1.28c. La phase θ'' est cohérente et apparaît sous la forme de plaquettes à partir des zones GP. La phase θ' précipite

en plaquettes de préférence à partir des dislocations plutôt qu'à partir de la phase θ'' , elle est semi-cohérente. La phase θ est le constituant d'équilibre Al_2Cu , complètement incohérent avec la matrice. En dessous d'une température de $200^\circ C$, la décomposition s'arrête à la formation des précipités θ'' et θ' . Il est intéressant de noter que les alliages Al-Cu permettent la formation des zones GP à température ambiante après un délai pouvant aller jusqu'à quelques semaines (le traitement est alors appelé maturation).

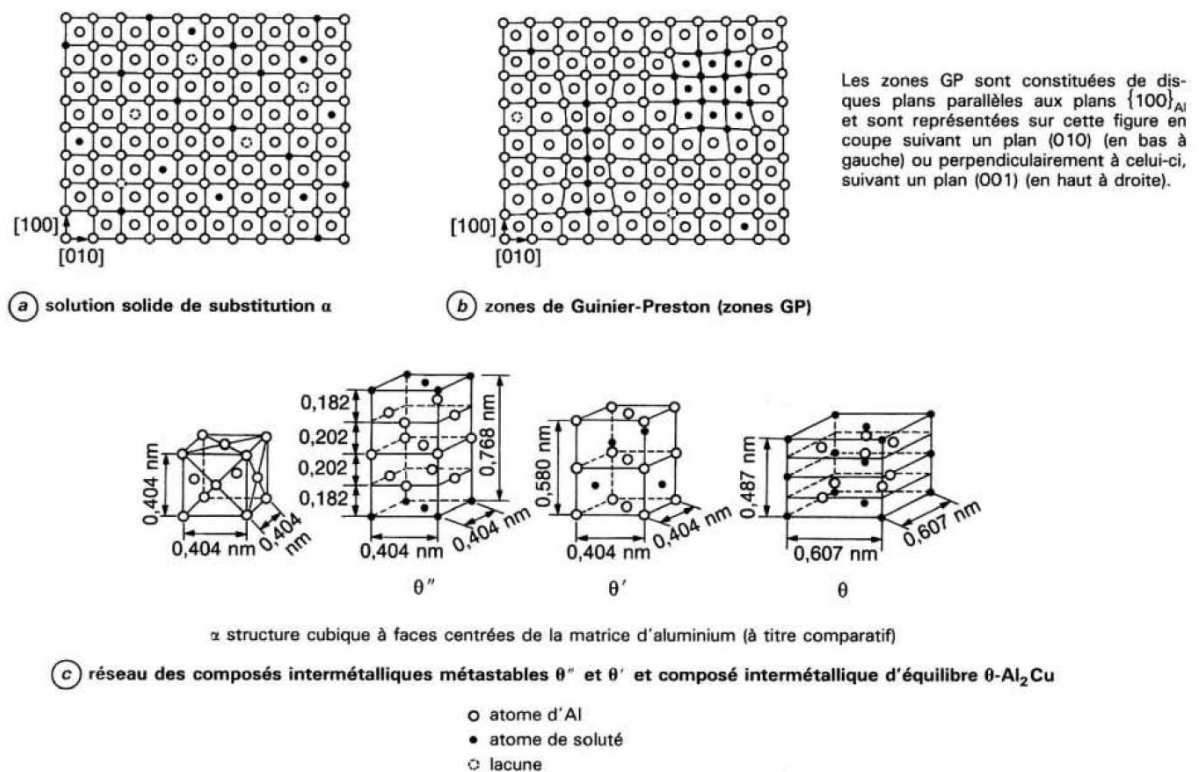


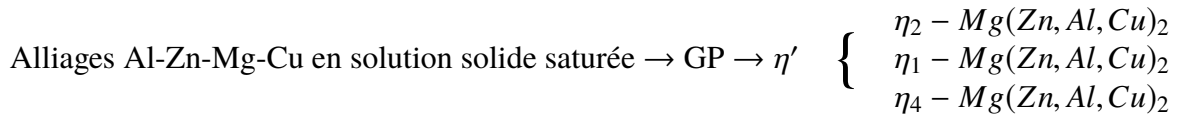
Figure 1.28 Schémas de la maille d'aluminium ainsi que des différents précipités apparaissant dans le système Al-Cu (Dubost & Saintfort, 1991)

En présence d'une proportion suffisante de magnésium, la seconde partie de la séquence de précipitation apparaît. Des zones Guinier-Preston-Bagaryatsky (GPB) se développent et correspondent à un arrangement à courte distance des atomes Cu et Mg. Elles s'appellent ainsi pour les différencier des zones GP. La phase S' précipite sous forme d'aiguille ou de latte sur les dislocations, elle est semi-cohérente avec la matrice. La phase S est une phase d'équilibre incohérente avec la matrice qui apparaît sous la forme de plaquettes. Dans la littérature, la

différence entre les phases S et S' est parfois confuse. La phase S' va principalement se former de façon intragranulaire alors que la phase S va aussi apparaître de façon intergranulaire. Wang et al. a bien fait attention à dissocier la phase constituante intergranulaire S des précipités intragranulaires "S" (Wang & Starink, 2005). D'un point de vue chimique, les phases S' et S ont la même composition.

Les phases θ et S sont parfois difficiles à discriminer par microscopie, elles ont des formes et tailles similaires, comme le montrent Zhang et al. (Zhang, Hashimoto, Lindsay & Zhou, 2016). Une identification chimique ou des clichés de diffraction sont nécessaires pour connaître la nature de ces précipités.

Les alliages Al-Zn-Mg-Cu (dont le 7075) présentent également une séquence de décomposition spécifique présentée ci-dessous (Dubost & Saintfort, 1991) :



Plusieurs phases métastables sont susceptibles de précipiter suivant différents chemins pour des températures relativement basses. Les zones GP sont sphériques et stables jusqu'à des températures de 75°C. La phase η' est cohérente avec la matrice et d'une taille de quelques nanomètres. Elle apparaît à des températures de revenu de l'ordre de 120-135°C sous la forme de plaquettes et est responsable de l'essentiel du durcissement maximal après ces revenus. Les précipités η peuvent présenter différentes épitaxies par rapport à la matrice en fonction des traitements thermiques effectués et de la composition de l'alliage.

L'ensemble des données relatives aux compositions, aux paramètres cristallographiques et à l'épithaxie des phases précipitées dans les alliages Al-Cu-Mg et Al-Zn-Mg-Cu sont récapitulées dans le tableau 1.7.

Tableau 1.7 Caractéristiques cristallographiques des différents précipités qui peuvent se former en fonction des éléments d'alliage. (Dubost & Saintfort, 1991)

Système	Précipitation	Paramètres cristallographiques des précipités	Épitaxie	Réseau du précipité
Al-Cu	Zones GP planaires $\theta'' - Al_2Cu$	$a = 0,405 \text{ nm} ; c = 0,763 \text{ nm}$	Zones $\parallel (100)_{Al}$ Plaquettes : $(001)_{\theta''} \parallel (001)_{Al} ; [100]_{\theta''} \parallel [100]_{Al}$	quadratique
	$\theta' - Al_2Cu$	$a = 0,572 \text{ nm} ; c = 0,581 \text{ nm}$	Plaquettes : $(001)_{\theta'} \parallel (001)_{Al} ; [100]_{\theta'} \parallel [110]_{Al}$	quadratique
	$\theta - Al_2Cu$	$a = 0,607 \text{ nm} ; c = 0,487 \text{ nm}$		quadratique
Al-Cu-Mg (Cu/Mg = 2,2)	Zones GP ou GPB $S' - Al_2CuMg$	$a = 0,404 \text{ nm} ; b = 0,924 \text{ nm}$ $c = 0,720 \text{ nm}$	Aiguilles parallèles à $[001]_{Al}$: $[100]_{S'} \parallel [100]_{Al} ; [010]_{S'} \parallel [012]_{Al}$ $[001]_{S'} \parallel [021]_{Al}$	orthorhombique
	$S - Al_2CuMg$	$a = 0,400 \text{ nm} ; b = 0,923 \text{ nm}$ $c = 0,720 \text{ nm}$	Aiguilles parallèles à $[001]_{Al}$: $[100]_S \parallel [100]_{Al} ; [010]_S \parallel [012]_{Al}$ $[001]_S \parallel [021]_{Al}$	orthorhombique
Al-Zn-Mg Al-Zn-Mg-Cu (Zn $\geq$ 3%)	Zones GP sphériques η'	$a = 0,496 \text{ nm} ; c = 1,403 \text{ nm}$	Plaquettes : $(00.1)_{\eta'} \parallel (111)_{Al}$ $[10.0]_{\eta'} \parallel [\bar{1}\bar{1}0]_{Al}$	hexagonal
	$\eta - MgZn_2$ ou $\eta - Mg(ZnAlCu)_2$	$a = 0,515 \text{ à } 0,522 \text{ nm}$ $c = 0,848 \text{ nm}$	Plaquettes (η_2) : $(00.1)_{\eta} \parallel (111)_{Al}$ $[10.0]_{\eta} \parallel [\bar{1}\bar{1}0]_{Al}$	hexagonal
			Globules ou plaquettes (η_1) : $(00.1)_{\eta} \parallel (110)_{Al}$ $[10.0]_{\eta} \parallel [001]_{Al}$	hexagonal
			Bâtonnets ou plaquettes (η_4) : $(00.1)_{\eta} \parallel (110)_{Al}$ $[10.0]_{\eta} \parallel [\bar{1}\bar{1}2]_{Al}$	hexagonal
	$T' - Mg_{32}(Al, Zn)_{49}$	$a = 1,416 \text{ nm}$	Cuboïdes : $(100)_{T'} \parallel (111)_{Al}$ $[010]_{T'} \parallel [\bar{1}\bar{1}0]_{Al}$	cubique

1.5.4 Mécanisme de déformation de l'aluminium

Dans l'aluminium, le glissement est le mouvement privilégié permettant d'accommoder la déformation et le mouvement des dislocations (Liu, Jin & Lu, 2015b). Il a déjà été présenté dans la partie 1.4.5.1. C'est pour cette raison que le durcissement structural est si efficace dans l'aluminium, les précipités vont restreindre le glissement des dislocations. Les plans et la direction de glissement des dislocations sont présentés dans le tableau 1.8. La grande majorité du glissement se fait sur la famille de plans les plus denses $\{111\}$.

Tableau 1.8 Systèmes de glissement dans l'aluminium (Weertman & Weertman, 1964)

Structure	Plans de glissement	Direction de glissement
Cubique faces centrées	$\{111\}$	$\langle 110 \rangle$
	$\{110\}$	
	$\{100\}$	

1.5.5 Interaction entre déformation et précipitation

Comme mentionné dans la partie 1.5.3.2, plusieurs précipités peuvent germer sur des dislocations dans les aluminiums. Ainsi, quand des procédés de SPD sont utilisés avant le revenu de précipitation, ils vont permettre d'influer sur la formation de ces précipités grâce à la génération d'une densité exceptionnelle de dislocations ainsi que d'un affinement important de la microstructure. En effet, des études ont montré que ces deux critères permettent de réduire fortement la taille des précipités, leur permettant de mieux bloquer les mouvements des dislocations. Sur le 2024, Cheng et al. ont montré qu'une séquence composée d'un laminage à température cryogénique suivi d'un revenu de précipitation permettait d'obtenir une forte densité de précipités de taille nanométrique (Cheng *et al.*, 2007). Ils ont ainsi pu obtenir des propriétés mécaniques particulièrement intéressantes présentées dans la Fig. 1.29. Les échantillons correspondant à une précipitation améliorée par cette séquence (iv et v) présentent des résistances mécaniques très élevées, au-delà de celle de l'échantillon juste laminé. Ils présentent également une ductilité exceptionnelle pour des échantillons obtenus après un traitement à forte déformation comme le laminage. Dans le 7075, Hu et al. ont montré une très importante réduction de la taille des précipités formés dans une microstructure ultrafine (UFG) par rapport à ceux formés dans une microstructure grossière (CG) (Hu *et al.*, 2013). Leurs résultats sont présentés dans le tableau 1.9.

Il faut cependant prendre en considération que le revenu de précipitation va accentuer les phénomènes de restauration et de recristallisation. Bien que la stabilité thermique des microstructures obtenues par SPD est élevée, comme le montrent Chen et al. (Chen, Gao, Sha, Ringer & Starink, 2016), ces phénomènes peuvent diminuer fortement certaines propriétés

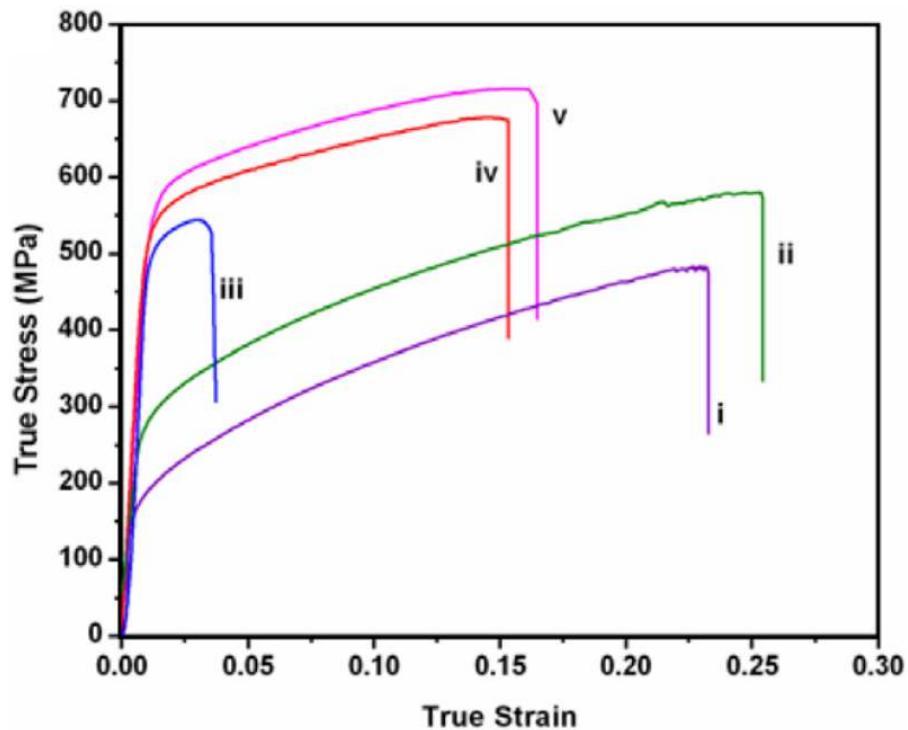


Figure 1.29 Courbes contrainte-déformation pour de l'aluminium 2024 après différents traitements : i) mise en solution solide à 493°C (MSS); ii) MSS + revenu à 160°C pendant 10 h; iii) MSS + laminage cryogénique; iv) MSS + laminage cryogénique + revenu à 160°C pendant 13 h; v) MSS + laminage cryogénique + revenu à 100°C pendant 100 h (Cheng *et al.*, 2007).

Tableau 1.9 Comparaison des caractéristiques des précipités formées par traitement thermique T6 dans un alliage d'aluminium 7075 à la microstructure ultra fine (UFG-T6) par rapport au même alliage à la microstructure grossière (CG-T6) (Hu *et al.*, 2013)

Échantillon	Précipités	Morphologie	Taille moyenne (nm)	Densité	Nucléation
UFG-T6	GP zone	Sphérique	3.1	Élevée	Homogène
	η'	Plaquette	4.4 (longueur) 1.5 (largeur)	Élevée	Homogène
CG-T6	GP zones	Sphérique	2.9	Élevée	Homogène
	η'	Plaquette	61	Élevée	Sur dislocation

mécaniques. Gutierrez-Urrutia et al. ont présenté les résistances mécaniques après un traitement de SPD et également après des traitements de revenus subséquents sur un alliage 6082 d'alumi-

nium durcissable par précipitation (Gutierrez-Urrutia *et al.*, 2006). Ils ont également séparé les différentes contributions au renforcement (celle des dislocations, des précipités, de la taille de grain et de la matrice). Le renforcement grâce aux dislocations chute drastiquement, bien que le renforcement de la taille de grain demeure stable pour une température de revenu limitée et que le renforcement par précipitation augmente. Cela signifie que la restauration est le principal phénomène intervenant à des températures de précipitation basses et qu'il peut fortement réduire les propriétés mécaniques.

Au vu de ces résultats, il est raisonnable d'imaginer qu'il serait possible d'améliorer la résistance en fatigue grâce à un revenu de précipitation après un traitement de déformation plastique sévère. L'effet durcissant des précipités obtenus avec l'amélioration de la ductilité devrait permettre à la microstructure de subir plus de plastification avant de se fissurer et donc de réduire la vitesse de propagation des fissures. D'autre part, le grenaillage ultrasonique introduit d'importantes contraintes résiduelles en compression permettant de limiter la vitesse de propagation des fissures lors de la fatigue, comme cela a été vu dans la partie 1.3.4. Cependant, il faut quand même noter qu'un traitement à la température du revenu de précipitation aura pour effet de relaxer les contraintes et donc de limiter leur impact sur la durée de vie en fatigue. Une compétition devrait donc avoir lieu entre l'effet bénéfique de la précipitation améliorée contre l'effet néfaste de la relaxation des contraintes résiduelles. Aux effets négatifs, il faut rajouter que le grenaillage ultrasonique ayant lieu sur une matière moins dure quand il est utilisé avant le revenu de précipitation, la déformation de la surface sera plus importante comparativement au grenaillage après la précipitation. L'intégrité de la surface sera alors plus faible et permettra aux fissures de plus facilement s'initier. Cependant, aucune étude n'a été menée pour déterminer si les aspects positifs grenaillage ultrasonique avant le revenu de précipitation dépassaient ou non les aspects négatifs, et donc si la résistance en fatigue s'en trouvait améliorée ou détériorée.

Maintenant que le procédé de grenaillage ultrasonique ainsi que les différents mécanismes qu'il peut solliciter dans les alliages de titane et d'aluminium ont été présentés, le chapitre 2 va exposer des résultats préliminaires s'articulant autour de la tribologie et de la fatigue.

CHAPITRE 2

DÉMARCHE ET ORGANISATION

Ce chapitre fait le lien entre les résultats de la littérature et les études qui ont été menées dans le cadre de cette thèse. Les articles rassemblent une majorité des résultats de la thèse et sont à ce titre intégrés directement dans les chapitres 3 à 5. Le présent chapitre détaille la démarche qui a abouti à chacun des articles réalisés, ainsi que de l'organisation des papier entre eux. Dans un premier temps, ce chapitre est consacré à l'interaction entre le grenaillage ultrasonique et les différents mécanismes microstructuraux ainsi qu'aux effets du grenaillage sur les propriétés de surface. Un lien est ensuite dressé entre cet aspect microstructural, la tribologie et la fatigue. Afin de pouvoir réaliser des comparaisons, tous les résultats présentés dans ce chapitre sont issus d'un traitement de grenaillage d'une durée de 10 min sur des échantillons plats. Les analyses et équipements employés lors des multiples essais abordés dans ce chapitre seront présentés plus en détail dans les articles.

2.1 Interaction du grenaillage ultrasonique avec les transformations microstructurales et impact sur les propriétés de surface

Comme cela a été mentionné dans la revue de littérature, la présente étude se concentre sur deux types d'alliages : des titanes et des aluminiums. Chacun de ces alliages présentant des mécanismes de déformation et de renforcement spécifiques, il est donc nécessaire de les traiter dans des parties séparées. Dans un premier temps, les interactions dans les alliages de titane seront abordées, puis dans les alliages d'aluminium. Finalement, une dernière partie sera consacrée aux effets sur les propriétés en surface et sur l'impact de la modification de la température lors du grenaillage ultrasonique.

2.1.1 Transformation martensitique et formation de Kink bands dans les titanes

Cette partie détaille les interactions entre la déformation par grenaillage ultrasonique et les deux mécanismes microstructuraux qu'il est possible de déclencher dans le 5553 β -métastable : la

transformation martensitique et les kink bands (KB). La déformation par grenaillage ultrasonique a été largement caractérisée sur le titane pur par Zhu et al. dans la littérature (Zhu *et al.*, 2004) et les observations microscopiques effectuées dans cette thèse ne montrent pas d'écart avec leurs résultats.

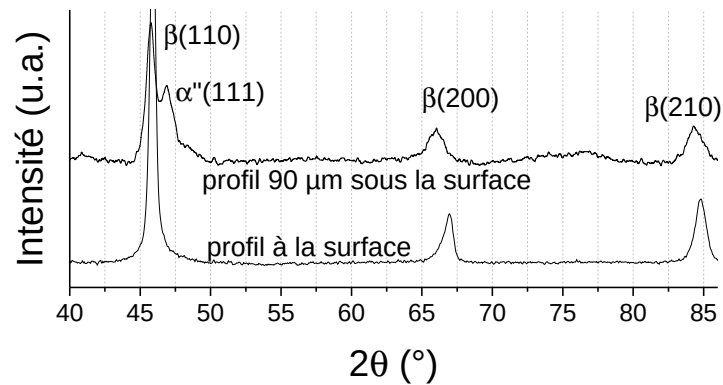


Figure 2.1 Spectre de diffraction des rayons X à une profondeur de 90 μm d'une surface en 5553 après grenaillage ultrasonique, les pics significatifs sont renseignés par leur phases et plans de diffraction correspondants

Des essais préliminaires sur des échantillons plats ont pu mettre en évidence que le grenaillage ultrasonique provoquait une transformation martensitique dans le 5553. La Fig. 2.1 présente deux profils $\theta - 2\theta$ de diffraction des rayons X (DRX) obtenu à la surface et 90 μm sous la surface d'un échantillon plat grenaillé. Les phases auxquelles appartiennent les différents pics de diffraction sont renseignées. Un pic d'une grande amplitude appartenant à la phase α'' est visible proche du pic $\beta(110)$ pour le profil obtenu à une profondeur de 90 μm . Il est intéressant de noter que le spectre de DRX obtenu à la surface ne montre pas de martensite. Cela signifie que la formation de la phase α'' se fait préférentiellement en sous-surface. Cette nouvelle phase devrait permettre de limiter le mouvement des dislocations et ainsi d'augmenter la dureté et la résistance élastique en sous-surface. D'après l'équation d'Archard, la fragmentation de la phase β par la martensite devrait donc permettre de réduire l'usure lors des essais tribologique. De plus, cette nouvelle phase constitue une barrière à la propagation des fissures courtes lors de la fatigue.

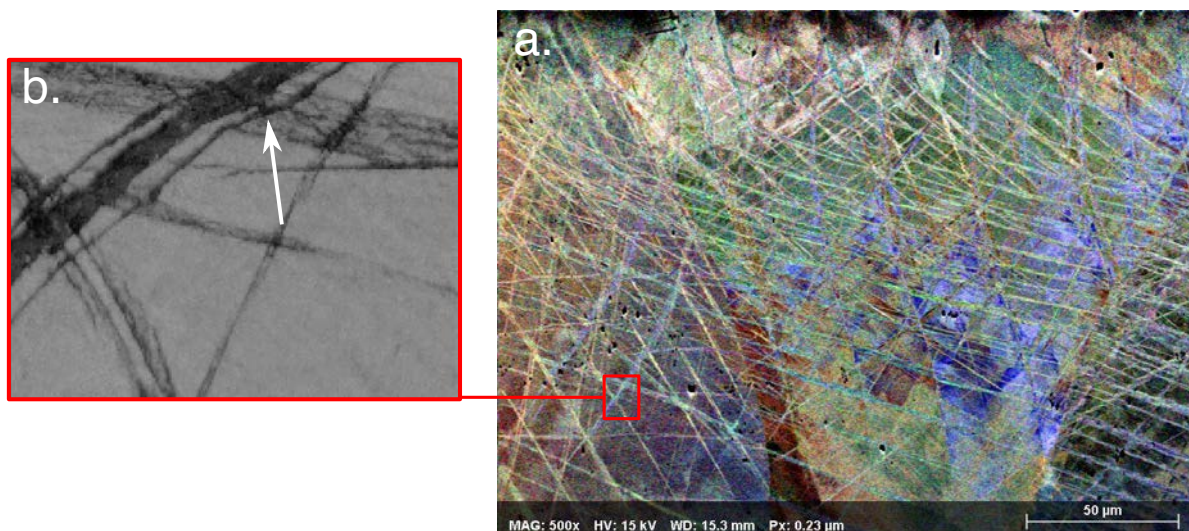


Figure 2.2 Image MEB de la section transverse d'un échantillon de 5553 (a) avec un zoom sur la microstructure (b), la surface grenailée est en haut de l'image a.

Les observations microstructurales ont également montré l'apparition de KB. La Fig. 2.2 montre une image MEB de la section transverse à la surface d'un échantillon de 5553 après grenailage ultrasonique. Les bandes de déformation qui s'entrecroisent ont été identifiées comme des kink bands. Une image avec un grandissement plus important permet de voir un peu mieux la structure de ces bandes. Elles présentent une variation d'épaisseur très importante d'une bande à une autre, de quelques dizaines de nanomètres à plusieurs microns. La flèche blanche sur la Fig. 2.2 montre une caractéristique très particulière des kink bands : la bande fine indiquée présente une déviation importante uniquement au passage de la KB relativement horizontale. Cela correspond exactement à la déviation visible dans les images en Fig. 1.23. La bande fine était déjà présente initialement et a subi une déformation au passage de la seconde. De plus, des caractérisations par EBSD ont montré que ces KB répondaient aux caractéristiques identifiées par Zheng et al. présentés dans la partie 1.4.5.3. La forte désorientation imposée par les KB sur la matrice devrait avoir des effets similaires au changement de phase martensitique, comme présenté dans le paragraphe précédent. Elles devraient limiter le mouvement des dislocations et également agir comme barrières aux fissures courtes. De plus, les observations par diffraction des électrons

rétrodiffusés (EBSD) ont indiqué que la transformation martensitique se faisait principalement dans les KB. Les deux effets devraient alors se renforcer mutuellement.

Il est cependant important de noter que la microstructure après grenaillage sur le 5553 ne présente pas l'affinement traditionnel de la littérature. Des observations ont même montré que l'extrême surface semble légèrement moins déformée que la sous-surface. C'est un résultat assez surprenant qu'il semble intéressant d'approfondir.

2.1.2 Précipitation dans les aluminiums

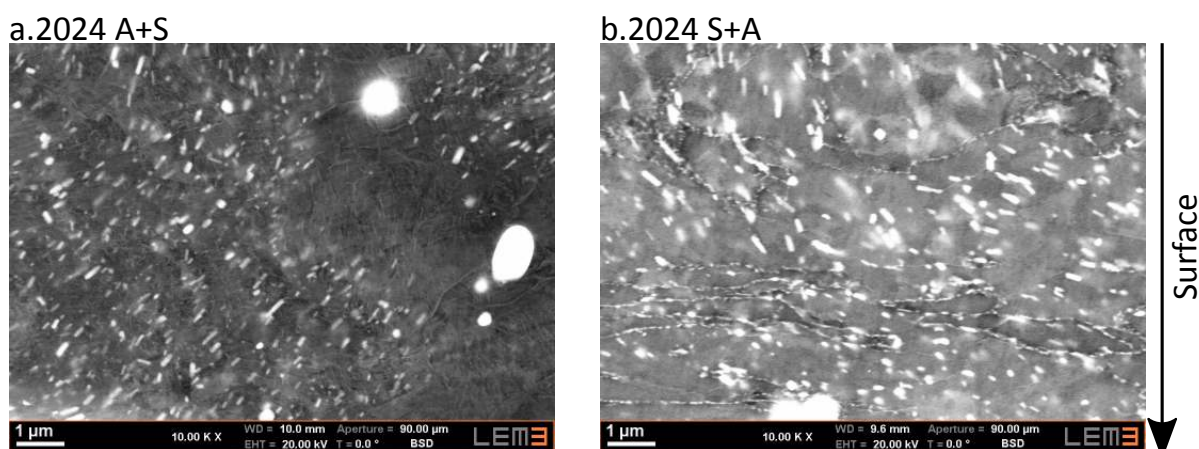


Figure 2.3 Images MEB des microstructures en extrême surface sur les sections transverses de l'aluminium 2024 pour les traitements : revenu puis grenaillage (A+S, a) et grenaillage puis revenu (S+A, b)

Comme cela a été mentionné dans la partie 1.5.2, l'étude sur les aluminiums s'est portée sur les alliages 2024 et 7075. Cependant, dans un premier temps, les études préliminaires se concentrent uniquement sur le 2024. La Fig. 2.3 présente les images MEB des microstructures à fort grossissement à la surface sur la section transverse d'échantillons plats en 2024. L'abréviation SMAT est utilisée à la place du terme grenaillage ultrasonique. Les notations A+S (aged+SMAT, image a) désignent le traitement faisant intervenir le grenaillage ultrasonique après le revenu de précipitation. Le traitement S+A (SMAT+aged, image b) utilise le grenaillage ultrasonique avant le revenu de précipitation. Dans l'image 2.3b, une très fine précipitation, organisée en lignes,

est visible. Ces lignes délimitent les nouveaux grains issus de la recristallisation lors du revenu. Cette image montre qu'il est effectivement possible d'obtenir une modification de la précipitation grâce à un traitement de revenu après grenaillage ultrasonique, ce qui correspond bien aux résultats présentés dans la littérature (partie 1.5.5). D'autres précipités devraient être présents dans cette microstructure à l'intérieur des grains. Cependant, la résolution du MEB ne permet pas de les observer. L'image 2.3a, présentent principalement des particules allongées de type dispersoïdes T ($Al_{20}Cu_2Mn_3$) (Cheng *et al.*, 2007). Ces particules sont également visibles dans l'image 2.3b. Des analyses EBSD ont permis d'observer que les directions $\langle 111 \rangle$ et $\langle 001 \rangle$ sont initialement orientées verticalement sur ces images. Ainsi, à cause de leur épitaxie, ces particules allongées sont verticales loin de la surface grenaillée. Or, au niveau de la zone sévèrement déformée, il est possible d'observer que ces particules ne sont plus orientées verticalement, mais tendent plutôt à être horizontales. Ce phénomène est particulièrement visible dans l'image 2.3b, et s'explique par le flux de matière lors de la déformation plastique sévère.

2.1.3 Impact de la déformation à température ambiante et cryogénique sur les propriétés de surface

Les principaux effets microstructuraux dus à la déformation ont été mentionnés dans les sections précédentes. Dans cette partie, il sera question de caractériser les propriétés en surface et surtout d'observer l'influence du changement de température lors du grenaillage ultrasonique. Le traitement de grenaillage a été effectué à deux températures. Pour le traitement à température ambiante (SMAT-RT), l'échantillon est initialement à la température de la pièce (entre 15 et 20°C). Lors du grenaillage ultrasonique, la surface de l'échantillon subira une élévation de la température à cause de la déformation qui peut atteindre 80°C pendant le traitement. Cette température a été mesurée à l'aide d'un pyromètre optique. Lorsque le traitement est effectué à température cryogénique (SMAT-CT), un réservoir d'azote liquide est utilisé pour refroidir l'échantillon par conduction thermique. L'échantillon commence le traitement avec une température de -170°C qui va progressive augmenter jusqu'à se stabiliser autour de -100°C. Cette température a été mesurée à l'aide d'un thermocouple.

2.1.3.1 Les titanes

Tableau 2.1 Valeurs caractéristiques de la rugosité Ra et Rz ainsi que la dureté mesurée sur la surface pour le T50 et le 5553 traités par grenaillage ultrasonique à température ambiante et cryogénique

Alliage et traitement	Ra (μm)	Rz (μm)	Dureté de surface (HV _{0,5})
T50 non traité	$0,13 \pm 0,01$	$1,11 \pm 0,33$	188 ± 5
T50 SMAT-RT	$2,78 \pm 0,04$	$20,19 \pm 1,87$	282 ± 6
T50 SMAT-CT	$1,22 \pm 0,17$	$8,08 \pm 0,92$	302 ± 14
5553 non traité	$0,06 \pm 0,01$	$0,84 \pm 0,12$	297 ± 2
5553 SMAT-RT	$2,20 \pm 0,38$	$13,66 \pm 2,61$	347 ± 8
5553 SMAT-CT	$0,61 \pm 0,13$	$4,46 \pm 0,81$	354 ± 15

Le grenaillage ultrasonique a été testé de façon préliminaire sur les deux alliages de titane pour chacune des deux températures. Le tableau 2.1 récapitule les résultats des mesures de rugosité et de dureté sur les surfaces grenaillées des échantillons plats. La mesure de la rugosité a été faite avec un profilomètre à stylet et les paramètres Ra et Rz en ont été extraits. Le grenaillage ultrasonique provoque l'apparition d'une importante rugosité à la surface des échantillons initialement polis, marque de la dégradation de l'intégrité de surface. Le grenaillage ultrasonique à température cryogénique permet de diviser les paramètres Ra et Rz par des facteurs 2 pour le T50 et 4 pour le 5553. L'augmentation de la limite élastique à température cryogénique a permis de limiter le flux de matière lors de la déformation, et donc la rugosité. L'intégrité de la surface s'en retrouve alors fortement améliorée, il s'agit d'un avantage majeur du grenaillage à température cryogénique. La mesure de dureté Vickers s'est faite directement sur la surface à l'aide d'une charge de 500 g. Le grenaillage ultrasonique à température ambiante permet d'augmenter fortement la dureté en surface. L'augmentation est de 50 % pour le T50 grâce à l'affinement de la microstructure contre seulement 17% pour le 5553 dans les mêmes conditions de traitement. Le faible affinement de la microstructure en surface pourrait expliquer l'augmentation relativement faible du 5553. Dans le cas du T50, la température cryogénique a réduit fortement les phénomènes de restauration et de recristallisation dynamique et a ainsi provoqué une amélioration de la dureté. Pour le 5553, l'augmentation de la dureté est plus

discutable au vu des écarts-types, mais elle pourrait s'expliquer par une réduction de la mobilité des dislocations lors du traitement, cela peut entraîner une plus grande densité de dislocations à la surface après grenaillage ultrasonique. De plus amples essais seraient nécessaires pour obtenir une idée plus précise de ces phénomènes.

2.1.3.2 Les aluminiums

Deux types d'échantillons en 2024 seront utilisés et proviennent de deux sources différentes. Les compositions chimiques de chaque type d'échantillon sont fournies dans le tableau 2.2. La matière est achetée dans les deux cas sous forme de longues barres de diamètre 30 mm ou 20 mm. Les barres ont été débitées, celles de 30 mm pour les échantillons plats (10 mm d'épaisseur) et celles de 20 mm pour les échantillons cylindriques. Les échantillons plats traités par SMAT pendant 10 min servent pour les essais de tribologie et les essais préliminaires de caractérisation pour choisir les traitements à tester dans les essais de fatigue.

Tableau 2.2 Composition chimique de l'alliage 2024 étudié (% massique)

Éléments (% massique)	Cu	Mg	Mn	Fe	Si	Ti	Cr	Zn	Al
échantillons plats	4.25	1.30	0.73	0.18	0.09	0.01	0.06	0.02	reste
échantillons cylindriques	4.3	1.30	0.70	0.16	0.1	0.01	0.05	0.03	reste

Les échantillons de 7075 sont uniquement sous la forme d'échantillons cylindriques utilisables pour les essais de fatigue. Leur composition chimique est indiquée dans le tableau 2.3.

Tableau 2.3 Composition chimique de l'alliage 7075 étudié (% massique)

Éléments (% massique)	Zn	Mg	Cu	Cr	Fe	Si	Mn	Ti	Al
échantillons cylindriques	5.67	2.45	1.64	0.19	0.32	0.19	0.12	0.08	reste

Les duretés et rugosités ont été mesurées sur les échantillons plats en 2024 après grenaillage ultrasonique à température ambiante et à température cryogénique pour les traitements S+A et A+S. Les profils de dureté en fonction de la profondeur depuis la surface sont présentés dans la Fig. 2.4 et les valeurs des paramètres de rugosité R_z et R_a sont fournis dans le tableau 2.4.

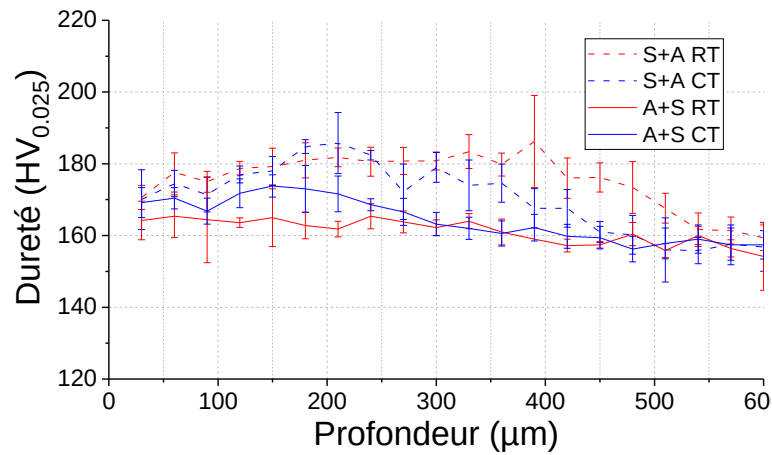


Figure 2.4 Profils de dureté en fonction de la profondeur mesurée sur les surfaces grenaillées des échantillons plats en 2024 pour les traitements avec grenaillage avant le revenu (S+A) ou après le revenu (A+S), et pour un grenaillage soit à température ambiante (RT) soit à température cryogénique (CT)

Tableau 2.4 Valeurs caractéristiques de la rugosité Ra et Rz mesurées sur les surfaces en 2024 traitées par grenaillage ultrasonique à température ambiante et cryogénique avant (S+A) ou après (A+S) le revenu de précipitation

Traitement	Ra (μm)	Rz (μm)
S+A RT	$4,44 \pm 0,32$	$29,32 \pm 3,66$
S+A CT	$3,82 \pm 0,30$	$28,75 \pm 5,01$
A+S RT	$4,39 \pm 0,40$	$30,22 \pm 1,59$
A+S CT	$3,25 \pm 0,23$	$23,53 \pm 2,89$

Sur la Fig. 2.4, l'alliage 2024 semble peu renforcé par le traitement A+S, aussi bien à température ambiante qu'à température cryogénique, l'augmentation de dureté n'est que de 10 à 15 HV. La dureté retombe à la valeur à cœur pour une profondeur de l'ordre de 400 μm . En revanche, le traitement S+A semble avoir un effet beaucoup plus notable. La courbe de dureté décrit un plateau avec une augmentation de l'ordre de 20 HV jusqu'à une profondeur de 400 μm pour le traitement à température ambiante et 300 μm pour celui à température cryogénique. Les profils retombent progressivement à la dureté initiale pour des profondeurs respectives de 550 μm et 500 μm , respectivement. Ces essais permettent de constater que la dureté obtenue par un

grenaillage ultrasonique à température cryogénique sera dans l'ensemble équivalente au niveau de la surface et baissera plus rapidement avec la profondeur.

Sur le tableau 2.4, les traitements à température cryogénique semblent réduire légèrement la rugosité à la surface par rapport au traitement à température ambiante. En revanche, il ne semble pas y avoir de différence significative au niveau de l'état de surface entre les traitements S+A et A+S à température ambiante.

2.2 Effet sur la tribologie

Cette section se concentre sur les résultats préliminaires et les attentes en termes de tribologie pour les titanes et les aluminiums. Une explication des choix derrière la rédaction du premier article sera fournie.

Cas des titanes

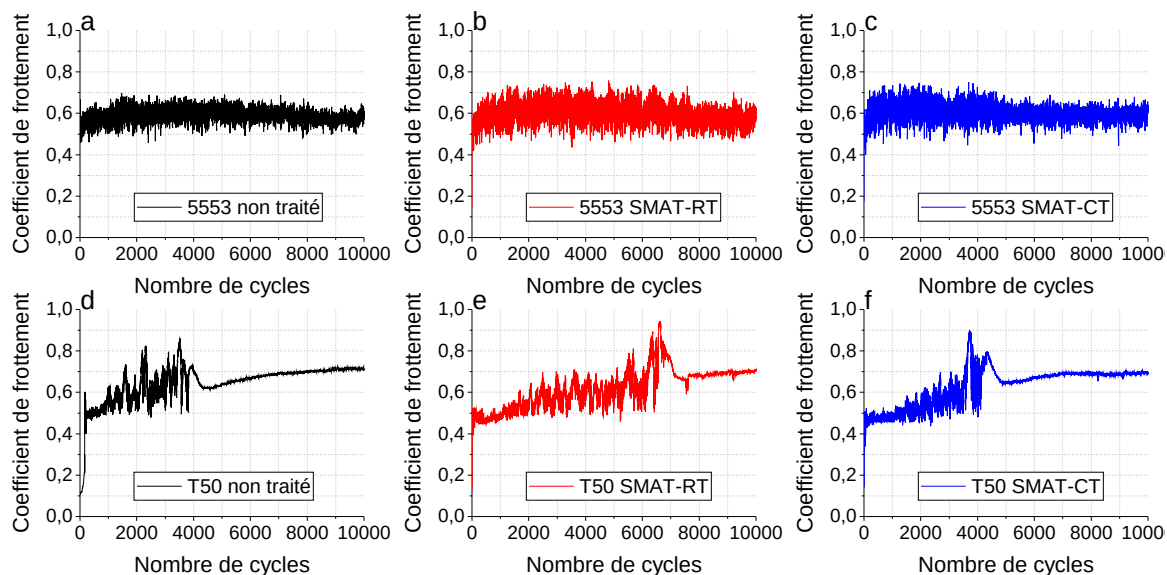


Figure 2.5 Évolution du coefficient de frottement en fonction du nombre de cycles sur les surfaces en 5553 (a, b et c) et en T50 (d, e et f) sans grenaillage (noir), avec un grenaillage à température ambiante (rouge) et à température cryogénique (bleu)

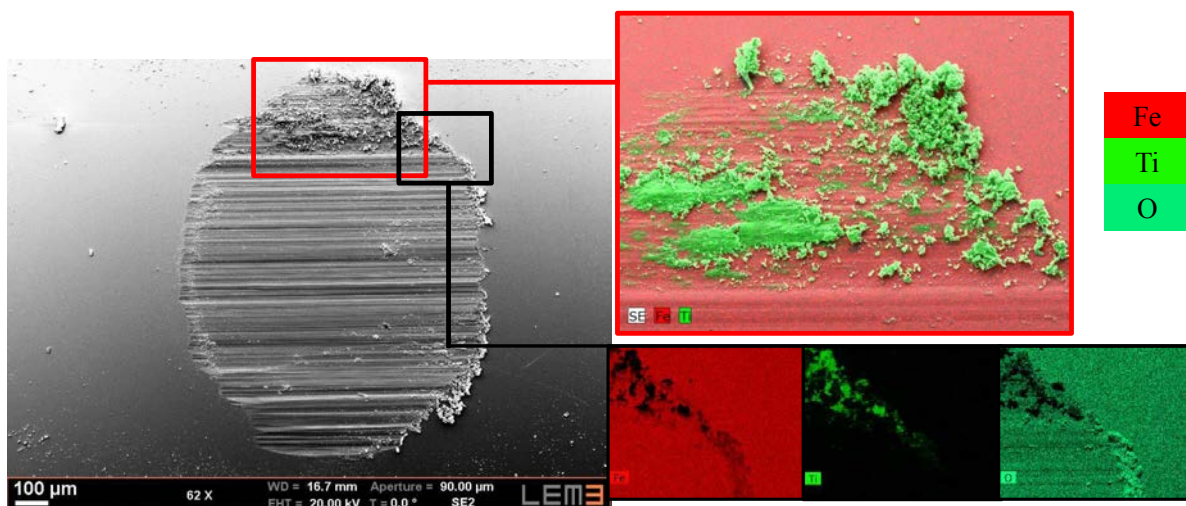


Figure 2.6 Image MEB de la zone usée sur la bille (a) avec analyses EDS de la chimie à la surface pour les éléments Fe et Ti dans le cadre rouge (b) et séparément pour les éléments Fe (c), Ti (d) et O (e) dans le cadre noir.

Les essais de frottement bille-plan ont été réalisés sur les deux alliages de titane. Les évolutions des coefficients de frottement mesurés en fonction du nombre de cycles sont reportées dans la Fig. 2.5 pour les différentes conditions de surface. Les courbes mesurées sur le 5553 sont très similaires, qu'il soit grenaillé ou non. Elles présentent un régime stationnaire autour de $\mu \simeq 0,6$ malgré un bruit important. En revanche, de très grandes variations sont visibles sur les courbes mesurées sur le T50. Le coefficient de frottement peut varier de 0,5 à 0,95 à certains moments avant d'atteindre un régime stationnaire sur la dernière partie de l'essai. Ces grandes instabilités ont un caractère aléatoire puisque de nouveaux essais réalisés dans les mêmes conditions ne les feront pas apparaître aux mêmes nombres de cycles. Cependant, l'état de surface semble jouer un rôle étant donné que les instabilités apparaissent et se terminent beaucoup plus vite pour le T50 non grenaillé.

L'usure lors des essais de frottement a également été mesurée. Pour le 5553, le grenaillage ultrasonique a permis de réduire légèrement le volume d'usure. Il s'agit d'un comportement conforme à l'équation d'Archard. À l'inverse, l'usure du T50 est plus que doublée avec l'emploi du grenaillage ultrasonique comparée à une surface non traitée. Bien que d'après la littérature, le grenaillage ultrasonique ne permette pas forcément une amélioration de la résistance à l'usure

comme le prévoit Archard (Sun, 2013), cette augmentation de l'usure est bien au-delà de ce qui devrait pouvoir être attendu.

De plus, des observations ont montré que la surface de la bille en acier qui a frotté contre le T50 présente une usure anormalement importante. Ces marques d'usures sont visibles sur l'image MEB dans la Fig. 2.6. La dureté de la bille en acier a été mesurée à 840 HV, plusieurs fois au-dessus des duretés des surfaces en T50 (tableau 2.1). Dans ces conditions, la seule surface qu'il devrait être possible d'user est celle en T50. Des marques nettement identifiables sur la bille en acier permettent d'affirmer que le mécanisme d'abrasion est responsable de l'usure de cette surface. De plus, une analyse chimique a été réalisée et est présentée dans la Fig. 2.6. Des débris en titane sont visibles à certains endroits sur la surface de la bille (en vert clair). Ils forment une couche de transfert sur les bords de la zone usée les plus éloignés du centre de la trace (rectangle rouge). Cependant, la présence d'oxydes de fer a été notée sur le bord de la zone usée, à un endroit plus proche du centre de la trace (rectangle noir). L'observation des billes frottant sur les surfaces en 5553 ne dévoile aucune usure anormale et la couche de transfert en titane couvre toute la surface de contact de la bille.

