

# THÈSE

Pour l'obtention du titre de :

DOCTEUR de L'UNIVERSITÉ DE LORRAINE

Spécialité: Sciences des Matériaux

Présentée par :

**Youssef Samih**

---

## **Thermomechanical surface treatments of austenitic stainless steels and their effects on subsequent nitriding during “Duplex” treatments**

---

Thèse soutenue publiquement le 04 Juillet 2014 à 14h, à la salle Ferrari (Université de Lorraine-Metz) devant le jury composé de :

Cécile Langlade	Professeure à l'Université de Technologie de Belfort Montbéliard	Rapporteur
Guillaume Kermouche	Professeur à l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne	Rapporteur
JianXin Zou	Professeur à l'Université Shanghai Jiao Tong, Chine	Rapporteur
Vincent Robin	Responsable de recherche chez AREVA-France	Examineur
Nathalie Allain	Maitre de conférence - HDR à l'Université de Lorraine	Examineur
Frédéric Chateau	Responsable Etude/Procédés chez SONATS-Europtechologies	Invité
Thierry Czerwiec	Professeur à l'Université de Lorraine	Invité
Bernard Bolle	Maître de conférences à l'ENIM	Co-directeur de thèse
Chuang Dong	Professeur à l'Université de Technologie de Dalian, Chine	Directeur de thèse
Thierry Grosdidier	Professeur à l'Université de Lorraine	Directeur de thèse

*LEM 3 CNRS UMR 7239, Université de Lorraine, Île du Saulcy, 