Cas des aluminiums

Des essais de frottement ont également été réalisés sur les échantillons plats d'aluminiums ayant subi les différents types de traitements déjà mentionnés : le grenaillage ultrasonique avant ou après le revenu de précipitation avec un grenaillage à température ambiante ou cryogénique. Les courbes montrant l'évolution du coefficient de frottement en fonction du nombre de cycles sont présentées dans la Fig. 2.7 avec les profils des traces d'usure mesurées. Les variations des coefficients de frottement sont extrêmement similaires pour toutes les conditions de surface testées. Le coefficient est élevé en début d'essai, mais diminue rapidement vers un état d'équilibre entre 0,4 et 0,5 jusqu'à la fin de l'essai. Des observations de la bille n'ont pas non plus révélé de comportement particulier. D'autre part, les profils des traces ne présentent pas de différences significatives les unes avec les autres. Ils tendent à confirmer les résultats déjà présentés dans

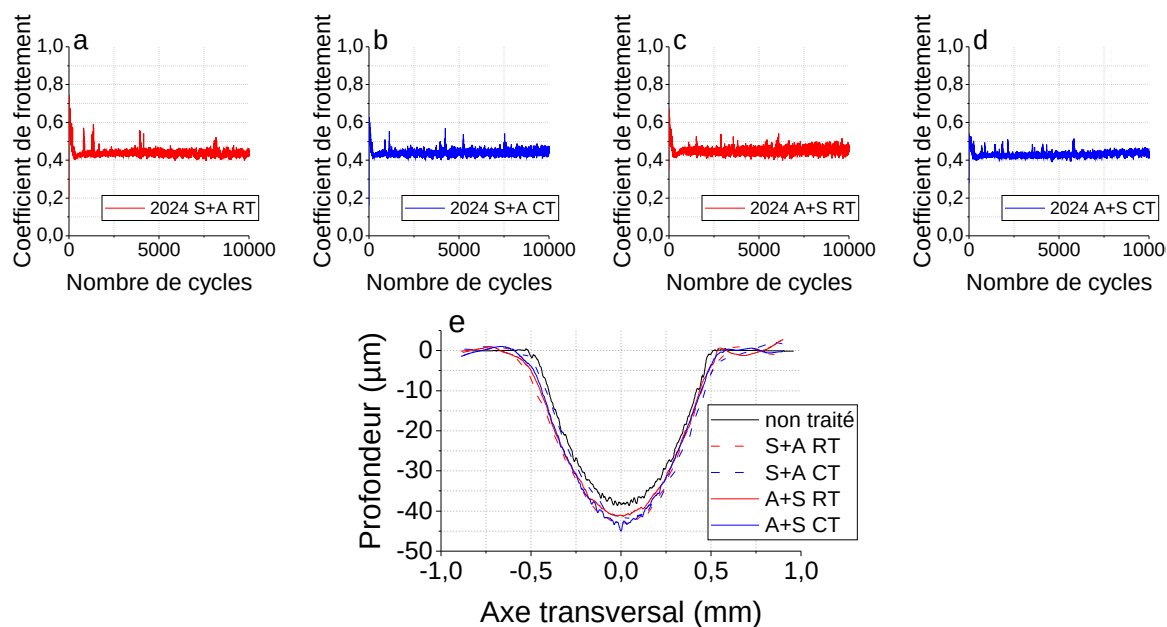


Figure 2.7 Évolution des coefficients de frottement en fonction du nombre de cycles pour toutes les conditions de surface (S+A pour le grenaillage avant le revenu et A+S pour le grenaillage après le revenu) sur les échantillons plats en 2024 (a, b, c et d), et profils des traces d'usure (e) sur les surfaces grenaillées en 2024 pour les mêmes traitements et sans grenaillage

la littérature ne montrant pas d'influence importante du grenaillage ultrasonique en termes de résistance à l'usure.

Au vu des ces résultats, le comportement tribologique des surfaces en aluminium après grenaillage ultrasonique semble présenter peu d'intérêt et n'a pas donné lieu à d'études supplémentaires.

2.3 Effet sur la fatigue rotative

L'essai de flexion rotative quatre points qui sera utilisé lors de la caractérisation de la résistance en fatigue a été présenté dans la partie 1.3.3. Ce type de sollicitation accentue fortement les contraintes appliquées à la surface. L'intégrité de surface devient alors un paramètre d'importance majeure.

Pour les titanes, le T50 ne présente pas de spécificité microstructurale qui aurait pu avoir un impact sur la propagation des fissures, en dehors de l'affinement de la microstructure. Le choix s'est donc porté uniquement sur le 5553 pour explorer l'influence de la transformation martensitique et de la formation des KB sur la propagation des fissures lors de la fatigue. De plus, le grenaillage ultrasonique à température cryogénique sur le 5553 permet une réduction de la rugosité des surfaces traitées par un facteur quatre par rapport aux surfaces traitées à température ambiante 2.1. Au vu des particularités de l'essai de flexion quatre points, ce changement devrait avoir une importance significative sur la résistance en fatigue. La déformation à température cryogénique permet également de faciliter la transformation martensitique et ainsi augmenter l'impact de cette phase sur la résistance en fatigue des échantillons traités.

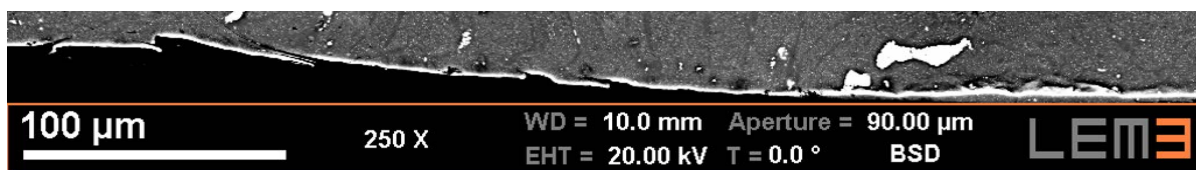


Figure 2.8 Image MEB à la surface de la section transverse de l'alliage 2024 après grenaillage ultrasonique (partie supérieure de l'image)

En ce qui concerne les aluminiums, la résistance en fatigue des deux alliages sera testée. La différence significative en termes de sensibilité à l'entaille et de vitesse de propagation des fissures entre les deux alliages (section 1.5.2) devrait permettre de se rendre compte à quel point ce paramètre est important pour l'amélioration de la résistance en fatigue grâce au grenaillage ultrasonique. Il pourrait conduire à des recommandations ou à des mises en garde face à l'utilisation du grenaillage ultrasonique sur certains alliages. La Fig. 2.8 montre une image MEB d'une section transverse prise à la surface d'un échantillon de 2024 après grenaillage ultrasonique. Un grand nombre de défauts plus ou moins sévères est visible à la surface. La matière se replie même à certains endroits, causant une augmentation très significative de la concentration de contraintes à ces endroits, cela aura pour effet de faciliter grandement l'amorçage de fissures en surface. Des observations similaires ont pu être faite sur l'alliage 7075. Étant donné que le grenaillage ultrasonique à température cryogénique ne présente qu'une très faible réduction de la

rugosité et très peu d'impact en termes de dureté au niveau de la surface (Fig. 2.4), il ne semble pas pertinent de procéder à l'étude de cette condition de traitement. En revanche, il est beaucoup plus intéressant de se concentrer sur la comparaison des effets du grenaillage ultrasonique s'il intervient avant ou après le revenu de précipitation. Dans ces conditions, plusieurs effets peuvent avoir un impact majeur sur la résistance en fatigue. Le revenu de précipitation après le grenaillage ultrasonique va provoquer une relaxation partielle des contraintes résiduelles, et donc réduire leur capacité à limiter la vitesse de propagation des fissures. De plus, il entrainera une restauration et une recristallisation qui pourrait réduire le durcissement structural du grenaillage ultrasonique. D'un autre côté, le revenu de précipitation après le grenaillage ultrasonique permet la formation de précipités particulièrement durcissantes à la surface, comme le montrent la Fig. 2.4, et cette augmentation de dureté semble plus profonde. Ces précipités pourraient jouer un rôle important pour limiter la plastification en bout de fissure et donc aider à réduire la vitesse de propagation des fissures. Il n'est pas alors trivial de savoir comment évoluerait la résistance en fatigue de ces deux traitements sans avoir réalisé les essais. Il a également été décidé d'étudier comment la résistance en fatigue était affectée par différents temps de grenaillage ultrasonique pour se rendre compte de l'impact de l'augmentation de la densité de défauts.

2.4 Objectifs des articles

Les trois articles qui suivent ont les objectifs suivants :

- Le premier traite dans le chapitre 3 de l'étude du comportement tribologique particulier qui a été observé. Il se caractérise par les fortes variations du coefficient de frottement du couple acier/titane et par l'usure anormale de la bille en acier. Une analyse approfondie de la formation des oxydes de titane et de fer permettra de comprendre et d'expliquer les mécanismes mis en jeu.
- Le second étudie l'impact de la transformation martensitique ainsi que de la formation des KB dans l'alliage de titane β -métastable 5553 sur la résistance en fatigue (chapitre 4). L'influence de la température de grenaillage ultrasonique sera également un point important

de l'étude puisqu'elle permet à la fois d'aider la transformation martensitique et de réduire la réduction de l'intégrité de surface.

- Le troisième s'intéresse à l'effet du grenaillage ultrasonique sur le comportement en fatigue dans les aluminiums (chapitre 5). L'emphase sera mise sur l'impact du grenaillage selon s'il est avant ou après le revenu de précipitation. Le revenu de précipitation provoque une relaxation partielle des contraintes résiduelles et des phénomènes de restauration et recristallisation, qui sont plutôt négatifs pour la résistance en fatigue. Cependant, la formation de précipités particulièrement durcissants est bénéfique pour la résistance en fatigue. De plus, l'étude de l'impact de l'intégrité de surface sur le comportement en fatigue est un enjeu important pour l'amélioration de cette propriété grâce au grenaillage ultrasonique, elle sera également abordée dans le cadre de cet article.

CHAPITRE 3

MÉCANISMES D'USURE DU TITANE DÉPENDANT DES OXYDES CONTRE UNE SURFACE EN ACIER : INFLUENCE DE LA SURFACE NANOSTRUCTURÉE SMAT

Pierre Maurel^{1,2,3}, Laurent Weiss¹, Philippe Bocher², Eric Fleury^{1,2}, Thierry Grosdidier^{1,2,*}

¹ Université de Lorraine, Laboratoire LEM 3, UMR CNRS 7239,
7 Rue Félix Savart, 57073 Metz, France

² Laboratoire d'Optimisation des Procédés de Fabrication Avancés (LOPFA), École de
Technologie Supérieure,

1100 Notre-Dame Ouest, Montréal, Québec, Canada H3C 1K3

³ LABoratoire d'EXcellence "Design of Alloy Metals for low-mAss Structures"
(LABEX-DAMAS),
7 rue Félix Savart, 57073 Metz, France

Article publié dans le journal « Wear » en mai 2019.

Résumé

L'analyse du comportement tribologique d'une bille d'acier sur du titane pur a été réalisée sous mouvement alternatif sur une surface de Ti à gros grains et sur son dérivé nanostructuré obtenu par grenaillage ultrasonique (SMAT). Pendant toute la durée du test de tribologie, les variations du comportement de friction ont été interprétées comme une séquence en trois stades de différents mécanismes d'usure qui ont été contrôlés par la formation successive, due à une élévation thermique, d'oxydes riches en Ti et en Fe. Les nanostructures de surface semblaient modifier la cinétique de formation des oxydes et retarder la formation d'une couche protectrice composée d'un troisième corps d'oxyde riche en fer sur la surface en titane. Les résultats indiquent que des observations apparemment contradictoires dans la littérature peuvent être expliquées en tenant compte de la contamination induite pendant le SMAT.

3.1 Introduction

Les microstructures nanostructurées fabriquées par des procédés de déformation plastique sévère (SPD) développent souvent des propriétés mécaniques améliorées telles que la résistance méca-

nique, la dureté et la résistance à la fatigue au prix d'une ductilité réduite (Estrin & Vinogradov, 2013 ; Lowe & Valiev, 2004 ; Ovid'ko, Valiev & Zhu, 2018). Parmi les procédés SPD existants, les méthodes les plus couramment appliquées pour produire des matériaux intégralement nanostructurés sont le "Equal Channel Angular Pressing" (ECAP) (Valiev & Langdon, 2006), le "High Pressure Torsion" (HPT) (Edalati & Horita, 2016), et le "Accumulative Roll Bonding" (Saito, Tsuji, Utsunomiya, Sakai & Hong, 1998). Ces méthodes peuvent être assez difficiles à mettre en œuvre, car elles nécessitent des charges élevées pour déformer les échantillons dans le volume et sont donc limitées à des tailles de pièces assez petites. Une approche intéressante consiste à concentrer la déformation sur la surface des matériaux dans le but de renforcer les endroits critiques où la plupart des dégradations apparaissent (fissures, rayures, corrosion, fatigue ...). Ainsi, plusieurs techniques ont été étudiées, et potentiellement employées pour des applications industrielles telles que le grenaillage de précontrainte (Miao, Demers, Larose, Perron & Lévesque, 2010), le "Laser Shock Peening" (Montross *et al.*, 2002) ou le "Burnishing" (Murthy & Kotiveerachari, 1981) ainsi que le traitement d'attrition mécanique ultrasonique de surface (SMAT) (Lu & Lu, 2004), également appelé grenaillage ultrasonique (USSP) (Tao *et al.*, 1999). Cette dernière technique consiste, au moyen d'une surface vibrante, à propulser des billes qui frappent la surface de l'échantillon avec différents angles d'incidence. Dans le but d'améliorer les propriétés mécaniques de la surface, ce traitement a été appliqué sur le Cu (Liu, Wu, Wu, Gao, Zhu, Lu & Lu, 2016), le Mg (Liu *et al.*, 2015a ; Xia *et al.*, 2016), les alliages d'Al (Pandey *et al.*, 2017), aciers (Chen, Ruan, Wang, Chan, Wang, Li & Lu, 2011 ; Novelli, Fundenberger, Bocher & Grosdidier, 2016 ; Novelli, Bocher & Grosdidier, 2018 ; Samih *et al.*, 2013 ; Sun, 2013) et Ti (Alikhani Chamgordani, Miresmaeili & Aliofkhazraei, 2018 ; Zhu *et al.*, 2004) pour introduire un gradient de déformation à la surface supérieure. Le comportement de déformation du titane commercialement pur après SMAT a été décrit en détail par Zhu *et al.* (Zhu *et al.*, 2004).

Les propriétés tribologiques des alliages nanostructurés obtenus par déformation plastique sévère ont été testées sur les aciers (Sun, 2013), Ti (Alikhani Chamgordani *et al.*, 2018 ; La *et al.*, 2005), Al-Al₂O₃ (Edalati *et al.*, 2014) et Mg (Liu *et al.*, 2015a ; Xia *et al.*, 2016). Toutefois, aucune

tendance générale n'a pu être dégagée pour comprendre l'impact du SMAT sur la résistance à l'usure de divers alliages traités (Liu *et al.*, 2015a ; Sun, 2013 ; Xia *et al.*, 2016). En effet, certains résultats étaient apparemment contradictoires tant pour les aciers que pour les alliages de Mg. Par exemple, pour des conditions de SMAT et de frottement très similaires, certains auteurs ont noté une réduction du volume d'usure pour l'alliage de magnésium AZ31 (Xia *et al.*, 2016) alors que pour le Mg-6Gd-3Y-0.5Zr les auteurs ont observé une augmentation du volume d'usure (Liu *et al.*, 2015a). Sur les aciers, Sun (Sun, 2013) a expliqué certaines incohérences en tenant compte de la forte sévérité du contact non lubrifié et du durcissement déjà subi par les échantillons traités par SMAT. Cet auteur a également noté une amélioration significative de la résistance à l'usure pour le contact lubrifié (Sun, 2013) alors que la déformation plastique était prédominante. Ainsi, la dureté plus élevée des échantillons traités par SMAT a eu tendance à empêcher la déformation plastique locale de la surface qui, à son tour, a augmenté de manière significative la résistance à l'usure (Sun, 2013). Le Ti a également été étudié. Alikhani Chamgordani *et al.* (Alikhani Chamgordani *et al.*, 2018) ont observé une réduction significative du volume d'usure pour les échantillons de titane commercialement pur traités par SMAT à basse fréquence pendant plusieurs heures. Les tests ont été effectués à une vitesse relativement élevée de 230 mm/s avec une charge de 3 N et une distance de glissement totale de 275 m. Wen *et al.* ont également noté une réduction du volume d'usure pour des tests effectués à 50 mm/s avec des charges de 1, 2 et 5 N sur du titane commercialement pur traité par SMAT sur une distance de glissement totale limitée à 30 m.

L'objectif de ce travail est d'acquérir de nouvelles connaissances sur les propriétés tribologiques du titane et d'étudier en détail le potentiel du titane commercialement pur par SMAT à température ambiante, sans lubrification et à une vitesse de glissement relativement faible. Ainsi, par rapport aux travaux précédents (Alikhani Chamgordani *et al.*, 2018 ; Wen, Wen, Hodgson & Li, 2012), cet article propose une compréhension approfondie des mécanismes d'usure et de leur origine pour le contact titane-acier par la détermination de la nature des oxydes formés, où et quand ils sont apparus, ainsi que comment ils ont affecté le frottement. Les applications industrielles potentielles de ce contact titane-acier sont la fabrication de pièces en acier lorsque des patins

en titane sont utilisés pour guider la pièce pendant le traitement ainsi que pour les applications aéronautiques où le titane est largement utilisé.

3.2 Méthodologie

3.2.1 Matériaux and traitements

Un titane T50A commercialement pur - généralement utilisé dans des applications aérospatiales - d'une taille de grain initiale moyenne ASTM de 5,5 à 6 (de 40 à 48 μm) a été acheté à la société TIMET (France). La composition chimique de cet alliage était de [% massique] : Fe 0,02, C 0,005, O 0,16, N 0,002 et Ti (reste). Des échantillons de 10 mm d'épaisseur ont été découpés dans une barre de 30 mm de diamètre, puis successivement polis avec des papiers SiC de grains 320 à 2 000 avant les traitements SMAT.

Ce T50A a fait l'objet d'une étude dans deux conditions différentes :

- (i) Les échantillons initiaux à gros grains après la procédure de polissage jusqu'au papier 2 000
- (ii) Les échantillons polis par cette procédure, puis traités par grenaillage ultrasonique (SMAT)

Pour réaliser le grenaillage ultrasonique, les échantillons ont été traités à l'aide d'un appareil vibrant Stresssonic en titane commercialisé par SONATS (SON) ; dans une chambre de traitement développée par Novelli et al. (Novelli *et al.*, 2016). Les échantillons ont été traités pendant 10 minutes à une distance de 20 mm de la partie vibrante, qui a été mise en mouvement à une fréquence de 20 kHz pour une amplitude de 60 μm . La même quantité de billes d'acier AISI 52100 de 2 mm de diamètre, couvrant environ 20 % de la zone vibrante, a été utilisée pour chaque traitement.

3.2.2 Tests tribologiques

Les tests de tribologie ont été effectués avec un tribomètre Anton-Paar TRB3 bille sur disque. Le tribomètre a été utilisé dans sa configuration linéaire avec pour contreface une bille en acier AISI 52100 de 6 mm de diamètre et d'une dureté de 840 HV. Les surfaces des échantillons ont été nettoyées par ultrasons avec de l'acétone et de l'éthanol avant les tests de tribologie afin d'éliminer toute huile ou particule qui pourrait affecter les tests de frottement. Une charge de 2 N a été appliquée sur une longueur linéaire de 10 mm pour une fréquence de 0,5 Hz. La vitesse de glissement suit une variation sinusoïdale avec un maximum de 16 mm/s atteint au milieu de la longueur de la trace. La fréquence d'acquisition était de 50 Hz. Une longueur de 6 mm située au centre de la trace de 10 mm de long a été déterminée comme étant la zone d'intérêt dans laquelle la vitesse de glissement était toujours supérieure à 10 mm/s. Les valeurs du coefficient de frottement indiquées dans le présent travail sont les valeurs moyennes acquises sur cette zone d'intérêt de 6 mm de long. Les essais de glissement ont été effectués à température ambiante sous air ambiant avec une humidité relative variant de 30 % à 50 %. Pour chaque condition, cinq échantillons ont été préparés et testés (10 000 cycles pour chaque condition correspondant à une distance de glissement totale de 200 m). Tous ces tests ont été effectués selon la même procédure en utilisant un seul ensemble de paramètres. Afin de comprendre comment les comportements tribologiques et d'usure ont varié pendant les tests de frottement, une deuxième série de tests a été arrêtée après 2 000 cycles (40 m) pour chaque condition d'échantillon et une troisième série a été arrêtée à 1 500 cycles (30 m) pour la surface SMATée uniquement. Les débris sur les surfaces testées ont été collectés après le test de tribologie, fixés sur des pastilles de carbone, et caractérisés en termes de taille, de composition chimique et de morphologie.

3.2.3 Microstructure and caractérisation de l'usure

Des mesures de microdureté de surface ont été effectuées sur la surface supérieure avec une charge de 500 gf et répétées 5 fois systématiquement. La rugosité de la surface a été mesurée avec une moyenne de 6 mesures à l'aide d'un profilomètre de surface à stylet. Les topologies des traces et des contrefaces des billes ont été étudiées par microscopie confocale à l'aide d'un

appareil Olympus LEXT4100 et par microscopie à variation de focalisation à l'aide d'un appareil Alicona Infinite Focus.

Les observations des sections transverses ont été faites par microscopie électronique à balayage (MEB) après polissage miroir avec une pâte de diamant et une suspension de silice colloïdale. Les analyses de la microstructure de la section transversale ainsi que les observations des traces, des débris d'usure et de l'aspect des dégradations de la surface des billes d'acier après les tests de tribologie ont été effectuées par MEB à l'aide d'un appareil ZEISS Supra 40. Les cartographies de la composition chimique ont été obtenues dans ce microscope par spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (SDE) en utilisant un appareil Bruker XFlash 6|60.

La spectroscopie Raman a été réalisée avec un appareil Raman HR Évolution de Horiba, utilisant un laser Oxxius de 532 nm. Les mesures ont été acquises avec une puissance de 4 mW, un grossissement de 500x et un temps d'acquisition de 10 s. La gamme spectrale d'intérêt est de 150 cm^{-1} à 800 cm^{-1} . Les cartographies Raman ont été acquises avec un pas de $20\text{ }\mu\text{m}$ dans la direction perpendiculaire à la direction de glissement et un pas de $50\text{ }\mu\text{m}$ dans la même direction que le glissement. Des grilles de 300 lignes/mm et de 1800 lignes/mm ont été utilisées. Les pics Raman pour les oxydes de titane et de fer sont disponibles dans la littérature : TiO_2 -anatase présente des pics à **144**, 198, 320, **397**, 516, **639**, 695 et 795 cm^{-1} , TiO_2 -rutile à 143, 235, 273, 320, 357, **449**, **610**, 832 cm^{-1} (Tompsett, Bowmaker, Cooney, Metson, Rodgers & Seakins, 1995), Fe_2O_3 -maghémite à 265, 300, 345, 395, 515, **645**, **670** et **715** cm^{-1} , et Fe_2O_3 -hématite à **225**, 245, **295**, **415**, 500 et 615 cm^{-1} (Oblonsky & Devine, 1995). Les pics écrits en caractères gras sont les modes de haute intensité : ce sont les pics les plus intenses attendus dans les spectres.

3.3 Résultats

3.3.1 Modifications par SMAT

Une analyse MEB d'une coupe transversale d'un échantillon SMATé est donnée dans la Fig. 3.1. La surface supérieure de la section transversale de la Fig. 3.1a, prise à faible grossissement, montre un gradient de microstructure : les gros grains sont visibles en bas, vers le centre de l'échantillon, et les plus petits à la surface jusqu'à une profondeur d'environ 100 μm . La courbure de la surface supérieure, avec une vallée peu profonde, est due à un impact de bille survenu lors du processus SMAT. Conformément à plusieurs études antérieures sur les surfaces SMAT, et en particulier à des études menées sur du Ti (Alikhani Chamgordani *et al.*, 2018 ; Wen *et al.*, 2012 ; Zhu *et al.*, 2004) commercialement pur, une couche contenant des grains de taille inférieure au micromètre ou même nanométrique est détectée à la surface supérieure à quelques dizaines de μm près. Dans notre cas, ces grains submicrométriques - comme l'illustre l'image à fort grossissement Fig. 3.1b - ont été révélés sur une épaisseur d'environ 30 μm . Cette couche de grains submicrométriques de 30 μm d'épaisseur correspond à la région mécaniquement chargée lors des tests de tribologie. Ceci est cohérent avec le travail de pionnier de Zhu et al. sur le titane commercialement pur (Zhu *et al.*, 2004). Ce n'est qu'à environ 100 μm sous la surface que sont visibles les grains initiaux qui contiennent les marques de déformation plastique.

Le SMAT a augmenté la dureté de l'extrême surface d'environ 50 %, comme le montrent les données du tableau 3.1. Le tableau 3.1 donne également la rugosité de surface sous la forme de R_a (écart moyen arithmétique du profil) et R_z (moyenne des hauteurs entre les cinq pics les plus élevés et les vallées les plus basses). Le SMAT a multiplié par 20 les valeurs de R_a et R_z par rapport aux surfaces initialement polies. Il est intéressant de souligner ici que la valeur R_z est comparable à la profondeur typique des traces d'usure mesurée après les tests de tribologie dans plusieurs autres études (Alikhani Chamgordani *et al.*, 2018 ; Wen *et al.*, 2012). Comme il sera indiqué dans la section 3.4.2, cela a potentiellement un effet sur les écarts du volume d'usure enregistré pour les surfaces SMATées. Enfin, le tableau 3.1 donne les pertes de volume

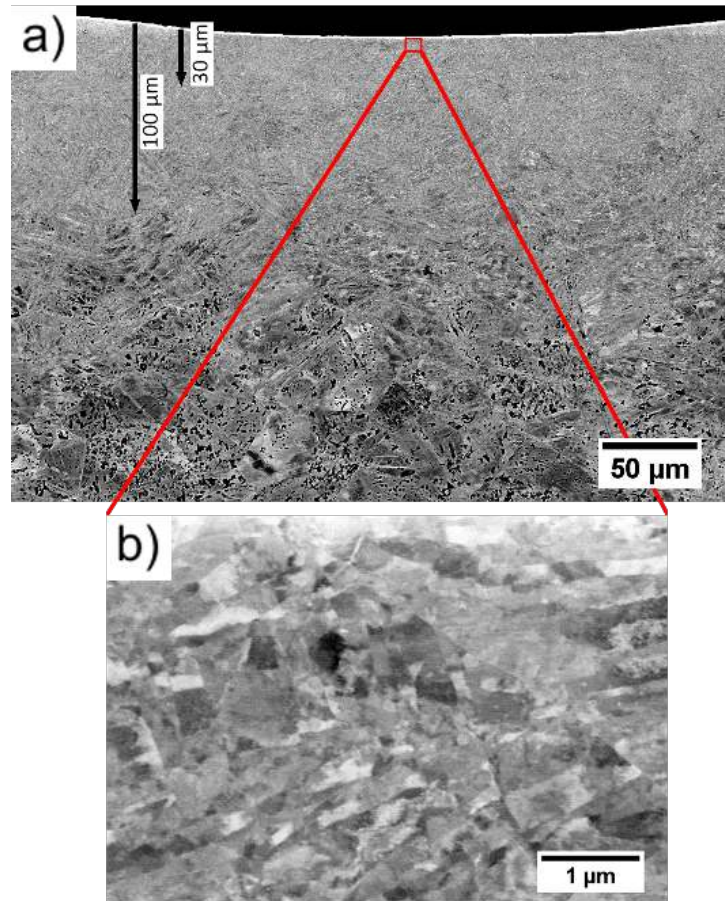


Figure 3.1 Observation MEB de la microstructure de la section transverse d'un échantillon SMATé (a) avec une image à plus fort grandissement de la surface (b)

mesurées après 10 000 cycles d'essais de glissement (200 m de distance totale de glissement). Ces résultats seront détaillés dans la partie 3.3.3.

Tableau 3.1 Dureté à la surface ($HV_{0.5}$), rugosité Ra (μm) et Rz (μm) pour la surface initiale et la surface SMATée. Perte de volume moyenne après 10 000 cycles de tests tribologiques. Toutes les valeurs sont données avec leurs écarts-types.

Echantillons	Avant frottement			Après frottement
	Dureté en surface ($HV_{0.5}$)	$Ra(\mu m)$	$Rz (\mu m)$	Perte de volume (mm^3)
Initial	188 ± 5	0.13 ± 0.01	1.11 ± 0.33	0.0357 ± 0.0057
SMAT	282 ± 6	2.78 ± 0.04	20.19 ± 1.87	0.0699 ± 0.0232

3.3.2 Comportement en frottement

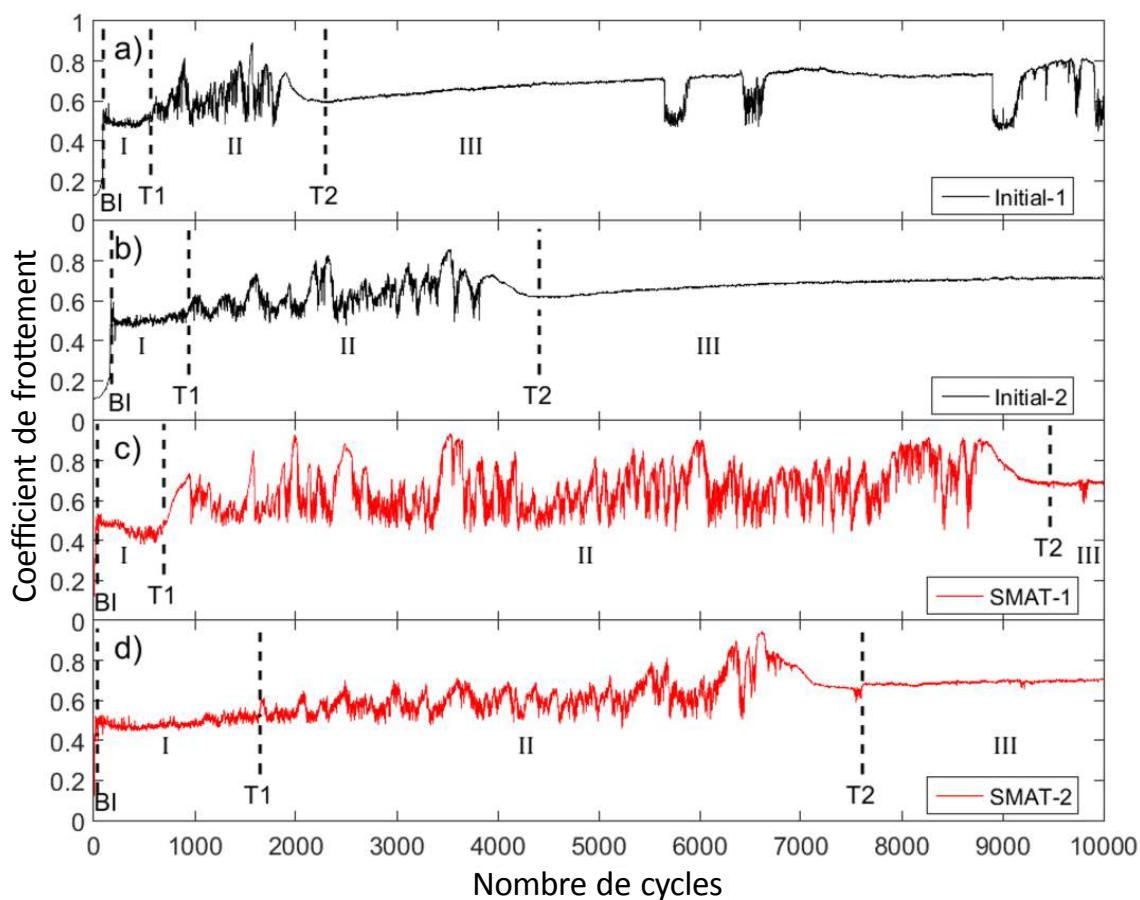


Figure 3.2 Évolution du comportement du frottement pour les échantillons initiaux (a et b) et SMATés (c et d), 3 stades successifs indiqués par I, II et III séparées par T1 et T2 sont représentés. Durée de rodage également indiquée avec BI.

La Fig. 3.2 montre les évolutions typiques du coefficient de frottement en fonction du nombre de cycles enregistrés sur des échantillons à l'état initial (Figs. 3.2a et 3.2b) ainsi qu'après SMAT (Figs. 3.2c et 3.2d). Tous les tests ont fait apparaître des tendances similaires pour l'évolution générale du coefficient de frottement. Au cours des premières dizaines de cycles, le coefficient de frottement augmente fortement pendant une période initiale de rodage (BI pour Break-in), cette période est suivie d'un régime d'équilibre avec une valeur du coefficient de frottement atteignant 0,5. Cette étape (appelée ci-après "stade I") est suivie par l'apparition d'irrégularités importantes

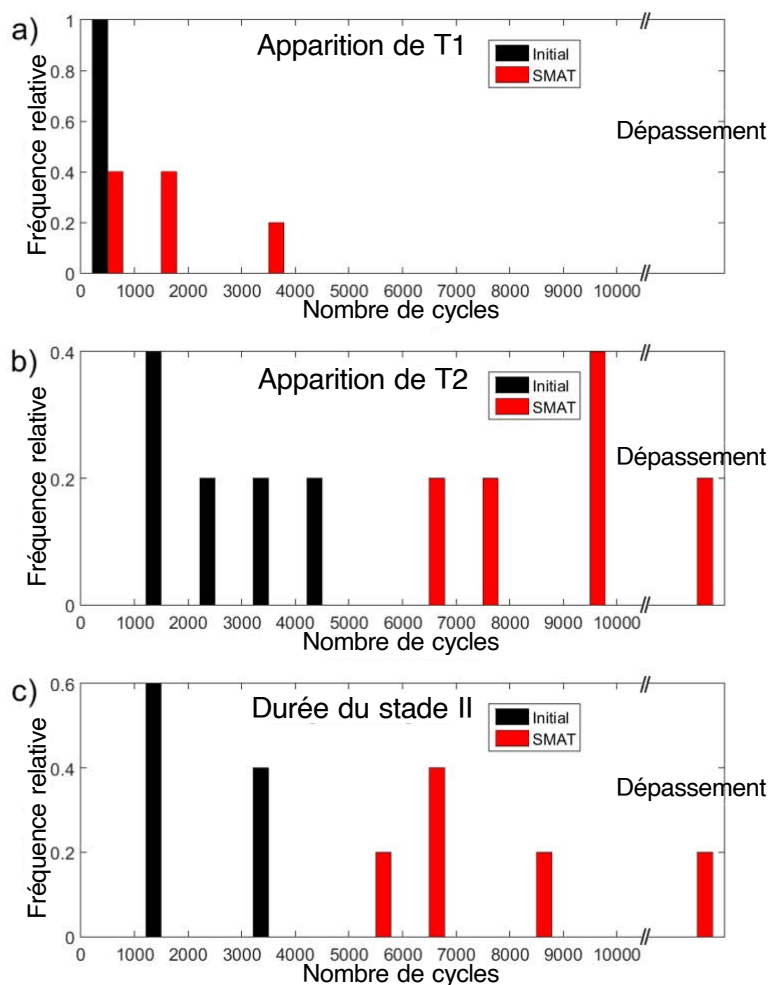


Figure 3.3 Histogrammes des temps caractéristiques T1 (a) et T2 (b) et histogramme de la durée du stade II (c) avec une largeur des intervalles de 1 000 cycles pour cinq essais de frottement de 10 000 cycles sur chaque condition de surface

perturbant la stabilité, c'est le stade II. L'apparition d'irrégularités se poursuit jusqu'à ce qu'un autre régime d'équilibre (stade III) soit atteint. Le coefficient de frottement augmente légèrement vers des valeurs d'environ 0,6 à 0,7. Pour un type d'échantillons donné, quelques écarts ont été enregistrés dans le nombre de cycles où ces changements successifs se produisaient. Cependant, les analyses de cinq échantillons testés pour chaque régime (initialement polis ou SMATés) ont montré des tendances claires dans l'occurrence de la transition T1 entre le stade I et le stade II et de la transition T2 entre le stade II et le stade III, ainsi que pour la durée du stade II. Ceci

est illustré dans la Fig. 3.3 sous la forme d'histogrammes ayant une largeur d'intervalle égale à 1 000 cycles. Comme l'illustre la Fig. 3.3a, la transition T1 s'est toujours produite avant 1 000 cycles pour les échantillons initiaux. Comparativement, les échantillons SMATés ont révélé une plus grande variabilité dans l'apparition des instabilités. Pour les échantillons initiaux, la durée de la phase II a également toujours été plus courte que celle enregistrée pour les échantillons SMATés (Fig. 3.3c). En conséquence, le nombre de cycles pour atteindre T2 était également plus court pour les échantillons initialement polis. Il est également intéressant de noter que la fin du régime instable (stade II) n'a pas pu être atteinte pour l'une des expériences de glissement effectuées sur la surface SMATée.

3.3.3 Profils d'usure and volumes d'usure

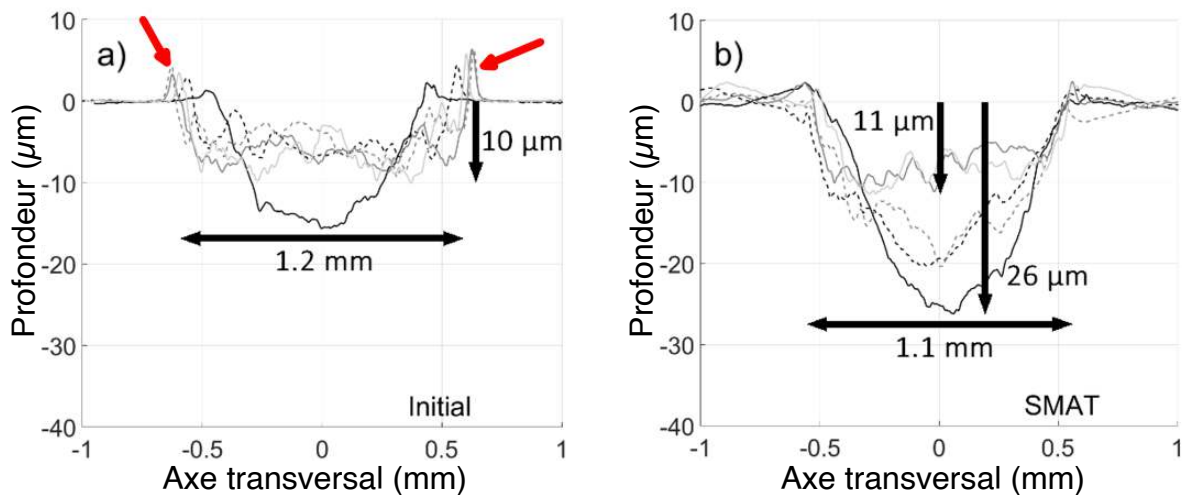


Figure 3.4 Profils d'usure moyens de cinq essais de frottement contre les surfaces initiales (a) et SMATées (b) sur les 6 mm centraux de la trace pour un seul ensemble de paramètres et le même nombre de cycles (10 000)

Les profils transversaux de cinq traces usées ont été enregistrés avec le même ensemble de paramètres de glissement (charge, fréquence ...) et le même nombre de cycles (10 000 cycles) pour chacun des deux types de surfaces. Chaque profil d'usure affiché sur la Fig. 3.4 est une moyenne le long de l'axe longitudinal de la zone centrale d'intérêt de 6 mm obtenue à partir de l'analyse de la topographie 3D. Les profils montrent des traces d'environ 1,1 ou 1,2 mm de

large avec une profondeur variable, la profondeur maximale se situant vers le centre de la trace sur l'axe transversal. Dans la Fig. 3.4a, à l'exception d'un échantillon, les échantillons initiaux ont systématiquement révélé des profils d'usure similaires avec une variation de profondeur maximale inférieure à 10 μm . Les échantillons initiaux ont également révélé des bourrelets sur les côtés des traces (flèche rouge dans la Fig. 3.4a). En comparaison, les échantillons SMATés se caractérisaient par une plus grande variation de la profondeur maximale des traces, jusqu'à 26 μm . Il est également intéressant de noter l'absence globale de bourrelets sur les côtés des traces obtenues sur la surface SMATées.

Les tendances concernant la profondeur moyenne des traces sont confirmées par les pertes de volume moyennes affichées dans le tableau 3.1. Il est remarquable de noter que les échantillons initiaux ont un volume d'enlèvement de matière moitié moindre que celui des échantillons SMATés.

3.3.4 Observations sur l'usure des surfaces en titane

Les observations au MEB des traces d'usure sur les surfaces SMATées pour différentes durées de frottement, c'est-à-dire 1 500, 2 000 et 10 000 cycles, correspondant aux interruptions pendant les stades I, II et III, respectivement, sont présentées à la Fig. 3.5. Les traces ont une largeur d'environ 750 μm après 1 500 cycles et 2 000 cycles, la largeur passe à 1 mm pour 10 000 cycles. Les cartes SDE correspondantes de Fe sont présentées en transparence de rouge dans les Figs. 3.5a, 3.5b et 3.5d pour la zone d'intérêt. Les pics et les vallées (fléchés en rouge sur les Figs. 3.5a, 3.5b et 3.5c) dus au SMAT sont visibles des deux côtés des différentes traces, ce qui témoigne de l'augmentation de la rugosité. Dans la Fig. 3.5a, au cours du stade I, la trace présente des marques d'usure nettes dans le sens du glissement, provenant principalement du labourage de surface et du micro-découpage. Ces marques suggèrent un mécanisme d'usure abrasive dominant. Quelques aspérités ont également été observées dans la trace indiquant l'apparition d'une usure par adhérence. Cependant, la contribution de l'adhérence à l'usure totale semblait plutôt faible. Lors du stade II, des observations au MEB telles que celle de la Fig. 3.5b ont montré des marques d'usure abrasive le long de la direction de glissement similaires à

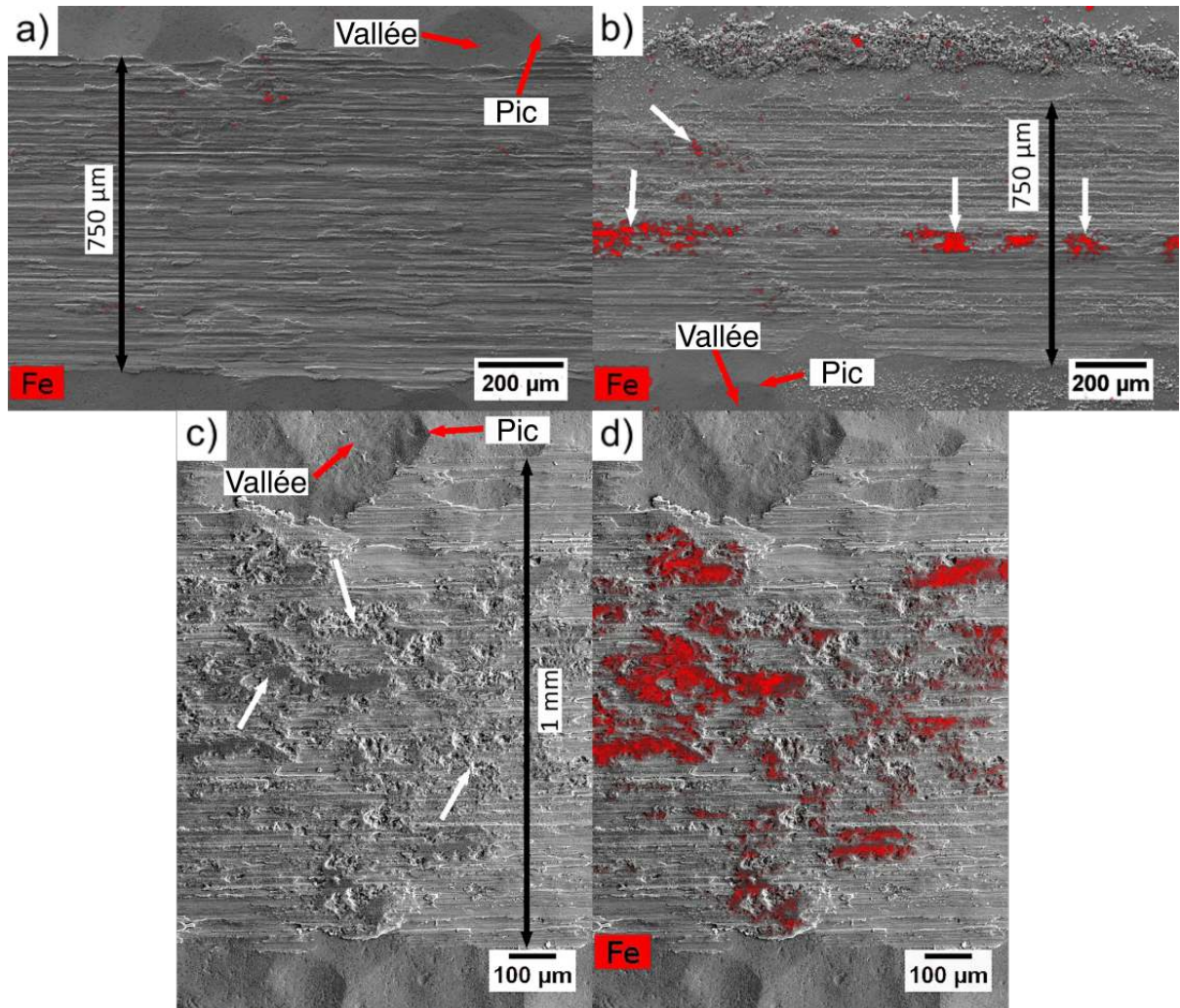


Figure 3.5 Images MEB de la trace d'usure après 1 500 cycles (a) et après 2 000 cycles (b) sur un échantillon SMATé arrêté respectivement pendant les phases I et II avec les carte SDE de Fe (rouge) en transparence. Image MEB de la trace d'usure après 10 000 cycles sur l'échantillon SMATé arrêté pendant la phase III (c) et la même image avec la carte SDE Fe (rouge) en transparence (d). Les flèches rouges indiquent les pics et les vallées de la surface à l'extérieur de la trace. Les flèches blanches indiquent les aspérités attribuées au mécanisme d'usure par adhésion

celles observées pour le stade I (Fig. 3.5a). Cependant, davantage d'irrégularités et d'aspérités, comme celles pointées par les flèches blanches de la figure, ont été révélées, indiquant une plus grande contribution de l'usure par adhésion pendant le stade II. Alors qu'aucun signe de Fe n'a été détecté par la cartographie SDE dans la zone observée sur la Fig. 3.5a, la carte SDE de la

Fig. 3.5b révèle la présence d'une fine bande discontinue de fer au centre même de la trace dans le sens du glissement. Il est intéressant de noter que la plupart des aspérités sont situées dans les zones riches en Fe, ce qui indique que le stade II est caractérisé par des transferts de métal de la bille d'acier sur la surface de Ti. Au stade III, la Fig. 3.5c illustre que les marques d'usure observées présentent une forte densité d'aspérités couvrant la majeure partie de la trace, indiquée par des flèches blanches. La comparaison entre l'image et la carte SDE dans les Figs. 3.5c et 3.5d montre que la plupart des aspérités sont observées en relation avec des zones riches en Fe. Ainsi, au cours du stade III, l'usure tribo-oxydante devient prédominante dans la trace et une grande couche de transfert riche en Fe s'est formée par l'usure de la bille d'acier. L'observation des traces d'usure dans les quelques régions exemptes de Fe a montré, une fois de plus, des marques d'usure abrasives dans le sens du glissement.

La Fig. 3.6 donne une analyse de la trace d'usure pendant le stade III (c'est-à-dire après 10 000 cycles) pour l'échantillon initialement poli. La partie centrale de la trace d'usure présente une topologie irrégulière avec des aspérités, comme le montre la Fig. 3.6a. La carte SDE associée, représentée en transparence de rouge dans la Fig. 3.6a, confirme que les domaines riches en Fe ont formé cette topologie irrégulière. La Fig. 3.6b montre une image à plus fort grossissement dans laquelle la zone dessinée par l'ellipse blanche correspond à une grande particule riche en Fe. Cette particule semble être constituée de plusieurs particules plus petites qui ont fusionné par friction et est entourée de particules riches en fer beaucoup plus petites. Dans sa théorie du troisième corps, Godet a mis en évidence plusieurs comportements différents des débris (Godet, 1984). Parmi ceux mentionnés, l'un est très proche de celui observé ici : des poudres qui fusionnent sous des champs de pression même faibles.

3.3.5 Observations sur l'usure de la bille d'acier

En plus des analyses des surfaces de Ti usées, les contrefaces des billes d'acier ont également été observées par le MEB après frottement afin de caractériser efficacement le système tribologique dans son ensemble.

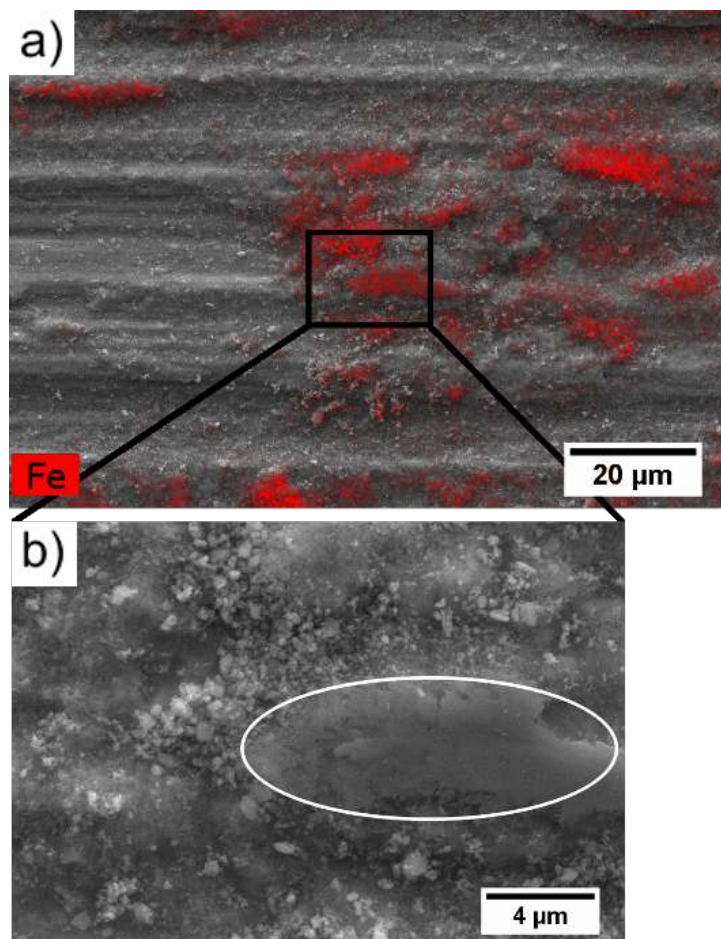


Figure 3.6 Image MEB de la trace d'usure après 10 000 cycles sur l'échantillon initial arrêté pendant le stade III (a) avec carte SDE du Fe (rouge) en transparence et un agrandissement sur l'accumulation des débris d'usure en Fe (b)

Les observations au MEB des contrefaces en acier après 2 000 cycles de glissement contre une surface SMATée (Fig. 3.7a) et contre une surface initialement polie (Fig. 3.7b) prouvent que les billes d'acier ont été endommagées, les zones usées sont clairement visibles sur ces images. Dans ces cas, les essais de frottement ont été interrompus pendant le stade II (Fig. 3.7a) et le stade III (Fig. 3.7b), respectivement. Les cartes SDE du Ti correspondantes, en transparence de vert dans les Figs. 3.7a et 3.7b, montrent des particules de titane à la périphérie des zones usées. Du titane était également présent dans la zone usée de la contreface en acier arrêtée pendant le stade II ; confirmant ainsi le dépôt et l'adhésion de débris d'usure en titane sur la bille pendant le stade II. Heinrichs et al. ont mis en évidence la forte adhérence du titane et sa capacité à

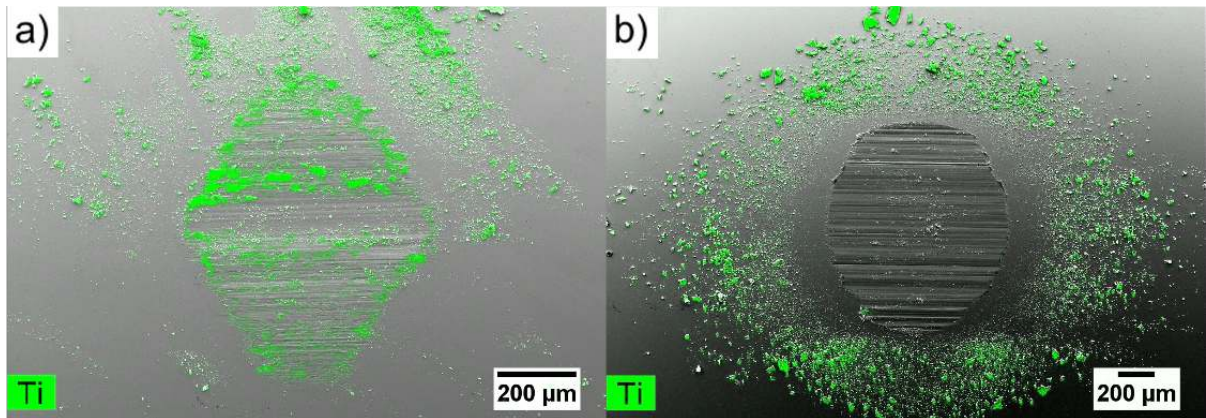


Figure 3.7 Images MEB des zones usées de la bille pendant les tests de frottement pendant 2 000 cycles contre un échantillon SMATé arrêté pendant le stade II (a) et contre un échantillon initial arrêté pendant le stade III (b). Les cartes SDE du Ti (vert) sont en transparence au-dessus des images MEB.

former une couche de transfert sur plusieurs matériaux utilisés comme contreface ; l'acier était parmi ces matériaux. Cette tendance à l'adhésion explique le dépôt de titane observé sur les billes d'acier. Dans la Fig. 3.7b, il est intéressant de noter également l'absence de titane dans la zone centrale usée de la contreface pendant le stade III. Comme cela reviendra plus tard, il s'agit d'une information complémentaire qui atteste d'un changement dans le mécanisme d'usure entre le stade II et le stade III.

Les surfaces usées des Figs. 3.7a et 3.7b ont été mesurées et leurs tailles sont indiquées dans le tableau 3.2. Pour le même nombre de cycles (2 000), la bille qui a frotté contre la surface initialement polie présente une surface usée trois fois plus grande que celle mesurée sur la bille frottant contre la surface SMATée. En outre, les zones d'usure obtenues après 10 000 cycles ont également été mesurées pour la surface initiale et la surface SMATée (tableau 3.2), le frottement ayant été arrêté pendant le stade III. De nouveau, pour les 10 000 cycles, le frottement des billes contre la surface initialement polie a produit une zone endommagée plus large de 50 % que lorsque le frottement a été effectué contre les surfaces SMATées. Il est intéressant de noter que si les zones usées de la bille d'acier frottant contre la surface initiale n'ont augmenté que de 20 % entre 2 000 et 10 000 cycles, les surfaces SMATées ont généré une zone usée sur la bille d'acier plus de deux fois plus importante entre 2 000 (stade II) et 10 000 cycles (stade III). Cela suggère

que, malgré les instabilités qui sont la caractéristique typique du stade II, le taux d'usure de la contreface de la bille d'acier est sensiblement plus élevé dans le stade II que dans le stade III.

Tableau 3.2 Mesure de la surface usée de la bille et stades correspondants lorsque les essais ont été arrêtés pour les échantillons initiaux et SMATés

Echantillons	Surface usée (mm ²) et stade à l'interruption	
	2 000 cycles	10 000 cycles
Initial	0.892 - Stade III	1.109 - Stade III
SMAT	0.315 - Stade II	0.728 - Stade III

3.3.6 Caractérisation des oxydes

La spectroscopie Raman a été réalisée afin de caractériser la nature des oxydes issus des essais de frottement et de comprendre l'évolution du coefficient de frottement. Les Figs. 3.8a et 3.8c montrent respectivement des images de microscopie optique de traces obtenues sur des surfaces SMATées et résultantes de 2 000 cycles (stade II) et 10 000 cycles (stade III) de frottement. Les Figs. 3.8b et 3.8d représentent respectivement les cartes reconstituées obtenues par spectroscopie Raman des mêmes zones, tandis que les spectres Raman correspondants sont donnés dans les Figs. 3.8e et 3.8f. Alors que les spectres permettent de déterminer localement la nature des oxydes, les cartes Raman permettent de représenter leur emplacement dans la trace. En spectroscopie Raman, le rapport entre l'intensité maximale et la ligne de base détermine une valeur unitaire arbitraire pour la cartographie. Sur les deux images optiques de la trace (Figs. 3.8a et 3.8c), les marques d'usure dans la direction du frottement ainsi que les irrégularités des surfaces SMATées sont clairement visibles, comme sur la Fig. 3.5. La Fig. 3.8a montre la même trace que celle de la Fig. 3.5b, de telle sorte que les zones sombres (Zone 2) au centre de la trace sont le domaine riche en Fe de la couche de transfert. Dans la Fig. 3.8c, les grandes taches sombres (Zone 4) sont également la couche de transfert riche en Fe. Les Figs. 3.8b et 3.8d ont été construites à partir de l'intensité des zones sombres indiquées sur les spectres Raman dans les Figs. 3.8e et 3.8f.

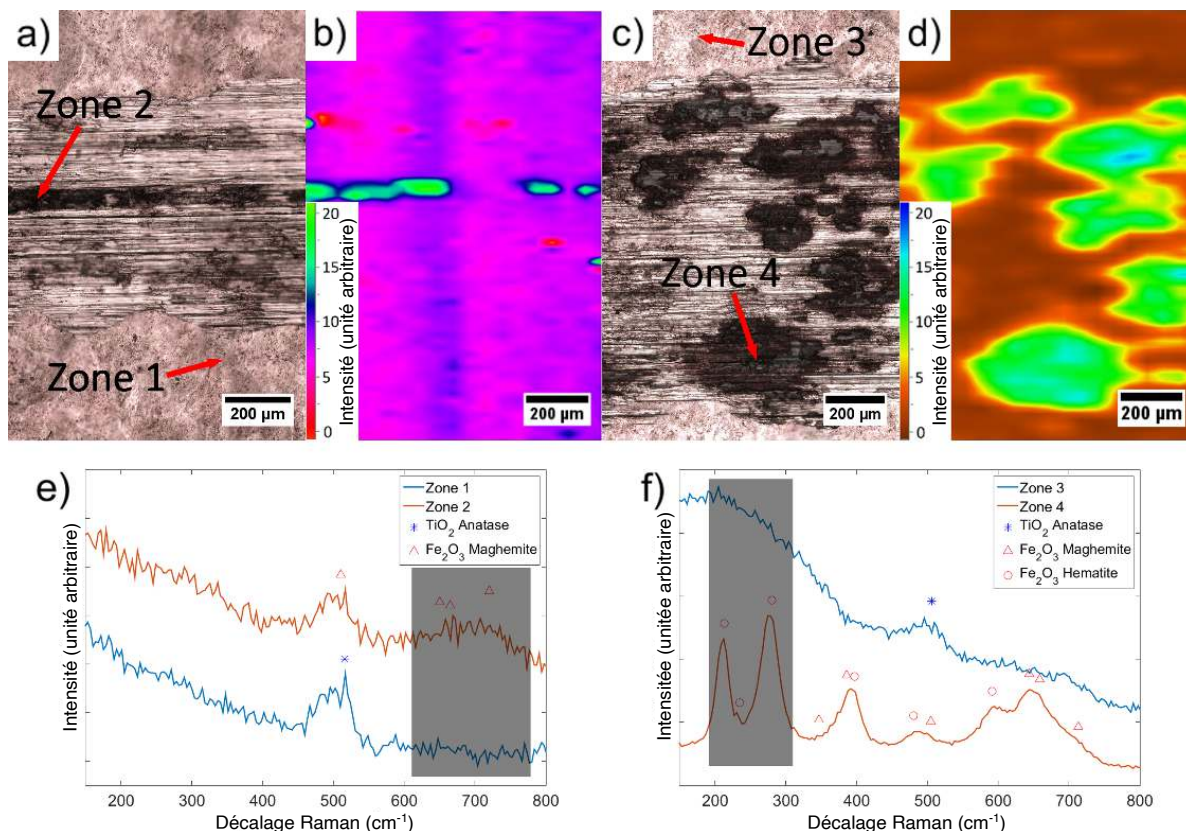


Figure 3.8 Image au microscope optique des traces après 2 000 cycles (a) et 10 000 cycles (c) avec les images reconstruites correspondantes à partir des cartographies Raman (b) et (d). Les spectres Raman (e) et (f) correspondent respectivement aux zones 1 et 2 dans l'image (a) et aux zones 3 et 4 dans l'image (c). Les pics d'oxydes pertinents sont également indiqués au-dessus des spectres dans les images (e) et (f).

La zone 1 à l'extérieur de la trace dans la Fig. 3.8a correspond à la surface traitée et les spectres correspondants dans la Fig. 3.8e montrent un seul pic à environ 500 cm^{-1} . Aucun fer n'a été détecté dans cette zone en dehors de la trace et par identification. Comme cela sera abordé dans la partie 3.4.1, ce pic est attribué au pic de TiO_2 -anatase à 516 cm^{-1} . En Raman, les pics peuvent se déplacer légèrement par rapport à leur position et leur intensité peut varier différemment en fonction de plusieurs paramètres comme la taille des grains (Hearne, Zhao, Dawe, Pischedda, Maaza, Nieuwoudt, Kibasomba, Nemraoui, Comins & Witcomb, 2004) ou les contraintes résiduelles (Alhomoudi & Newaz, 2009). Ainsi, il est possible de ne trouver qu'un seul pic dans des conditions spécifiques, les autres étant cachés dans la ligne de base. Afin

d'éviter toute erreur d'interprétation inutile, seuls les pics perceptibles sont identifiés aux phases correspondantes.

Le spectre pris dans la zone 2 (en foncé dans la Fig. 3.8a) diffère du reste de la surface. La zone 2 montre un spectre Raman avec un pic supplémentaire plus large observé de 650 à 750 cm^{-1} correspondant à la couche de transfert riche en Fe formée pendant le frottement. Par identification, ce large pic correspond à la superposition des trois pics de haute intensité de la phase Fe_2O_3 -maghémite. La carte de la Fig. 3.8b a confirmé que la phase Fe_2O_3 -maghémite était le seul oxyde riche en Fe détecté tout au long de la bande centrale allongée dans la trace.

Après 10 000 cycles (Fig. 3.8f), le spectre Raman correspondant à la zone 3 est similaire à celui obtenu pour la zone 1, c'est-à-dire que seul le TiO_2 -anatase est présent dans ces zones. En comparaison, le spectre obtenu pour la zone 4 révèle plusieurs pics marqués identifiés comme la présence simultanée de Fe_2O_3 -maghémite et de Fe_2O_3 -hématite. La carte de la Fig. 3.8d montre la présence de l'hématite Fe_2O_3 dans la trace d'usure à des endroits correspondant aux zones sombres visibles en microscopie optique. Des analyses plus approfondies ont révélé que le Fe_2O_3 -maghémite couvrait les mêmes zones que le Fe_2O_3 -hématite, ce qui suggère que la transformation de phase vers le Fe_2O_3 -hématite stable était en cours. Ce point sera examiné dans la partie 3.4.1.

Des analyses locales par MEB/SDE ont révélé que les débris formés lors du processus d'usure avaient des tailles différentes selon leur chimie. Cela est illustré par les Figs. 3.9a et 3.9b qui montrent des images MEB haute résolution de débris d'usure respectivement riches en Ti et en Fe, obtenues après un test de 10 000 cycles sur l'échantillon de surface initial. Les débris riches en titane étaient en moyenne plus gros que ceux riches en fer. Les débris obtenus après 2 000 et 10 000 cycles pour les deux types de surfaces ont montré des caractéristiques similaires (non représentés ici). Les observations ont également révélé quelques très gros débris de titane (plusieurs dizaines de micromètres) portant des marques d'abrasion. Ces gros débris de Ti provenaient clairement de l'écaillage de la surface pendant la phase I. Les spectres Raman représentatifs obtenus et choisis parmi cinq mesures sur chacun des débris de titane et de fer sont

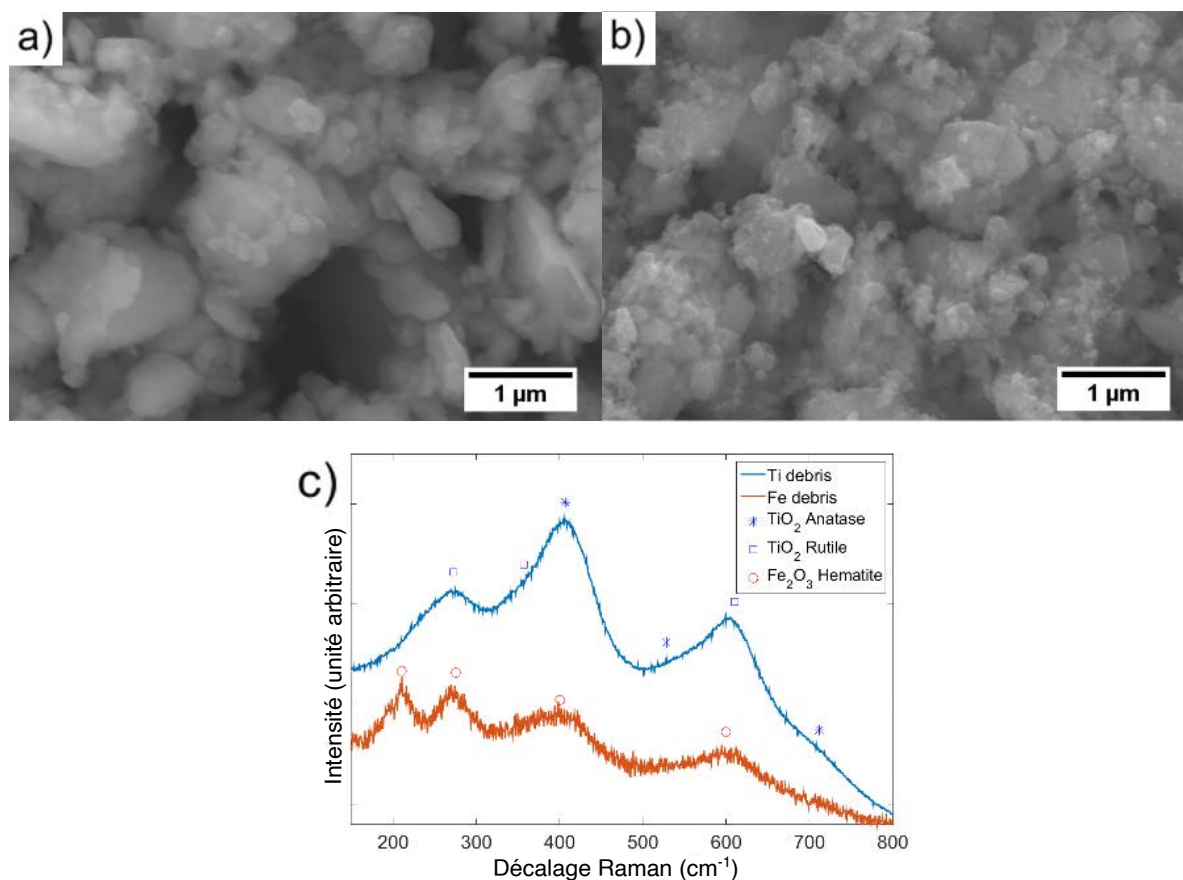


Figure 3.9 Observations à haute résolution de débris de Ti (a) et de débris de Fe (b) obtenues après 2 000 cycles sur l'échantillon initial et spectres Raman des débris de Ti et de Fe avec pics d'oxydes pertinents (c)

présentés dans la Fig. 3.9c. Les spectres obtenus à partir des débris riches en Ti ont montré non seulement la présence de TiO_2 -anatase, mais aussi de TiO_2 -rutile. Cependant, même si de la maghémite Fe_2O_3 a été identifiée dans les traces d'usure (Fig. 3.8e et 3.8f), les spectres Raman ont seulement indiqué la présence d'hématite Fe_2O_3 dans les débris riches en Fe ; comme cela est visible dans le spectre de la Fig. 3.9c.

3.4 Discussion

L'étude des propriétés tribologiques d'un Ti commercialement pur, avec et sans modification du SMAT, a révélé des changements drastiques dans l'évolution du coefficient de frottement en

fonction du nombre de cycles alternés. Cette évolution a consisté en une succession de trois stades différents avec des caractéristiques de frottement spécifiques, indépendamment du fait que la surface soit à gros grains ou nanostructurée. La principale différence entre la structure initiale à gros grains et celle à grains ultrafins réside dans la période nécessaire pour amorcer la transition d'un stade à l'autre. Ces comportements ont pu être interprétés par la formation de différents oxydes apparaissant à différents moments lors des tests de tribologie. Ces apparitions d'oxydes ont également affecté les mécanismes d'usure.

Ainsi, cette discussion est divisée en deux parties. Tout d'abord, l'évolution du coefficient de frottement sera analysée en relation avec la formation des oxydes et leur implication dans les mécanismes d'usure. Deuxièmement, les effets du durcissement et de l'affinement de la taille de grain obtenus par SMAT sur ce comportement de frottement seront discutés.

3.4.1 Mécanismes de frottement et formation des oxydes

Les principales conclusions en termes de mécanismes de frottement et de formation d'oxydes survenant aux différents stades d'usure sont résumées dans la Fig. 3.10 sous la forme d'un diagramme avec les liens entre chaque oxyde suivant leur ordre d'apparition. Pour chaque stade, les principaux oxydes qui se sont formés et qui ont été responsables du comportement de frottement caractéristique sont représentés. Leurs mécanismes de formation et leur effet sur le comportement d'usure et d'endommagement des deux corps en contact sont examinés dans la discussion suivante.

Au début des essais de frottement, le coefficient de frottement a augmenté rapidement, correspondant à la période de rodage (Tung & Gao, 2003). Après ce rodage, le coefficient de frottement a atteint des valeurs d'environ 0,5 correspondant au stade I. Des résultats similaires ont été précédemment rapportés par Wen et al. (Wen *et al.*, 2012) et par Alikhani Chamgordani et al. (Alikhani Chamgordani *et al.*, 2018) respectivement pour les surfaces en Ti commercialement pur nanostructurées et à gros grains. Le coefficient de frottement est resté à un état d'équilibre pendant au moins plusieurs centaines de cycles, indépendamment de l'état de la surface. Ce

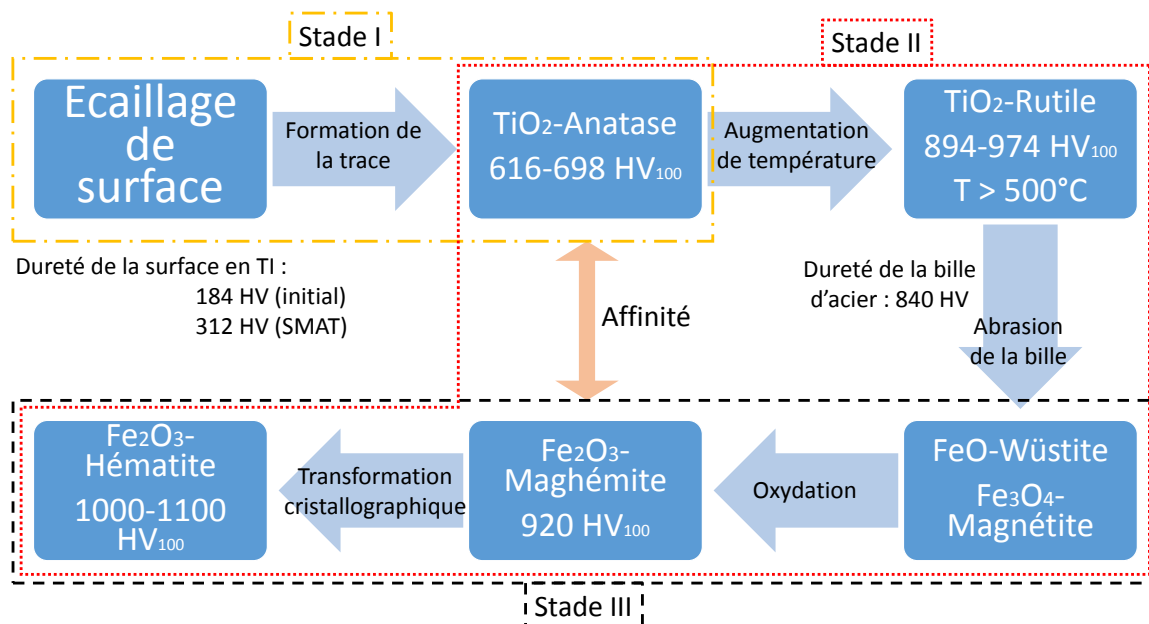


Figure 3.10 Théorie de la formation des oxydes pendant le frottement et identification des stades en fonction des principaux mécanismes impliqués

comportement est principalement dominé par l'usure de l'échantillon de titane, la contreface en acier n'étant pratiquement pas endommagée. Comme cela est visible sur la Fig. 3.5a, la trace formée sur le titane montrait une absence de fer. Au cours du premier stade, une couche de transfert de titane apparaît à la surface de la bille d'acier. Ce comportement de frottement correspond au contact entre une bille d'acier à haute résistance et la surface fraîche du titane commercialement pur. Les débris générés se transforment ensuite en oxydes de titane. L'oxydation a également été signalée dans les travaux pionniers de Molinari et al. (Molinari, Straffelini, Tesi & Bacci, 1997) qui ont analysé l'usure oxydative de l'alliage Ti-6Al-4V et démontré que la quantité d'oxyde qui se forme dépend de la charge appliquée et de la vitesse de frottement. L'un des résultats complémentaires obtenus dans le présent travail, dans les conditions expérimentales appliquées, concerne la nature des différents oxydes qui se sont formés lors du frottement et le fait que leur nature a changé progressivement. En effet, si la TiO_2 -anatase est le principal oxyde de titane généralement rencontré à température ambiante (Hanaor & Sorrell, 2011), la présence de TiO_2 -rutile a également été détectée ici. Il est bien établi que le TiO_2 -rutile est

un oxyde de titane formé à une température élevée, supérieure à 500 °C (Hanaor & Sorrell, 2011). Selon le diagramme Pression-Température, la transformation de l'anatase en rutile ne dépend que de la température et non de la pression. Ainsi, la présence de TiO_2 -rutile suggère une forte élévation locale de la température au contact. La principale source de chaleur est la déformation des surfaces lors du frottement entre les surfaces. La faible diffusivité thermique du titane joue également un rôle important dans cette augmentation de la température, car elle rend difficile la dissipation de la chaleur à travers le matériau. Abukhshim a discuté de ce phénomène comme d'un problème principal dans l'usinage (Abukhshim, Mativenga & Sheikh, 2006). Straffelini et al. ont également montré que, dans des conditions de frottement données sur l'alliage Ti-6Al-4V, la quantité de chaleur générée dépendait de la nature de la contreface (Straffelini & Molinari, 1999). Shakhvorostov et al. ont mesuré la température de moins de 200 °C en condition lubrifiée sur des contacts tribologiques Al-Si/acier pour une vitesse de glissement de 0,35 m/s (Shakhvorostov, Lachenwitzer, Coatsworth, Lennard & Norton, 2011). Comparativement, les modifications de microstructure ont indiqué des valeurs supérieures à 600 °C dans des conditions de frottement à sec à 7 m/s pour le contact Ti/acier (Maire, Faure, Philippon, Novelli, Marcos, Czerwicz & Grosdidier, 2015). Outre l'effet de la température, il est tout à fait possible que la pression sur la déformation plastique puisse avoir un effet sur la capacité à former du rutile dans des conditions tribologiques à pression localement élevée. Par exemple, Edalati et al. ont montré que contrairement au recuit statique dans lequel la transformation de la phase anatase en phase rutile se produisait à 900 °C, la transformation était observée à basse température (200-300 °C) après déformation plastique sévère obtenue par HPT (Edalati, Wang, Razavi-Khosroshahi, Emami, Fuji & Horita, 2019). Comme cela sera abordé dans la partie 3.4.2, les résultats ont révélé une différence marquée dans le frottement entre les échantillons SMATés et les échantillons initiaux. Cependant, les deux ont permis une augmentation de la température et provoqué une modification du coefficient de frottement lorsque la température a atteint un seuil suffisamment élevé pour que le TiO_2 -anatase se transforme en TiO_2 -rutile.

La dureté du TiO_2 -anatase se situe entre 616 et 698 HV (Anthony, Bideaux, Bladh & Nichols, 1990), ce qui n'est pas assez élevé pour endommager la contreface en acier de 840 HV. En

revanche, la dureté du TiO_2 -rutile a été mesurée entre 894 et 974 HV (Anthony *et al.*, 1990). Ainsi, le TiO_2 -rutile est alors capable d'éroder la surface de la bille, formant les premiers débris d'acier, induisant des changements dans le mécanisme d'usure et le coefficient de frottement, c'est la transition vers le stade II. Une couche de transfert riche en Fe s'est formée au fond de la trace, comme cela est visible sur la Fig. 3.5b. Cependant, une importante couche de transfert en titane est encore observable sur la surface de l'acier (Fig. 3.7a). Les débris d'usure en titane étaient plus gros que ceux riches en Fe et présentaient des facettes alors que les particules riches en Fe semblaient être fortement liées les unes aux autres. Ces débris riches en Fe forment également des agrégats, favorisant ainsi la formation de la couche de transfert riche en Fe dans la trace. Les oscillations du coefficient de frottement, variant entre des valeurs plus élevées (0,8) et plus faibles (0,5), essentiellement au cours du stade II de la Fig. 3.2 (ou ponctuellement lors du stade III de la Fig. 3.2a) peuvent être expliquées par cette modification de la couche de transfert et, donc, la nature du troisième corps impliqué lors du frottement. Les valeurs inférieures, proches de celles du stade I, sont associées aux mêmes mécanismes identifiés lors de ce stade : abrasion de la surface en titane par le mouvement de frottement continu, comme le montre la Fig. 3.5a. En comparaison, les valeurs plus élevées sont attribuées à un changement de comportement de glissement pour du "stick-slip" provoqué par la formation de la couche de transfert riche en Fe sur la surface de Ti ; l'usure est alors caractérisée par une forte adhésion de la couche d'oxyde de Fe nouvellement formée avec la bille d'acier (comme le suggère la Fig. 3.5b). Plus le nombre de cycles augmente, plus le temps passé aux valeurs les plus élevées est important (Fig. 3.2) et plus la taille de la couche de transfert riche en Fe nouvellement formée est grande.

Les analyses Raman (Fig. 3.8) suggèrent que la couche de transfert riche en Fe se forme à partir de l'oxyde de magnérite Fe_2O_3 pendant le stade II. D'après la littérature, cet oxyde se forme principalement pendant le cycle d'oxydation du fer (Blackman, 1955 ; Schwertmann & Cornell, 2000). Les réactions d'oxydation successives du fer forment d'abord la FeO -wüstite, puis celle-ci est transformée en Fe_3O_4 -magnétite et enfin le Fe_2O_3 -maghémite apparaît lorsque l'oxydation du fer se poursuit (Blackman, 1955). Le degré d'oxydation élevé rend le Fe_2O_3 -maghémite

métastable sous sa forme cubique et elle se transforme en une structure hexagonale de Fe_2O_3 -hématite lorsque la température locale de contact est suffisamment élevée (Özdemir & Banerjee, 1984). L'hématite Fe_2O_3 est l'oxyde de fer le plus stable avec le degré d'oxydation le plus élevé. Il est très intéressant de noter que le Fe_2O_3 -maghémite semble avoir une affinité avec le titane et les oxydes de titane ; en effet, la présence naturelle de TiO_2 -anatase a été signalée dans les minerais de Fe_2O_3 -maghémite (Anthony *et al.*, 1990). De plus, un autre oxyde nommé $\text{Fe}(\text{Fe},\text{Ti})_2\text{O}_4$ -titanomaghémite ayant le même groupe spatial que Fe_2O_3 -maghémite avec des atomes de Ti remplaçant des atomes de Fe a également été reporté, confirmant cette affinité (MIN). Cela peut expliquer pourquoi la couche de transfert riche en Fe s'est formée facilement à la surface du Ti et pourquoi l'oxyde de Fe à la surface du titane était composé du Fe_2O_3 -maghémite métastable plutôt que du Fe_2O_3 -hématite stable. La présence de TiO_2 -anatase stabiliserait ainsi la maghémite Fe_2O_3 . Cela explique également pourquoi seul le Fe_2O_3 -hématite est visible dans les débris : en absence du TiO_2 -anatase, le Fe_2O_3 -maghémite est devenu suffisamment instable pour se transformer en Fe_2O_3 -hématite. Les valeurs de dureté du Fe_2O_3 -maghémite et du Fe_2O_3 -hématite sont respectivement de 920 HV et 1000-1100 HV (Anthony *et al.*, 1990). Ces deux valeurs sont suffisamment élevées pour provoquer des dommages sur la contreface de la bille d'acier. Alors que les oxydes de titane se formaient continuellement sur les surfaces fraîches de titane dans les premiers stades du processus d'usure, lorsque la couche de transfert en acier est suffisamment grande pour empêcher la plupart des contacts directs entre la bille d'acier et la surface de titane, le coefficient de frottement se stabilise, atteignant un nouvel état d'équilibre. Ceci marque la fin du stade II - caractérisée par des fluctuations significatives dans Fig. 3.2 - et le début du stade III.

Dans le stade III, le frottement est dominé par le contact entre les oxydes de fer déposés et la bille d'acier, ce qui conduit à un état d'équilibre très stable. Les seuls dommages supplémentaires qui ont pu se produire à la surface de titane ont été trouvés sur les côtés de la trace où se trouvaient des surfaces de Ti fraîches. En raison de la génération accrue d'oxydes de fer, la couche de transfert de titane sur la bille n'a pas été maintenue et a majoritairement disparu. Au fur et à mesure que la bille d'acier s'usait, les débris riches en Fe ont dû s'oxyder en FeO-wüstite, puis

en Fe_3O_4 -magnétite et se sont rapidement transformés en Fe_2O_3 -maghémite, formant de grandes plaques dans la trace (Fig. 3.8d). Finalement, l'oxyde de fer s'est transformé en Fe_2O_3 -hématite qui a été lentement chassée de la couche de transfert sous la forme de débris d'usure pour se déposer à la périphérie de la trace. Ce cycle se déroule de façon continue, comme le prouve la stabilité du coefficient de frottement. Une observation approfondie de la Fig. 3.2 a révélé une lente augmentation du coefficient de frottement. Wang et al. (Wang, He, Zhou & Duszczuk, 2010) ont constaté une légère augmentation similaire du coefficient de frottement pour le contact d'une bille en acier à outils H-11 sur un alliage Al-7475 et l'ont expliqué, conforté par des calculs analytiques, par l'augmentation de la largeur de la trace. Il est intéressant de noter que de courtes baisses temporaires du coefficient de frottement ont également pu être observées dans le stade III, comme le montre plus particulièrement la Fig. 3.2a. Les valeurs auxquelles le coefficient de frottement a chuté étaient les mêmes que celles mesurées au cours de la phase I. Elles peuvent donc être interprétées comme une caractéristique du frottement de la bille d'acier sur une nouvelle surface de titane en raison d'une fracture de la couche de transfert riche en Fe laissant une surface de titane fraîche au fond de la trace. La température dans cette région étant suffisamment élevée, l'oxyde de titane dur TiO_2 -rutile se reforme rapidement et le processus d'usure de la bille d'acier et de formation d'une nouvelle couche de transfert en oxydes de fer se répète.

3.4.2 Effet des surfaces nanostructurées par SMAT sur le comportement en frottement

Après un test tribologique similaire donné, les surfaces SMATées nanostructurées en titane ont subi des dommages plus prononcés caractérisés, par exemple, par un volume d'usure deux fois plus élevée que celle des surfaces à gros grains initialement polies (tableau 3.1). Cependant, l'usure de la bille d'acier a été fortement réduite lorsqu'elle a frotté contre les surfaces SMATées dures par rapport aux surfaces initiales (tableau 3.2). Ces différences contre-intuitives de comportement mécanique peuvent être comprises en considérant l'effet de l'état de surface du matériau sur la cinétique de formation des oxydes abrasifs qui, à leur tour, affectent la durée des différents stades de frottement décrits dans la section précédente.

La transition retardée vers l'usure de la bille d'acier (durée des stades I et II) dans le cas de la surface SMATée est due à la formation tardive de l'oxyde de Ti dur qui est, elle-même, attribuée à une moindre quantité de chaleur générée lors du frottement sur les surfaces SMATées. En effet, ce type de surface a été durci (Tableau 3.1) par la déformation plastique sévère rencontrée lors du SMAT et possède, par conséquent, une limite d'élasticité plus élevée que son homologue initialement poli. Ainsi, dans des conditions d'usure similaires, la surface SMATée déjà durcie a subi une déformation plastique plus faible que la surface polie. En raison de cette déformation plastique plus faible, un échauffement adiabatique moindre a été généré au passage de la bille lors du frottement sur la surface SMATée. En conséquence, les débris durs de TiO_2 -rutile se sont formés et ont commencé leur action abrasive plus tard dans le processus de frottement pour ces surfaces par rapport à celles initialement polies. Ainsi, la bille d'acier était finalement moins endommagée lorsqu'elle frottait sur la surface nanostructurée et dure de titane SMATée comparé à celle de titane à gros grains. Par conséquent, la couche de transfert riche en Fe protégeant la sous-surface de Ti est apparue plus tard pour les surfaces SMATées. Ainsi, pour le même nombre de cycles, un temps plus important est consacré à l'usure de la surface SMATée pendant les stades I et II, ce qui a conduit à des traces plus profondes pour ces échantillons de Ti durs et nanostructurés que pour le matériau à gros grains.

Les plages d'occurrence assez larges des transitions T1 et T2 (Fig. 3.3) ainsi que la large plage de profondeur maximale (Fig. 3.4b) obtenue pour les tests effectués sur les échantillons SMATés sont également des caractéristiques intéressantes. Ces écarts sont attribués à la grande rugosité des surfaces SMATées ($R_z = 20 \mu\text{m}$ dans le tableau 3.1) qui entraîne de fortes variations des pressions de contact locales et, par conséquent, une plus grande variabilité (i) des gradients thermiques locaux et (ii) de l'intensité de l'écaillage de la surface d'une expérience à l'autre. Toutefois, même si chaque trace peut entraîner de grandes variations des valeurs de T1 et T2 ainsi que de la profondeur d'usure moyenne d'un échantillon SMATé, les mêmes mécanismes d'usure - induits par les modifications des oxydes - entrent en jeu au cours des différents stades d'usure pour les gros grains initiaux et les échantillons SMATés nanostructurés.

Comme il a été mentionné dans l'introduction de ce manuscrit, plusieurs études précédentes sur les surfaces SMATées ont révélé des résultats apparemment contradictoires pour le Mg et l'acier. Le même type de contradictions est révélé ici dans le cas du Ti commercialement pur (CP-Ti). En effet, en comparant l'usure d'un CP-Ti avec ou sans SMAT, Alikhani Chamgordani et al. (Alikhani Chamgordani *et al.*, 2018) ont clairement rapporté une réduction de 60 % de la perte de volume après l'emploi du SMAT, soit une tendance opposée à celle présentée ici qui a révélé un effet négatif du SMAT. Après avoir clairement établi la nature du troisième corps et l'effet de cette couche d'oxyde présente à l'interface CP-Ti / bille d'acier, il est maintenant possible d'expliquer de manière cohérente ces résultats d'apparences contradictoires. Dans leur travail, Alikhani Chamgordani et al. (Alikhani Chamgordani *et al.*, 2018) ont utilisé une machine de SMAT avec une chambre en acier dans laquelle le média était mis en mouvement via un dispositif mécanique (Alikhani Chamgordani *et al.*, 2018 ; Heydari, Miresmaeili, Bagherifard, Guagliano & Aliofkhazraei, 2017). Il a été confirmé par les analyses DRX et SDE que des particules de Fe et FeO ont fortement contaminé la surface des échantillons lors du traitement (Alikhani Chamgordani *et al.*, 2018). Cette contamination provenait de l'abrasion des billes et des parois de la chambre de traitement (Alikhani Chamgordani *et al.*, 2018). Par conséquent, lorsque les tests de tribologie sont effectués, la surface du matériau présente déjà les caractéristiques rencontrées ici au cours du stade III : les débris d'oxydes riches en Fe produits lors du SMAT ont créé un troisième corps agissant comme une sorte de couche protectrice sur la surface de Ti. Ainsi, l'usure a été moins importante sur ces surfaces contaminées lors du SMAT que sur les surfaces propres (sans SMAT). En comparaison, la machine utilisée dans la présente étude utilise une alimentation piézoélectrique qui déplace une surface en Ti-6Al-4V qui, elle-même, met les billes en mouvement (SON). La microscopie électronique à transmission et la spectroscopie d'émission optique à décharge lumineuse ont révélé une portée de contamination en Ti avec un peu d'Al et de V à la surface des échantillons d'acier traités avec cet appareil SMAT à ultrasons (Samih, Novelli, Thiriet, Bolle, Allain, Fundenberger, Marcos, Czerwiec & Grosdidier, 2014). Ainsi, dans les conditions de la présente étude, la contamination essentielle riche en Ti n'a pas changé de manière drastique la nature chimique de la surface et l'effet de la nanostructure de Ti créée par le SMAT à ultrasons a été clairement révélé.

Ainsi, il est probable que plusieurs résultats apparemment contradictoires obtenus lors de précédentes études sur l'usure des surfaces SMATées s'expliquent par la prise en compte de la nature exacte de la contamination - provenant de l'abrasion des billes et des parois internes du dispositif SMAT - survenant lors du processus de traitement SMAT.

3.5 Conclusions

Le but de cette étude était d'améliorer la compréhension du comportement en frottement et des mécanismes d'usure du titane commercialement pur en contact avec un mouvement alternatif contre une contreface en acier. Des variations significatives dans le comportement de frottement ont été observées et attribuées à des modifications des mécanismes d'usure qui étaient essentiellement dues à des changements successifs dans la nature des oxydes du troisième corps créés tout au long des tests de tribologie. L'effet d'une nanostructure à la surface de Ti, générée ici par le SMAT, a également été testé. Les principaux résultats des comportements de frottement et d'usure peuvent être résumés comme suit :

- Une usure significative de la contreface en acier a été observée à la fin des essais, même si la dureté de la bille d'acier était beaucoup plus élevée que celle de la surface en titane (soit 840 HV contre 188 HV pour l'échantillon de Ti à gros grains ou 282 HV pour les surfaces de Ti nanostructurées). Cela a été attribué à la formation de l'oxyde de fer de haute dureté TiO_2 -rutile pendant les essais de frottement.
- Les modifications de la nature des oxydes formés à la surface des échantillons de Ti, qui sont passés d'oxydes riches en Ti (TiO_2 -anatase puis TiO_2 -rutile) à des oxydes riches en Fe (Fe_2O_3 -maghémite puis Fe_2O_3 -hématite), pourraient expliquer les transitions du coefficient de frottement. Au contact du titane ou des oxydes de titane, le Fe_2O_3 -maghémite initialement métastable semble être stabilisé dans les traces d'usure du titane.
- Chaque transition dans la modification de la nature des oxydes affectait le comportement à l'usure et entraînait différents stades de frottement successifs après une courte période initiale de rodage. Les principales caractéristiques de chaque stade sont énumérées ci-dessous :

- Stade I - Un coefficient de frottement assez stable est établi lorsque la bille d'acier frotte contre la surface de titane. L'usure de la surface en titane génère la formation de TiO_2 -anatase qui s'accompagne d'une augmentation progressive et régulière du coefficient de frottement. Le TiO_2 -anatase se transforme ensuite en TiO_2 -rutile, ce qui induit également la transition vers le stade II.
- Stade II - La formation de débris durs de TiO_2 -rutile a été proposée pour expliquer l'usure de la bille d'acier et la formation d'oxydes riches en Fe. Des fluctuations significatives des valeurs du coefficient de frottement ont ensuite été enregistrées. La formation supplémentaire de Fe_2O_3 -hématite a généré une couche de transfert d'oxyde riche en Fe à la surface du titane, ce qui a également initié le stade III.
- Stade III - Un coefficient de frottement stable a été établi, la zone de contact entre la bille d'acier et la surface de Ti correspondait à la couche de transfert riche en Fe formée sur cette dernière. La couche d'oxyde agissait alors comme une sorte de protection sur la surface de Ti et l'usure correspondait à l'enlèvement de matière de la contreface en acier avec formation de débris d'oxydes supplémentaires en Fe ou riches en Fe.
- La transition entre les différentes natures d'oxydes étant essentiellement d'origine thermique, les différents stades de l'usure ont été affectés par l'état exact de la microstructure des surfaces de Ti. Le Ti nanostructuré par le SMAT a amélioré les propriétés mécaniques en termes de dureté, mais ne permet qu'une déformation plastique limitée et, par conséquent, a réduit la production locale de chaleur. Il a été constaté que la transition entre les différents stades était retardée.
- Dans des conditions d'essai similaires de tribologie de glissement à sec, les surfaces nanostructurées ont conduit à un comportement d'usure plutôt contre-intuitif. Comme la formation d'oxydes durs abrasifs était retardée lors du frottement sur la surface nanostructurée SMAT, l'usure de la contreface de la bille d'acier était moins prononcée. Comme ce troisième corps composé d'oxydes durs a finalement produit une couche de protection sur les surfaces de Ti, sa formation retardée sur la surface nanostructurée de Ti SMAT a conduit à des volumes d'usure deux fois supérieurs à ceux obtenus pour une bille d'acier glissant contre la surface de Ti plus malléable.

- La présente analyse a permis de conclure que les apparentes contradictions des résultats obtenus lors de précédentes études sur l'usure des surfaces SMATées s'expliquent par la nature d'une contamination qui peut se former lors de ce traitement en raison de l'abrasion des billes et des parois internes du dispositif SMAT.

CHAPITRE 4

EFFETS DU SMAT À TEMPÉRATURES CRYOGÉNIQUE ET AMBIANTE SUR LES FORMATIONS DE KINK BANDS ET DE MARTENSITE AVEC LA RÉSISTANCE EN FATIGUE ASSOCIÉE DANS UN ALLIAGE DE TITANE β -MÉTASTABLE

Pierre Maurel^{1,2,3,*}, Laurent Weiss¹, Thierry Grosdidier^{1,2,**}, Philippe Bocher^{3,**}

¹ Université de Lorraine, Laboratoire LEM 3, UMR CNRS 7239,
7 Rue Félix Savart, 57073 Metz, France

² Laboratoire d'EXcellence "Design of Alloy Metals for low-mAss Structures"
(LABEX-DAMAS),

7 rue Félix Savart, 57073 Metz, France

³ Laboratoire d'Optimisation des Procédés de Fabrication Avancés (LOPFA), École de
Technologie Supérieure,
1100 Notre-Dame Ouest, Montréal, Québec, Canada H3C 1K3

Article soumis au journal « Materials Science and Engineering : A » en août 2020.

Résumé

Le traitement par attrition mécanique ultrasonique de surface (SMAT) a été effectué à des températures cryogéniques et ambiantes sur un alliage de titane 5553 β -métastable pour illustrer ses effets sur la modification de la microstructure et des propriétés de fatigue. La température cryogénique a favorisé la transformation martensitique et la largeur des kink bands produites par le SMAT. La formation de ces bandes a été facilitée par les taux de déformation élevés du procédé SMAT. Les échantillons traités par SMAT à température cryogénique ont montré une augmentation de la résistance à la fatigue, d'environ 8 %, par rapport aux échantillons traités par SMAT à température ambiante. Cette amélioration pourrait être due à une combinaison de plusieurs facteurs : contraintes résiduelles de compression, rugosité plus faible, formation plus profonde de martensite et kink bands plus larges. Au contraire, le SMAT à température ambiante n'a apporté aucune amélioration en termes de fatigue par rapport à l'état poli. La grande taille des grains a provoqué l'apparition de défauts cristallographiques en sous-surface sur lesquels des fissures principales ont nucléé. Cela a fortement limité l'efficacité de la couche superficielle renforcée produite par le SMAT.

4.1 Introduction

Le développement de la déformation plastique sévère (SPD) a permis de produire des matériaux aux propriétés fortement améliorées. Plusieurs examens des différents procédés ont mis en évidence les liens entre le raffinement de la microstructure, les densités de dislocation élevées et les augmentations significatives de la résistance mécanique et de la dureté. (Estrin & Vinogradov, 2013 ; Lowe & Valiev, 2004 ; Ovid'ko *et al.*, 2018). Malheureusement, la baisse de ductilité qui en résulte est le principal inconvénient de cette façon d'améliorer les propriétés. La plupart des techniques de SPD nécessitent des charges immenses sur des échantillons de petite taille avec des géométries de base, comme la "High Pressure Torsion" (Edalati & Horita, 2016) ou l'"Equal Channel Angular Pressing" (Valiev & Langdon, 2006). Cela reste une limitation importante pour la transposition de ces procédés à des applications industrielles.

Comme la surface extérieure est généralement l'endroit le plus sollicité dans les pièces industrielles en raison de charges élevées, de corrosion ou de frottement, des procédés de SPD de surface ont été développés pour améliorer les résistances de la surface dans certaines applications. Avec cet objectif, des exemples tels que le "Burnishing" (Murthy & Kotiveerachari, 1981), le "Laser Shock Peening" (Montross *et al.*, 2002), le grenailage ultrasonique (USP ou USSP) (Wu *et al.*, 2002) ou le traitement d'attrition mécanique ultrasonique de surface (SMAT) (Azadmanjiri, Berndt, Kapoor & Wen, 2015 ; Bagheri & Guagliano, 2009 ; Grosdidier & Novelli, 2019 ; Heydari *et al.*, 2017 ; Lu & Lu, 2004) ont été développés. Les procédés SMAT et USSP déforment la surface en y propulsant un média (principalement des billes métalliques) et ont été développés à partir du grenailage de précontrainte (Bagheri & Guagliano, 2009 ; Curtis *et al.*, 2002 ; Heydari *et al.*, 2017). Un traitement suffisamment long produit également un affinement important de la microstructure et des gradients de propriétés en surface. Ces procédés de SPD de surface sont bien connus pour modifier la résistance à l'usure (Sun, 2013), la résistance à la corrosion (Ralston & Birbilis, 2010 ; Wang, Yu & Dong, 2006b) et pour introduire d'importantes contraintes résiduelles de compression. Ces contraintes résiduelles de compression élevées et les microstructures plus fines à la surface sont connues pour retarder la propagation des fissures de fatigue et donc pour augmenter la résistance à la fatigue des alliages d'aluminium (Curtis *et al.*,

2002). Cependant, la rugosité induite par la nanostructuration de la surface peut avoir un impact négatif sur la résistance à la fatigue, comme le montrent les superalliages, les aciers inoxydables et l'aluminium (Grosdidier & Novelli, 2019 ; Pandey *et al.*, 2017 ; Tian, Villegas, Yuan, Fielden, Shaw, Liaw & Klarstrom, 2007).

Dans les aciers inoxydables austénitiques métastables, dans lesquels les transformations martensitiques assistées par contrainte (SAM) ou induites par déformation (SIM) pouvaient être déclenchées, la réalisation de SMAT à température cryogénique pourrait être utilisée pour augmenter la fraction de martensite durcissante vers une profondeur plus importante ainsi que pour modifier l'interaction entre le glissement et les formations de martensite ou de macle (Novelli *et al.*, 2016,1). Le gradient de déformation induit par la modification de la surface produit généralement des gradients de différentes natures tels que la taille des grains, la dureté, les fractions martensitiques (Novelli *et al.*, 2018) et/ou de maclage (Xin, Yang, Sun, Xiao & Sun, 2019). Bien que le matériau soit plus difficile à déformer à des températures cryogéniques, cela permet d'obtenir une diminution significative de la rugosité de surface apparente (Novelli *et al.*, 2018). Ainsi, une sélection appropriée de paramètres de traitement a permis de sélectionner l'état de surface à manufacturer parmi une large gamme de valeurs de dureté et de rugosité (Novelli *et al.*, 2018).

Les alliages de titane β -métastables sont sujets à la formation de martensite induite par des contraintes ou des déformations ainsi que des macles mécaniques qui peuvent toutes deux concurrencer la plasticité conventionnelle produite par des dislocations. L'apparition de ces mécanismes de déformation dépend de la stabilité de la phase β qui, elle-même, est affectée par sa composition chimique (Grosdidier, Combres, Gautier & Philippe, 2000 ; Lin, Yin, Zhao, Ge & Liu, 2011), la taille des grains β (Bhattacharjee, Bhargava, Varma, Kamat & Gogia, 2005 ; Cai, Lee & Lee, 2012), ainsi que la présence éventuelle d'une phase secondaire (Grosdidier, Roubaud, Philippe & Combres, 1997 ; Li, Wu, Chen & Zwaag, 2011). Ces mécanismes peuvent être activés dans divers alliages de titane présentant ainsi un effet de mémoire de forme (Kim, Kim, Inamura, Hosoda & Miyazaki, 2005 ; Miyazaki, Kim & Hosoda, 2006), une superélasticité (Barriobero-Vila *et al.*, 2018 ; Grosdidier & Philippe, 2000 ; Hao, Li, Sun & Yang, 2006 ; Kim,

Hashimoto, Kim, Hosoda & Miyazaki, 2004; Li *et al.*, 2008; Miyazaki *et al.*, 2006) ou un écrouissage (Edalati & Horita, 2016; Hida, Sukedai, Henmi, Sakaue & Terauchi, 1982; Marteleur, Sun, Gloriant, Vermaut & Jacques, 2012; Ovid'ko *et al.*, 2018) et affectant leurs propriétés de traction (Grosdidier *et al.*, 1997; Sakaguchi, Niinomi, Akahori, Takeda & Toda, 2005; Xu, Kim, Das, Calin & Eckert, 2006). La superélasticité, due à la formation de martensite assistée par les contraintes, améliore considérablement le comportement à la fatigue oligocyclique de ces alliages grâce à la transformation de phase réversible qui limite grandement les déformations microplastiques (Li *et al.*, 2008). Le domaine de fatigue à grand nombre de cycles serait moins sensible à ce mécanisme, car la contrainte plus faible appliquée pourrait ne pas déclencher la transformation de phase. De plus, la transformation martensitique peut améliorer le raffinement du grain obtenu par une déformation plastique sévère (Zafari *et al.*, 2015), ce qui à son tour peut améliorer le comportement en fatigue à grand nombre de cycles. Dans les alliages de titane β -métastables à microstructure complètement β , quelques études ont révélé la possibilité d'activer un mécanisme de déformation différent tel que la formation de bandes de pliure en genou, ou kink bands (KB) (Qin & Li, 2019; Sadeghpour, Abbasi, Morakabati & Karjalainen, 2019; Weiss, Nessler, Novelli, Laheurte & Grosdidier, 2019; Zhang, Qi, Gao & Huang, 2008; Zheng *et al.*, 2017a; Zheng, Zeng, Wang, Zhou & Gao, 2017b). Bien qu'elles soient communes aux matériaux à forte anisotropie (Hess & Barrett, 1949b; Yamasaki, Hagihara, Inoue, Hadorn & Kawamura, 2013), les KB apparaissent rarement dans les structures cubiques centrées. Zheng *et al.* ont décrit en détail la formation de ces bandes de déformation (Zheng *et al.*, 2017a). Elles sont dues à l'accumulation de dislocations coin qui se traduisent par des bandes présentant des désorientations aléatoires comprises le plus souvent entre 10° et 25° par rapport à l'orientation initiale. Trois systèmes de glissement peuvent être activés : $(112)[1\bar{1}\bar{1}]$, $(123)[1\bar{1}\bar{1}]$, $(101)[1\bar{1}\bar{1}]$ et induisent respectivement une rotation du cristal autour de trois axes de rotation, aussi appelés axes de Taylor : $[1\bar{1}0]$, $[5\bar{4}1]$, $[12\bar{1}]$. Comme les KB sont relativement minces, ce mécanisme affine efficacement la microstructure par l'introduction d'une forte densité de frontières avec des angles élevés. Il a été confirmé que ce mécanisme de déformation dépend de la composition de l'alliage, puisque Sadeghpour *et al.* ont utilisé un même processus de déformation sur quatre différents alliages de titane β -métastables et ont obtenu des KB dans un seul de ces alliages

(Sadeghpour *et al.*, 2018). Étonnamment, pour Sadeghpour et al., l'un des alliages qui n'ont pas produit de KB était le 5553 alors que Qin et al. ont montré la possibilité de former des KB dans cet alliage 5553 (Qin & Li, 2019).

D'après les informations décrites précédemment, trois objectifs principaux ont été fixés pour ce papier. Premièrement, explorer la possibilité de déclencher ou non la formation de KB en utilisant le procédé SMAT dans l'alliage de titane 5553 β -métastable. En effet, les KB ont été déclenchés dans ce même alliage par des barres d'Hopkinson (Qin & Li, 2019) mais pas par un poinçonnement de cisaillement (Zafari & Xia, 2018). Deuxièmement, comparer les effets en surface du SMAT à température ambiante et à température cryogénique sur les propriétés des matériaux et surtout sur les transformations cristallographiques (formations de martensite et/ou de kink bands). Enfin, discriminer tout impact possible du procédé SMAT sur la résistance en fatigue.

4.2 Procédures expérimentales

4.2.1 Traitements des matériaux et des surfaces

L'alliage de titane β -métastable 5553 étudié dans cet article a été fourni par Timet Savoie (France) sous la forme d'une tranche de billette forgée. Sa composition chimique était [% massique] : Mo 4,84, V 4,93, Al 5,29, Cr 3,04, Fe 0,3, O 0,14, C 0,008, N 0,004, Ti (reste). L'alliage a été remis en solution à 925°C pendant 1 h dans un four sous vide et trempé à l'eau. Ce traitement a permis à l'alliage de conserver une microstructure complètement bêta avec une taille moyenne de grain d'environ 260 μm .

La Fig. 4.1 donne un croquis du dispositif de traitement par attrition mécanique ultrasonique de surface (SMAT) utilisé pour traiter les échantillons de fatigue R. R. Moore (rouge) (Elshenawy & Weheba, 2015). Des billes en acier AISI 52100 de deux millimètres de diamètre ont été confinées dans la chambre de traitement (vert) et mises en mouvement à l'aide d'un dispositif ultrasonique (bleu) vibrant à une fréquence de 20 kHz avec une amplitude de 60 μm . Lorsque

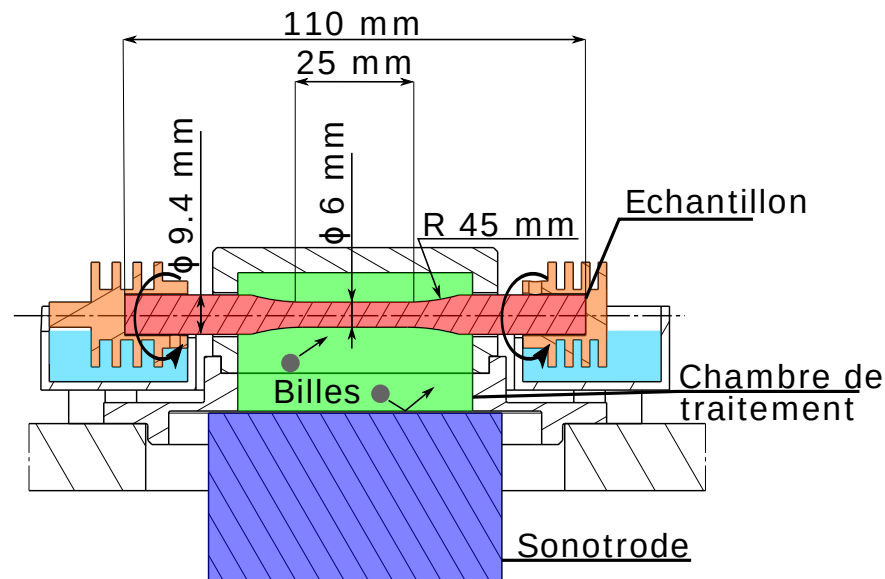


Figure 4.1 Représentation du traitement SMAT. L'échantillon cylindrique est représenté en rouge, la chambre de traitement où les billes sont confinées est en vert. La surface vibrante (sonotrode) est en bleu. Les radiateurs en orange sont refroidis par l'azote liquide en bleu clair. Les dimensions des échantillons cylindriques usinés sont indiquées.

l'appareil vibrant (sonotrode développée par SONATS (SON)) n'était pas utilisé, les projectiles recouvraient environ 20 % de la surface vibrante. La partie centrale des échantillons de fatigue était placée à une distance de 20 mm de la sonotrode. La durée du SMAT pour le traitement des échantillons cylindriques a été fixée à 40 min et les échantillons tournaient à une vitesse constante de 20 tr/min pendant le traitement. Des dissipateurs thermiques en cuivre (en orange sur la figure 4.1) partiellement immergés dans l'azote liquide ont été fixés sur les deux têtes des échantillons pour maintenir les échantillons à basse température pendant les traitements cryogéniques.

Trois conditions de traitement ont été étudiées et ont fourni les échantillons suivants :

- Échantillons polis (P) : ces échantillons ont été usinés aux dimensions requises, puis traités thermiquement et enfin polis avec des papiers SiC de 500 à 4000 #.
- Échantillons SMATés à température ambiante (SMAT-RT) : ces échantillons ont été préparés de la même manière que les échantillons P et ont été SMATés à température ambiante.

- Échantillons SMATés à température cryogénique (SMAT-CT) : ces échantillons ont été préparés comme les échantillons P et ont été SMATés à température cryogénique.

Tableau 4.1 Plages de température de traitement pour les échantillons SMAT-RT et SMAT-CT et valeurs caractéristiques de rugosités Ra et Rz

Échantillon	Température de traitement	Ra (μm)	Rz (μm)
Polis (P)	–	0.05 ± 0.01	0.34 ± 0.07
SMAT-RT	20 à 80 °C	3.13 ± 0.39	14.89 ± 1.75
SMAT-CT	-170 à -100 °C	0.81 ± 0.13	3.88 ± 0.64

Le tableau 4.1 donne les différentes conditions de traitement avec les variations de température correspondantes pendant le SMAT ainsi que la rugosité de surface qui en résulte. La température a été mesurée à l'aide de thermocouples placés dans des trous percés du côté d'une des têtes jusqu'à la section centrale le long de l'axe longitudinal de certains échantillons qui n'ont été utilisés que dans ce but. Pour le SMAT à température ambiante, la température à cœur de l'échantillon est passée de 20 °C à environ 80 °C, en raison de la chaleur générée par les impacts des billes, avant d'atteindre un état stable après environ 2 min. Les échantillons traités à température cryogénique ont d'abord été refroidis à -170 °C avec de l'azote liquide et ont ensuite été traités par SMAT. La température à cœur a augmenté similairement pour atteindre environ -100 °C avant de se stabiliser en moins de 4 min.

4.2.2 Analyse des microstructures et des surfaces

La rugosité de surface linéaire a été mesurée le long de l'axe longitudinal sur la section centrale avec une moyenne de 6 mesures effectuées par échantillon avec un profilomètre de surface à stylet d'un rayon standard de 5 μm .

Les observations microstructurales ont été faites sur des sections transversales polies miroir et coupées perpendiculairement à l'axe longitudinal des échantillons. Les images de microscopie électronique à balayage (MEB) ont été acquises avec un appareil ZEISS Supra 40. Un détecteur Symmetry et le logiciel Aztec d'Oxford Instruments ont été utilisés pour les cartographies par diffraction électronique rétrodiffusée (EBSD).

Le gradient des phases présentes dans les microstructures de surface et de sous-surface a été quantifié à l'aide de spectres $\theta - 2\theta$ obtenus par Diffraction des Rayons X et acquis pendant 10 min avec un détecteur 2D sur un appareil Bruker D8. Une source de Co K_α a été utilisée avec une tension de 40 kV et un courant de 30 mA. Il convient de noter que les gradients obtenus à partir de ces mesures ne sont que qualitatifs puisque le rayonnement Co K_α utilisé a une profondeur de pénétration d'environ 30 μm dans le titane (Cullity, 1956). En tant que tels, les spectres de DRX mesurés sont sensiblement affectés par les phases dans les 30 premiers μm sous la surface mesurée. Les spectres ont été obtenus après des électro-polissages successifs à l'aide d'une solution électrolytique composée de : 6% d'acide perchlorique, 35% de butoxyéthanol et 59% de méthanol, et d'une tension de 24 V. Un masque de silicone a été utilisé pour sélectionner et limiter la surface électropolie de l'échantillon. Un micromètre numérique a été utilisé pour mesurer la profondeur d'enlèvement après chaque étape de polissage. Les échantillons cylindriques étaient en rotation à une vitesse de 20 tr/min dans le sens longitudinal pour augmenter le nombre de grains diffractant pendant la mesure du spectre de DRX. Le bruit de fond des spectres de diffraction a été approximé par une expression polynomiale de degré 6 et soustrait aux spectres de DRX mesurés. Pour émerger du bruit de fond, la fraction volumique d'une phase donnée doit être supérieure à 5 %.

Les profils de microdureté Vickers ont été acquis avec une charge de 25 g sur les mêmes sections. Les mesures ont commencé à 30 μm sous la surface et ont continué tous les 30 μm vers le cœur. Les profils ont été obtenus à partir d'une moyenne de 10 mesures.

Les profils de contraintes résiduelles ont été acquis avec un appareil Pulstec μ -X360s utilisant une source de vanadium et la méthode $\cos \alpha$ (Delbergue, Texier, Lévesque & Bocher, 2019). Les profils de contraintes résiduelles ont été réalisés après électro-polissage successif sur des échantillons de fatigue - de manière similaire aux spectres de DRX $\theta - 2\theta$ - le long de l'axe longitudinal. Afin d'augmenter significativement le nombre de grains diffractants et d'améliorer la fiabilité des mesures, les échantillons ont été mis en rotation pendant 1 min à une vitesse de 20 tr/min pour les mesures de contraintes résiduelles. L'effet de l'enlèvement de matière en

surface sur les contraintes résiduelles a été corrigé selon Moore et al. car la géométrie de la poche permet les simplifications proposées (Moore & Evans, 1958).

4.2.3 Analyse du comportement en fatigue et des ruptures

Des essais de fatigue en flexion rotative quatre points ont été effectués avec un appareil d'essai R. R. Moore à une fréquence de rotation de 30 Hz ($R = -1$). Les échantillons ont été chargés à des niveaux de contraintes choisis pour une durée de vie en fatigue prévue jusqu'à 10^6 cycles.

Après la fracture, des mesures tomographiques ont été effectuées sur les régions situées sous les surfaces de fracture avec un appareil XT H 225 de Nikon Metrology afin de détecter les grandes fractures en sous-surface dans ces régions et de déterminer leurs formes. L'acquisition a été faite avec une tension de 210 kV, une intensité de $43 \mu\text{A}$ et un temps d'exposition de 1 s par projection pour un total de 2634 projections. L'appareil avait une résolution de $3,96 \mu\text{m}$ dans cette configuration. Les données acquises ont été traitées avec le logiciel Dragonfly.

4.3 Résultats

Cette section est divisée en trois sous-sections différentes qui traitent de la microstructure déformée, des propriétés de surface et enfin des propriétés en fatigue.

4.3.1 Analyse des structures déformées

Les observations au MEB permettent de montrer la microstructure initiale du matériau et les effets issus des deux types de traitement SMAT. La Fig. 4.2a est une micrographie MEB de la microstructure à cœur à faible grossissement et révèle de gros grains β d'environ $260 \mu\text{m}$. Les Figs. 4.2b et c présentent respectivement les représentations des contrastes de bandes obtenues à partir de cartographies EBSD de la section transversale aux surfaces des échantillons SMAT-RT et SMAT-CT. Le contraste de bande montre la qualité de l'indexation des motifs EBSD et est représenté par des nuances de gris, le blanc représentant la meilleure qualité d'indexation et le noir montrant les points où l'indexation a échoué. L'indexation peut être améliorée par

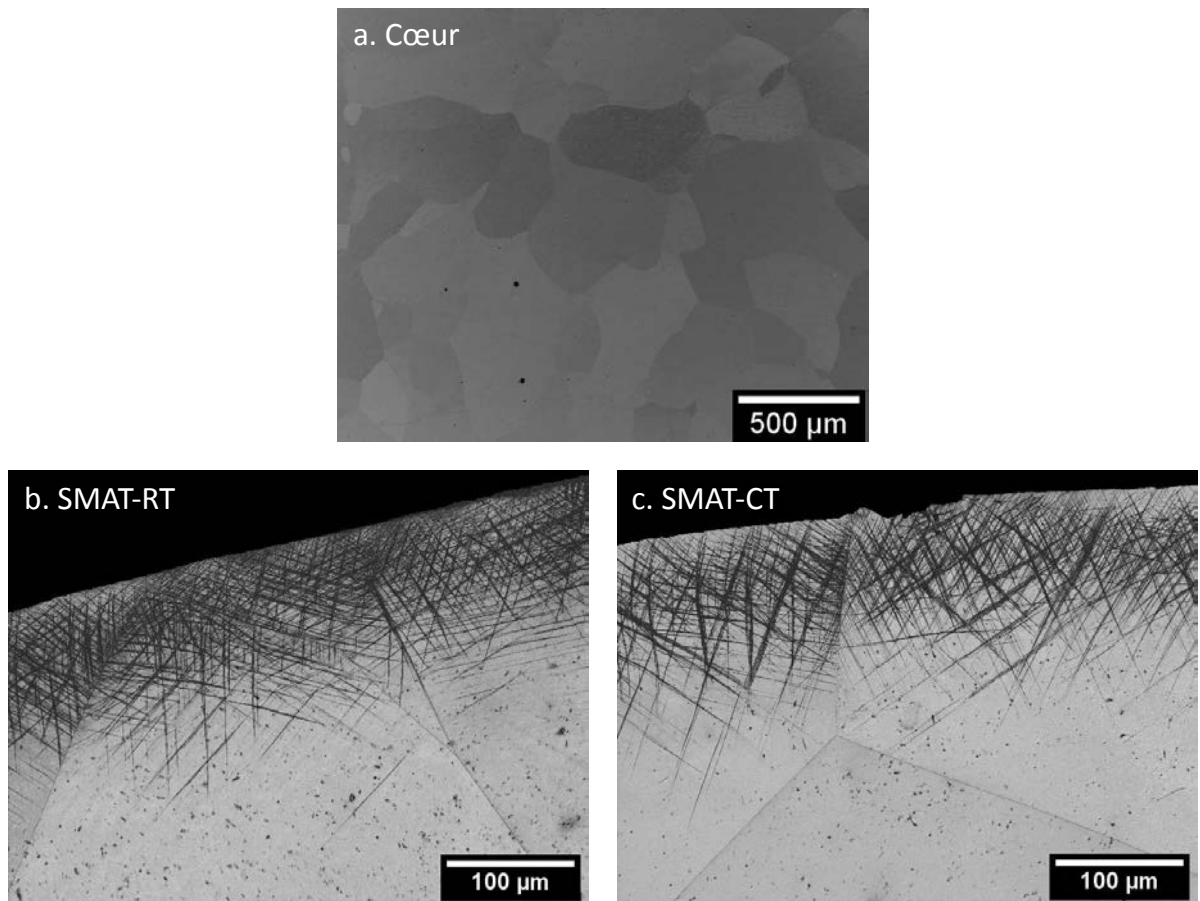


Figure 4.2 Observations MEB des sections transversales de la microstructure à cœur (a). Représentations en contraste de bandes des cartographies EBSD de la section transversale près des surfaces SMATées pour les échantillons SMAT-RT (b) et SMAT-CT (c).

une meilleure régularité de la cellule cristallographique (moins de défauts structuraux comme les dislocations, par exemple). Des bandes de déformation de différentes largeurs et orientées selon différentes directions ont été formées. Pour les deux échantillons SMATés, ces bandes de déformation sont présentes depuis la surface jusqu'à une profondeur d'environ 200 μm , mais elles sont principalement présentes dans les 100 premiers μm . Les échantillons SMAT-RT (Fig. 4.2b) montrent un intervalle étroit de largeurs de bandes et une distribution homogène autour d'une largeur moyenne. Les échantillons SMAT-CT (Fig. 4.2c) présentent un intervalle plus large de largeurs de bandes de déformation. Certaines sont extrêmement épaisses tandis que d'autres sont nettement plus fines, et les bandes ne sont pas réparties de manière homogène sur cette plage.

Au contraire, les deux extrêmes de cette plage sont considérablement plus fréquents. De manière surprenante, les cartographies de contrastes de bandes des échantillons SMAT-RT et SMAT-CT montrent une microstructure à la surface supérieure avec un meilleur taux d'indexation et une densité de bandes de déformation inférieure par rapport à la microstructure plus en profondeur dans le matériau (Fig. 4.2b et c). Cet effet est particulièrement visible pour les échantillons SMAT-CT, car les bandes de déformation sont moins denses à la surface. La déformation à l'extrême surface n'était pas assez importante pour générer une nanostructure, ce qui a permis un taux d'indexation aussi élevé.

Afin de comprendre la nature de ces bandes de déformation, plus d'observations sont nécessaires. Les Figs. 4.3a et b représentent les cartes de figures de pôles inverses (IPF) extraites des mêmes cartographies EBSD montrées dans la Fig. 4.2 respectivement pour les échantillons SMAT-RT (a) et SMAT-CT (b). Le taux d'indexation diminue de manière significative dans les bandes en raison de la déformation importante. L'IPF fournit uniquement des informations concernant les changements d'orientation cristallographique pour les grandes bandes de déformation, car les plus petites visibles sur les Figs. 4.2b et c étaient plus fines que le pas de 300 nm. Un zoom sur la région marquée par un rectangle rouge dans la Fig. 4.3a est montré dans la Fig. 4.3c. Le taux d'indexation élevé dû à la déformation plus faible à cette profondeur permet d'identifier les caractéristiques des bandes de déformation. La variation cumulative de désorientation entre les bandes de déformation a été déterminée pour quatre de ces bandes le long des lignes nommées A à D et a été représentée sur la Fig. 4.3d. Les désorientations entre les bandes et le cristal initial varient entre 5° et 24° . Il est intéressant de noter que les lignes A et D croisent deux bandes alignées dans la même direction, mais qu'elles présentent des variations de désorientation différentes. La ligne D présente une variation de désorientation progressive sur toute la bande alors que la variation de la ligne A est beaucoup plus raide aux bords de la bande alors qu'elle est constante en son centre. Les figures de pôles autour des lignes A et C sont indiqués respectivement sur les Fig. 4.3e et f. La Fig. 4.3e affiche les pôles $\{541\}$ tandis que la Fig. 4.3f affiche les pôles $\{110\}$. Sur les deux figures, il est possible d'observer une rotation autour d'un pôle, indiquée par les cercles en pointillés. Toutes ces caractéristiques indiquent que

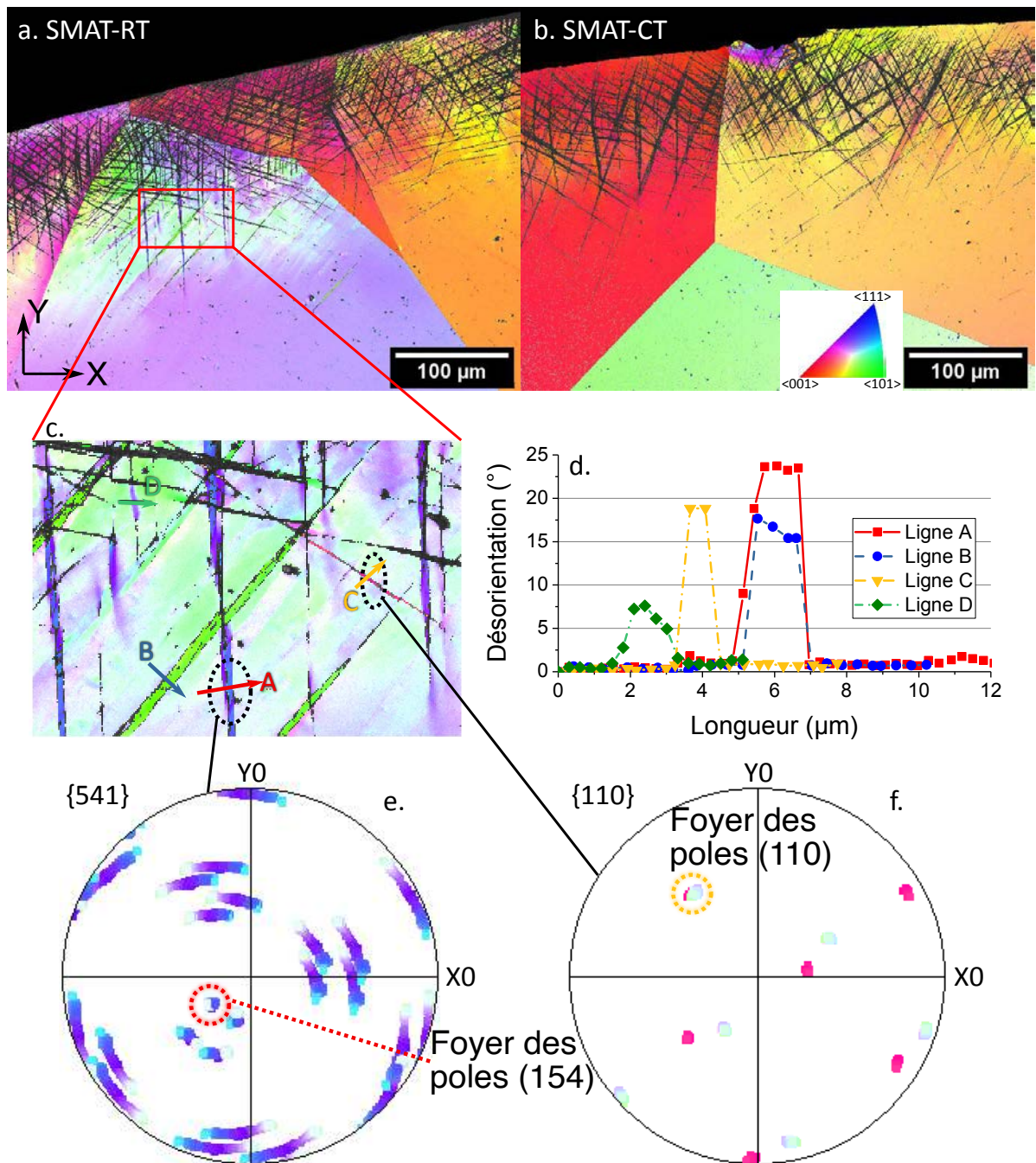


Figure 4.3 Cartes de figures de pôles inverses obtenues par EBSD sur la section transversale d'échantillons SMAT-RT (a) et SMAT-CT (b) dans la région déformée en utilisant un pas de 300 μm . Un zoom sur la section transversale de l'échantillon SMAT-RT est donné dans l'image c révélant les caractéristiques de la déformation. L'évolution de la désorientation le long des lignes A à D tracées dans l'image c est présentée dans le graphique d. Les figures des pôles de la région autour des lignes A et C sont présentées en e et f, respectivement pour les pôles {541} et {110}, les cercles en pointillés rouges et jaunes représentent le foyer des pôles autour duquel une rotation se produit.

ces bandes de déformation sont en fait des bandes de pliure en genou, aussi appelées kink bands (KB), comme le montrent en détail Zheng *et al.* (Zheng *et al.*, 2017a).

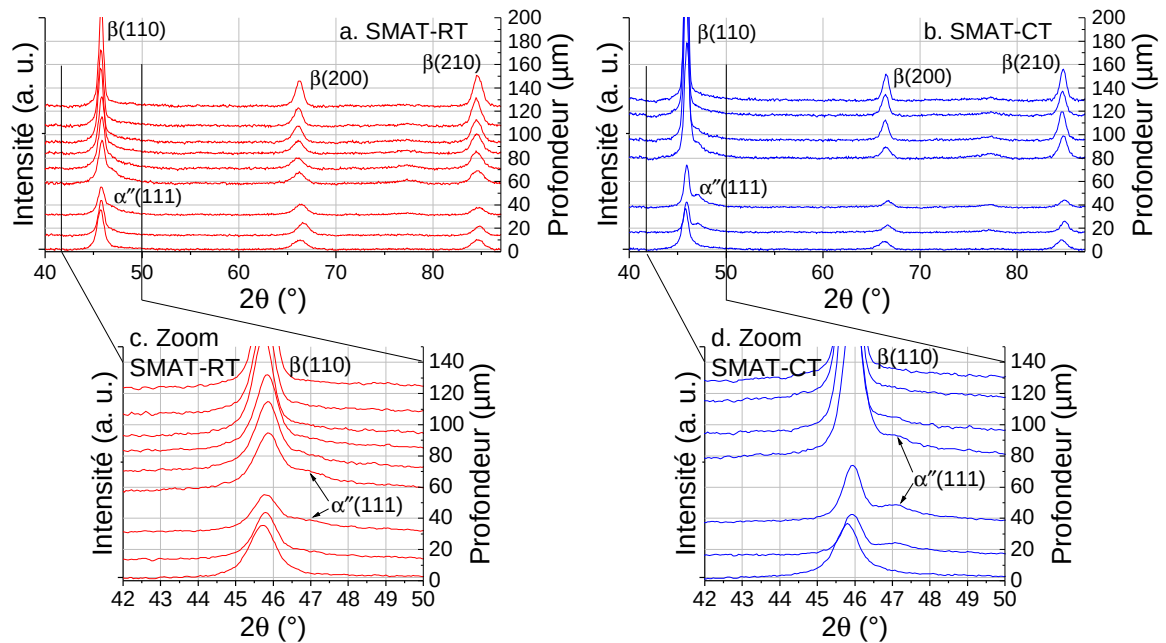


Figure 4.4 Profils de DRX $\theta - 2\theta$ sur des échantillons SMAT-RT (a) et SMAT-CT (b) à des profondeurs successives. La valeur de la ligne de base sur l'axe des y de droite donne la profondeur à laquelle le profil a été mesuré. Trois pics de diffraction pour la phase β et un pic pour la phase α'' sont indiqués. Les zooms sur les profils autour du pic de α'' sont donnés en c et d respectivement pour le SMAT-RT et le SMAT-CT.

Les effets du SMAT sur la transformation martensitique dans l'alliage de titane 5553 β -métastable peuvent être déterminés grâce aux techniques de DRX. Les Figs. 4.4a et b donnent respectivement des spectres de DRX sur les échantillons SMAT-RT et SMAT-CT, obtenus à différentes profondeurs après des électro-polissages successifs ; cela permet de déterminer l'évolution de la présence des phases en fonction de la profondeur. La profondeur de chaque mesure est visible sur l'axe des ordonnées de droite au niveau de la ligne de base du spectre. Des pics notables des phases β et α'' sont indiqués. Les zooms sur les positions des pics $\beta(110)$ et $\alpha''(111)$ sont affichés sur les Figs. 4.4c et d respectivement pour SMAT-RT et SMAT-CT. Sur les deux échantillons SMATés, aucune martensite n'est détectée à la surface. Le pic $\alpha''(111)$

commence à apparaître après le premier électro-polissage à une profondeur de 15 μm pour les échantillons SMAT-RT et SMAT-CT. Entre 30 et 60 μm , le pic de martensite est clairement visible pour les deux conditions d'échantillonnage. Pour l'échantillon SMAT-RT, le pic est à peine visible à 80 μm et disparaît à des profondeurs plus importantes. Pour l'échantillon SMAT-CT, la martensite peut être détectée jusqu'à 120 μm . L'apparition d'un seul pic bien défini empêche une quantification précise de la phase martensitique. Les autres pics sont couverts par le bruit de fond. Cependant, le fait que le pic de la martensite $\alpha''(111)$ soit visible signifie que la fraction volumique de la martensite devrait être d'au moins 5 %. Ainsi, la formation de martensite a été favorisée lorsque le traitement a été effectué à température cryogénique et la transformation a été plus faible en surface qu'en sous-surface.

4.3.2 Propriétés de surfaces et de sous-surfaces

Comme l'intégrité de la surface est d'une importance majeure dans la fatigue à grand nombre de cycles en raison de la promotion des fissures de surface pour une faible intégrité, la détermination de la rugosité de la surface est obligatoire. Le tableau 4.1 affiche les paramètres de rugosité de surface R_a et R_z des échantillons polis et SMATés. La surface des échantillons SMAT-RT présente une rugosité environ 4 fois plus élevée que celle des échantillons SMAT-CT en raison de la résistance mécanique accrue des matériaux à température cryogénique, ce qui entraîne une réduction de la déformation de la surface pour une énergie d'impact constante.

Les mesures de dureté permettent de déterminer l'efficacité du SMAT pour renforcer les surfaces par une déformation plastique importante. La Fig. 4.5a donne les évolutions de la dureté en fonction de la profondeur à partir de la surface pour les échantillons SMAT-RT et SMAT-CT. L'échantillon SMAT-RT montre une augmentation de la dureté d'environ 15 % alors que le SMAT-CT ne présente qu'une augmentation de 9 %, à 30 μm sous la surface. La profondeur affectée a chuté de 200 μm à 150 μm avec l'utilisation de la température cryogénique.

Les contraintes résiduelles limitent considérablement la propagation des fissures dans les régions en compression et, de ce fait, ont un impact important sur le comportement en fatigue. La Fig.

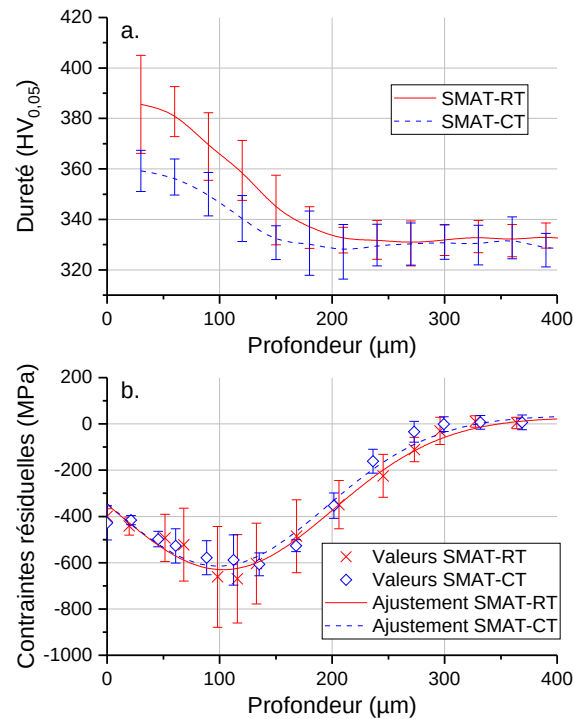


Figure 4.5 Profils de dureté ($HV_{0.05}$, a) et de contraintes résiduelles (b) pour les échantillons SMAT-RT et SMAT-CT en fonction de la profondeur.

4.5b affiche les profils de contraintes résiduelles pour les conditions SMAT-RT et SMAT-CT. Les deux profils semblent extrêmement similaires en termes de forme et d'intensité. Les contraintes résiduelles de compression sont d'environ -400 MPa à la surface et les profils de contraintes résiduelles atteignent un pic de compression à une profondeur légèrement supérieure à 100 μm avec une valeur d'environ -650 MPa pour les échantillons SMAT-RT et -600 MPa pour les échantillons SMAT-CT. Les contraintes résiduelles augmentent ensuite jusqu'à atteindre 0 MPa à une profondeur d'environ 350 μm .

4.3.3 Propriétés en fatigue

Les échantillons ont été soumis à une amplitude de contrainte pour une durée de vie en fatigue prévue entre 10^5 et 10^6 cycles. La Fig. 4.6 donne les résultats des tests de fatigue sous la forme du niveau d'amplitude de la contrainte appliquée en fonction du nombre de cycles jusqu'à

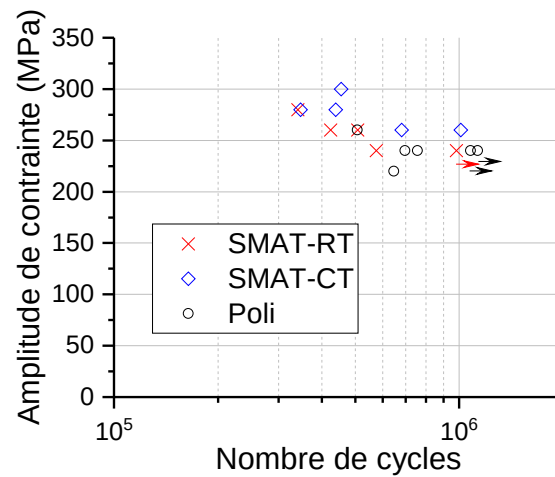


Figure 4.6 Amplitude de contraintes et nombre de cycles jusqu'à rupture pour les échantillons polis, SMAT-RT et SMAT-CT

rupture pour les échantillons traités SMAT-RT (croix rouge), SMAT-CT (losange bleu) et Polis (cercles noirs). Les flèches sous les marques représentent les essais run-out qui ont été arrêtés au nombre de cycles indiqué. À partir de ces résultats, les conditions Polis et SMAT-RT présentent des résistances à la fatigue similaires. La condition SMAT-CT présente une amélioration de la résistance à la fatigue d'environ 20 MPa (ou environ 8 %) par rapport aux autres conditions.

4.3.4 Faciès de rupture

L'observation des faciès de rupture permet de déterminer comment les fissures ont nucléé et se sont propagées, ce qui permet de comprendre les comportements en fatigue dans les conditions étudiées. Les Figs. 4.7a, b et c montrent des images MEB des faciès de rupture, respectivement pour les conditions Polis, SMAT-RT et SMAT-CT. Les flèches rouges indiquent les sites identifiés de nucléation des fissures principales. Ces fissures principales présentent les mêmes caractéristiques : elles se sont nucléées sur des défauts en sous-surface et se sont propagées le long d'un plan préférentiel dans un seul grain avant de passer au grain suivant le long d'un autre plan préférentiel avec une orientation similaire. Les images à fort grossissement des sites d'initiation identifiés sont données dans les Figs. 4.7d, e et f, respectivement pour les échantillons polis, SMAT-RT et SMAT-CT. Pour les échantillons polis (Fig. 4.7a), plusieurs

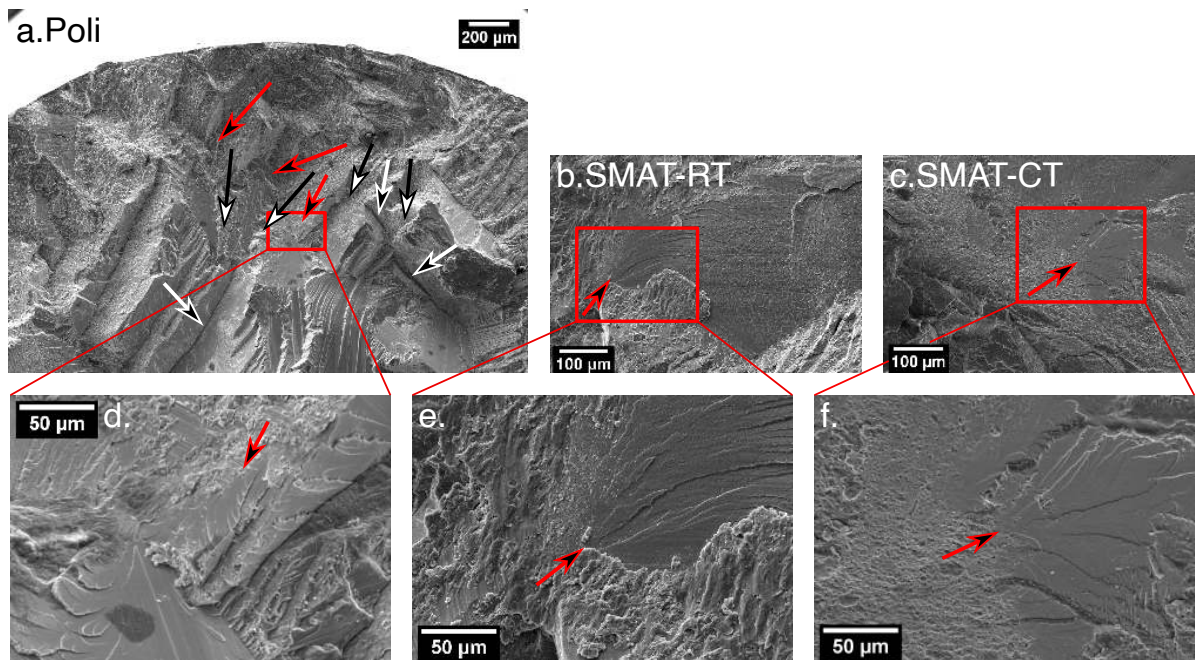


Figure 4.7 Observations MEB du faciès de rupture sur les échantillons polis (a), SMAT-RT (b) et SMAT-CT (c). Les amorces de fissures principales en fatigue sont indiquées par des flèches rouges. Les fissures secondaires reliant des fissures principales existantes sont mises en évidence par des flèches noires. Les flèches blanches indiquent les fissures de fatigue principales qui ont nucléé sous la surface observée et se sont propagées jusqu'à la surface de la fracture. Les images zoomé sur les sites de nucléation sont données en d, e et f respectivement pour les échantillons Polis, SMAT-RT et SMAT-CT.

sites primaires d'amorçage de fissures peuvent être observés sur une seule surface de fracture, comme l'indiquent les nombreuses flèches rouges. La Fig. 4.7a montre également des fissures secondaires (flèches noires) qui relient les espaces entre les fissures principales. Les fissures principales partiellement visibles, indiquées par les flèches blanches, témoignent que ces fissures principales initiaient de façon indépendante à différents endroits. Ces fissures principales qui se sont nucléées sous le faciès de rupture et se sont propagées vers lui. Seuls les échantillons polis présentent quelques sites d'initiation de fissures principales à la surface. Cependant, la plupart de ces sites se trouvent en sous-surface, comme le montre l'image MEB présentée à la Fig. 4.7a. Les échantillons SMAT-RT et SMAT-CT montrent tous deux des sites d'amorçage en sous-surface à au moins 250 μm sous la surface, c'est-à-dire en dehors de la zone affectée par le SMAT.

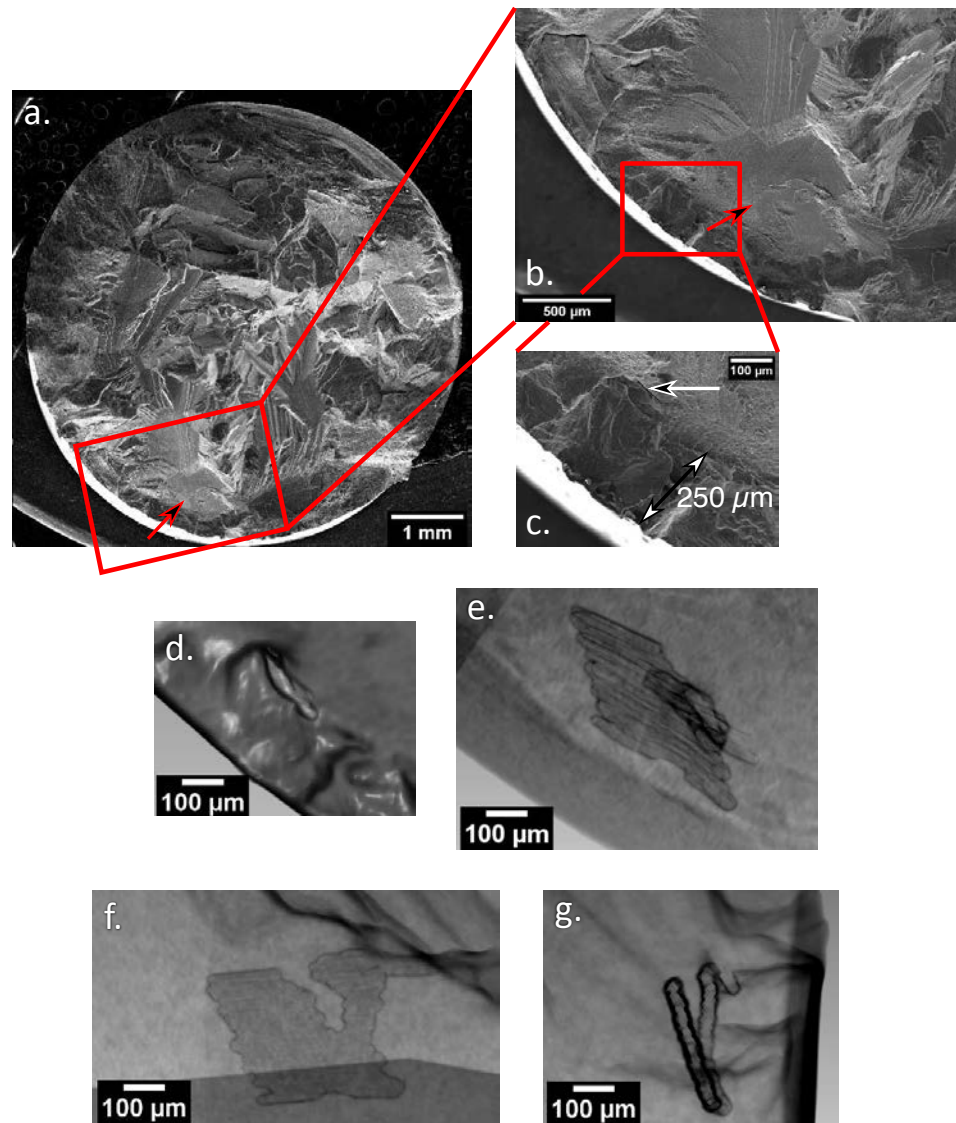


Figure 4.8 Image MEB du faciès de fracture complet pour le même échantillon SMAT-CT après fracture présenté dans la Fig. 4.7c (a). Une image à plus grand grossissement (b) montre la zone où la fissure principale a nucléé. Les flèches rouges pointent vers le site de nucléation. L'image c révèle le faciès de rupture au niveau de la surface cylindrique extérieure à côté de la fissure principale et l'image d montre la représentation du même endroit acquise par tomographie. Une fissure émergeant sur le faciès de rupture est indiquée par une flèche blanche sur l'image c. La taille de cette fissure sur l'image d est agrandie. Les trois autres images (e, f et g) mettent en évidence un réseau de fissures sous la surface avec des orientations différentes. Les images c à g ont la même échelle.

La détection d'une fissure principale sous le faciès de rupture, et dissociée de celui-ci pourrait confirmer le caractère indépendant de la nucléation des fissures principales décrites dans le

paragraphe précédent. La Figs. 4.8a montre un faciès de rupture typique complet observé par MEB du même échantillon SMAT-CT présenté dans la Fig. 4.7c. Le site d'initiation de la fissure principale était déjà indiqué sur la Fig. 4.7c et est marqué par une flèche rouge sur les Figs. 4.8a et b. La fissure principale s'est propagée le long de plans préférentiels sur des grains successifs, de manière similaire aux observations déjà faites dans la Fig. 4.7. Une image à fort grossissement du site d'initiation de la fissure principale dans la Fig. 4.8b montre une bande le long de la surface d'une largeur d'environ $250\ \mu\text{m}$ avec un aspect de surface typique de la rupture finale. Cela montre que la fissure principale s'est propagée préférentiellement vers le centre de l'échantillon, et que ce n'est que plus tard qu'elle s'est propagée à travers cette bande. Une observation rapprochée de cette bande (Fig. 4.8c) montre une fissure émergente à la limite entre la bande et la fissure principale, indiquée par la flèche blanche.

La tomographie permet de représenter des caractéristiques en profondeur sans avoir à couper ou à modifier les échantillons et donc de les révéler telles qu'elles sont réellement. Malheureusement, elle est limitée aux caractéristiques de grande taille et seules les fissures les plus importantes peuvent être identifiées avec cette méthode. Les Figs. 4.8d à g ont été obtenues grâce à une analyse par tomographie. Les images révèlent clairement la présence de la fissure émergente déjà observée entre la bande et la fissure principale (Fig. 4.8c), sa taille ayant été agrandie pour des raisons de visibilité. Les Figs. 4.8e à g montrent la même région en transparence et présentent un réseau de fissures où une grande fissure secondaire interne a nucléé à une profondeur d'environ $250\ \mu\text{m}$ et s'est propagée à peu près parallèlement au faciès de rupture. Une autre fissure est apparue lors de la fracture finale, reliant cette fissure secondaire et la fissure principale.

4.4 Discussion

Les résultats sur l'alliage de titane β -métastable rapportés précédemment ont montré les effets des conditions de traitement et, en particulier, la température. Les effets du SMAT sur (i) la microstructure et sur (ii) les propriétés de fatigue seront examinés successivement dans les sections suivantes.

4.4.1 Microstructures déformées

Les résultats de ce papier montrent que la formation des kink bands (KB) est le principal mécanisme de déformation de l'alliage de titane 5553 dans ces conditions SMAT. La transformation martensitique a été concomitante à la formation des KB, cette phase apparaissant au sein des bandes. La présence de KB est cohérente avec les observations faites dans quelques études menées sur des alliages de titane déformés en compression avec des barres de Hopkinson (taux de déformation de $5 \times 10^3 \text{ s}^{-1}$). Zheng et al. se sont concentrés sur l'alliage de titane Ti-35V-15Cr-0.3Si-0.1C (Zheng *et al.*, 2017a) et Qin et al. ont travaillé sur l'alliage 5553 (Qin & Li, 2019). L'apparition de KB dans l'alliage 5553 après SMAT dans la présente étude, mais pas après poinçonnement de cisaillement à des taux de déformation allant jusqu'à 200 s^{-1} pour Zafari et al. (Zafari & Xia, 2018) ni dans les essais de compression à des taux de déformation de 10^{-3} s^{-1} pour Barriobero-Vila et al. (Barriobero-Vila *et al.*, 2018) et de $0.7 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ pour Sadeghpour et al. (Sadeghpour *et al.*, 2018), tend à soutenir l'hypothèse que leur formation est favorisée à des taux de déformation très élevés. Un taux de déformation supérieur à 200 s^{-1} semble nécessaire pour leur formation dans l'alliage de titane 5553. Selon les calculs de Chan et al. (Chan *et al.*, 2010) sur l'acier, le taux de déformation SMAT typique peut être supérieur à 10^3 s^{-1} dans les premiers $300 \mu\text{m}$ de la surface. Cependant, les conditions de déformation locale par SMAT n'ont pas induit l'apparition de bandes de cisaillement adiabatiques ; comme cela a été noté dans le cas d'essai de compression avec des barres de Hopkinson pour des taux de déformation similaires (Qin & Li, 2019 ; Zheng *et al.*, 2017a). La désorientation progressive observée dans la figure de pôles de la Fig. 4.3e par une rotation graduelle des pôles $\{541\}$ autour du cercle en pointillés rouges indiqués illustre ce que Zheng et al. ont proposé comme mécanisme de formation de KB dans les alliages de titane β (Zheng *et al.*, 2017a). Les KB sont formées par la migration des dislocations coin grâce à des modes de glissement : $\{112\}\langle 111\rangle$, $\{123\}\langle 111\rangle$, $\{101\}\langle 111\rangle$, et montrent respectivement une rotation du cristal autour de trois axes de rotation, aussi appelés axes de Taylor : $\langle 110\rangle$, $\langle 541\rangle$, $\langle 121\rangle$. La différence entre les désorientations des KB mesurées le long de la ligne A et de la ligne D dans la Fig. 4.3d met également en évidence l'hypothèse selon laquelle les KB sont formés progressivement. La bande D vient de commencer

sa formation avec une désorientation de 7° alors que la bande A est déjà bien formée avec une désorientation de 24° . Il est intéressant de noter que la KB qui est encore en cours de formation (D) présente une variation progressive de la désorientation par rapport à la forte variation des KB bien formées (A).

Le fait que la densité des KB soit plus élevée sous la surface qu'en surface (Figs. 4.2b et c) peut s'expliquer par des mécanismes complémentaires. Premièrement, une partie importante des dislocations formées près de la surface ont la possibilité d'être annihilées en migrant et en atteignant la surface ; comparativement, les dislocations formées en profondeur se bloquent et interagissent entre elles afin de minimiser l'énergie stockée. Deuxièmement, une densité de dislocations plus élevée se forme en sous-surface en raison de la localisation de l'amplitude plus élevée de la contrainte de Hertz lors des chocs des billes (Johnson & Johnson, 1987 ; Novelli *et al.*, 2018). Pour une énergie d'impact donnée du SMAT, la condition SMAT-CT semble entraîner une densité plus faible de KB de grande taille par rapport à la condition SMAT-RT. L'augmentation de la limite d'élasticité à la température cryogénique réduit le nombre de dislocations formées après chaque impact et ce fait devrait être responsable de la capacité de ces dislocations à se déplacer sur de plus grandes distances sans interagir les unes avec les autres. Ainsi, elles peuvent migrer plus facilement pour former une seule KB, augmentant sa taille et entraînant l'apparition des plus grandes KB (Fig. 4.2c), au lieu de former une multitude de KB plus fines lorsque le traitement SMAT est effectué à température ambiante.

Le SMAT n'a permis la formation de martensite que dans les KB en sous-surface. Bien qu'aucune martensite n'ait été détectée à la surface pour le SMAT-RT et le SMAT-CT, elle était visible sur les spectres de DRX obtenus plus profondément en sous-surface, ce qui suggère que la fraction volumique de la martensite était supérieure à 5 % en sous-surface. La température cryogénique a amélioré la capacité à déclencher la transformation martensitique, car une température plus basse entraîne la présence de martensite plus profondément en sous-surface. Cette transformation martensitique plus facile au sein des KB peut également expliquer pourquoi les KB les plus épaisses ont été obtenues pour les échantillons SMAT-CT, car la transformation martensitique peut forcer les KB à s'étendre au-delà de la taille qu'elles atteindraient autrement.

Dans le cadre des paramètres de traitement utilisés, aucun grain ultrafin n'a été observé à la surface après SMAT, à la fois à température ambiante et également à température cryogénique, ce qui montre que les conditions de traitement étaient relativement douces ; au contraire, la microstructure à la surface était fragmentée uniquement par les bandes de pliage. Nous avons constaté qu'en augmentant la durée du SMAT à plusieurs heures, le processus de fragmentation se poursuit et aboutit à la formation d'une nanostructure. Les images MEB utilisées pour cette observation ne sont pas données ici, car l'intérêt de les ajouter en tant que nouvelle figure est minime. Cependant, la durée du SMAT qui était déjà de 40 minutes dans le cas présent devrait être augmentée à plusieurs heures pour générer de telles microstructures, ce qui pourrait ne pas être pratique pour les applications industrielles, car cela ajouterait des coûts de fabrication élevés (faible taux de production et usure rapide des équipements de SMAT). En outre, dans la présente étude, l'objectif était également d'étudier la résistance à la fatigue des échantillons SMATés et l'augmentation de la durée du SMAT pourrait entraîner une perte d'intégrité de surface en raison de l'altération de la surface générée par l'intensité du traitement de déformation. Un impact négatif sur la résistance à la fatigue a en effet été observé pour les traitements de longue durée dans les superalliages, les aciers inoxydables et les alliages d'aluminium (Grosdidier & Novelli, 2019 ; Pandey *et al.*, 2017 ; Tian *et al.*, 2007) en raison de la perte d'intégrité de surface.

Il est pertinent de comparer les effets du SMAT à température cryogénique sur l'alliage de titane β -métastable utilisé à ce qui a été rapporté dans le cas des aciers inoxydables austénitiques (Novelli *et al.*, 2016,1). Dans les travaux réalisés par Novelli et al. ainsi que dans la présente étude, le SMAT-CT semble favoriser de manière significative la transformation martensitique, car moins de contraintes ou de déformations sont nécessaires pour déclencher la transformation à basse température. Les deux travaux montrent également que le SMAT-CT permet de réduire significativement la rugosité grâce à l'augmentation de la résistance mécanique des matériaux à température cryogénique qui entraîne une déformation superficielle plus faible pour une même énergie conférée par les impacts. Cependant, le SMAT-CT sur l'alliage 5553 présente un durcissement de surface moindre que celui obtenu par SMAT-RT, ce qui donne des résultats très différents de ceux rapportés par Novelli et al. (Novelli *et al.*, 2016,1). En effet, Novelli et al. ont

montré que l'utilisation du SMAT à température cryogénique pouvait augmenter de manière significative la dureté de la surface sur une plus grande plage de profondeur par rapport au SMAT à température ambiante grâce à la formation favorisée d'une martensite dure avec un changement de volume significatif pendant la transformation. Le faible changement de volume pendant la transformation martensitique α'' dans le titane limite le durcissement martensitique dans ces alliages.

4.4.2 Impact sur la fatigue

Le comportement en fatigue de l'alliage 5553 actuel est extrêmement dépendant des caractéristiques cristallographiques, à la fois dans l'initiation des fissures de fatigue et dans leur propagation.

Les faciès de rupture sont assez difficiles à lire et à interpréter (Fig. 4.7), mais selon les observations recueillies sur tous les échantillons après rupture, une fissure principale est apparue dans un grain en sous-surface et a commencé à se propager dans le grain le long d'un plan préférentiel. Lorsque la fissure principale a atteint la limite du grain, elle s'est propagée à travers le grain suivant le long d'un autre plan préférentiel d'orientation similaire. De plus, la fissure a réduit la capacité de charge locale et a donc augmenté la concentration de contraintes dans les régions voisines. Plusieurs fissures se sont nucléées et ont propagées selon le même schéma et une fois que la capacité de charge a atteint un niveau critique, les fissures secondaires ont commencé à combler les espaces entre les régions déjà fracturées pour finalement provoquer la rupture.

Les initiations ont principalement commencé au niveau des défauts en sous-surface, comme les joints de grains triples, pour toutes les conditions de traitement, c'est-à-dire les échantillons polis et SMATés. Pour les échantillons polis, la faible rugosité de la surface et la plasticité précoce en surface étaient apparemment moins préjudiciables que certains défauts en sous-surface, car les amorces principales sont situées en sous-surface. Pour les surfaces SMATées, les amorces sont apparues à une profondeur de plus de 250 μm de la surface, ce qui correspond à la profondeur

où la contribution des contraintes résiduelles en compression est relativement faible. Pour les échantillons SMATés, les fissures ne se sont propagées vers la surface que lors de l'étape finale de la propagation des fissures, car elles doivent traverser la région où les contraintes résiduelles de compression sont élevées. Cela peut entraîner une augmentation du nombre de cycles jusqu'à la rupture.

Bien que le SMAT ait produit une dureté de surface accrue et d'importantes contraintes résiduelles de compression, les échantillons SMAT-RT avaient des résistances en fatigue similaires à celles des échantillons polis. Ceci est surprenant, car les fissures sur les échantillons polis pouvaient facilement atteindre la surface, se propageant jusqu'à une taille critique plus rapidement. La propagation pour le SMAT-RT a été empêchée dans la couche de 250 μm de la surface pendant la phase initiale de propagation, car la fissure ne pouvait alors atteindre la taille critique qu'en se propageant vers le centre des échantillons, où l'amplitude de la contrainte est plus faible. D'après ces observations, le SMAT-RT devrait avoir une résistance à la fatigue sensiblement plus élevée que les échantillons polis. Peut-être que la rugosité de surface élevée des échantillons SMAT-RT a agi comme un concentrateur de contraintes et a aidé la fissure à se propager à travers la couche durcie en compression, réduisant ainsi la taille critique nécessaire avant la fracture finale. Cette hypothèse peut également expliquer pourquoi l'état SMAT-CT a produit une augmentation de 8 % de la résistance à la fatigue, la rugosité de surface ayant été considérablement réduite, même si ces échantillons présentaient également une dureté et une densité de KB plus faible par rapport aux échantillons SMAT-RT. Une autre hypothèse qui pourrait expliquer la meilleure résistance à la fatigue des échantillons SMAT-CT est la présence de martensite plus profonde en sous-surface et de KB plus larges, car ces deux caractéristiques peuvent également entraver la propagation des fissures à travers la couche déformée.

4.5 Conclusions

L'objectif principal de cette étude était d'étudier les effets du traitement d'attrition mécanique ultrasonique de surface (SMAT), en particulier à température cryogénique, sur l'alliage de titane

β -métastable 5553 et l'impact sur ses propriétés en fatigue. Les principaux résultats peuvent être résumés comme suit.

En termes de microstructure et de propriétés de surface :

- Les bandes de pliure en genou, ou kink bands (KB) ont été formées après SMAT dans l'alliage de titane β -métastable 5553 dans son état complètement β en raison des vitesses de déformation localement élevées induites par le SMAT. Les directions aléatoires d'impact, inhérentes au SMAT, ont permis l'activation de différents systèmes de KB. La densité des KB était la plus élevée en sous-surface pour le SMAT à température ambiante (RT) et à température cryogénique (CT).
- La formation de martensite a été observée dans les KB pour toutes les conditions SMAT en raison de la concentration de la déformation dans ces régions.
- Le SMAT à température cryogénique a permis la formation de martensite plus profondément en sous-surface par rapport au SMAT effectué à température ambiante. Contrairement à ce qui a été observé dans l'acier inoxydable 304S, cette quantité plus importante de martensite ne s'est pas accompagnée d'une augmentation de la dureté en sous-surface. Au contraire, les échantillons SMAT-CT ont été trouvés moins durs que les échantillons SMAT-RT.
- La rugosité après SMAT a été réduite d'un facteur 4 lorsque le traitement a été effectué à température cryogénique par rapport au traitement à température ambiante en raison de la résistance mécanique accrue de l'alliage à basse température.

En termes de résistance en fatigue :

- Le SMAT-CT a permis d'améliorer la résistance en fatigue de 8 % par rapport au SMAT-RT. Deux hypothèses peuvent expliquer cette différence : (i) la martensite plus profonde et les KB plus larges formées par le SMAT-CT peuvent avoir retardé la fracture finale, tandis que (ii) la rugosité élevée produite par SMAT-RT peut avoir introduit des défauts concentrateurs de contraintes en surface. Comme ces deux hypothèses ne se contredisent pas, une combinaison des deux peut être possible.

- Étonnamment, le SMAT-RT et les échantillons polis avaient tous deux une résistance en fatigue similaire. La microstructure à cœur de l'alliage 5553 dans l'état étudié présentait des défauts cristallographiques importants en raison de sa grande taille de grain, ce qui fait que la région la plus faible pour la fatigue se trouvait en sous-surface. Par conséquent, l'impact sur la fatigue des caractéristiques de surface induites par le SMAT - telles que la martensite, les KB et les contraintes résiduelles de compression - a été limité. En outre, si la deuxième hypothèse présentée ci-dessus est vraie, la rugosité de surface importante peut avoir réduit l'efficacité des contraintes résiduelles de compression introduites par le SMAT.

CHAPITRE 5

COMMENT L'INTÉGRITÉ DES SURFACES NANOSTRUCTURÉES PRODUITES PAR DÉFORMATION PLASTIQUE SÉVÈRE INFLUENCE LE COMPORTEMENT EN FATIGUE DES ALLIAGES D'ALUMINIUM AVEC UNE PRÉCIPITATION AMÉLIORÉE ?

Pierre Maurel^{1,2,3,*}, Laurent Weiss¹, Thierry Grosdidier^{1,2,**}, Philippe Bocher^{3,**}

¹ Université de Lorraine, Laboratoire LEM 3, UMR CNRS 7239,
7 Rue Félix Savart, 57073 Metz, France

² LABoratoire d'EXcellence "Design of Alloy Metals for low-mAss Structures"
(LABEX-DAMAS),
7 rue Félix Savart, 57073 Metz, France

³ Laboratoire d'Optimisation des Procédés de Fabrication Avancés (LOPFA), École de
Technologie Supérieure,
1100 Notre-Dame Ouest, Montréal, Québec, Canada H3C 1K3

Article publié dans le journal « International Journal of Fatigue » en juillet 2020.

Résumé

Les effets du traitement par attrition mécanique de surface (SMAT) avant ou après le revenu de précipitation sur les comportements de fatigue et les microstructures ont été étudiés sur deux alliages d'Al durcissables.

Le SMAT est un traitement à éviter pour l'alliage d'aluminium à haute sensibilité à l'entaille (7075), car la faible intégrité de surface générée est toujours préjudiciable aux performances en fatigue. Pour les alliages moins sensibles (2024), le SMAT avant le revenu provoquait la formation de précipités plus petits et plus denses, entraînant une profondeur durcie plus élevée, et des microstructures plus résistantes à la relaxation des contraintes résiduelles par rapport à du grenaillage de précontrainte classique. Le SMAT après revenu a entraîné une amélioration significative de la performance en fatigue avec seulement des sites de nucléation de fissures en sous-surface.

5.1 Introduction

Les traitements de déformation plastique sévère (SPD) ont permis de développer des matériaux aux propriétés mécaniques impressionnantes. Comme l'indiquent plusieurs articles (Estrin & Vinogradov, 2013 ; Lowe & Valiev, 2004 ; Ovid'ko *et al.*, 2018), des études ont montré que les affinements de microstructures et les densités de dislocation élevées induits par ces méthodes pouvaient augmenter de manière significative la dureté, la résistance mécanique, la résistance à la fatigue, la résistance à l'usure ainsi que, dans certains cas, la résistance à la corrosion. Cependant, cela se fait généralement au prix d'une ductilité moindre. Malheureusement, la plupart des procédés de SPD, tels que le "High Pressure Torsion" (Edalati & Horita, 2016) ou l'"Equal Channel Angular Pressing" (Valiev & Langdon, 2006), nécessitent un chargement considérable ou sont limités à la déformation d'échantillons relativement petits à la géométrie simple. Il reste donc extrêmement difficile de transposer ces procédés à des applications industrielles.

Comme la surface extérieure des pièces industrielles est généralement la plus sollicitée (charge plus élevée, frottement, corrosion), se concentrer sur le renforcement des surfaces apparaît comme un moyen viable et plus facile à mettre en œuvre pour profiter des bénéfices de ces structures affinées. À cette fin, plusieurs techniques de déformation plastique sévère ont été développées telles que le "Laser Shock Peening" (Montross *et al.*, 2002), le "Burnishing" (Murthy & Kotiveerachari, 1981), le traitement d'attrition mécanique ultrasonique de surface (SMAT) (Azadmanjiri *et al.*, 2015 ; Bagheri & Guagliano, 2009 ; Grosdidier & Novelli, 2019 ; Heydari *et al.*, 2017 ; Lu & Lu, 2004) ou grenaillage ultrasonique (USP ou USSP) (Pandey *et al.*, 2017). Ces deux derniers procédés consistent à propulser un média (généralement des billes métalliques de 1 mm à 10 mm de diamètre) sur la surface de l'échantillon pour le déformer et produire un affinement microstructural. Ces techniques de SPD de surface introduisent des contraintes résiduelles de compression élevées à la surface (Heydari *et al.*, 2017) de manière similaire au grenaillage de précontrainte conventionnel (Bagheri & Guagliano, 2009 ; Benedetti *et al.*, 2009 ; Curtis *et al.*, 2002 ; Miao *et al.*, 2010), la technique à partir de laquelle le SMAT a été développé. En outre, avec un temps suffisant, la déformation plastique sévère de la surface génère un affinement de la microstructure de surface ainsi que des gradients de microstructure

et de propriétés le long de la profondeur. Comme les contraintes résiduelles de compression et les microstructures plus fines sont toutes deux connues pour retarder la propagation des fissures (Curtis *et al.*, 2002), il est possible de s'attendre à une amélioration de la résistance à la fatigue. Bien que plusieurs auteurs aient fait état d'une amélioration de la résistance à la fatigue après SMAT, d'autres auteurs ont signalé une diminution des propriétés en fatigue en raison de l'influence de l'énergie de grenaillage sur la rugosité et l'intégrité de la surface, comme le soulignent les articles de synthèse (Bagheri & Guagliano, 2009 ; Grosdidier & Novelli, 2019). En outre, Mutoh *et al.* ont mis en évidence d'importants défauts en pli réduisant la durée de vie de l'amorçage des fissures sur les échantillons grenailés en raison d'une concentration de contraintes (Mutoh *et al.*, 1987). Ces défauts ressemblant à des plis ne peuvent pas être détectés par des mesures de rugosité.

La combinaison de traitements thermiques avec des traitements SPD sur des matériaux et microstructures spécifiques est une approche intéressante permettant de modifier les transformations microstructurales et les caractéristiques mécaniques (Chen *et al.*, 2016 ; Cheng *et al.*, 2007 ; Dhal, Panigrahi & Shunmugam, 2015 ; Hu *et al.*, 2013 ; Huo, Shi, Hou & Zhang, 2017 ; Kumar Singh, Ghosh & Mula, 2016 ; Novelli *et al.*, 2016,1). Par exemple, plusieurs auteurs ont publié des travaux sur la combinaison des processus SPD avec le revenu de précipitation de l'aluminium (séries 2000 et 7000) (Chen *et al.*, 2016 ; Cheng *et al.*, 2007 ; Dhal *et al.*, 2015 ; Huo *et al.*, 2017 ; Kumar Singh *et al.*, 2016). Il a été observé que la forte déformation produisait une forte densité de dislocations et une microstructure plus fine qui augmentait le nombre de sites de nucléation pour les précipités. Il en résultait une précipitation ultrafine et plus homogène (Chen *et al.*, 2016 ; Cheng *et al.*, 2007). Les essais mécaniques ont révélé des résistances supérieures à celles obtenues sur le même matériau uniquement déformé par laminage (Cheng *et al.*, 2007). Il est intéressant de noter que non seulement la résistance a été améliorée, mais qu'une ductilité élevée a également été obtenue (Cheng *et al.*, 2007 ; Kumar Singh *et al.*, 2016). Comme indiqué précédemment, la ductilité est généralement fortement altérée après les processus de SPD. Ainsi, la combinaison de SPD et de traitements thermiques pourrait être une possibilité intéressante pour les alliages d'aluminium. A la connaissance des auteurs, cela n'a jamais été testé dans le

cas de traitement de surface. Ceci est surprenant, car il est bien établi que les combinaisons de traitements thermo-mécaniques sont des points d'intérêt pour l'application des traitements de surface. Par exemple, Novelli et al. (Novelli *et al.*, 2016,1) ont déterminé que le SMAT à température cryogénique augmentait la transformation martensitique et améliorait encore la dureté en sous-surface dans un acier inoxydable austénitique métastable par rapport au SMAT à température ambiante. Le SMAT est principalement reconnu pour l'amélioration de la résistance à la fatigue, les essais de fatigue apparaissent donc comme des tests intéressants pour caractériser l'efficacité de la combinaison des traitements pour des applications industrielles (SON).

La résistance à la fatigue des surfaces SMATées a déjà été étudiée pour l'alliage d'aluminium 7075 (Pandey *et al.*, 2017). Cependant, l'impact du SMAT sur le revenu de précipitation et son effet ultérieur sur les propriétés en fatigue n'a pas encore été étudié. Plusieurs articles ont étudié la stabilité thermique des nanostructures obtenues par SMAT sur de l'aluminium pur (Chang, Kelly, Shi & Zhang, 2012 ; Liu *et al.*, 2015b). Ils ont révélé que la taille des grains restait sub-micrométrique pour des températures aussi élevées que 200°C. L'idée de combiner le SMAT avec d'autres traitements a déjà fait l'objet d'une certaine attention dans d'autres applications. Par exemple, la résistance à la corrosion du procédé d'oxydation microarc (MAO) réalisé sur une surface nanostructurée de 2024 par SMAT a été étudiée et a donné des résultats encourageants dans certaines conditions (Wen, Wang, Zhou, Guo & Ouyang, 2011).

Le gradient de contraintes résiduelles élevé introduit par le SMAT dans la sous-surface est l'une des principales raisons derrière l'amélioration de la résistance à la fatigue. Cependant, l'utilisation d'un revenu provoquerait une relaxation des contraintes résiduelles. Une compétition devrait alors apparaître en termes de résistance à la fatigue entre l'effet de la relaxation et les microstructures obtenues par le traitement combiné SMAT et revenu de précipitation. De plus, l'impact du SMAT sur l'intégrité de la surface devrait affecter la résistance à la fatigue.

Dans ce contexte, le présent papier examine deux axes principaux :

- (i) L'impact de l'intégrité de surface après SMAT sur la résistance à la fatigue : des échantillons de deux alliages d'aluminium ayant des sensibilités à l'entaille différentes

(Huang *et al.*, 2008 ; Lehr & Liu, 1969) ont été SMATés et une comparaison avec des échantillons bruts d'usinage ou polis est proposée.

- (ii) L'impact de l'ordre des traitements thermo-mécaniques sur la résistance à la fatigue : des échantillons revenus puis SMATés sont comparés à des échantillons SMATés puis revenus.

5.2 Méthodologie

5.2.1 Matériaux et traitements

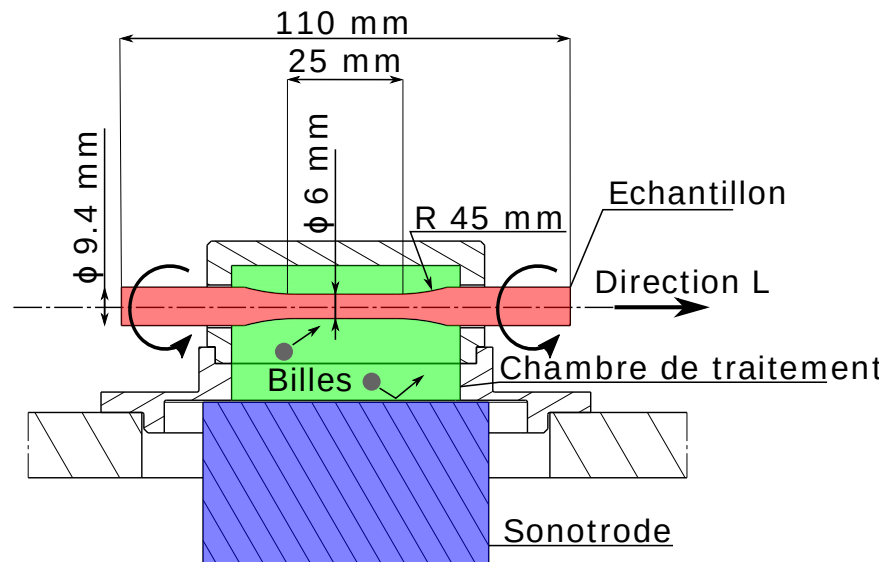


Figure 5.1 Représentation du traitement par attrition mécanique de surface (SMAT) sur des échantillons cylindriques. L'échantillon est représenté en rouge, la chambre de traitement où se trouve le média est en vert et la partie vibrante (sonotrode) propulsant les billes est en bleu.

Deux alliages industriels d'aluminium courants, le 2024 et le 7075, ont été achetés respectivement à Tacinas et à Est Aciers Industrie S.A.S. La composition chimique du 2024 était [% massique] : Si 0,1, Fe 0,16, Cu 4,3, Mn 0,7, Mg 1,3, Ti 0,1, Al (reste). La composition chimique du 7075 était [% massique] : Si 0,1, Fe 0,44, Cu 1,42, Mn 0,02, Mg 2,74, Cr 0,24, Zn 6,07, Al (reste).

Les deux alliages se présentaient sous la forme de barres extrudées d'un diamètre de 20 mm et 12 mm respectivement pour les alliages 2024 et 7075. Les barres ont été usinées en échantillons de fatigue cylindriques comme celui illustré dans la Fig. 5.1. La direction L est la direction d'extrusion des barres. Des textures de fibres majeures $\langle 111 \rangle$ et mineures $\langle 100 \rangle$ sont connues pour se développer le long de la direction d'extrusion dans les alliages d'aluminium (Grosdidier, Keramidas, Fundenberger, Wagner & Tsakirooulos, 1999).

Pour le grenaillage ultrasonique (SMAT), comme illustré sur la Fig. 5.1, les échantillons (rouge) ont été positionnés horizontalement avec la partie inférieure de la section de 6 mm de diamètre à une distance de 20 mm du dispositif vibrant (bleu). Le dispositif vibrant a été acheté à SONATS (SON) et a été réglé à 20 kHz pour une amplitude de 60 μm . Les échantillons tournaient à une vitesse constante de 20 tours par minute. Le média, des billes d'acier AISI 52100 de 2 mm de diamètre, était confiné dans la chambre de traitement (verte) et occupait environ 20 % de la surface vibrante.

Les échantillons ont été séparés en différentes catégories pour les deux alliages :

- Les échantillons bruts d'usinage (As-Machined, AM) : les échantillons ont été traités thermiquement selon le modèle représenté sur la Fig. 5.2a et ont ensuite été usinés pour obtenir la forme souhaitée d'échantillon d'après la Fig. 5.1.
- Les échantillons polis (P) : ces échantillons ont été préparés comme ceux bruts d'usinage et ont subi une étape de polissage supplémentaire avec des papiers SiC de 500 à 4 000 #.
- Les échantillons SMATé-Revenu (SMATed-Aged, S+A) : les échantillons étaient usinés à la géométrie voulue puis ont été traités thermo-mécaniquement comme présenté sur le modèle de la Fig. 5.2b, une mise en solution suivie du SMAT pour une durée déterminée et finalement un revenu de précipitation.
- Les échantillons Revenu-SMATé (Aged-SMATed, A+S) : les échantillons étaient usinés à la géométrie voulue puis ont été traités thermo-mécaniquement comme présenté sur le modèle de la Fig. 5.2c, une mise en solution suivie d'un revenu de précipitation et finalement le SMAT pour une durée déterminée.

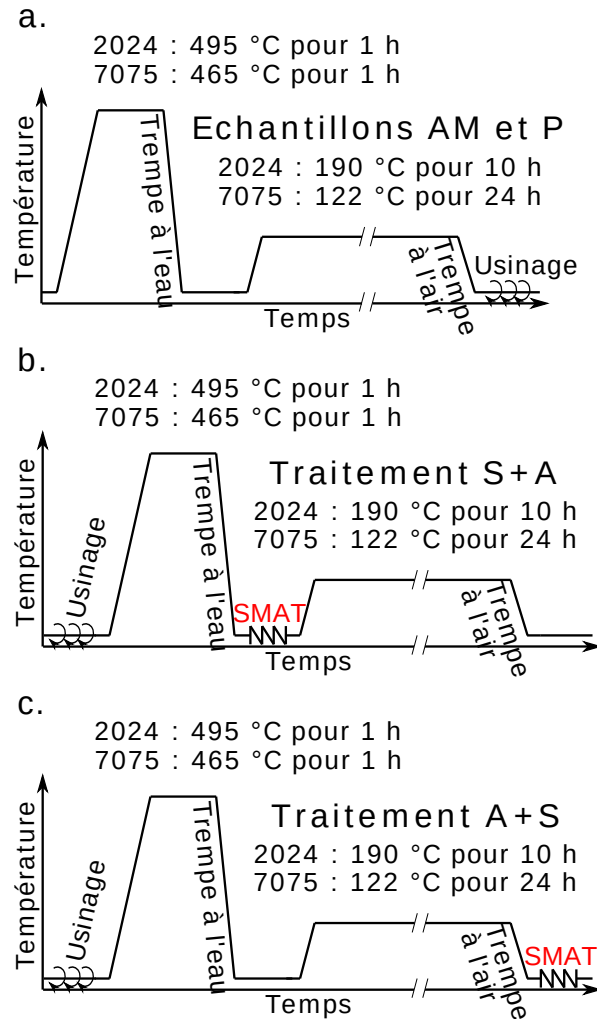


Figure 5.2 Gamme du traitement thermique (a) pour les échantillons bruts d'usinage (AM) et polis (P) ainsi que les gammes des traitements thermo-mécaniques pour les échantillons S+A (b) et A+S (c).

Les traitements thermiques choisis favorisent les phénomènes de précipitation et sont tirés d'un manuel de l'ASM (Totten, 2016). Le nombre qui suit le S dans la dénomination de l'échantillon correspond à la durée du SMAT. Par exemple, l'échantillon 2024-S5+A a été usiné, puis mis en solution à 495 °C pendant 1 h, SMATé pendant 5 min et revenu à 190 °C pendant 10 h. Toutes les étapes successives des traitements thermo-mécaniques sont détaillées dans le tableau 5.1. Dans la littérature, la durée du SMAT varie généralement de 1 à 30 min sur des échantillons plats. Pour éviter des dommages excessifs à la surface, la durée du SMAT a été limitée à 10

min sur les échantillons en rotation. L'intégrité de la surface et la sensibilité de l'entaille sont de première importance dans les essais de fatigue et seront examinées plus en détail dans la discussion (5.4.2). Les échantillons AM et P ont été usinés après le traitement thermique pour montrer l'impact sur les résistances à la fatigue d'une surface usinée par rapport à une surface polie. L'usinage des échantillons S+A a été effectuée avant les traitements thermiques pour éviter la formation de précipités dus à l'échauffement de l'outil pendant cette étape s'il se produisait entre le traitement de mise en solution et le SMAT, car cela modifierait à la fois l'effet du revenu de précipitation au niveau de la surface et également l'impact du SMAT. En outre, l'usinage devait être effectué avant le SMAT pour éviter d'altérer l'intégrité de la surface obtenue par SMAT. Les échantillons A+S ont suivi le même schéma pour permettre leur comparaison avec les échantillons S+A.

Tableau 5.1 Résumé des étapes successives des traitements thermo-mécaniques pour chaque état des échantillons étudiés.

Nom du traitement	Etape 1	Etape 2	Etape 3	Etape 4
2024 Brut d'usinage (AM)	495 °C - 1 h - T eau	190 °C - 10 h - T air	Usinage	
2024 Poli (P)	495 °C - 1 h - T eau	190 °C - 10 h - T air	Usinage	Polissage
2024 SMAT5-Revenu (S5+A)	Usinage	495 °C - 1 h - T eau	SMAT - 5 min	190 °C - 10 h - T air
2024 Revenu-SMAT5 (A+S5)	Usinage	495 °C - 1 h - T eau	190 °C - 10 h - T air	SMAT - 5 min
2024 Revenu-SMAT10 (A+S10)	Usinage	495 °C - 1 h - T eau	190 °C - 10 h - T air	SMAT - 10 min
7075 Brut d'usinage (AM)	465 °C - 1 h - T eau	122 °C - 24 h - T air	Usinage	
7075 Poli (P)	465 °C - 1 h - T eau	122 °C - 24 h - T air	Usinage	Polissage
7075 SMAT3-Revenu (S3+A)	Usinage	465 °C - 1 h - T eau	SMAT - 3 min	122 °C - 24 h - T air
7075 SMAT5-Revenu (S5+A)	Usinage	465 °C - 1 h - T eau	SMAT - 5 min	122 °C - 24 h - T air
7075 SMAT10-Revenu (S10+A)	Usinage	465 °C - 1 h - T eau	SMAT - 10 min	122 °C - 24 h - T air
7075 Revenu-SMAT5 (A+S5)	Usinage	465 °C - 1 h - T eau	122 °C - 24 h - T air	SMAT - 5 min
7075 Revenu-SMAT10 (A+S10)	Usinage	465 °C - 1 h - T eau	122 °C - 24 h - T air	SMAT - 10 min

5.2.2 Caractérisation

Les observations microstructurales ont été faites, après polissage miroir, sur les sections transversales des échantillons coupés perpendiculairement à la direction d'extrusion. Les images ont été acquises par microscopie électronique à balayage (MEB) avec un appareil ZEISS Supra 40.

Les profils de microdureté ont été mesurés sur ces sections avec une charge de 25 g. Les mesures sont espacées de 30 μm et débutaient à 30 μm sous la surface. La moyenne de 15 profils a permis

de déterminer trois caractéristiques : la dureté à cœur, l'augmentation de la dureté de surface par rapport à la dureté à cœur et la profondeur affectée où la dureté est retombée à celle à cœur.

La rugosité de la surface a été mesurée avec un profilomètre de surface à stylet sur la section de 6 mm de diamètre avec une moyenne de 6 mesures.

Les mesures de contraintes résiduelles ont été acquises avec la méthode de DRX $\cos\alpha$ grâce à un appareil Pulstec μ -X360 avec une source de chrome (PUL). L'appareil a été positionné de manière à ce que les contraintes résiduelles soient mesurées le long de la direction L. Les profils de contraintes résiduelles ont été obtenus à partir de mesures effectuées après des électropolissages successifs sur les échantillons de fatigue. La correction de l'effet de l'enlèvement de matière à la surface sur les contraintes résiduelles a été effectuée selon Moore et al. (Moore & Evans, 1958) en fonction de la géométrie de la poche et des échantillons. Un ajustement des valeurs mesurées a été appliqué selon Curtis et al. (Curtis *et al.*, 2002). Un électropolisseur Proto, modèle 8818-V2, a été utilisé avec une solution électrolytique (6 % acide perchlorique, 35 % butoxyéthanol et 59 % méthanol). La profondeur d'enlèvement de la surface après chaque électropolissage successif a été mesurée à l'aide d'un profilomètre de surface à stylet. La largeur de pic totale à mi-hauteur (Full Width at Half Maximum, FWHM) a été extraite de chaque profil de DRX mesuré comme une autre façon de caractériser la profondeur à laquelle le processus a influencé la microstructure. Il s'agit de la largeur de la courbe entre deux points positionnés de chaque côté d'un pic de diffraction à la moitié de l'intensité maximale.

Des essais de fatigue par flexion rotative quatre points ont été effectués à une fréquence de rotation de 30 Hz avec un appareil d'essai R. R. Moore ($R = -1$). Les échantillons ont été chargés à des niveaux de contrainte sélectionnés correspondant à des durées de vie en fatigue comprises entre 10^5 et 2.10^6 cycles.

5.3 Résultats

5.3.1 Analyse des structures déformées

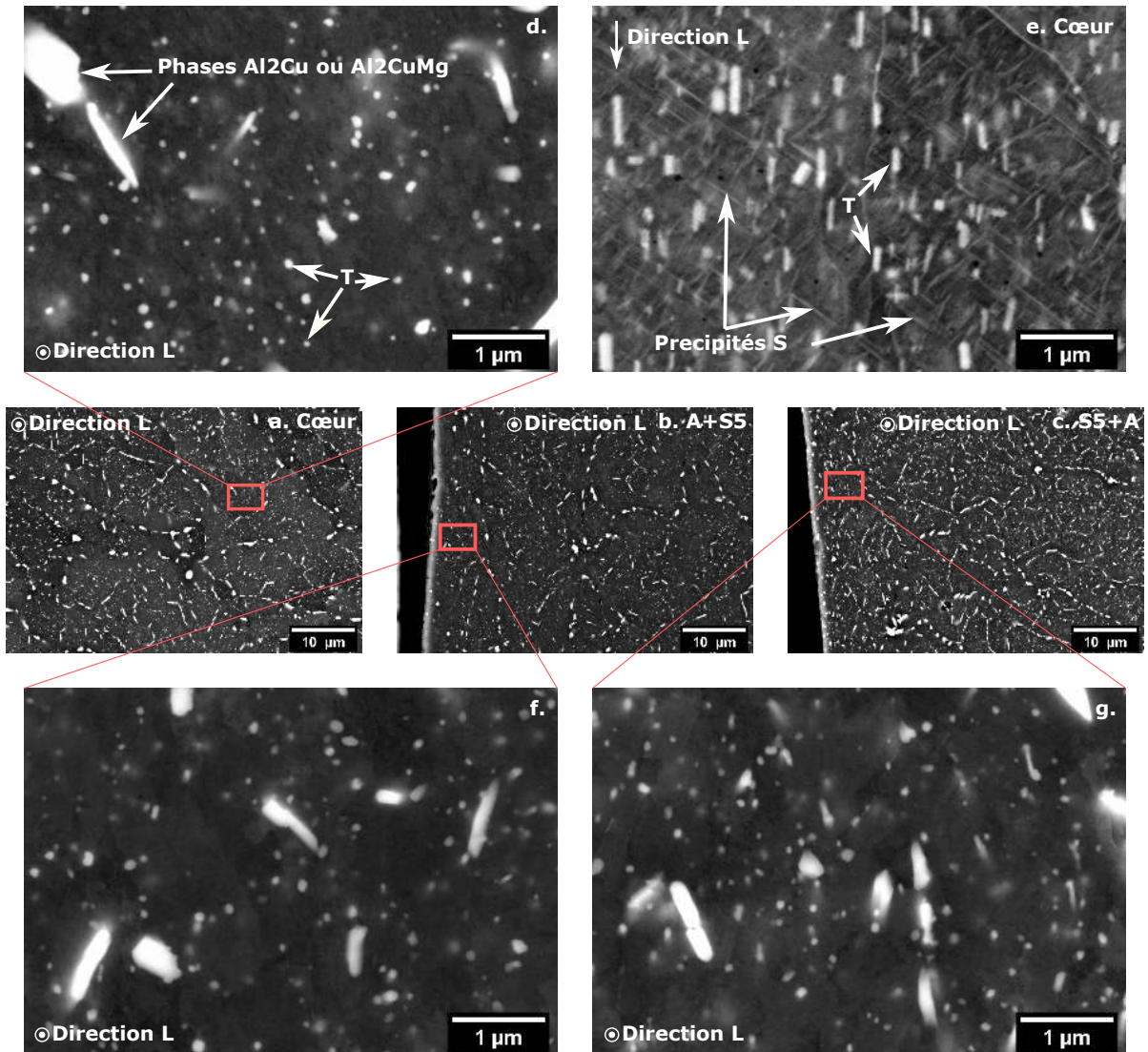


Figure 5.3 Images MEB des coupes transversales de 2024. La microstructure à cœur est représentée (a, d et e), les microstructures de surface après les traitements A+S5 et S5+A sont respectivement sur les images b, f et c, g. Un faible grossissement (a, b, c) et un grossissement plus élevé (d, f, g) sont présentés pour chaque condition. L'image de la microstructure e a été faite parallèle à la direction L.

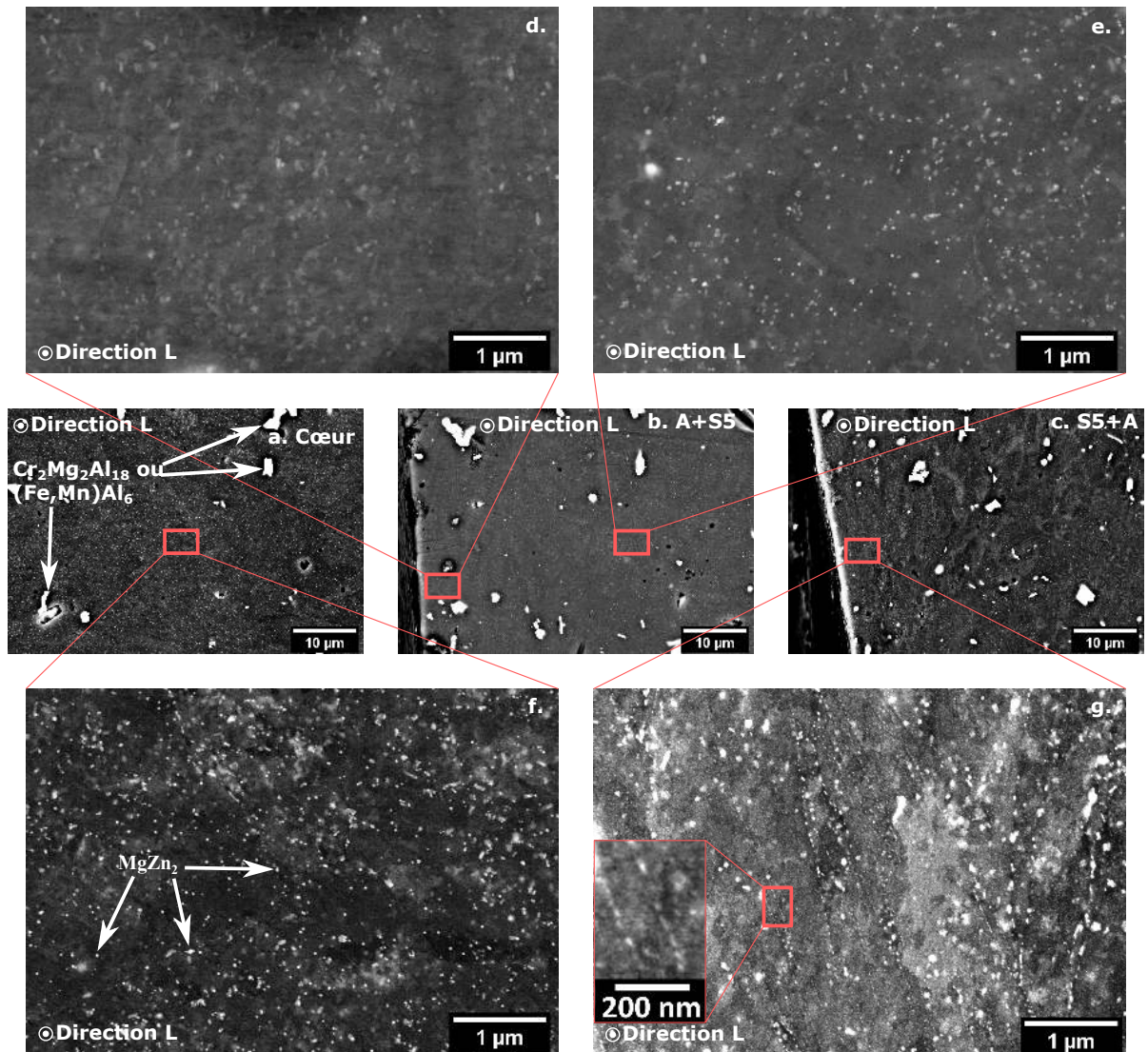


Figure 5.4 Images MEB des coupes transversales de 7075. La microstructure à cœur est représentée (a, f), les microstructures de surface après les traitements A+S5 et S5+A sont respectivement sur les images b, d, e et c, g. Un faible grossissement (a, b, c) et un grossissement plus élevé (d, e, f, g) sont présentés pour chaque condition.

Les Figs. 5.3 et 5.4 montrent respectivement les microstructures des alliages 2024 et 7075. Dans chaque figure, les observations à faible et fort grossissement sont données pour la microstructure à cœur et à la surface pour les traitements S5+A et A+S5. La direction L est normale aux surfaces observées, sauf pour la Fig. 5.3e où elle est verticale dans l'image.

Dans les deux alliages, de grandes phases constitutives ont été observées (jusqu'à $10\ \mu\text{m}$). Elles sont visibles sur les Figs. 5.4a, b et c pour le 7075. Bien qu'elles soient également présentes dans le 2024, elles ne figurent pas dans les microstructures présentées dans la Fig. 5.3. Elles étaient composées de précipités intermétalliques insolubles formés essentiellement lors de la solidification des alliages. Selon Wang et al. (Wang & Starink, 2005), cela est dû à la faible solubilité du Fe et du Si dans les alliages d'aluminium avec Mg. Wang et al. ont également indiqué que ces précipités ont tendance à diminuer la résistance à l'endommagement de l'alliage 2024 tout en n'apportant aucun renforcement. Pour le 7075-T651, Benedetti et al. (Benedetti *et al.*, 2009) ont identifié ces précipités intermétalliques comme étant du $\text{Cr}_2\text{Mg}_3\text{Al}_{18}$ et du $(\text{Fe}, \text{Mn})\text{Al}_6$.

Dans le 2024, l'observation de la microstructure à cœur à faible grossissement (Fig. 5.3a) met en évidence la forte densité des phases intergranulaires allongées Al_2Cu et Al_2CuMg formées lors du traitement thermique. Ces phases intermétalliques solubles ont une longueur d'environ $1\ \mu\text{m}$. Elles se trouvent dans la littérature sous les noms des phases θ et S, comme dans les travaux de Zhang et al. (Zhang *et al.*, 2016). Ces phases S intergranulaires doivent être différenciées des précipités S intragranulaires (aussi parfois appelés S') formés lors du revenu de précipitation comme l'ont souligné Wang et al. (Wang & Starink, 2005). En effet, les phases S intergranulaires sont plus grossières que les précipités S intragranulaires. Cependant, les phases Al_2Cu et Al_2CuMg ne peuvent pas être différenciées simplement par leur taille, comme le montrent Zhang et al. (Zhang *et al.*, 2016). L'observation à fort grossissement (Fig. 5.3d) présente la densité hétérogène des précipités T intragranulaires ($\text{Al}_{20}\text{Cu}_2\text{Mn}_3$ selon Wang et al.). Ils ont une taille inférieure à $100\ \text{nm}$ lorsqu'ils sont vus en coupe transversale. Une texture de fibre $\langle 111 \rangle$ majeure est connue pour se développer le long de la direction d'extrusion (direction L) dans les alliages d'aluminium (Grosdidier *et al.*, 1999). Selon Wang et al. les précipités S sont en forme d'aiguille et de latte. Ils sont formés sur des plans d'habitat $\{210\}_{\text{Al}}$ et sont allongés le long de la direction $\langle 100 \rangle_{\text{Al}}$ et forment un angle avec la direction $\langle 111 \rangle$ d'environ 55° . Cette description correspond aux précipités de la Fig. 5.3e qui ont ainsi été identifiés comme des précipités S. Ces précipités ont un angle d'environ 55° avec la direction

d'extrusion (direction verticale). La petite taille des précipités S et leur orientation rend difficile leur identification sur les autres images en coupe transversale. L'utilisation du SMAT a généré d'importantes modifications de la microstructure, tant pour les échantillons A+S que S+A. Dans la Fig. 5.3b, le traitement A+S5 présente des phases Al_2Cu et Al_2CuMg fragmentées dans les premiers 20 μm à partir de la surface. Ces phases présentent des formes plus sphéroïdales dans la région extrêmement déformée que les formes allongées dans les régions à cœur, ce qui rend plus difficile l'identification de la microstructure telle qu'elle était avant SMAT. La densité des phases Al_2Cu et Al_2CuMg est également légèrement inférieure à la surface pour le traitement A+S5 par rapport à la microstructure à cœur. La Fig. 5.3f présente une plus grande hétérogénéité couplée à une densité légèrement inférieure des précipités T à la surface de l'échantillon avec la condition A+S5 par rapport à la microstructure à cœur. En revanche, le traitement S5+A (Fig. 5.3c) présente une densité plus élevée pour les phases Al_2Cu et Al_2CuMg par rapport à la microstructure à cœur et aux échantillons A+S5. Ces phases sont également plus petites et réparties de manière plus homogène dans la région nanostructurée que les échantillons A+S5. De même que le traitement A+S5, le traitement S5+A expose une morphologie différente pour les phases Al_2Cu et Al_2CuMg dans les premiers 20 μm avec une forme sphéroïdale privilégiée par rapport à la morphologie à cœur. Le traitement S5+A a également révélé un début de recristallisation avec une restauration prononcée dans la Fig. 5.3g.

Pour le 7075, en dehors des constituants intermétalliques, de petits précipités $MgZn_2$ en forme de plaque entre 50 et 100 nm sont visibles sur la Fig. 5.4f, similaire aux observations de Shaeri et al. (Shaeri, Shaeri, Ebrahimi, Salehi & Seyyedein, 2016). Il s'agit principalement de précipités intragranulaires présents en forte densité et de façon homogène. Pour le traitement A+S5 (Fig. 5.4b), les grands précipités intermétalliques restent à la surface, bien que certains d'entre eux aient été fragmentés lors du SMAT, à cause de l'intensité importante du traitement. Deux observations à fort grossissement de la région SMATée sont présentées, l'une juste sous la surface (Fig. 5.4d) et la seconde 30 μm sous la surface (Fig. 5.4e). La Fig. 5.4d montre l'état de précipitation dans la zone nanostructurée. Les précipités sont toujours visibles, mais avec une densité nettement plus faible. Seuls les plus grands restent et apparaissant légèrement flous.

30 μm sous la surface (Fig. 5.4e), la densité des précipités MgZn_2 est toujours plus faible que dans les régions à cœur. Les précipités sont plus nets que ceux proches de la surface et il est à nouveau possible d'en voir de plus petite taille. Les différences entre les traitements A+S5 et S5+A ne sont pas visibles au plus faible grossissement (respectivement Fig. 5.4b et c). La Fig. 5.4g (S5+A) montre une restauration sans recristallisation. Selon Panigrahi et al. la recristallisation dans un 7075 fortement déformé (déformation réelle 2,3) commence à 150 °C, légèrement au-dessus de la température de revenu (Panigrahi & Jayaganthan, 2011). Les précipités de 50 nm MgZn_2 sont également présents en plus faible densité par rapport à la microstructure à cœur. Cependant, une forte densité de précipités homogènes nettement plus petits est à peine visible dans la section agrandie de cette même image. Selon la littérature, ils correspondent aux précipités η' (Shaeri *et al.*, 2016). Ces précipités devraient être présents dans les images à cœur, mais leur densité plus faible empêche leur détection.

5.3.2 Rugosité

Les caractéristiques de rugosité de surface R_a et R_z sont données pour chaque état de surface dans le tableau 5.2. Quel que soit le matériau, les valeurs R_z de la rugosité de surface AM et P étaient similaires, soit respectivement environ 5,8 μm et environ 0,5 μm . Pour les deux matériaux, le R_z après les traitements S+A était toujours supérieur à celui après les traitements A+S d'environ +16 % pour 2024 (31 μm à 36 μm) et d'environ +36 % pour 7075 (25 μm à 34 μm). L'augmentation de la durée du SMAT n'a pas eu d'effet significatif sur les paramètres de rugosité de surface R_a et R_z , quels que soient les traitements (A+S et S+A) et les matériaux. Le paramètre R_a a montré des écarts entre les traitements A+S et S+A proportionnels à ceux observés pour le R_z .

5.3.3 Propriétés de surface et de sous-surface

L'évolution de la dureté en surface et en sous-surface a été étudiée et suit le même schéma d'évolution pour tous les traitements. La dureté, élevée à la surface, diminue progressivement

Tableau 5.2 Les paramètres de rugosité R_a (μm) et R_z (μm) sont donnés pour les deux matériaux et pour tous les traitements. La dureté à cœur ($\text{HV}_{0.5}$) est donnée pour les deux matériaux, l'augmentation de dureté en surface et la profondeur affectée sont données pour tous les traitements sur les deux matériaux. Un schéma standard représentant la courbe de l'évolution de la dureté en fonction de la profondeur pour des matériaux SMATés est représenté en bas du tableau avec des indications montrant comment les valeurs caractéristiques ont été mesurées.

Matériau	Traitement	R_a (μm)	R_z (μm)	Augmentation de dureté en surface	Profondeur affectée (μm) $\pm 30 \mu\text{m}$ (taille du pas)
2024 Dureté à cœur $119 \text{HV}_{0.5} \pm 6$	AM	1.00 ± 0.10	5.81 ± 0.55	Non	Non
	P	0.07 ± 0.02	0.42 ± 0.11		
	S5+A	7.17 ± 0.78	36.48 ± 3.65	$+30\% \pm 9\%$	660
	A+S5	5.99 ± 0.63	30.41 ± 2.25	$+28\% \pm 6\%$	510
	A+S10	6.08 ± 0.57	31.92 ± 3.18	$+33\% \pm 9\%$	510
7075 Dureté à cœur $154 \text{HV}_{0.5} \pm 7$	AM	1.01 ± 0.09	5.86 ± 0.67	Non	Non
	P	0.09 ± 0.01	0.60 ± 0.10		
	S3+A	6.67 ± 0.47	35.31 ± 2.04	$+6\% \pm 2\%$	300
	S5+A	6.77 ± 0.68	34.81 ± 3.05	$+10\% \pm 5\%$	390
	S10+A	6.35 ± 0.53	32.73 ± 2.57	$+13\% \pm 3\%$	450
	A+S5	4.66 ± 0.42	24.38 ± 2.10	$+16\% \pm 5\%$	450
	A+S10	4.92 ± 0.31	25.80 ± 2.03	$+27\% \pm 9\%$	450

vers la dureté à cœur à mesure que la profondeur augmente. Comme les mesures de dureté dans les alliages d'aluminium présentent de grands écarts, un nombre important de mesures a été nécessaire pour atteindre une fiabilité statistique. Ainsi, au lieu de superposer des courbes avec des écarts-types élevés, trois caractéristiques ont été extraites et sont présentées dans le tableau 5.2. Ces caractéristiques sont la dureté à cœur, l'amélioration de la dureté en surface et la profondeur affectée. Le schéma dans le tableau 5.2 met en évidence la façon dont les

caractéristiques ont été mesurées. La dureté à cœur est présentée comme une caractéristique du matériau, car tous les échantillons d'un alliage donné ont subi le même traitement thermique. L'amélioration de la dureté de surface est présentée comme l'augmentation en pourcentage par rapport à la dureté à cœur. La profondeur affectée représente la distance minimale à partir de la surface où la dureté à cœur peut être mesurée. Sur le 2024, la dureté de surface après SMAT était similaire pour les conditions S+A et A+S. De plus, les changements de durée du SMAT n'ont pas eu d'effet significatif ni sur la dureté en surface ni sur la profondeur durcie pour les échantillons ayant subi le traitement A+S. Cependant, la profondeur affectée a augmenté d'environ 30 % pour le traitement S+A par rapport aux traitements A+S. Pour le 7075, les valeurs des caractéristiques obtenues par les traitements S+A étaient inférieures à celles des traitements A+S. Seul le traitement S10+A était à peine comparable au traitement A+S5 en termes d'amélioration de la dureté de surface et de profondeur affectée. La profondeur affectée et l'amélioration de la dureté de surface ont été affectées par la durée du SMAT. Pour les traitements S+A, les deux ont été améliorés au maximum de 50 % et 100 % respectivement, tandis que les traitements A+S ont vu une amélioration seulement de la dureté de surface de près de 70 %, avec une augmentation de la durée du SMAT.

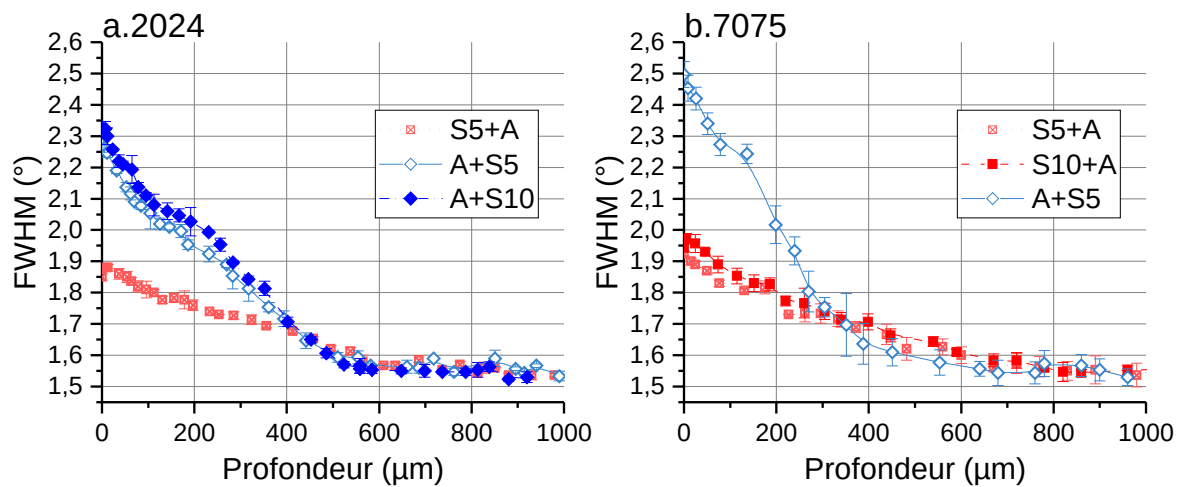


Figure 5.5 Largeur de pic à mi-hauteur (Full Width at Half Maximum, FWHM) en fonction de la profondeur pour le 2024 (a) et le 7075 (b).

Comme moyen complémentaire de quantifier la profondeur à laquelle le processus a modifié la microstructure, la Fig. 5.5 présente la FWHM en fonction de la profondeur pour le 2024 (a) et le 7075 (b). Des courbes similaires sont visibles pour tous les traitements : à la surface, la FWHM diminue lentement avec la profondeur et finit par atteindre une valeur constante. Les résultats montrent de très faibles variations, ce qui constitue une méthode plus précise que la dureté pour quantifier les différences de traitement. Près de la surface et pour les deux alliages, les FWHM des traitements A+S sont significativement plus élevées que celles des traitements S+A. Il apparaît également qu'une durée de SMAT plus longue n'augmente que légèrement la FWHM près de la surface. À $400\text{ }\mu\text{m}$ pour le 2024 et à $300\text{ }\mu\text{m}$ pour le 7075, la FWHM des traitements A+S tombe à un niveau comparable à la FWHM des traitements S+A. Pour les deux alliages, la FWHM des traitements A+S atteint une valeur constante à une profondeur d'environ $500\text{ }\mu\text{m}$, ce qui correspond approximativement à la profondeur affectée par l'amélioration de la dureté pour ces traitements (tableau 5.2).

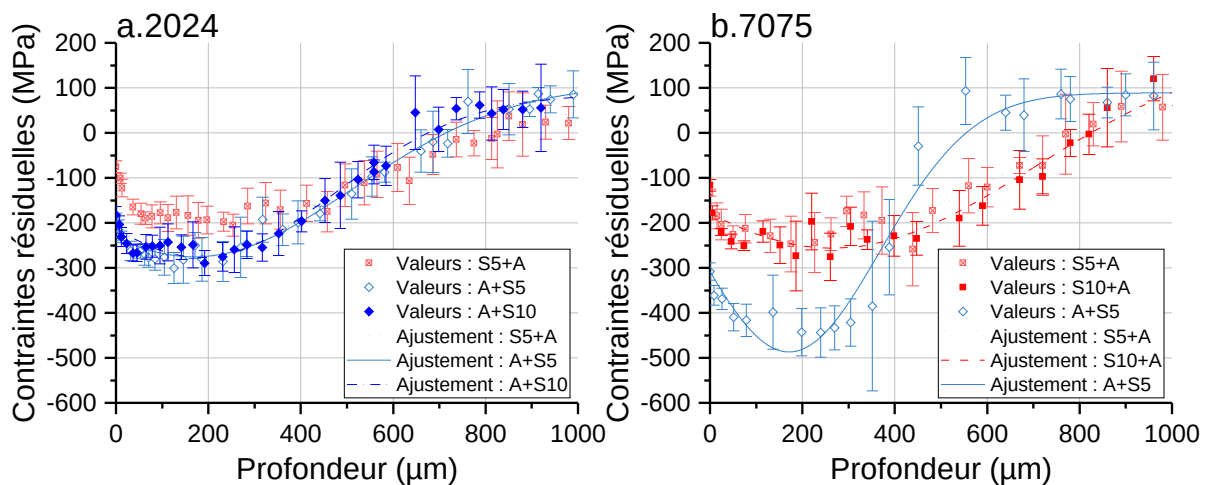


Figure 5.6 Profils de contraintes résiduelles pour différents traitements sur les deux matériaux. Les valeurs de contrainte résiduelle et les ajustements correspondants sont indiqués. Les traitements S5+A, A+S5 et A+S10 sont évalués pour le 2024 (a) et les traitements S5+A, S10+A et A+S5 sont évalués pour le 7075 (b).

Les profils de contraintes résiduelles pour les alliages 2024 et 7075 sont représentés respectivement dans les Figs. 5.6a et b. Chaque valeur mesurée sur les profils du 2024 S5+A, A+S5

et A+S10 (Fig. 5.6a) et sur les profils du 7075 S5+A, S10+A et A+S5 (Fig. 5.6b) est indiquée individuellement en fonction de la profondeur. Les contraintes résiduelles en surface sont toujours en compression. Au début, les contraintes résiduelles diminuent, atteignant le pic de compression, puis elles augmentent progressivement. Les contraintes résiduelles deviennent finalement positives, marquant le début de la zone en tension dans le matériau. Pour les deux matériaux, le choix entre les traitements A+S et S+A a entraîné une modification significative du profil de contrainte alors que l'impact de la durée du SMAT était limité. La contrainte résiduelle de surface a été réduite de 60 % pour les deux alliages pour les traitements S+A par rapport aux traitements A+S. L'intensité du pic de compression a également été réduite de 30 % pour le 2024 et de 50 % pour l'alliage d'aluminium 7075. Cependant, les traitements S+A ont montré une position du pic de contraintes environ 50 % plus profonde par rapport aux traitements A+S pour les deux alliages. Il en résulte une zone de compression plus profonde, grâce aux traitements S+A, de 20 % pour le 2024 et de 50 % pour le 7075. Il est intéressant de noter que le 7075 a toujours révélé des niveaux de contraintes résiduelles en compression plus élevés que le 2024, pour des conditions de traitement similaires. Pour les deux alliages, l'intensité des contraintes résiduelles de compression et des FWHM sont toutes deux supérieures dans les traitements A+S par rapport aux traitements S+A pour des profondeurs similaires.

Pour les deux alliages, les mesures de contraintes résiduelles prises à la surface après les essais de fatigue n'ont révélé aucun signe de relaxation due à la fatigue, ni pour les échantillons A+S ni pour les échantillons S+A (non représentés ici).

5.3.4 Propriétés en fatigue

Les Figs. 5.7a et b présentent les résultats des essais de fatigue respectivement pour les alliages 2024 et 7075. Trois tests ont été effectués pour chaque état de surface. Chaque échantillon a été testé à une amplitude de contrainte donnée (axe des ordonnées) soit jusqu'à la rupture, soit jusqu'au critère d'arrêt (au-delà de 10^6 cycles) pour lequel le test a été terminé. Dans les deux cas, le nombre de cycles auxquels l'essai s'est arrêté est indiqué sur l'axe des abscisses. Les

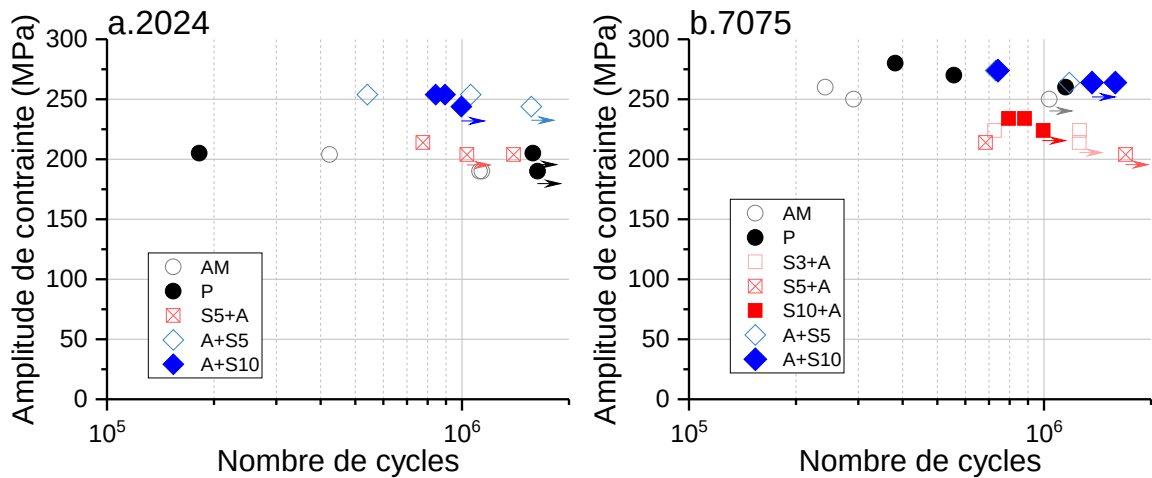


Figure 5.7 Amplitude de contrainte et nombre de cycles à la rupture pour différents traitements sur le 2024 (a) et le 7075 (b).

essais arrêtés avant rupture sont indiqués par des flèches de couleurs correspondantes aux essais, la queue de la flèche est placée sous le résultat au même nombre de cycles auxquels l'essai a été arrêté.

Pour le 2024 (Fig. 5.7a), les conditions de traitement A+S5 (diamant vide bleu clair) et A+S10 (diamant plein bleu foncé) ont toutes deux fourni des résistances à la fatigue significativement plus élevées (au moins 25 % de plus à 10^6 cycles) que celles enregistrées pour les autres traitements de surface, elles sont toutes les deux proches l'une de l'autre. La durée du SMAT n'a pas semblé affecter la résistance à la fatigue, dans la gamme testée ici. La résistance à la fatigue la plus faible est obtenue pour les surfaces brutes d'usinage (cercle gris vide). Les états de surface S5+A (carré rouge avec une croix à l'intérieur) et Polis (cercle noir plein) ont tous deux montré des niveaux de résistance similaires, à peine plus élevés que l'état AM.

Pour le 7075 (Fig. 5.7b), les surfaces traitées A+S5 et A+S10 ont toutes deux présenté des résistances à la fatigue similaires qui n'étaient que légèrement supérieures à celles des échantillons Polis. Pour toutes les conditions S+A (carrés rouges), les propriétés de fatigue étaient significativement plus mauvaises que la condition AM.

5.3.5 Analyse de fractures post mortem

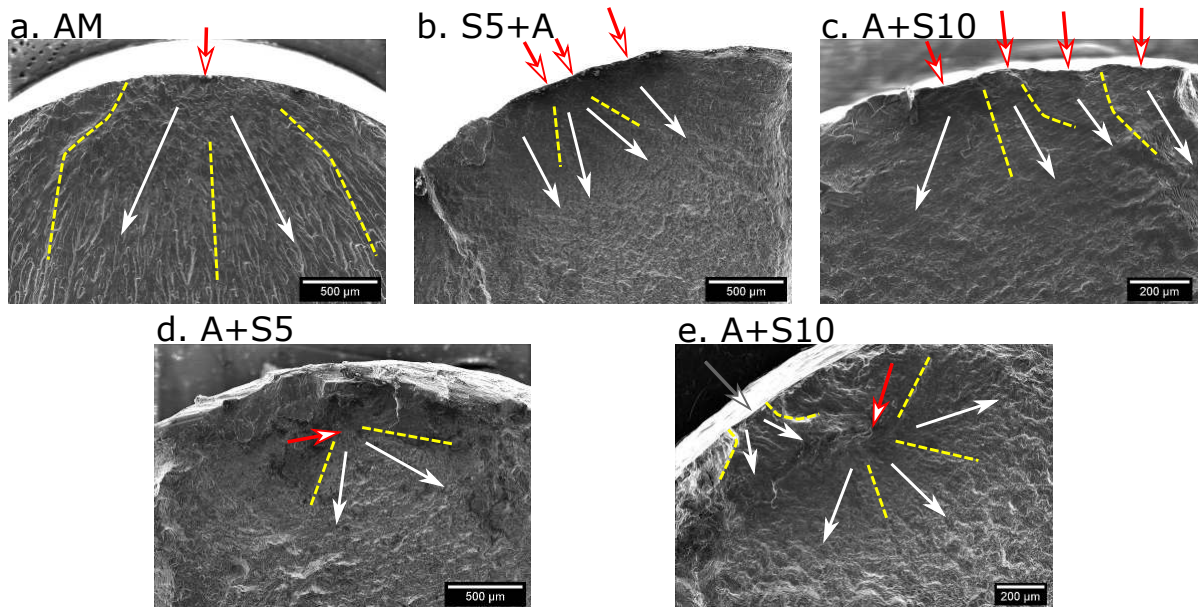


Figure 5.8 Images MEB des faciès de rupture pour les traitements AM (a, 424 000 cycles à 204 MPa), S5+A (b, 776 000 cycles à 214 MPa), A+S5 (d, 1 058 000 cycles à 214 MPa) et A+S10 (c, 895 000 cycles à 254 MPa et e, 843 000 cycles à 254 MPa) sur le 2024.

La Fig. 5.8 rassemble les images MEB typiques des faciès de rupture des échantillons de 2024 ayant subi les traitements AM, S5+A, A+S5 et A+S10. Les lignes jaunes en pointillés représentent les caractéristiques fractographiques (lignes de rivière en particulier) tandis que les flèches blanches indiquent le sens de propagation des fissures. Le faciès de rupture pour l'état AM (Fig. 5.8a) montre des lignes de rivière claires provenant d'un seul point d'initiation (indiqué par une flèche rouge) à la surface de l'échantillon. La fissure a débuté sur un défaut de surface et s'est propagée perpendiculairement à la surface le long d'arcs circulaires à travers le matériau. La fracture a également débuté sur des défauts de surface pour l'état S5+A (Fig. 5.8b), mais plusieurs sites d'initiation ont généralement été observés à l'origine de la propagation de la fissure. L'état A+S5 (Fig. 5.8d) montre un site d'initiation de fissure en sous-surface. Cependant, les faciès de rupture sur l'état A+S10 (Fig. 5.8c et e) ont montré des sites d'initiation soit en surface, soit en sous-surface. Les Figs. 5.8d et e montrent toutes deux des sites d'amorçage de fissures principales à une profondeur d'environ 300 μm (flèches rouges). En particulier, des

lèvres de cisaillement peuvent être observées entre le site d'initiation et la surface pour l'état A+S5, montrant que la fissure ne s'est propagée vers la surface que lors de la fracture finale. Pour le A+S10 (Fig. 5.8e), une fissure secondaire (flèche grise) s'est initiée sur des défauts de surface et s'est propagée vers le centre avant de rejoindre rapidement la fissure principale.

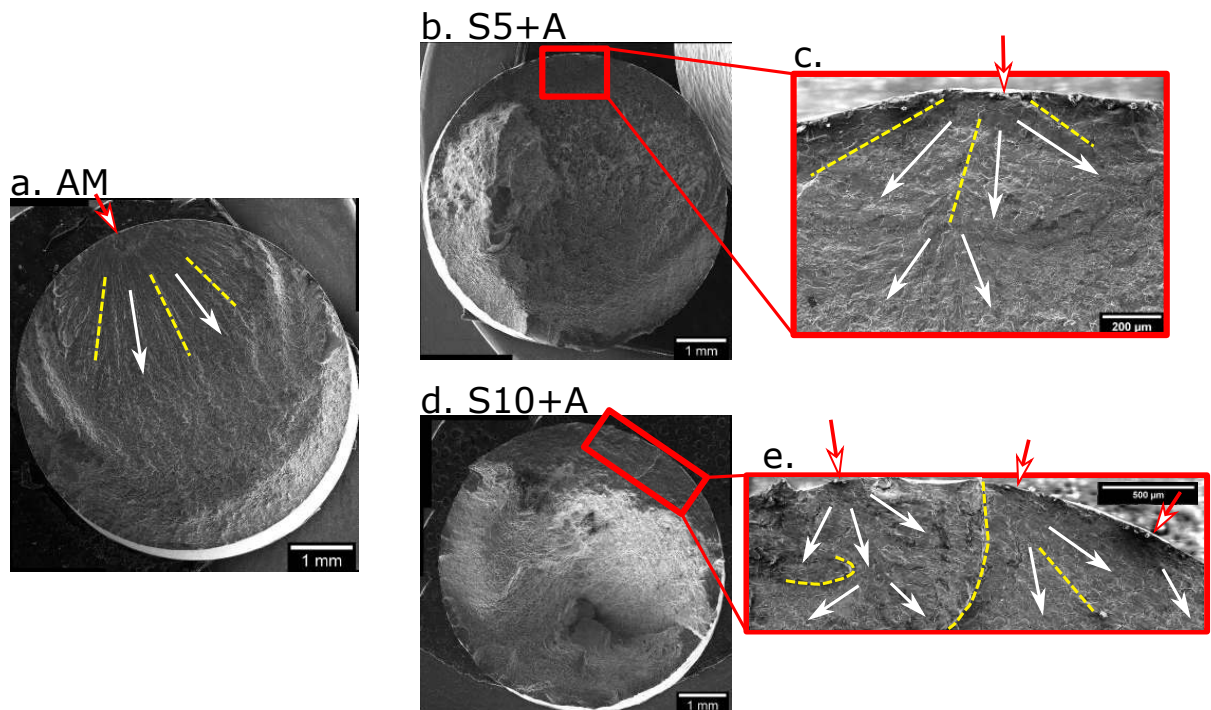


Figure 5.9 Images MEB des faciès de rupture pour les traitements AM (a, 291 000 cycles à 250 MPa), S5+A (b, 684 000 cycles à 214 MPa) et S10+A (d, 881 000 cycles à 234 MPa) sur le 7075. Les images à fort grossissement sur les sites d'amorçage des fissures principales sont indiquées en c et e respectivement pour les traitements S5+A et S10+A.

Les Figs. 5.9a, b et d présentent les images MEB des faciès de rupture des échantillons de 7075 ayant subi respectivement les traitements AM, S5+A et S10+A. Les Figs. 5.9c et e sont des images à fort grossissement des régions d'initiation des fissures pour les Fig. 5.9b et d. Pour toutes les conditions de surface, les observations au MEB ont révélé des amorces de fissures sur des défauts de surface. Pour les échantillons à l'état S5+A (Fig. 5.9b) et S10+A (Fig. 5.9d), les fissures se sont propagées principalement le long de la surface jusqu'à une profondeur d'environ 1 mm avant de dévier le long d'un plan de cisaillement et de se propager directement à travers le matériau. Pour le traitement A+S, les observations au MEB (non présentées ici) ont révélé

des zones de propagation des fissures en fatigue de taille très réduites avant la propagation catastrophique. Les faciès de rupture des échantillons de 7075 à l'état AM n'ont pas montré ces caractéristiques et étaient similaires à ceux des échantillons de 2024 à l'état AM (Fig. 5.8a).

5.4 Discussion

5.4.1 Microstructures modifiées

La déformation plastique sévère par SMAT a fortement affiné la microstructure et a introduit une concentration élevée de dislocations. Pour toutes les conditions A+S, lorsque le SMAT est effectué sur une microstructure durcie par précipitation, la forte déformation a entraîné la dissolution des plus petits précipités. Cela a été attesté par la densité plus faible des précipités fins dans les Figs. 5.3f et 5.4d, respectivement pour les conditions A+S des alliages 2024 et 7075. Dans ces endroits, les gros précipités ont été cassés en plus petites particules et leur forme est passée d'allongée à sphéroïdale. Un mécanisme similaire a été décrit par Straumal et al. qui ont observé expérimentalement et montré théoriquement comment la SPD augmentait la mobilité des atomes, ce qui a permis la fragmentation et la dissolution partielle des précipités dans un alliage Cu-3,9 Ag (% at.) (Straumal, Pontikis, Kilmametov, Mazilkin, Dobatkin & Baretzky, 2017). Cependant, lorsque le traitement de précipitation a été effectué après le SMAT (traitements S+A), un début de recristallisation pour le 2024 et de restauration pour les deux alliages a été observé en plus d'une densité beaucoup plus élevée de précipités.

Plusieurs auteurs dans la littérature ont révélé qu'un revenu de précipitation après une déformation plastique sévère permettait d'importantes améliorations en termes de résistance, de ductilité et de dureté (Chen *et al.*, 2016 ; Cheng *et al.*, 2007 ; Kumar Singh *et al.*, 2016). Ces augmentations ont été attribuées à des précipités plus petits, distribués de manière plus homogène. Les dislocations introduites par la déformation agissent comme des sites de germination potentiels pour les précipités. La forte densité de ces sites a réduit le besoin de diffusion des éléments d'alliage et a entravé la croissance des précipités. Dans la présente étude, les traitements S+A correspondant

à cette stratégie ont en effet montré une densité élevée de ces petits précipités pour l'alliage 7075. Des précipités similaires auraient dû se former à la surface du 2024, bien que la résolution du MEB n'ait pas permis de déterminer leur présence. Trois paramètres principaux peuvent influencer la dureté des traitements effectués : la densité de dislocation, la taille des grains et l'état de précipitation. Les mesures de FWHM ont fourni quelques indications sur les deux premiers paramètres. En effet, elles décrivent les variations qualitatives des densités de dislocation et des tailles de domaines diffractants de manière cohérente. Des densités de dislocation plus élevées ou des domaines plus petits se traduisent tous deux par une FWHM plus élevée. L'importance des phénomènes de recristallisation et de restauration des dislocations pour les traitements S+A a été soulignée, car ils ont entraîné une baisse significative de la FWHM.

Pour l'alliage 2024, malgré l'apparition de ces deux phénomènes, c'est la haute densité des petits précipités dans le traitement S+A qui est responsable de l'amélioration significative de la dureté d'environ 30 %, comparable aux traitements A+S. De ces observations, il est possible de conclure que les précipités formés après le SMAT produisent une dureté plus élevée que ceux formés par le même traitement thermique sans déformation plastique importante. Bien que les durcissements superficiels des traitements A+S et S+A soient comparables dans l'alliage 2024, ils ne proviennent pas des mêmes phénomènes. Selon la littérature, le traitement S+A a augmenté le durcissement grâce à un meilleur état de précipitation avec des densités de dislocation plus faibles et des tailles de grains plus importantes, ce qui devrait se traduire par une ductilité améliorée par rapport au traitement A+S (Cheng *et al.*, 2007), et ainsi conférer des avantages pour certaines applications industrielles.

En revanche, les traitements S+A ne sont pas aussi efficaces dans le cas du 7075. Le traitement S10+A n'a entraîné qu'une augmentation de la dureté de surface d'environ 13 %, bien en dessous de l'amélioration de 27 % pour le A+S10. Dans le 7075, les petits précipités formés semblent moins efficaces pour augmenter la dureté que la déformation plastique sévère. Cette concurrence entre l'adoucissement induit par la restauration des dislocations et le renforcement dû au phénomène de précipitation a également été signalée par Gutierrez-Urrutia *et al.* dans un alliage d'aluminium 6082 après ECAP suivi du revenu (Gutierrez-Urrutia *et al.*, 2006).

Même si les alliages d'aluminium 6XXX ont un fort potentiel de durcissement par précipitation, la résistance d'un 6082 ultra-déformé a chuté de manière significative après le revenu de précipitation, principalement en raison de la restauration des dislocations.

Le SMAT dans les traitements S+A a été réalisé sur un matériau plus mou (après traitement thermique de mise en solution) par rapport à celui des traitements A+S. Il en résulte des différences significatives entre les traitements S+A et A+S et ces différences dépendent de l'alliage. Lorsqu'il est appliqué sur le 2024, le traitement S+A est capable de générer une couche affectée plus profonde qu'un traitement A+S (660 μm pour S5+A contre 510 μm pour A+S5, tableau 5.2). Pour l'alliage 7075, les profondeurs affectées des conditions S+A sont inférieures (ou comparables si le temps de traitement est doublé) à celles des conditions A+S (390 μm et 450 μm respectivement pour les traitements S5+A, S10+A contre 450 μm pour A+S5 et A+S10).

5.4.2 Effets sur la fatigue

L'utilisation du SMAT sur des surfaces moins dures (traitements S+A) a donné lieu à des indices de rugosité élevés connus pour avoir une influence défavorable sur la résistance à la fatigue. De plus, certains avantages du SMAT ont été réduits par le revenu, comme les contraintes résiduelles de compression qui ont subi une relaxation partielle ou le durcissement de la surface qui a été réduit par des phénomènes de restauration et de recristallisation. Tous ces éléments ont un effet négatif sur la résistance à la fatigue des échantillons obtenus par le traitement S+A. Cependant, le revenu a également amélioré le durcissement par précipitation, atténuant l'impact de la recristallisation et de la récupération, en particulier dans l'alliage 2024.

Pour le 2024, même si les traitements S+A ont permis d'augmenter l'épaisseur de la couche durcie de manière significative ainsi que d'agrandir la taille de la zone avec des contraintes résiduelles en compression, les performances en fatigue des échantillons n'étaient pas très différentes de celles des échantillons polis (P). Cela démontre que les valeurs de rugosité élevées générées par ces traitements S+A ont été compensées par le niveau de dureté de surface

et la contrainte résiduelle de compression. Lorsque le SMAT a été effectué après le revenu (A+S), les échantillons traités ont montré une augmentation significative (environ 25 %) des niveaux de contraintes pour une défaillance à 10^6 cycles. Il est intéressant de noter que la résistance à la fatigue obtenue par SMAT pour le traitement S+A semblerait beaucoup plus stable contre la relaxation des contraintes résiduelles qu'un traitement de grenaillage de précontrainte classique sur une microstructure après revenu. Ludian & Wagner ont effectué des essais de fatigue similaires aux conditions actuelles sur trois types d'échantillons en 2024 après revenu de précipitation (2024-T6) : une condition électropolie, une condition avec un grenaillage de précontrainte et une dernière condition avec un grenaillage de précontrainte suivi d'une relaxation partielle des contraintes à 190 °C pendant 1 h (10 fois plus court que le traitement de revenu utilisé dans la présente étude) (Ludian & Wagner, 2007). Les performances en fatigue de leurs échantillons électropolis étaient similaires à celles des échantillons Polis actuels avec une amplitude de contrainte de 200 MPa pour une rupture à 10^6 cycles. Les échantillons grenailés ont montré une amplitude de contrainte de 225 MPa pour une rupture à 10^6 cycles, légèrement inférieure à celle des échantillons A+S dans le présent travail (250 MPa), et ce même si leurs échantillons avaient une rugosité de surface inférieure à celle du présent travail ($R_z = 24 \mu\text{m}$ comparé à $R_z = 31 \mu\text{m}$ pour le traitement A+S ou $36 \mu\text{m}$ pour celui de S+A). Même si leur traitement de relaxation est court, il a suffi de provoquer une réduction de 40 % de l'amplitude de contrainte pour une défaillance à 10^6 cycles, soit une baisse de 30% par rapport à la condition électropolie. Dans la présente étude, les échantillons après le traitement S+A ont montré une résistance à la fatigue comparable à celle des échantillons polis, même si cet état a subi un traitement de relaxation beaucoup plus long et présente la rugosité de surface la plus élevée. Cette disparité des résistances à la fatigue entre ces deux conditions tend à montrer que les contraintes résiduelles de compression induites par le SMAT sont plus stables et sont moins affectées par la relaxation que celles introduites par le grenaillage de précontrainte. En comparant les deux conditions SMATés (A+S et S+A), l'amélioration de la résistance à la fatigue des échantillons A+S peut s'expliquer par les contraintes résiduelles en compression plus élevée à la surface associées à une rugosité plus faible. Les deux conditions ont des duretés de surface similaires, même si elles ne sont pas de même nature : la dureté des échantillons A+S est

contrôlée par la taille des grains et la densité de dislocations, tandis que la dureté de l'état S+A résulte plutôt du durcissement par précipitation. Dans les deux cas, l'augmentation de la dureté obtenue devraient retarder l'activité de glissement local dans les régions traitées. Les amorces de fissures en sous-surface observées dans les échantillons A+S5 et leurs positions après le pic de contrainte résiduelle de compression ont révélé que la présence de contraintes résiduelles en compression importantes empêche les défauts de surface de générer de grandes fissures. À un niveau de contraintes relativement élevé et malgré une rugosité de surface nettement plus importante qu'après le grenaillage de précontrainte, aucun défaut de surface n'activait de longues fissures pour une durée de vie en fatigue visée de 10^6 cycles. Alors que les échantillons A+S5 n'ont montré que des amorces de fissures en sous-surface sur des grains ayant des orientations préférentielles pour l'activation de glissement, les échantillons A+S10 ont également montré des amorces de fissures secondaires importantes sur des défauts de surface. Les paramètres utilisés pour décrire la rugosité de surface sont restés identiques en augmentant le temps de traitement et pourraient ne pas être en mesure de saisir l'apparition de rares défauts préjudiciables qui pourraient produire de courtes fissures de surface capables de se développer jusqu'à un stade de propagation important. Une augmentation supplémentaire de la durée du traitement SMAT pourrait avoir un effet négatif sur la performance en fatigue et un temps de SMAT optimal entre 5 et 10 minutes est recommandé dans les conditions actuelles.

Pour les 7075, seuls les échantillons dans les conditions A+S - maximisant les contraintes résiduelles de compression en surface, l'intensité du pic de compression et la dureté de surface - ont montré une résistance à la fatigue équivalente, voire légèrement supérieure, aux échantillons Polis (P). Tous les autres échantillons SMATés ont affiché des résultats médiocres par rapport aux échantillons P et même aux échantillons AM. Même avec l'aide de contraintes résiduelles de compression élevées, le niveau de contrainte pour une défaillance à 10^6 cycles après les traitements S+A était significativement inférieur à celui des échantillons AM (environ 15 %). Cela illustre la sensibilité de l'alliage 7075 à la présence de défauts à sa surface. Les fissures se propageaient le long de la surface plutôt qu'à l'intérieur, comme le montrent les Figs. 5.9b et d. La présence de plusieurs défauts avec une forte concentration de contraintes à la surface

de l'échantillon a facilité l'apparition de multiples fissures. Elles se sont rejointes pour donner naissance à de grandes fissures. Leur propagation semble limitée à la surface par la présence de fortes contraintes résiduelles en compression. Enfin, la fissure qui a provoqué la rupture de l'échantillon a une profondeur de pénétration inférieure à celle des échantillons AM ou P, car sa forme augmente considérablement le facteur de concentration des contraintes. Même avec des contraintes résiduelles de compression importantes, les défauts introduits par le SMAT en surface ont fortement altéré la résistance à la fatigue à grand nombre de cycles de la pièce traitée. En tant que telle, la grande sensibilité à l'entaille du 7075 en fait un mauvais choix d'alliage d'aluminium pour les applications SMAT dans le but d'améliorer la résistance à la fatigue.

En termes de résistance à la fatigue, l'effet des traitements A+S par rapport aux traitements S+A a été similaire sur les alliages 2024 et 7075 : les traitements A+S sont plus performants. Le SMAT doit être effectué après le revenu de précipitation pour maximiser la résistance à la fatigue, car la dureté issue de la déformation plastique sévère est comparable, voire meilleure, que le gain de dureté produit par la précipitation du traitement S+A, les contraintes résiduelles de compression résultantes sont plus élevées et les valeurs de rugosité de surface plus faibles. Le SMAT présentait un potentiel supérieur d'amélioration de la résistance à la fatigue à haut cycle pour le 2024 par rapport au 7075. En effet, la grande sensibilité à l'entaille de l'alliage 7075 le rend inadapté à l'amélioration de la résistance à la fatigue grâce au SMAT, même si des valeurs importantes de contraintes résiduelles de compression peuvent être obtenues. D'autre part, le 2024 a montré des conditions (traitements A+S5) pour lesquelles les défauts de surface n'ont pas pu générer de grandes fissures et l'initiation des fissures principales s'est produite à des contraintes sensiblement plus élevées (+25 %) qu'à l'état Poli. Le niveau de contrainte résiduelle en compression et l'amélioration de la dureté en sous-surface ont été suffisants pour empêcher la nucléation de fissures à partir de la surface et le potentiel maximum semble avoir été atteint pour cet alliage puisque les grains internes commencent à agir comme sites de nucléation des fissures. De plus, une augmentation de la durée de SMAT a généré des dommages plus importants à la surface et a parfois entraîné des nucléations de fissures à partir de la surface. Une durée SMAT optimale doit être trouvée même si aucun impact significatif sur la résistance à la fatigue n'a été

observé.

5.5 Conclusions

Les résultats de cette étude ont montré que les comportements en fatigue des alliages d'aluminium 2024 et 7075 étaient influencés par l'intégrité de la surface après SMAT, le niveau de contraintes résiduelles en compression et le revenu de précipitation couplé à la déformation plastique sévère.

- La microstructure de surface obtenue par un revenu de précipitation après SMAT (traitements S+A) présentait des précipités plus fins et plus denses par rapport à la microstructure à cœur et à celle obtenue par SMAT après le revenu de précipitation (traitements A+S). Cependant, comme le SMAT a été effectué sur un matériau plus mou, l'intégrité de la surface a diminué, comme le témoigne la rugosité plus élevée ainsi que des défauts en forme de plis, invisibles aux mesures de rugosité. De plus, le revenu a relaxé une partie des contraintes résiduelles en compression introduites, réduisant donc leur intensité. Les effets néfastes de l'altération de l'intégrité de la surface et de la diminution de l'intensité des contraintes résiduelles en compression ont réduit la résistance à la fatigue des alliages traités de cette manière. La résistance à la fatigue des échantillons revenus puis SMATés (A+S) était toujours supérieure à celle des échantillons SMATés puis revenus (S+A) d'environ 25 % pour l'alliage 2024 et 20 % pour l'alliage 7075.
- Pour le 2024, les échantillons dans les états S+A et Polis étaient comparables en termes de résistance à la fatigue et les échantillons A+S ont eu des performances nettement meilleures (+25 % en termes de contrainte pour une rupture à 10^6 cycles). Cependant, les 7075 échantillons traités S+A ont montré une baisse de la résistance à la fatigue par rapport aux échantillons bruts d'usinage et polis alors que les 7075 échantillons A+S étaient à peine plus performants que les échantillons polis. Les défauts de surface induits par le SMAT ont été extrêmement préjudiciables pour la résistance à la fatigue du 7075 en raison de sa grande sensibilité à l'entaille. Ainsi, le SMAT doit être évité sur les alliages d'aluminium à haute sensibilité à l'entaille, surtout pour l'amélioration de la résistance à la fatigue.

- Pour les deux alliages, la durée de SMAT a joué un rôle mineur sur les profils de contrainte résiduelle et sur la résistance à la fatigue. Cependant, elle a eu un effet important sur les sites potentiels de nucléation des fissures dans le 2024. L'augmentation de la durée de 5 à 10 min pour les traitements A+S sur le 2024 a réduit l'intégrité de la surface, car des fissures courtes ont pu s'amorcer à la surface et se développer jusqu'à un stade de propagation important.
- Le procédé S+A a permis de générer une microstructure plus résistante à la relaxation des contraintes résiduelles que la microstructure obtenue après un grenaillage classique sur un matériau revenu. Dans le cas de l'alliage le moins sensible à l'entaille (2024), les propriétés de fatigue résultantes étaient équivalentes à un état Poli, montrant que le niveau de contraintes résiduelles en compression était suffisant pour retarder la nucléation des fissures de surface même si la rugosité de surface était significative ($R_z = 36 \mu\text{m}$).
- Le procédé S+A a également permis de générer une impressionnante couche durcie, dans le 2024, 30 % plus profonde que celles obtenues avec les traitements A+S. Cela pourrait constituer un avantage de fabrication pour certaines applications industrielles. Les microstructures S+A obtenues devraient également présenter une ductilité et une ténacité supérieures à celles des pièces traitées avec le traitement A+S grâce à la restauration importante des dislocations se produisant au cours du revenu.

CHAPITRE 6

DISCUSSION COMPLÉMENTAIRE ET PERSPECTIVES D'APPLICATIONS

Ce chapitre a pour objectif de discuter des résultats obtenus dans les chapitres précédents, de les relier et également de rajouter de nouveaux éléments qui n'ont pas été mentionnés dans les articles afin de donner de nouvelles perspectives à ces travaux. En particulier, des perspectives d'utilisation plus générales pourront être dégagées pour le grenaillage ultrasonique et notamment les conditions de traitement étudiées dans le cadre de cette thèse. Plusieurs sujets seront traités successivement, tout d'abord l'étude tribologique sera approfondie par l'ajout d'une nouvelle condition de traitement ainsi que d'un second matériau. Ensuite, la problématique d'intégrité de surface sera abordée par un croisement des données obtenues aussi bien sur les titanes que les aluminiums. Finalement, certains effets microstructuraux supplémentaires sur les deux types de matériaux seront présentés.

6.1 Impact du SMAT sur le comportement tribologique des titanes

Bien que des essais de frottement aient été réalisés à la fois sur les aluminiums et les titanes, seuls les titanes présentaient des résultats méritant d'être approfondis. Les aluminiums montraient en effet des comportements similaires à ceux observés dans la littérature et aucun impact significatif des différentes conditions de traitement n'a pu être identifié. A savoir, une légère variation du coefficient de frottement au tout début, le temps que la trace d'usure se forme puis le coefficient atteint un régime stationnaire et demeure constant tout au long du reste de l'essai. Au contraire, les essais sur les titanes ont permis d'exposer un mécanisme d'usure particulier faisant intervenir l'oxydation à la fois du titane mais également de l'acier ; cela nous a permis d'expliquer des résultats conflictuels dans la littérature. Cette section s'attache donc à résumer les principaux résultats obtenus dans le chapitre 3 pour y ajouter des résultats supplémentaires obtenus avec la condition de traitement à température cryogénique sur le T50. Les résultats obtenus sur le 5553 seront ensuite comparés à ceux du T50.

6.1.1 Oxydation et transition d'usure du T50 vers l'acier

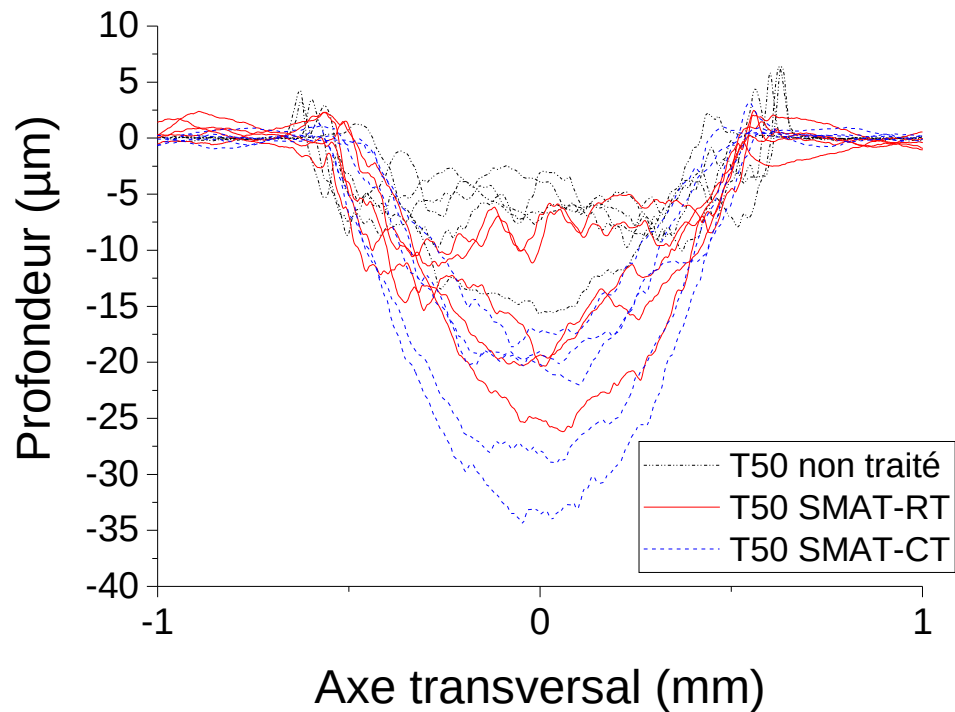


Figure 6.1 Profils des traces d'usure obtenues sur les surfaces en T50 non grenillées (noir) et après grenillage ultrasonique à température ambiante (Room Temperature, rouge) et cryogénique (Cryogenic Temperature, bleu)

Lors du frottement de la bille en acier sur la surface en T50, des oxydes de titanes se forment avec l'usure du T50 puis des oxydes de fer apparaissent, comme le résume le schéma 3.10. Tout d'abord, l'oxyde TiO_2 -anatase suivi le TiO_2 -rutile se forment avec l'importante augmentation locale de la température. Ce second oxyde, particulièrement dur, est responsable du début de l'usure de la bille et de la transition vers la formation d'oxydes de fer qui s'accumulent en un film de transfert sur la surface en titane (Fig. 3.8). Une fois cette couche d'oxydes de fer formée, elle protège la surface en titane d'une grande partie de l'usure lors des essais tribologiques. Quand l'épaisseur de la couche d'oxydes devient trop importante, elle se cassera par endroit avant de se reformer rapidement. Ainsi, une usure importante de la bille en acier peut être observée. C'est particulièrement vrai pour le T50 non traité qui possède la surface la moins dure

ce qui permet une augmentation rapide de la température par déformation adiabatique. Cela entraîne rapidement la mise en place du cycle d'évènements décrit plus haut. A l'inverse, le T50 traité par SMAT présente une surface déjà fortement déformée, limitant ainsi le potentiel de déformation par frottement et donc l'échauffement des surfaces. La mise en place du cycle d'évènement se fera alors plus tardive. Ce mécanisme particulier, lié à la formation continue d'oxydes, est très éloigné des hypothèses nécessaires à l'application de l'équation d'Archard (équation 1.2), décrivant l'usure lors d'un frottement en fonction des différentes propriétés des surfaces en contact (notamment la dureté du matériau de plus mou) : elle suppose que l'usure se fait de façon constante tout au long du frottement. La surface la moins dure se retrouve protégée par une couche d'oxydes particulièrement durs et c'est la surface en acier qui est soumise à une forte abrasion.

Les traces d'usure obtenues pour le T50 non traité (noir) et grenaillé à température ambiante (rouge) sont comparés à celles pour le matériau grenaillé à température cryogénique (bleu) au sein de la Fig. 6.1. Les traces d'usure sont les plus importantes pour les surfaces grenillées. Les surfaces traitées à température cryogénique montrent une usure bien plus élevée que les autres conditions de surfaces (3 fois supérieures par rapport à la surface sans traitement et avec une augmentation de 40 % par rapport à la surface grenillée à température ambiante). La forte dureté obtenue pour les surfaces traitées cryogéniquement (tableau 2.1) semble responsable d'une augmentation de la fragilité de la surface ce qui permet à la bille de l'user plus rapidement lors du frottement. Une trace profonde peut se développer facilement et piéger les oxydes de titane et de fer qui se trouvent chassés en dehors de la trace pour les autres conditions. Ainsi, ces oxydes piégés provoquent facilement une forte usure de la bille, et la transition rapide vers le stade III. De façon surprenante dans les conditions cryogéniques, le volume d'usure de la bille est presque doublé par rapport au volume obtenu pour le traitement à température ambiante. Le grenaillage ultrasonique à température cryogénique semble fortement néfaste pour le T50 du fait de la forte augmentation de l'usure des deux surfaces en contact. Il est intéressant de noter que le coefficient de frottement se stabilise plus rapidement vers le stade III pour les surfaces traitées cryogéniquement par rapport à celles traitées à température ambiante. Dans

ces conditions, une faible dureté et une bonne ductilité permettent d'accélérer les mécanismes d'oxydation et de protéger rapidement la surface en T50 en échange d'une usure accélérée de la bille. Alors qu'une dureté élevée par déformation plastique sévère est liée à une fragilité importante des surfaces ce qui entraîne une usure importante de ces surfaces et retarde les mécanismes d'oxydation. Ces résultats sur l'effet de la température de grenaillage ultrasonique a fait l'objet d'une communication lors de la conférence Titanium 2019 à Nantes.

6.1.2 Comparaison titane α (T50), titane β (5553)

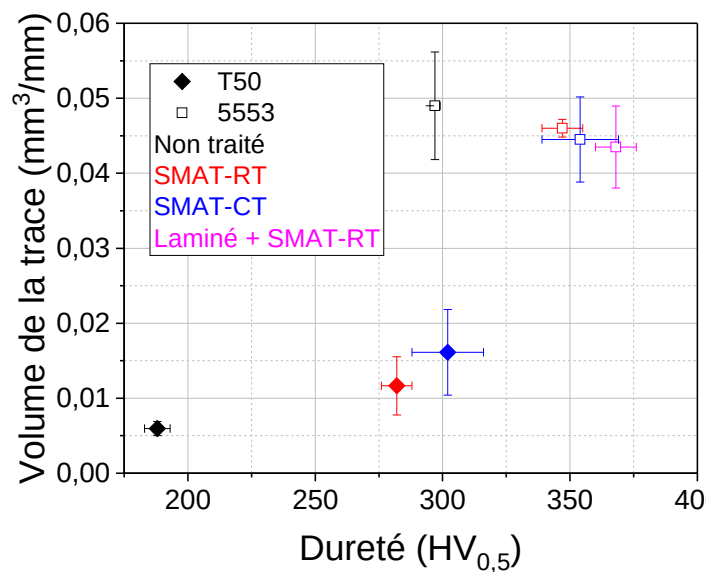


Figure 6.2 Volume de la trace mesurée (mm³/mm) en fonction de la dureté (HV_{0,5}) pour les surfaces en T50 (losanges pleins) et en 5553 (carrés vides) sans grenaillage (noir) avec un grenaillage à températures ambiante (rouge) ou cryogénique (bleu). Un résultat supplémentaire a été obtenu sur un échantillon de 5553 laminé et grenaillé à température ambiante (magenta)

Le situation du 5553 est complètement différente à celle décrite dessus. La Fig. 2.5 présentant l'évolution du coefficient de frottement en fonction du nombre de cycles pour les surfaces en T50 et en 5553 montre des comportement drastiquement différents. Contrairement au T50 qui fait apparaître plusieurs stades avec des variations importantes du coefficient de frottement. Le

coefficient est stable tout au long de l'essai pour le 5553, même si un bruit plus important peut être noté. Des observations par microscopie électronique et par Raman sur le 5553 n'ont pas montré de formation d'oxydes autres que du TiO_2 -anatase. Aucune usure de la bille n'a été constatée et une couche de transfert en titane se dépose à sa surface. En revanche, le volume d'usure sur les surfaces en 5553 est bien plus important. La Fig. 6.2 compare les volumes des traces mesurés pour les différentes surfaces en T50 (losanges pleins) et en 5553 (carrés vides) en fonction de leur dureté. L'étude porte sur les surfaces non traitées (noir), grenillée à température ambiante (rouge) et à température cryogénique (bleu) pour les deux alliages. Un essai supplémentaire a été réalisé sur un échantillon ayant subi un premier laminage important (réduction d'épaisseur de 70 %) suivi d'un grenillage à température ambiante permettant une légère augmentation de dureté à la surface par rapport à l'échantillon grenillé à température cryogénique. Pour le T50, l'augmentation de la dureté résulte en une augmentation du volume d'usure de la surface en titane. Par contre, l'augmentation de la dureté des surfaces en 5553 au travers des différents traitements semble diminuer légèrement le volume de la trace. Le 5553 n'étant pas soumis à un cycle de formation d'oxydes, son comportement correspond plus à celui décrit par Archard (section 1.2.4). C'est un résultat un peu surprenant car la structure cubique centrée de la phase β permet une meilleure diffusion que la structure hexagonale compacte de la phase α (Lütjering & Williams, 2007). La proportion importante d'éléments d'alliage pourrait alors être à l'origine de la difficulté de former le TiO_2 -rutile nécessaire au mécanisme d'usure par oxydation décrit dans le cas du T50. En effet, d'après le diagramme d'Ellingham, qui permet de prévoir l'équilibre thermodynamique entre un métal et ses oxydes en fonction de la température et de la pression, l'oxyde d'aluminium devrait apparaître plus facilement que l'oxyde de titane (Hasegawa, 2014). Bien que les mesures par Raman n'ont cependant pas pu confirmer la présence d'oxydes d'aluminium dans les traces, cette hypothèse reste malgré tout plausible. Ainsi, le mécanisme d'usure par oxydation devrait pouvoir apparaître dans les titanes permettant la formation de TiO_2 -rutile, à priori préférentiellement dans ceux faiblement alliés.

Il faut cependant noter que ce mécanisme d'usure est très particulier et nécessite un certain nombre de conditions pour se déclencher, deux de ces conditions sont identifiées dans ce

paragraphe avec pour but de permettre la réplique des essais. Ces conditions pourraient également être utiles pour prévenir ce type de comportements dans des applications industrielles. Il faut que la température puisse augmenter afin de former le TiO_2 -rutile. Une fréquence de passage suffisamment élevée serait donc nécessaire. L'essai en mouvement alternatif sur une faible distance permet de remplir ce critère. Les débris formés doivent pouvoir s'accumuler ou être piégés dans une certaine mesure avant de pouvoir former des couches de transfert. Ici, la surface inférieure dans le contact est celle en titane, qui sera usée dans un premier temps et dans laquelle se développe la couche de transfert en oxydes de fer. Les débris peuvent donc s'accumuler sur cette surface inférieure dans la trace formée initialement. Des faibles vitesses dans le contact devrait permettre d'empêcher de chasser les débris des traces d'usure. Si une application industrielle rassemble ces deux conditions, il est possible qu'un comportement similaire se développe. Cela peut entraîner des conditions d'utilisation pour lesquelles les pièces n'ont pas été conçues. Il s'agit donc d'éléments auxquelles les designers devraient faire attention lors du dessin de pièces en mouvement.

Même si ce comportement d'usure par oxydation n'est pas directement lié. Le grenaillage ultrasonique a permis de mettre en évidence l'importance de la déformation plastique lors du frottement et son effet sur l'accélération des mécanismes d'oxydation. Ainsi, les conditions pour obtenir l'apparition de ce phénomène ont pu être exposées.

6.2 L'intégrité de surface

L'intégrité de surface ressort comme un aspect particulièrement important pour les performances en fatigue. Le grenaillage ultrasonique dégrade fortement cette intégrité en déformant fortement la surface et en créant des défauts durant tout le traitement. Pour lutter contre ces dégradations, l'utilisation d'un grenaillage à température cryogénique semble prometteuse. Il a permis de fortement réduire la rugosité de surface comparée au même traitement à température ambiante dans le cas des titanes. Pour les aluminiums, cet effet semble limité au vu des mesures de rugosité et du fait que la dureté de ces matériaux reste faible à température cryogénique mais il pourrait quand même jouer un rôle important dans l'amélioration de la tenue en fatigue. C'est d'autant

plus vrai pour le traitement fait sur un état non durci (S+A), ce qui génère les rugosités les plus élevées pour les échantillons cylindriques. Les résultats sur le 2024 ont montré un changement de position de l'initiation des fissures de la sous-surface à la surface avec une augmentation de la durée de grenaillage, alors que les paramètres de rugosité demeurent similaires. L'emploi prolongé du grenaillage ultrasonique a provoqué la formation de défauts sous la forme de repliements de la matière (visible dans la Fig. 2.8) et qui agissent comme de forts concentrateurs de contraintes alors qu'ils sont invisibles depuis la surface. C'est sur eux que les fissures vont s'initier préférentiellement. Il est alors possible de penser que le grenaillage ultrasonique à température cryogénique pourrait limiter la formation de ces défauts invisibles particulièrement néfastes grâce à l'augmentation de la dureté. Ainsi, il serait possible d'améliorer la résistance en fatigue des aluminiums dans ces conditions. Dans le cadre d'un emploi industriel du grenaillage ultrasonique, il semble alors important de mettre en place des méthodes de contrôles non destructifs pour être en mesure de détecter ces repliement de matière si la résistance en fatigue des pièces traitées est essentielle. Également, bien qu'il présente des résultats encourageants, l'emploi du grenaillage ultrasonique à température cryogénique dans un cadre industriel pourrait constituer un défi d'importance.

Tableau 6.1 Paramètres de rugosité Ra (μm) et Rz (μm) pour les échantillons plats et cylindriques ayant subi les différents traitements indiqués (RT pour grenaillage ultrasonique à température ambiante, CT à température cryogénique, S+A pour un grenaillage suivi d'un revenu de précipitation et A+S pour le revenu suivi du grenaillage), les échantillons plats ont tous été grenaillés pendant 10 min, les échantillons cylindriques en 5553 l'ont été pendant 40 min et ceux en aluminium (2024 et 7075) pendant 5 min

Alliages et traitements	Echantillons plats			Echantillons cylindriques		
	Ra (μm)	Rz (μm)	Temps de SMAT (min)	Ra (μm)	Rz (μm)	Temps de SMAT (min)
5553 SMAT-RT	$2,20 \pm 0,38$	$13,66 \pm 2,61$	10	$3,13 \pm 0,39$	$14,89 \pm 1,75$	40
5553 SMAT-CT	$0,61 \pm 0,13$	$4,46 \pm 0,81$	10	$0,81 \pm 0,13$	$3,88 \pm 0,64$	40
2024 S+A RT	$4,44 \pm 0,32$	$29,32 \pm 3,66$	10	$7,17 \pm 0,78$	$36,48 \pm 3,65$	5
2024 S+A CT	$3,82 \pm 0,30$	$28,75 \pm 5,01$	10	Non	Non	
2024 A+S RT	$4,39 \pm 0,40$	$30,22 \pm 1,59$	10	$5,99 \pm 0,63$	$30,41 \pm 2,25$	5
2024 A+S CT	$3,25 \pm 0,23$	$23,53 \pm 2,89$	10	Non	Non	
7075 S+A RT	Non	Non		$6,77 \pm 0,68$	$34,81 \pm 3,05$	5
7075 A+S RT	Non	Non		$4,66 \pm 0,42$	$24,38 \pm 2,10$	5

La géométrie des échantillons semble jouer un rôle important dans la formation des défauts de surface par grenaillage ultrasonique. Le tableau 6.1 présente les valeurs de Ra et de Rz pour tous les matériaux, ainsi que pour la majorité des conditions de traitement. Les traitements sur les échantillons plats ont duré 10 min sur une surface fixe, alors que les échantillons cylindriques tournaient pour une durée totale de 5 min pour les aluminiums et 40 min pour le 5553. D'après les travaux de Nouguier-Lehon et al. il est possible de supposer qu'un quart de la surface cylindrique subit un grenaillage efficace si l'éprouvette reste fixe. Cela signifie que la rotation permet d'appliquer progressivement le traitement sur toute la surface cylindrique de façon homogène, mais le temps réel de grenaillage des surfaces est le temps total du traitement divisé par quatre. Ainsi, les surfaces cylindriques en aluminium ont été traitées pendant 1,25 min alors que les plats l'ont été pendant 10 min. Cet écart de la durée de traitement montre que les échantillons plats en aluminium ont subi un traitement beaucoup plus sévère. Les échantillons plats et cylindrique en 5553 ont été tous traités 10 min. En comparant les valeurs de Ra et de Rz entre les échantillons plats et les échantillons cylindriques, il est possible de constater que le paramètre de rugosité moyen Ra augmente significativement en passant des échantillons plats aux échantillons cylindriques tandis que la profondeur moyenne Rz ne varie pratiquement pas. Le Ra correspondant à l'écart-type des rugosités autour d'un profil moyen, son augmentation signifie que la variation de la rugosité autour de ce profil moyen est plus prononcée. Lorsque les billes frappent perpendiculairement la surface, elles transmettent plus d'énergie à la sous-surface. Du fait de la forme cylindrique des éprouvettes de fatigue, la probabilité qu'une bille arrive perpendiculairement à la surface est plus faible que pour les éprouvettes plates, entraînant une déformation et un flux de matière à l'extrême surface plus important et une déformation en sous-surface moins efficace. Le Rz correspondant à la moyenne des profondeurs maximales, il tient compte principalement des défauts de surface les plus importants. Ainsi, les mesures de rugosité réalisées indiquent que la sévérité des défauts les plus prononcés (Rz) ne change ni avec la forme de la surface ni avec le temps de SMAT, puisqu'elles seraient produites par les billes impactant perpendiculairement et atteignent la valeur maximale très rapidement. Ce résultat est particulièrement intéressant et peut motiver l'emploi du grenaillage ultrasonique, en particulier sur des surfaces complexes.

6.3 Les effets microstructuraux

Pour les aluminium, il est intéressant de constater que le grenaillage ultrasonique provoque un important flux de matière à la surface déformée qui va complètement modifier la texture cristallographique (Fig. 2.3). De plus, ce changement de texture semble de plus en plus prononcé en se rapprochant de la surface grenaillée sur les échantillons plats. Le grenaillage ultrasonique pourrait alors présenter un intérêt pour la modification et l'ingénierie des textures cristallographique de surface. Cependant, des essais supplémentaires semblent nécessaires pour confirmer et quantifier ces effets. Ce résultat n'est pas constaté de façon significative sur les échantillons cylindriques, car ils sont d'une part traités moins longtemps et d'autre part l'orientation des dispersoïdes T est moins favorable pour observer directement ces effets par microscopie.

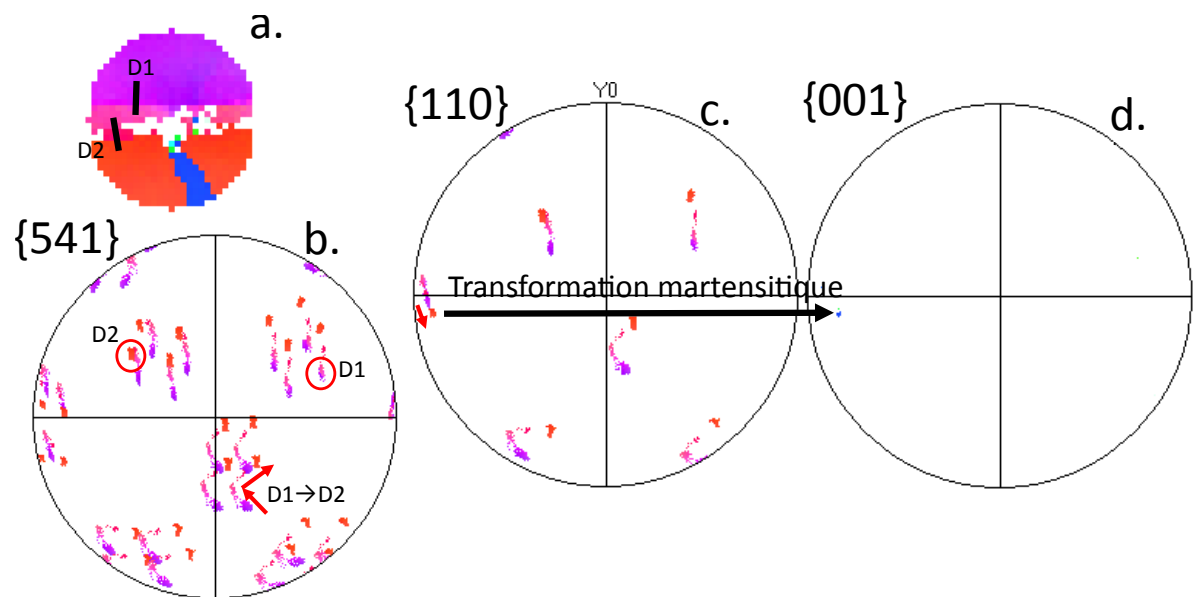


Figure 6.3 Extrait d'une figure de pôle inverse (a) obtenue par EBSD et les figures de pôles de cet extrait pour les pôles {541} (b) et {110} (c) de la phase β et pour le pôle {001} (d) de la martensite

Sur le titane 5553, le grenaillage ultrasonique a induit la formation de kink bands (KB) ainsi que de martensite α'' . Des déformations un peu plus complexes ont été notées dans certains cas et montrent qu'il est possible de générer la formation de KB secondaires à l'intérieur de

KB primaires. La Fig. 6.3a présente une figure de pôle inverse sur une petite région d'une carte EBSD à l'interface entre la matrice (violet) et deux KB l'une contre l'autre (rose et orange). Les Figs. 6.3b et c montrent les figures de pôles de la phase β pour les pôles $\{541\}$ et $\{110\}$. Les notations D1 et D2 mettent en évidence la présence de deux déformations successives amenant la formation d'une KB secondaire (orange) à l'intérieur d'une KB primaire (rose). Pour obtenir la KB secondaire visible en orange, il faut tout d'abord avoir une rotation autour du pôle entouré en rouge avec l'annotation D1 sur la Fig. 6.3 suivi de la rotation autour du pôle marqué D2. La transformation martensitique se fait alors dans la KB secondaire, la plus déformée, en suivant les relations d'orientation. La phase martensitique est également présente dans la KB secondaire au niveau de la zone bleue dans la Fig. 6.3a. La Fig. 6.3d montre la figure de pôles de la phase martensitique pour les pôles $\{001\}$. La relation d'orientation entre la phase β et la phase α'' est respectée entre la KB secondaire et la martensite, cela permet de mettre en évidence que la martensite est apparue après la formation de la KB secondaire. De façon plus générale, la martensite se forme dans les KB et la composition de ces deux éléments microstructuraux semble avoir un impact sur la fatigue, surtout lors du traitement à température cryogénique qui favorise la formation de quelques KB particulièrement grandes ainsi que de martensite plus en profondeur.

Pour se placer dans une situation où les KB pourraient permettre de contribuer à l'augmentation de la vie en fatigue, il faudrait impérativement réduire la taille de grains du 5553. En effet, la forte taille de grain induit la possibilité d'un glissement prématuré particulièrement néfastes pour l'apparition de fissures. Cependant, l'affinement d'une telle microstructure dans le 5553 semble extrêmement complexe puisque ne former que la phase β nécessite un traitement au-dessus du transus β suivi d'une trempe rapide. La température de traitement très élevée provoque systématiquement une recristallisation et une augmentation rapide de la taille de grain. Il est possible de fragmenter les grains par déformation plastique sévère avant ce traitement à haute température pour augmenter au mieux la stabilité thermique de la microstructure et lutter contre la recristallisation, mais cela risque de ne pas être suffisant au vu de la température très élevée de mise en solution. Par contre, cela complexifierait grandement le processus et le rendrait assez

lourd dans un cadre industriel, sans parler de la taille réduite des pièces qu'il serait possible de traiter. La seule application qui semble faisable industriellement dans ces conditions est le laminage pour l'élaboration de tôles. Il serait aussi possible d'imaginer réaliser une succession de traitement thermique pour fragmenter progressivement la taille de grain. Le problème de cette méthode est que la microstructure plus fine obtenue à l'intérieur d'un grain de grande taille doit respecter des relations d'orientation et les plus petits grains partagent alors certaines orientations cristallographiques entre eux. Ainsi, une plus fine microstructure obtenue de cette façon n'aura pas nécessairement de meilleures performances, car le partage des orientations cristallographiques pourrait provoquer l'apparition des mêmes défauts constatés dans cette thèse (du type glissement prématuré). Il serait également possible d'utiliser un autre alliage de titane β -métastable permettant de former une microstructure β plus fine et qui permettrait d'étudier l'effet des KB et de la martensite formées par grenaillage sur la fatigue. Étant donné que la vitesse de déformation élevée lors du grenaillage ultrasonique favorise grandement la formation de KB, il ne devrait pas être trop difficile de trouver un tel alliage. Les KB ont même été constatées pour un Ti-35V-15Cr-0,3Si-0,1C, beaucoup plus fortement allié que le 5553 (Zheng *et al.*, 2017a). En plus d'examiner l'effet des KB sur le comportement en fatigue, cette seconde possibilité permettrait par la même occasion de mieux comprendre les mécanismes à l'origine des KB dans les titanes cubiques centrés.

Les résultats obtenus dans le cadre de cette thèse tendent à montrer que la superélasticité du 5553 provoque une diminution de la déformation introduite lors du grenaillage ultrasonique et donc une réduction de son efficacité, comme le montre la Fig. 6.4a. L'évolution de la dureté en fonction de la profondeur obtenue sur des échantillons plats grenailés pendant différentes durées met en valeur que l'augmentation du temps de grenaillage jusqu'à 3 h permet un durcissement important du 5553. Les Figs. 6.4b et c montrent des images MEB des microstructures en extrême surface respectivement pour des échantillons après grenaillage ultrasonique à température ambiante pendant 10 min et pendant 3 h. Sur l'échantillon SMATé 10 min, quelques KB sont visibles ainsi que des différences de contraste dues à des concentrations de dislocations plus importantes, cependant aucune nanostructure n'est observable. Alors que pour l'échantillon SMATé pendant

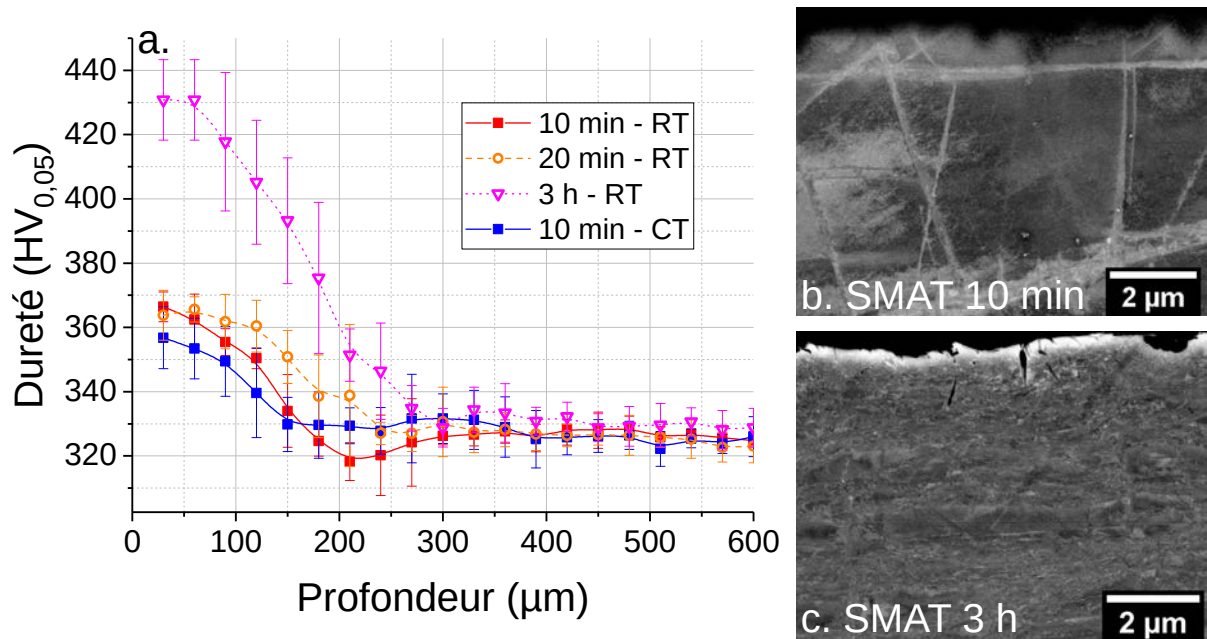


Figure 6.4 Profils de dureté (a) en fonction de la profondeur pour des échantillons plats de 5553 après différentes durées de grenaillages ultrasoniques soit à température ambiante (RT) soit à température cryogénique (CT) et images MEB des microstructures en extrême surface des échantillons après grenaillage ultrasonique RT pendant 10 min (b) et 3 h (c)

3 h, la fragmentation de la microstructure est clairement notable et une nanostructure s'est formée en extrême surface pour un temps de traitement de cette durée. Ce temps très conséquent est nécessaire afin de contrer l'effet superélastique qui à l'origine de l'absence de nanostructure à la surface grenaillée, en particulier pour le traitement à température cryogénique. L'accumulation de défauts cristallographiques, que seul un long traitement permet, est nécessaire pour limiter cet effet et donc pour obtenir des marques de déformation irréversibles telles que les KB et la rétention de la martensite dans la microstructure. Cependant, il devient irréaliste d'un point de vue industriel d'employer des traitements aussi longs pour obtenir les propriétés maximales désirées. Les performances après grenaillage ultrasonique d'un autre alliage de titane β -métastable ne présentant pas de superélasticité pourrait être plus importantes. Le choix d'un alliage permettant une transformation martensitique uniquement induite par déformation, et qui ne serait pas assistée par la contrainte, devrait permettre d'obtenir un renforcement des propriétés mécaniques nettement plus rapide. D'un autre côté, les faibles déformations et transformations de phase en

surface, liées à la superélasticité, peuvent être souhaitable pour des applications industrielles, notamment pour éviter des problématiques de corrosion intergranulaire.

CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS

Envisager le grenaillage ultrasonique comme un procédé thermomécanique pour améliorer les résistances mécaniques, grâce l'ajout d'effets microstructuraux lors de la déformation, est au cœur de cette thèse. À cette fin, différents alliages de titane et d'aluminium ont été traités au travers de diverses méthodes pour provoquer l'apparition d'importants gradients de microstructures et de propriétés. Dans un premier temps, il sera fait mention de ces microstructures et notamment des transformations microstructurales provoquées par la combinaison du grenaillage ultrasonique avec l'application d'un traitement thermique. Dans un second temps, cela a conduit aux deux principaux axes autour desquels cette thèse s'articule et qui seront présenté après la section sur les microstructures :

- La détermination de l'effet des microstructures modifiées sur les propriétés tribologiques, notamment la compréhension des raisons provoquant les modifications des comportements du coefficient de frottement et de l'usure via l'interprétation des observations des surfaces en contact à différents moments du frottement et par différents moyens de caractérisation.
- L'évaluation de l'impact que ces microstructures apportent sur la résistance en fatigue grâce à l'observation et l'interprétation des faciès de rupture, puis la mise en relation avec les propriétés en surface.

Microstructures issues des transformations induites par le grenaillage ultrasonique

Afin de déterminer l'impact du grenaillage ultrasonique sur les transformations microstructurales dans les alliages d'aluminium et de titane, des observations ont été menées sur différentes conditions de traitement pour chaque matériau.

Dans le cas des aluminiums, le grenaillage ultrasonique avant le revenu de précipitation a permis d'introduire une forte densité de dislocations à la surface, multipliant le nombre de sites possibles pour la germination des précipités. Grâce à cette stratégie, les précipités formés sont plus petits

et plus denses que pour une précipitation dans des conditions habituelles. Une compétition apparaît alors entre différents mécanismes : (i) l'effet durcissant de ces plus petits précipités ; (ii) l'effet adoucissant des restaurations et recristallisations partielles de la microstructure couplées avec la relaxation partielle des contraintes résiduelles induites par le grenaillage. Le résultat de cette compétition est très dépendant des alliages considérés. Pour le 7075, le durcissement par l'amélioration du traitement de précipitation n'est pas suffisant puisqu'à la fois la dureté en surface et la profondeur durcie sont toutes deux réduites par rapport au cas où le revenu de précipitation précède le grenaillage ultrasonique. En revanche, le 2024 montre une dureté équivalente en surface pour les deux traitements, et une augmentation importante de 30 % de la profondeur durcie pour le traitement déformé puis revenu.

Pour les alliages de titane, le T50A - commercialement pur - ne présente pas de transformation microstructurale spécifique qu'il est possible de provoquer par grenaillage ultrasonique, sa microstructure se fragmente principalement grâce à la formation de murs et d'enchevêtrement de dislocation. À l'inverse, le grenaillage ultrasonique sur le 5553 provoque à la fois une transformation de phase martensitique, mais également des bandes de déformation identifiées comme des "pliures en genou", ou Kink Bands (KB). L'apparition de ces KB est peu commune dans les alliages de titane β et leur formation dépend à la fois de la composition des alliages, mais également de la vitesse de déformation. Le grenaillage ultrasonique permet alors de promouvoir leur formation. La superélasticité du 5553 le rend assez difficile à déformer plastiquement et un traitement de grenaillage ultrasonique de plusieurs heures est nécessaire pour permettre l'apparition d'une nanostructure par fragmentation de la microstructure. Cette fragmentation passe par la formation des KB et de martensite irréversible à l'intérieur de ces bandes qui limitent la superélasticité. Le passage d'une température ambiante à une température cryogénique pour le grenaillage ultrasonique a permis d'augmenter à la fois la profondeur où la martensite se forme et également l'épaisseur des KB.

Effet des microstructures sur les propriétés tribologiques

L'étude du comportement tribologique du frottement des surfaces en titane contre une bille en acier lors d'un mouvement linéaire alternatif a permis de révéler un comportement d'usure très particulier dépendant des mécanismes d'oxydation mis en jeu.

L'évolution du coefficient de frottement a montré de grandes variations en fonction du nombre de cycles exécutés dans le cas des surfaces en titane commercialement pur (T50A). Ce comportement passe par trois stades qui ont été identifiés :

- Le stade I durant lequel le coefficient de frottement est stable et le frottement ne génère qu'un seul oxyde de titane, le TiO_2 -Anatase.
- Le stade II pour lequel le coefficient de frottement présente des variations très chaotiques. Un second oxyde de titane, le TiO_2 -Rutile, se forme alors, dû à l'augmentation locale de la température par déformation adiabatique. Il est suffisamment dur pour user la surface en acier et produire des débris riches en fer qui vont former une couche de transfert sur la surface en titane, ces débris s'oxydent rapidement pour donner les oxydes de fer Fe_2O_3 -Magnetite et Fe_2O_3 -Hématite. Cette couche va également user la surface en acier.
- Le stade III correspond au moment où une grande partie de la surface en titane est recouverte par la couche de transfert riche en oxydes de fer. Cette couche protège la surface en titane et seule la surface en acier est alors continuellement usée. le coefficient de frottement retourne alors à une valeur stable et un régime stationnaire apparaît.

L'importante déformation plastique induite par le grenaillage ultrasonique aux surfaces en titane commercialement pur a limité l'échauffement adiabatique, dû à la déformation, et a retardé l'apparition du TiO_2 -Rutile. Ainsi, les durées des stades I et II sont augmentées pour les surfaces grenillées et l'usure du titane est plus importante puisque la couche de transfert protectrice met plus de temps à se former. Il s'agit d'un résultat plutôt contre intuitif puisqu'il est courant en

tribologie que l'augmentation de la dureté du matériau le plus mou dans un contact permette de réduire son usure alors qu'ici l'inverse apparaît.

Des essais sur un second alliage de titane plus fortement allié, le 5553, ont présenté des résultats plus typiques, avec un coefficient de frottement constant tout au long de l'essai. La bille en acier n'est pas usée lors de cet essai et seul l'oxyde TiO_2 -Anatase a été détecté. La présence d'une proportion importante d'éléments d'alliage semble réduire la facilité avec laquelle se formait le TiO_2 -Rutile et ne permet pas de déclencher le comportement tribologique atypique observé, dépendant de l'oxydation des surfaces. Dans ces conditions plus classiques, l'augmentation de la dureté par déformation plastique sévère est bien liée à la réduction de l'usure observée à la surface du matériau le plus mou. En plus de la composition chimique, d'autres paramètres importants pour l'obtention du comportement tribologique dépendant de l'oxydation ont également pu être déterminés. Le but est de permettre l'identification des applications pouvant développer ces comportements afin de les éviter s'ils sont néfastes au bon fonctionnement de ces applications.

Cette étude du comportement tribologique des alliages de titane a permis de mettre en avant l'importance de prendre en compte le troisième corps, en gardant à l'esprit que sa nature peut également changer avec le temps. Ainsi, des contradictions dans la littérature ont pu être expliquées. De plus, la formation du troisième corps ne vient pas nécessairement du frottement intrinsèque. En effet, une couche interfaciale peut être générée sur les surfaces lors du grenailage ultrasonique, la matière du média et de l'enceinte se déposant sur la surface traitée. Il peut alors être intéressant de sélectionner les médias pour influencer la composition et les propriétés du troisième corps. Par ailleurs, la présence d'un corps étranger peut aussi affecter la tenue en corrosion des surfaces et pourrait même être souhaitable, par exemple pour éviter ou limiter les piles galvaniques.

Efficacité des gradients de propriétés sur le comportement en fatigue

Étant donné que le grenaillage ultrasonique est principalement utilisé dans l'industrie pour améliorer la résistance en fatigue des pièces traitées, l'étude de cette propriété est donc indispensable pour favoriser l'utilisation des résultats obtenus dans le cadre industriel. L'emploi des différentes combinaisons de traitements a permis de déterminer l'impact de la combinaison des mécanismes microstructuraux avec le grenaillage ultrasonique aussi bien pour les aluminiums que pour le titane.

Le traitement de précipitation après le grenaillage ultrasonique a provoqué une relaxation partielle des contraintes résiduelles de compression dans les alliages d'aluminium et a résulté en une réduction de la résistance en fatigue des échantillons par rapport à ceux où le grenaillage ultrasonique se fait après la précipitation. L'amélioration de la dureté due à la meilleure morphologie des précipités, qui avait pour but de limiter la plastification des régions les plus sollicitées, est contrée par la restauration, recristallisation et relaxation partielles et elle ne peut alors pas participer à augmenter la résistance en fatigue. Cependant, l'utilisation du grenaillage ultrasonique pour améliorer la précipitation rend la microstructure beaucoup moins sensible aux problématiques de relaxation et lui permet de conserver une bien meilleure résistance en fatigue comparée à une microstructure obtenue par grenaillage conventionnel suivi par un traitement de relaxation, alors que la résistance en fatigue des surfaces polies est bien la même. De plus, l'utilisation du grenaillage ultrasonique résulte en une altération de l'intégrité de surface - notamment à cause du repliement de matière - néfaste pour le comportement en fatigue, d'autant plus dommageable que la sensibilité à l'entaille du matériau utilisé est importante. Le grenaillage ultrasonique n'a d'ailleurs pas d'impact positif sur la résistance en fatigue d'alliage avec une forte sensibilité à l'entaille comme le 7075. L'emploi de tels alliages est donc à éviter avec ce traitement. Au vu de l'impact majeur qu'a eu la relaxation des contraintes résiduelles sur la résistance en fatigue, il pourrait être intéressant de réaliser une seconde étape de grenaillage pour

introduire les contraintes résiduelles en compression maximale tout en gardant les bénéfices de l'amélioration de l'état de précipitation. Cela pourrait également lutter contre les effets de restauration et de recristallisation.

Pour l'alliage de titane 5553, les essais ont montré qu'avec un grenaillage ultrasonique effectué à température ambiante ou sans grenaillage, la résistance en fatigue était relativement équivalente. Cela est dû à la taille de grains élevée de l'alliage qui a augmenté sa sensibilité aux défauts cristallographiques comme les joints triples. Ainsi, les fissures s'initiaient préférentiellement sur ces défauts en sous-surface, en dehors de la région renforcée par le traitement. La taille de grain a également permis aux fissures de se propager facilement vers le centre des échantillons sur de longues distances le long de plans préférentiels. Ainsi, le renforcement en surface grâce au grenaillage ultrasonique perd grandement de son importance. Les fissures se propagent à travers cette région uniquement lors de la fracture finale, une fois que la fissure s'est suffisamment propagée à l'intérieur des échantillons. Malgré tout, le grenaillage ultrasonique à température cryogénique a permis une amélioration de la résistance en fatigue notable d'environ 8 % pour des mécanismes en fatigue identiques. Plusieurs hypothèses pourraient expliquer cette augmentation : la combinaison d'une martensite plus profonde et de KB plus épaisses aurait pu retarder la fracturation à travers la région renforcée ; la diminution très importante de la rugosité en surface par rapport au grenaillage à température ambiante aurait pu limiter l'apparition de zones à forte concentration de contrainte pouvant diminuer l'efficacité des contraintes résiduelles de compression lors de la fracturation de la région renforcée. La taille de grain très importante a donc grandement limité l'amélioration de la résistance en fatigue de l'alliage 5553. L'emploi d'un alliage de titane similaire avec une taille de grain plus fine et les mêmes transformations microstructurales provoquées par déformation devrait permettre une bien meilleure amélioration du comportement en fatigue.

Recommandations

Les analyses réalisées dans le cadre de cette thèse ont permis d'améliorer la compréhension des circonstances entraînant certains phénomènes ainsi que de dégager des problématiques qui mériteraient d'être approfondies.

L'utilisation du grenaillage ultrasonique peut permettre d'introduire une couche de transfert sur la surface traitée en fonction de la nature du média et de l'enceinte. Il est alors possible d'éviter toute contamination comme il est possible de manipuler sa nature pour permettre à la surface de proposer certaines caractéristiques choisies, aussi bien mécaniques que chimiques. Dans cette thèse, l'enceinte utilisée était faite en polymère pour limiter cette contamination. Il serait intéressant de développer des enceintes en différents matériaux pour après tester l'effet de la nature des éléments introduits sur les propriétés. Une étude paramétrique pour savoir quels paramètres de traitement du grenaillage ultrasonique influencent l'introduction du nouvel élément serait également pertinent. Il serait même possible d'imaginer réaliser un traitement thermique pour obtenir la formation d'une nouvelle microstructure et d'un nouvel alliage juste à la surface grâce à la combinaison de l'élément chimique ajouté avec le matériau initial.

Pour ce qui concerne le comportement en fatigue, les alliages présentant une faible résistance à l'entaille ou une taille de grain trop élevée sont à éviter pour le grenaillage ultrasonique. Par ailleurs, l'utilisation d'une température cryogénique a montré des résultats encourageants et il serait intéressant d'explorer plus avant l'effet de la température de grenaillage. Par exemple, il serait possible de réaliser la déformation à température élevée, sur un matériau plus malléable, pour augmenter le taux de déformation ainsi que la profondeur traitée. Il faudrait également faire attention à la relaxation des contraintes résiduelles dans le cas de l'utilisation d'une température élevée. Certains matériaux particulièrement difficiles à déformer pourraient bénéficier d'un tel traitement. En ce qui concerne la modification des cinétiques de précipitation grâce au grenaillage ultrasonique, un essai intéressant pour réellement tester les performances des précipités formés

serait de faire un traitement de grenaillage ultrasonique en deux temps : un premier avant le revenu pour améliorer la précipitation et un second après le revenu pour réintroduire les contraintes résiduelles en compression. Ainsi, l'effet de la relaxation des contraintes résiduelles en compression lors du revenu n'entraînerait plus une diminution des performances en fatigue.

RÉFÉRENCES

- Abukhshim, N. A., Mativenga, P. T. & Sheikh, M. A. (2006). Heat generation and temperature prediction in metal cutting: A review and implications for high speed machining. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 46(7-8), 782–800. doi: 10.1016/j.ijmachtools.2005.07.024.
- Ahmed, M., Wexler, D., Casillas, G., Ivasishin, O. M. & Pereloma, E. V. (2015). The influence of β phase stability on deformation mode and compressive mechanical properties of Ti–10V–3Fe–3Al alloy. *Acta Materialia*, 84, 124–135. doi: 10.1016/j.actamat.2014.10.043.
- Albert, J. (1838). Archive fur Minerulogie. *Geognoise und HuttenKunde*, 10, 215.
- Alhomoudi, I. A. & Newaz, G. (2009). Residual stresses and Raman shift relation in anatase TiO₂ thin film. *Thin Solid Films*, 517(15), 4372–4378. doi: 10.1016/j.tsf.2009.02.141.
- Alikhani Chamgordani, S., Miresmaeili, R. & Aliofkhazraei, M. (2018). Improvement in tribological behavior of commercial pure titanium (CP-Ti) by surface mechanical attrition treatment (SMAT). *Tribology International*, 119(August 2017), 744–752. doi: 10.1016/j.triboint.2017.11.044.
- Anthony, J. W., Bideaux, R. A., Bladh, K. W. & Nichols, M. C. (1990). *Handbook of Mineralogy*. Chantilly: Mineralogical Society of America. doi: 10.1016/S0016-2361(99)00011-3.
- Archard, J. F. (1953). Contact and Rubbing of Flat Surfaces. *Journal of Applied Physics*, 24(8), 981–988. doi: 10.1063/1.1721448.
- Arzt, E. (1998). Size effects in materials due to microstructural and dimensional constraints: a comparative review. *Acta Materialia*, 46(16), 5611–5626. doi: 10.1016/S1359-6454(98)00231-6.
- ASTM International. (2013). ASTM Standard E1823-13, "Standard Terminology Relating to Fatigue and Fracture Testing".
- Azadmanjiri, J., Berndt, C. C., Kapoor, A. & Wen, C. (2015). Development of Surface Nano-Crystallization in Alloys by Surface Mechanical Attrition Treatment (SMAT). *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*, 40(3), 164–181. doi: 10.1080/10408436.2014.978446.
- Azushima, A., Kopp, R., Korhonen, A., Yang, D. Y., Micari, F., Lahoti, G. D., Groche, P., Yanagimoto, J., Tsuji, N., Rosochowski, A. & Yanagida, A. (2008). Severe plastic deformation (SPD) processes for metals. *CIRP Annals - Manufacturing Technology*, 57(2), 716–735. doi: 10.1016/j.cirp.2008.09.005.
- Bagheri, S. & Guagliano, M. (2009). Review of shot peening processes to obtain nanocrystalline surfaces in metal alloys. *Surface Engineering*, 25(1), 3–14.

doi: 10.1179/026708408X334087.

- Bania, P. J. (1994). Beta titanium alloys and their role in the titanium industry. *Jom*, 46(7), 16–19. doi: 10.1007/BF03220742.
- Barriobero-Vila, P., Gussone, J., Kelm, K., Haubrich, J., Stark, A., Schell, N. & Requena, G. (2018). An in situ investigation of the deformation mechanisms in a β -quenched Ti-5Al-5V-5Mo-3Cr alloy. *Materials Science and Engineering A*, 717, 134–143. doi: 10.1016/j.msea.2018.01.077.
- Barsoum, M. W. & El-Raghy, T. (2001). The MAX phases : Unique new carbide and nitride materials : Ternary ceramics are soft and machinable, yet heat-tolerant, strong and lightweight. *Amer. Sci.*, 89(4), 334–343.
- Benedetti, M., Fontanari, V., Scardi, P., Ricardo, C. & Bandini, M. (2009). Reverse bending fatigue of shot peened 7075-T651 aluminium alloy: The role of residual stress relaxation. *International Journal of Fatigue*, 31(8-9), 1225–1236. doi: 10.1016/j.ijfatigue.2008.11.017.
- Berthier, Y. (1990). Experimental evidence for friction and wear modelling. *Wear*, 139(1), 77–92.
- Bhattacharjee, A., Bhargava, S., Varma, V., Kamat, S. & Gogia, A. (2005). Effect of β grain size on stress induced martensitic transformation in β solution treated Ti – 10V – 2Fe – 3Al alloy. *Scripta Materialia*, 53, 195–200. doi: 10.1016/j.scriptamat.2005.03.039.
- Blackman, L. C. (1955). A review of the structure and some magnetic properties of ferrites. *Journal of Electronics and Control*, 1(1), 64–77. doi: 10.1080/00207215508547358.
- Budinski, K. G. (2007). *Guide to friction, wear and erosion testing*. ASTM international West Conshohocken, USA.
- Burwell, J. T. (1957). Survey of possible wear mechanisms. *Wear*, 1(2), 119–141. doi: 10.1016/0043-1648(57)90005-4.
- Cai, M.-h., Lee, C.-y. & Lee, Y.-k. (2012). Effect of grain size on tensile properties of fine-grained metastable β titanium alloys fabricated by stress-induced martensite and its reverse transformations. *Scripta Materialia*, 66, 606–609. doi: 10.1016/j.scriptamat.2012.01.015.
- Chan, H. L., Ruan, H. H., Chen, A. Y. & Lu, J. (2010). Optimization of the strain rate to achieve exceptional mechanical properties of 304 stainless steel using high speed ultrasonic surface mechanical attrition treatment. 58, 5086–5096. doi: 10.1016/j.actamat.2010.05.044.
- Chang, H. W., Kelly, P. M., Shi, Y. N. & Zhang, M. X. (2012). Thermal stability of nanocrystallized surface produced by surface mechanical attrition treatment in aluminum alloys. *Surface and Coatings Technology*, 206(19-20), 3970–3980. doi: 10.1016/j.surfcoat.2012.03.069.

- Chen, A. Y., Ruan, H. H., Wang, J., Chan, H. L., Wang, Q., Li, Q. & Lu, J. (2011). The influence of strain rate on the microstructure transition of 304 stainless steel. *Acta Materialia*, 59(9), 3697–3709. doi: 10.1016/j.actamat.2011.03.005.
- Chen, Y., Gao, N., Sha, G., Ringer, S. P. & Starink, M. J. (2016). Microstructural evolution, strengthening and thermal stability of an ultrafine-grained Al-Cu-Mg alloy. *Acta Materialia*, 109, 202–212. doi: 10.1016/j.actamat.2016.02.050.
- Cheng, S., Zhao, Y. H., Zhu, Y. T. & Ma, E. (2007). Optimizing the strength and ductility of fine structured 2024 Al alloy by nano-precipitation. *Acta Materialia*, 55(17), 5822–5832. doi: 10.1016/j.actamat.2007.06.043.
- Chichili, D., Ramesh, K. & Hemker, K. (1998). The high-strain-rate response of alpha-titanium: experiments, deformation mechanisms and modeling. *Acta Materialia*, 46(3), 1025 - 1043. doi: 10.1016/S1359-6454(97)00287-5.
- Combres, Y. (1997). m2355-Métallurgie et recyclage du titane et de ses alliages. *Technique de l'ingénieur*.
- Combres, Y. & Millet, Y. (1999). m557-Propriétés du titane et de ses alliages. Dans *Techniques de l'ingénieur* (vol. 33, pp. 21).
- Cotton, J. D., Boyer, R. R., Briggs, R. D., Baggerly, R. G., Meyer, C. A., Carter, M. D., Wood, W., Tewksbury, G., Li, V. & Yao, X. (2007). Phase transformations in Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr-0.5 Fe.
- Coulomb, C. (1781). Théorie des machines simples en ayant égard au frottement de leur parties et a la roider des Corages. Piece qui remporté le Prix double de l'Academie des Sciences pour l'année 1781. *Mémoires de Mathematique et de Physique de l'Academie Royale des Sciences*, 145–173.
- Cullity, B. D. (1956). *Elements of X-ray Diffraction*. Addison-Wesley Publishing.
- Curtis, S., De Los Rios, E. R., Rodopoulos, C. A. & Levers, A. (2002). Analysis of the effects of controlled shot peening on fatigue damage of high strength aluminium alloys. *International Journal of Fatigue*, 25(1), 59–66. doi: 10.1016/S0142-1123(02)00049-X.
- De Fontaine, D., Paton, N. E. & Williams, J. C. (1971). The omega phase transformation in titanium alloys as an example of displacement controlled reactions. *Acta Metallurgica*, 19(11), 1153–1162. doi: 10.1016/0001-6160(71)90047-2.
- Delbergue, D., Texier, D., Lévesque, M. & Bocher, P. (2019). Diffracting-grain identification from electron backscatter diffraction maps during residual stress measurements: A comparison between the sin2w and cosa methods. *Journal of Applied Crystallography*, 52(4), 828–843. doi: 10.1107/S1600576719008744.

- Dhal, A., Panigrahi, S. K. & Shunmugam, M. S. (2015). Precipitation phenomena, thermal stability and grain growth kinetics in an ultra-fine grained Al 2014 alloy after annealing treatment. *Journal of Alloys and Compounds*, 649, 229–238. doi: 10.1016/j.jallcom.2015.07.098.
- Dowling, N. E. (2012). *Mechanical behavior of materials: engineering methods for deformation, fracture, and fatigue*. Pearson.
- Dubost, B. & Saintfort, P. (1991). m240 v1 - Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium. *Technique de L'ingénieur*.
- Duerig, T. W. & Williams, J. C. (1983). Overview: Microstructure and Properties of Beta Titanium Alloys. Dans *Beta-Titanium Alloys in the 1980's* (pp. 19–67).
- Edalati, K. & Horita, Z. (2016). A review on high-pressure torsion (HPT) from 1935 to 1988. *Materials Science and Engineering: A*, 652, 325–352. doi: 10.1016/j.msea.2015.11.074.
- Edalati, K., Ashida, M., Horita, Z., Matsui, T. & Kato, H. (2014). Wear resistance and tribological features of pure aluminum and Al-Al₂O₃ composites consolidated by high-pressure torsion. *Wear*, 310(1-2), 83–89. doi: 10.1016/j.wear.2013.12.022.
- Edalati, K., Wang, Q., Razavi-Khosroshahi, H., Emami, H., Fuji, M. & Horita, Z. (2019). Low-temperature anatase-to-rutile phase transformation and unusual grain coarsening in titanium oxide nanopowders by high-pressure torsion straining. *Scripta Materialia*, 162, 341–344. doi: 10.1016/j.scriptamat.2018.11.044.
- Elshennawy, A. K. & Weheba, G. S. (2015). *Manufacturing processes & materials*. Society of Manufacturing Engineers (SME).
- Estrin, Y. & Vinogradov, A. (2013). Extreme grain refinement by severe plastic deformation: A wealth of challenging science. *Acta Materialia*, 61(3), 782–817. doi: 10.1016/j.actamat.2012.10.038.
- Frank, F. C. & Stroh, A. N. (1952). On the theory of kinking. *Proc. Phys. Soc. B*, 65(10), 811–821.
- Godet, M. (1984). The third-body approach: A mechanical view of wear. *Wear*, 100(1-3), 437–452. doi: 10.1016/0043-1648(84)90025-5.
- Grosdidier, T. & Philippe, M. J. (2000). Deformation induced martensite and superelasticity in a β -metastable titanium alloy. *Materials Science and Engineering A*, 291(1), 218–223. doi: 10.1016/S0921-5093(00)00921-7.
- Grosdidier, T., Keramidas, P., Funderberger, J. J., Wagner, F. & Tsakirooulos, P. (1999). Influence of atomised powder characteristics on texture and microstructure development in extruded Al-8Fe-4Ni base alloys. 267, 71–81. doi: 10.1016/S0921-5093(99)00063-5.

- Grosdidier, T., Combres, Y., Gautier, E. & Philippe, M. (2000). Effect of Microstructure Variations on the Formation of Deformation-Induced Martensite and Associated Tensile Properties in a β Metastable Ti Alloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 31(April), 1095–1106. doi: 10.1007/s11661-000-0105-3.
- Grosdidier, T. & Novelli, M. (2019). Recent Developments in the Application of Surface Mechanical Attrition Treatments for Improved Gradient Structures: Processing Parameters and Surface Reactivity. *Materials Transactions*, 60(7), 1344–1355. doi: 10.2320/materials-trans.MF201929.
- Grosdidier, T., Roubaud, C., Philippe, M.-J. & Combres, Y. (1997). The deformation mechanisms in the β -metastable β -Cez titanium alloy. *Scripta Materialia*, 36(1), 21–28. doi: 10.1016/S1359-6462(96)00341-7.
- Grover, H., Hyler, W. & Jackson, L. (1952). Fatigue strengths of aircraft materials: axial-load fatigue tests on notched sheet specimens of 24S-T3 and 75S-T6 aluminum alloys and of SAE 4130 steel with stress-concentration factor of 1.5.
- Gutierrez-Urrutia, I., Muñoz-Morris, M. A. & Morris, D. G. (2006). Recovery of deformation substructure and coarsening of particles on annealing severely plastically deformed Al-Mg-Si alloy and analysis of strengthening mechanisms. *Journal of Materials Research*, 21(2), 329–342. doi: 10.1557/jmr.2006.0063.
- Hanaor, D. A. & Sorrell, C. C. (2011). Review of the anatase to rutile phase transformation. *Journal of Materials Science*, 46(4), 855–874. doi: 10.1007/s10853-010-5113-0.
- Hao, Y. L., Li, S. J., Sun, S. Y. & Yang, R. (2006). Effect of Zr and Sn on Young's modulus and superelasticity of Ti – Nb-based alloys. *Materials Science and Engineering A*, 441, 112–118. doi: 10.1016/j.msea.2006.09.051.
- Hasegawa, M. (2014). Ellingham diagram. Dans *Treatise on Process Metallurgy* (pp. 507–516). Elsevier. doi: 10.1016/B978-0-08-096986-2.00032-1.
- Hearne, G. R., Zhao, J., Dawe, A. M., Pischedda, V., Maaza, M., Nieuwoudt, M. K., Kibasomba, P., Nemraoui, O., Comins, J. D. & Witcomb, M. J. (2004). Effect of grain size on structural transitions in anatase TiO₂: A Raman spectroscopy study at high pressure. *Physical Review B - Condensed Matter and Materials Physics*, 70(13), 1–10. doi: 10.1103/PhysRevB.70.134102.
- Hertzberg, R. W., Vinci, R. P. & Hertzberg, J. L. (2012). *Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Materials, Fifth Edition*. doi: 10.1016/b978-0-08-026167-6.50013-8.
- Hess, J. B. & Barrett, C. S. (1949a). Structure and nature of kink bands in zinc. *Met. Trans.*, 185, 599–606.

- Hess, J. B. & Barrett, C. S. (1949b). Structure and nature of kink bands in zinc. *JOM*, 1(9), 599–606. doi: 10.1007/BF03398902.
- Heydari, A., Miresmaeili, R., Bagherifard, S., Guagliano, M. & Aliofkhazraei, M. (2017). Incorporating the principles of shot peening for a better understanding of surface mechanical attrition treatment (SMAT) by simulations and experiments. *Materials & Design*, 116, 365–373. doi: 10.1016/j.matdes.2016.12.045.
- Hida, M., Sukedai, E., Henmi, C., Sakaue, K. & Terauchi, H. (1982). Stress induced products and ductility due to lattice instability of β phase single crystal of Ti-Mo alloys. *Acta Metallurgica*, 30(8), 1471–1479. doi: 10.1016/0001-6160(82)90167-5.
- Hu, T., Ma, K., Topping, T. D., Schoenung, J. M. & Lavernia, E. J. (2013). Precipitation phenomena in an ultrafine-grained Al alloy. *Acta Materialia*, 61(6), 2163–2178. doi: 10.1016/j.actamat.2012.12.037.
- Huang, X., Torgeir, M. & Cui, W. (2008). An engineering model of fatigue crack growth under variable amplitude loading. *International Journal of Fatigue*, 30(1), 2–10. doi: 10.1016/j.ijfatigue.2007.03.004.
- Hull, D. & Bacon, D. J. (2001). *Introduction to dislocations*. Butterworth-Heinemann.
- Huo, W. T., Shi, J. T., Hou, L. G. & Zhang, J. S. (2017). An improved thermo-mechanical treatment of high-strength Al–Zn–Mg–Cu alloy for effective grain refinement and ductility modification. *Journal of Materials Processing Technology*, 239, 303–314. doi: 10.1016/j.jmatprotec.2016.08.027.
- Idusuyi, N. & Olayinka, J. I. (2019). Dry sliding wear characteristics of aluminium metal matrix composites: A brief overview. *Journal of Materials Research and Technology*, 8(3), 3338–3346. doi: 10.1016/j.jmrt.2019.04.017.
- Jin, L., Cui, W., Song, X. & Zhou, L. (2015). The formation mechanisms of surface nanocrystallites in β -type biomedical TiNbZrFe alloy by surface mechanical attrition treatment. *Applied Surface Science*, 347, 553–560. doi: 10.1016/j.apsusc.2015.04.137.
- Johnson, K. L. & Johnson, K. L. (1987). *Contact mechanics*. Cambridge university press.
- Khrushchov, M. M. (1974). Principles of abrasive wear. *Wear*, 28(1), 69–88. doi: 10.1016/0043-1648(74)90102-1.
- Kim, H. Y., Hashimoto, S., Kim, J. I., Hosoda, H. & Miyazaki, S. (2004). Mechanical Properties and Shape Memory Behavior of Ti-Nb Alloys. *Materials Transactions*, 45(7), 2443–2448. doi: 10.2320/matertrans.45.2443.

- Kim, J. I., Kim, H. Y., Inamura, T., Hosoda, H. & Miyazaki, S. (2005). Shape memory characteristics of Ti–22Nb–(2–8) Zr (at.%) biomedical alloys. *Materials Science and Engineering A*, 403, 334–339. doi: 10.1016/j.msea.2005.05.050.
- Kumar Singh, A., Ghosh, S. & Mula, S. (2016). Simultaneous improvement of strength, ductility and corrosion resistance of Al2024 alloy processed by cryoforging followed by ageing. *Materials Science and Engineering A*, 651, 774–785. doi: 10.1016/j.msea.2015.11.032.
- La, P., Ma, J., Zhu, Y. T., Yang, J., Liu, W., Xue, Q. & Valiev, R. Z. (2005). Dry-sliding tribological properties of ultrafine-grained Ti prepared by severe plastic deformation. *Acta Materialia*, 53(19), 5167–5173. doi: 10.1016/j.actamat.2005.07.031.
- Laheurte, P. (2003). *Contribution à l'étude du comportement pseudo-élastique d'un alliage bêta métastable applications aux arcs orthodontiques*. (Thèse de doctorat, Université Paul Verlaine-Metz).
- Laheurte, P., Elmay, W., Prima, F. & Gloriant, T. (2014). m4781 - Titane et alliages - Des matériaux de choix pour les applications médicales. *Technique de L'ingénieur*.
- Lehr, K. R. & Liu, H. (1969). Fatigue crack propagation and strain cycling properties. *International Journal of Fracture Mechanics*, 5(1), 45–55. doi: 10.1007/BF00189938.
- Leyens, C. & Peters, M. (2003). *Titanium and titanium alloys: fundamentals and applications*. John Wiley & Sons.
- Li, C., Wu, X., Chen, J. H. & Zwaag, S. V. D. (2011). Influence of α morphology and volume fraction on the stress-induced martensitic transformation in Ti–10V–2Fe–3Al. *Materials Science and Engineering A*, 528, 5854–5860. doi: 10.1016/j.msea.2011.03.107.
- Li, S. J., Cui, T. C., Hao, Y. L. & Yang, R. (2008). Fatigue properties of a metastable β -type titanium alloy with reversible phase transformation. *Acta Biomaterialia*, 4(2), 305–317. doi: 10.1016/j.actbio.2007.09.009.
- Lin, C., Yin, G., Zhao, Y., Ge, P. & Liu, Z. (2011). Analysis of the effect of alloy elements on martensitic transformation in titanium alloy with the use of valence electron structure parameters. *Materials Chemistry and Physics*, 125(3), 411–417. doi: 10.1016/j.matchemphys.2010.10.039.
- Liu, X., Wu, K., Wu, G., Gao, Y., Zhu, L., Lu, Y. & Lu, J. (2016). High strength and high ductility copper obtained by topologically controlled planar heterogeneous structures. *Scripta Materialia*, 124, 103–107. doi: 10.1016/j.scriptamat.2016.07.003.
- Liu, Y., Jin, B., Li, D. J., Zeng, X. Q. & Lu, J. (2015a). Wear behavior of nanocrystalline structured magnesium alloy induced by surface mechanical attrition treatment. *Surface and Coatings Technology*, 261, 219–226. doi: 10.1016/j.surfcoat.2014.11.026.

- Liu, Y., Jin, B. & Lu, J. (2015b). Mechanical properties and thermal stability of nanocrystallized pure aluminum produced by surface mechanical attrition treatment. *Materials Science and Engineering A*, 636, 446–451. doi: 10.1016/j.msea.2015.03.068.
- Lowe, T. C. & Valiev, R. Z. (2004). The use of severe plastic deformation techniques in grain refinement. *JOM Journal of the Minerals, Metals and Materials Society*, 56(10), 64–68. doi: 10.1007/s11837-004-0295-z.
- Lu, K. & Lu, J. (2004). Nanostructured surface layer on metallic materials induced by surface mechanical attrition treatment. *Materials Science and Engineering A*, 375-377(1-2 SPEC. ISS.), 38–45. doi: 10.1016/j.msea.2003.10.261.
- Ludian, T. & Wagner, L. (2007). Effect of age-hardening conditions on high-cycle fatigue performance of mechanically surface treated Al 2024. *Materials Science and Engineering: A*, 468-470(SPEC. ISS.), 210–213. doi: 10.1016/j.msea.2006.07.169.
- Lütjering, G. & Williams, J. C. (2007). Beta alloys. *Titanium*, 283–336.
- Maire, L., Faure, L., Philippon, S., Novelli, M., Marcos, G., Czerwicz, T. & Grosdidier, T. (2015). Influence of Duplex USSP/Nitriding Surface Treatments on the Dry Sliding Behavior of Ti6Al4 V/AISI 316L Tribopairs. *Procedia Engineering*, 114(0), 621–626. doi: 10.1016/j.proeng.2015.08.113.
- Mann, J. Y. (2013). *Bibliography on the fatigue of materials, components and structures*. Elsevier.
- Marteleur, M., Sun, F., Gloriant, T., Vermaut, P. & Jacques, P. J. (2012). On the design of new b-metastable titanium alloys with improved work hardening rate thanks to simultaneous TRIP and TWIP effects. *Scripta Materialia*, 66, 749–752. doi: 10.1016/j.scriptamat.2012.01.049.
- Meyers, M. A. & Chawla, K. K. (2008). *Mechanical behavior of materials*. Cambridge university press.
- Miao, H. Y., Demers, D., Larose, S., Perron, C. & Lévesque, M. (2010). Experimental study of shot peening and stress peen forming. *Journal of Materials Processing Technology*, 210(15), 2089–2102. doi: 10.1016/j.jmatprotec.2010.07.016.
- MINDAT.org. Mineral Database. (2020, Mars, 6). Repéré à <http://www.mindat.org/>.
- Miyazaki, S., Kim, H. Y. & Hosoda, H. (2006). Development and characterization of Ni-free Ti-base shape memory and superelastic alloys. *Materials Science and Engineering A*, 440, 18–24. doi: 10.1016/j.msea.2006.02.054.
- Molinari, A., Straffelini, G., Tesi, B. & Bacci, T. (1997). Dry sliding wear mechanisms of the Ti6Al4V alloy. *Wear*, 208(1-2), 105–112. doi: 10.1016/S0043-1648(96)07454-6.

- Montross, C. S., Wei, T., Ye, L., Clark, G. & Mai, Y. W. (2002). Laser shock processing and its effects on microstructure and properties of metal alloys: A review. *International Journal of Fatigue*, 24(10), 1021–1036. doi: 10.1016/S0142-1123(02)00022-1.
- Moore, M. & Evans, W. (1958). *Mathematical correction for stress in removed layers in X-ray diffraction residual stress analysis*.
- Moran, P. M., Liu, X. H. & Shih, C. F. (1995). Kink band formation and band broadening in fiber composites under compressive loading. *Acta Metallurgica Et Materialia*, 43(8), 2943–2958. doi: 10.1016/0956-7151(95)00001-C.
- Morinaga, M., Yukawa, N., Maya, T., Sone, K. & Adachi, H. (1988). Theoretical design of titanium alloys. *Proceedings of the Sixth World Conference on Titanium*, pp. 1601-1606.
- Murthy, R. L. & Kotiveerachari, B. (1981). Burnishing of metallic surfaces - a review. *Precision Engineering*, 3(3), 172–179. doi: 10.1016/0141-6359(81)90010-6.
- Mutoh, Y., Fair, G. H., Noble, B. & Waterhouse, R. B. (1987). the Effect of Residual Stresses Induced By Shot-Peening on Fatigue Crack Propagation in Two High Strength Aluminium Alloys. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 10(4), 261–272. doi: 10.1111/j.1460-2695.1987.tb00205.x.
- Novelli, M., Fundenberger, J. J., Bocher, P. & Grosdidier, T. (2016). On the effectiveness of surface severe plastic deformation by shot peening at cryogenic temperature. *Applied Surface Science*, 389, 1169–1174. doi: 10.1016/j.apsusc.2016.08.009.
- Novelli, M., Bocher, P. & Grosdidier, T. (2018). Effect of cryogenic temperatures and processing parameters on gradient-structure of a stainless steel treated by ultrasonic surface mechanical attrition treatment. *Materials Characterization*, 139(January), 197–207. doi: 10.1016/j.matchar.2018.02.028.
- Oblonsky, L. J. & Devine, T. M. (1995). A surface enhanced Raman spectroscopic study of the passive films formed in borate buffer on iron, nickel, chromium and stainless steel. *Corrosion Science*, 37(1), 17–41. doi: 10.1016/0010-938X(94)00102-C.
- Orowan, E. (1942). A type of plastic deformation new in metals. *Nature*, 149(3788), 643–644.
- Ovid'ko, I. A., Valiev, R. Z. & Zhu, Y. T. (2018). Review on superior strength and enhanced ductility of metallic nanomaterials. *Progress in Materials Science*, 94, 462–540. doi: 10.1016/j.pmatsci.2018.02.002.
- Özdemir, Ö. & Banerjee, S. K. (1984). High temperature stability of maghemite (γ -Fe₂O₃). *Geophysical Research Letters*, 11(3), 161–164. doi: 10.1029/GL011i003p00161.

- Pandey, V., Rao, G. S., Chattopadhyay, K., Santhi Srinivas, N. C. & Singh, V. (2015). Effect of surface Nanostructuring on LCF behavior of aluminum alloy 2014. *Materials Science and Engineering A*, 647, 201–211. doi: 10.1016/j.msea.2015.09.021.
- Pandey, V., Chattopadhyay, K., Santhi Srinivas, N. C. & Singh, V. (2017). Role of ultrasonic shot peening on low cycle fatigue behavior of 7075 aluminium alloy. *International Journal of Fatigue*, 103, 426–435. doi: 10.1016/j.ijfatigue.2017.06.033.
- Panigrahi, S. K. & Jayaganthan, R. (2011). Effect of annealing on thermal stability, precipitate evolution, and mechanical properties of cryorolled Al 7075 alloy. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 42(10), 3208–3217. doi: 10.1007/s11661-011-0723-y.
- Pippan, B. R., Wetscher, F., Hafok, M. & Vorhauer, A. (2006). The Limits of Refinement by Severe Plastic Deformation **. *Advanced Engineering Materials*, 8(11), 1046–1056. doi: 10.1002/adem.200600133.
- PULSTEC INDUSTRIAL CO., LTD. (2020, April, 3). Repéré à <https://www.pulstec.co.jp/en/product/x-ray/>.
- Qin, D. & Li, Y. (2019). The role of microstructure and stress state in dynamic mechanical behavior of Ti-5Al-5V-5Mo-3Cr alloy. *Materials Characterization*, 147(June 2018), 421–433. doi: 10.1016/j.matchar.2018.11.022.
- Ralston, K. D. & Birbilis, N. (2010). Effect of grain size on corrosion: A review. *Corrosion*, 66(7), 0750051–07500513. doi: 10.5006/1.3462912.
- Roland, T., Retraint, D., Lu, K. & Lu, J. (2006). Fatigue life improvement through surface nanostructuring of stainless steel by means of surface mechanical attrition treatment. *Scripta Materialia*, 54(11), 1949–1954. doi: 10.1016/j.apsusc.2017.07.181.
- Rosenbaum, H. S. (1964). Nonbasal Slip in h.c.p. Metals and its Relation to Mechanical Twinning. *Conference on Deformation Twinning*, 25, 43-76.
- Sadeghpour, S., Abbasi, S. M., Morakabati, M., Kisko, A. & Karjalainen, L. P. (2018). On the compressive deformation behavior of new beta titanium alloys designed by d-electron method. *Journal of Alloys and Compounds*, 746, 206–217. doi: 10.1016/j.jallcom.2018.02.212.
- Sadeghpour, S., Abbasi, S., Morakabati, M. & Karjalainen, L. (2019). Effect of dislocation channeling and kink band formation on enhanced tensile properties of a new beta Ti alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 808, 151741. doi: 10.1016/j.jallcom.2019.151741.
- Saito, Y., Tsuji, N., Utsunomiya, H., Sakai, T. & Hong, R. (1998). Ultra-fine grained bulk aluminum produced by accumulative roll-bonding (ARB) process. *Scripta Materialia*, 39(9), 1221–1227. doi: 10.1016/S1359-6462(98)00302-9.

- Sakaguchi, N., Niinomi, M., Akahori, T., Takeda, J. & Toda, H. (2005). Relationships between tensile deformation behavior and microstructure in Ti – Nb – Ta – Zr system alloys. *Materials Science and Engineering C*, 25, 363–369. doi: 10.1016/j.msec.2004.12.014.
- Samih, Y., Beausir, B., Bolle, B. & Grosdidier, T. (2013). In-depth quantitative analysis of the microstructures produced by Surface Mechanical Attrition Treatment (SMAT). *Materials Characterization*, 83, 129–138. doi: 10.1016/j.matchar.2013.06.006.
- Samih, Y., Novelli, M., Thiriet, T., Bolle, B., Allain, N., Fundenberger, J.-J., Marcos, G., Czerwicz, T. & Grosdidier, T. (2014). Plastic deformation to enhance plasma-assisted nitriding: On surface contamination induced by Surface Mechanical Attrition Treatment. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 63(1), 012020.
- Schwertmann, U. & Cornell, R. M. (2000). *Iron oxides in the laboratory. Preparation and characterization* (éd. Second, Co). WILEY-VCH Verlag GmbH, D-69469 Weinheim (Federal Republic of Germany). doi: 10.1002/ange.19921041155.
- Settefrati, A. (2012). *Étude expérimentale et modélisation par champ de phase de la formation de [alpha] dans les alliages de titane [bêta]-métastable*. (Thèse de doctorat, Université de Lorraine).
- Shaeri, M. H., Shaeri, M., Ebrahimi, M., Salehi, M. T. & Seyyedein, S. H. (2016). Effect of ECAP temperature on microstructure and mechanical properties of Al-Zn-Mg-Cu alloy. *Progress in Natural Science: Materials International*, 26(2), 182–191. doi: 10.1016/j.pnsc.2016.03.003.
- Shakhvorostov, D., Lachenwitzer, A., Coatsworth, L., Lennard, W. & Norton, P. (2011). Correlated wear measurements using gold implantation, backscattering, nuclear activation analysis and profilometry. *Tribology international*, 44(6), 737–750. doi: 10.1016/j.triboint.2009.12.011.
- SONATS Europe Technologies Group. (2019, Decembre, 6). Repéré à <https://sonats-et.com/en/shot-peening/what-is-shot-peening/>.
- Srivastava, D. C., Lisle, R. J., Imaran, M. & Kandpal, R. (1998). The kinkband triangle : a triangular plot for paleostress analysis from kink-bands. *J. Struct. Geol.*, 20(11), 1579–1586.
- Stott, F., Lin, D. & Wood, G. (1973). The structure and mechanism of formation of the ‘glaze’oxide layers produced on nickel-based alloys during wear at high temperatures. *Corrosion Science*, 13(6), 449–469. doi: 10.1016/0010-938X(73)90030-9.
- Straffelini, G. & Molinari, A. (1999). Dry sliding wear of Ti-6Al-4V alloy as influenced by the counterface and sliding conditions. *Wear*, 236(1-2), 328–338. doi: 10.1016/S0043-1648(99)00292-6.

- Straumal, B. B., Pontikis, V., Kilmametov, A. R., Mazilkin, A. A., Dobatkin, S. V. & Baretzky, B. (2017). Competition between precipitation and dissolution in Cu–Ag alloys under high pressure torsion. *Acta Materialia*, 122, 60–71. doi: 10.1016/j.actamat.2016.09.024.
- Sun, Y. (2013). Sliding wear behaviour of surface mechanical attrition treated AISI 304 stainless steel. *Tribology International*, 57, 67–75. doi: 10.1016/j.triboint.2012.07.015.
- Suppe, J., Sàbat, F., Muñoz, J. A., Poblet, J., Roca, E. & Vergés, J. (1997). Bed-by-bed fold growth by kink-band migration: Sant Llorenç de Morunys, eastern Pyrenees. *Journal of Structural Geology*, 19(3-4 SPEC. ISS.), 443–461. doi: 10.1016/s0191-8141(96)00103-4.
- Suresh, S. (1998). *Fatigue of materials*. Cambridge university press.
- Tao, N. R., Sui, M. L., Lu, J. & Lua, K. (1999). Surface nanocrystallization of iron induced by ultrasonic shot peening. *Nanostructured Materials*, 11(4), 433–440. doi: 10.1016/S0965-9773(99)00324-4.
- Tao, N. R., Wang, Z. B., Tong, W. P., Sui, M. L., Lu, J. & Lu, K. (2002). An investigation of surface nanocrystallization mechanism in Fe induced by surface mechanical attrition treatment. *Acta Materialia*, 50(18), 4603–4616. doi: 10.1016/S1359-6454(02)00310-5.
- Technique de l'Ingénieur. (2005). TBA1066 - L'aluminium.
- Tian, J. W., Villegas, J. C., Yuan, W., Fielden, D., Shaw, L., Liaw, P. K. & Klarstrom, D. L. (2007). A study of the effect of nanostructured surface layers on the fatigue behaviors of a C-2000 superalloy. 470, 164–170. doi: 10.1016/j.msea.2006.10.150.
- Tompsett, G. A., Bowmaker, G. A., Cooney, R. P., Metson, J. B., Rodgers, K. A. & Seakins, J. M. (1995). The Raman spectrum of brookite, $\text{TiO}_2(\text{Pbca}, Z = 8)$. *Journal of Raman Spectroscopy*, 26(1), 57–62. doi: 10.1002/jrs.1250260110.
- Totten, G. (2016). ASM Handbook Volume 4E: Heat Treating of Nonferrous Alloys. *ASM International, USA*.
- Trezona, R., Allsopp, D. & Hutchings, I. (1999). Transitions between two-body and three-body abrasive wear: influence of test conditions in the microscale abrasive wear test. *Wear*, 225-229, 205–214. doi: 10.1016/S0043-1648(98)00358-5.
- Tung, S. C. & Gao, H. (2003). Tribological characteristics and surface interaction between piston ring coatings and a blend of energy-conserving oils and ethanol fuels. *Wear*, 255(7-12), 1276–1285. doi: 10.1016/S0043-1648(03)00240-0.
- Valiev, R. Z., Islamgaliev, R. K. & Alexandrov, I. V. (2000). Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation. 45(2), 103–189. doi: 10.1016/S0079-6425(99)00007-9.

- Valiev, R. Z. & Langdon, T. G. (2006). Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement. *Progress in Materials Science*, 51(7), 881–981. doi: 10.1016/j.pmatsci.2006.02.003.
- Valiev, R. Z., Estrin, Y., Horita, Z., Langdon, T. G., Zechetbauer, M. J. & Zhu, Y. T. (2006). Producing bulk ultrafine-grained materials by severe plastic deformation. *JOM*, 58(4), 33–39. doi: 10.1007/s11837-006-0213-7.
- Valiev, R. Z., Estrin, Y., Horita, Z., Langdon, T. G., Zehetbauer, M. J. & Zhu, Y. (2016). Producing Bulk Ultrafine-Grained Materials by Severe Plastic Deformation: Ten Years Later. *JOM*, 68(4), 1216–1226. doi: 10.1007/s11837-016-1820-6.
- Wang, C. T., Gao, N., Gee, M. G., Wood, R. J. & Langdon, T. G. (2012). Effect of grain size on the micro-tribological behavior of pure titanium processed by high-pressure torsion. *Wear*, 280-281, 28–35. doi: 10.1016/j.wear.2012.01.012.
- Wang, K., Tao, N. R., Liu, G., Lu, J. & Lu, K. (2006a). Plastic strain-induced grain refinement at the nanometer scale in copper. *Acta Materialia*, 54(19), 5281–5291. doi: 10.1016/j.actamat.2006.07.013.
- Wang, L., He, Y., Zhou, J. & Duszczek, J. (2010). Effect of temperature on the frictional behaviour of an aluminium alloy sliding against steel during ball-on-disc tests. *Tribology International*, 43(1-2), 299–306. doi: 10.1016/j.triboint.2009.06.009.
- Wang, S. C. & Starink, M. J. (2005). Precipitates and intermetallic phases in precipitation hardening Al–Cu–Mg–(Li) based alloys. *International Materials Reviews*, 50(4), 193–215. doi: 10.1179/174328005X14357.
- Wang, T., Yu, J. & Dong, B. (2006b). Surface nanocrystallization induced by shot peening and its effect on corrosion resistance of 1Cr18Ni9Ti stainless steel. *Surface and Coatings Technology*, 200(16-17), 4777–4781. doi: 10.1016/j.surfcoat.2005.04.046.
- Weertman, J. & Weertman, J. R. (1964). *Elementary dislocation theory*. Macmillan.
- Weiss, L. E. (1980). Nucleation and growth of kink bands. *Tectonophysics*, 65(1-2), 1–38.
- Weiss, L., Nessler, Y., Novelli, M., Laheurte, P. & Grosdidier, T. (2019). On the use of functionally graded materials to differentiate the effects of surface severe plastic deformation, roughness and chemical composition on cell proliferation. *Metals*, 9(12). doi: 10.3390/met9121344.
- Wen, L., Wang, Y., Zhou, Y., Guo, L. & Ouyang, J. H. (2011). Microstructure and corrosion resistance of modified 2024 Al alloy using surface mechanical attrition treatment combined with microarc oxidation process. *Corrosion Science*, 53(1), 473–480. doi: 10.1016/j.corsci.2010.09.061.

- Wen, M., Wen, C., Hodgson, P. D. & Li, Y. C. (2012). Tribological behaviour of pure Ti with a nanocrystalline surface layer under different loads. *Tribology Letters*, 45(1), 59–66. doi: 10.1007/s11249-011-9862-y.
- Wilson, J. E., Stott, F. H. & Wood, G. C. (1980). Development of Wear-Protective Oxides and Their Influence on Sliding Friction. *Proceedings of The Royal Society of London, Series A: Mathematical and Physical Sciences*, 369(1739), 557–574. doi: 10.1098/rspa.1980.0016.
- Wu, X., Tao, N., Hong, Y., Xu, B., Lu, J. & Lu, K. (2002). Microstructure and evolution of mechanically-induced ultrafine grain in surface layer of AL-alloy subjected to USSP. *Acta Materialia*, 50(8), 2075–2084. doi: 10.1016/S1359-6454(02)00051-4.
- Xia, S., Liu, Y., Fu, D., Jin, B. & Lu, J. (2016). Effect of Surface Mechanical Attrition Treatment on Tribological Behavior of the AZ31 Alloy. *Journal of Materials Science and Technology*, 32(12), 1245–1252. doi: 10.1016/j.jmst.2016.05.018.
- Xin, C., Yang, D., Sun, Q., Xiao, L. & Sun, J. (2019). Thermal stability of nanogradient microstructure produced by surface mechanical rolling treatment in Zircaloy-4. *Journal of Materials Science*. doi: 10.1007/s10853-019-04303-z.
- Xu, W., Kim, K. B., Das, J., Calin, M. & Eckert, J. (2006). Phase stability and its effect on the deformation behavior of Ti–Nb–Ta–In/Cr β alloys. *Scripta Materialia*, 54, 1943–1948. doi: 10.1016/j.scriptamat.2006.02.002.
- Yamasaki, M., Hagihara, K., Inoue, S. I., Hadorn, J. P. & Kawamura, Y. (2013). Crystallographic classification of kink bands in an extruded Mg–Zn–Y alloy using intragranular misorientation axis analysis. *Acta Materialia*, 61(6), 2065–2076. doi: 10.1016/j.actamat.2012.12.026.
- Zafari, A. & Xia, K. (2018). Grain refinement in a metastable beta Ti alloy deformed to large strains at high strain rates. *Acta Materialia*, 157, 174–185. doi: 10.1016/j.actamat.2018.07.030.
- Zafari, A., Wei, X. S., Xu, W. & Xia, K. (2015). Formation of nanocrystalline β structure in metastable beta Ti alloy during high pressure torsion: The role played by stress induced martensitic transformation. *Acta Materialia*, 97, 146–155. doi: 10.1016/j.actamat.2015.06.042.
- Zhang, H. W., Hei, Z. K., Liu, G., Lu, J. & Lu, K. (2003). Formation of nanostructured surface layer on AISI 304 stainless steel by means of surface mechanical attrition treatment. *Acta Materialia*, 51(7), 1871–1881. doi: 10.1016/S1359-6454(02)00594-3.
- Zhang, X., Hashimoto, T., Lindsay, J. & Zhou, X. (2016). Investigation of the de-alloying behaviour of θ -phase (Al₂Cu) in AA2024-T351 aluminium alloy. *Corrosion Science*, 108, 85–93. doi: 10.1016/j.corsci.2016.03.003.
- Zhang, Y., Qi, D., Gao, J. & Huang, T. (2008). Analysis of kinking in elastoplastic materials with strain-softening behavior. *International Journal of Engineering Science*, 46(11),

1077–1086. doi: 10.1016/j.ijengsci.2008.04.008.

- Zheng, Y., Zeng, W., Wang, Y. & Zhang, S. (2017a). Kink deformation in a beta titanium alloy at high strain rate. *Materials Science and Engineering A*, 702(127), 218–224. doi: 10.1016/j.msea.2017.07.015.
- Zheng, Y., Zeng, W., Wang, Y., Zhou, D. & Gao, X. (2017b). High strain rate compression behavior of a heavily stabilized beta titanium alloy: Kink deformation and adiabatic shearing. *Journal of Alloys and Compounds*, 708, 84–92. doi: 10.1016/j.jallcom.2017.02.284.
- Zheng, Y., Williams, R. E., Wang, D., Shi, R., Nag, S., Kami, P., Sosa, J. M., Banerjee, R., Wang, Y. & Fraser, H. L. (2016). Role of ω phase in the formation of extremely refined intragranular α precipitates in metastable β -titanium alloys. *Acta Materialia*, 103, 850–858. doi: 10.1016/j.actamat.2015.11.020.
- Zherebtsov, S. V., Dyakonov, G. S., Salem, A. A., Sokolenko, V. I., Salishchev, G. A. & Semiatin, S. L. (2013). Formation of nanostructures in commercial-purity titanium via cryorolling. *Acta Materialia*, 61(4), 1167–1178. doi: 10.1016/j.actamat.2012.10.026.
- Zhu, K. Y., Vassel, A., Brisset, F., Lu, K. & Lu, J. (2004). Nanostructure formation mechanism of α -titanium using SMAT. *Acta Materialia*, 52(14), 4101–4110. doi: 10.1016/j.actamat.2004.05.023.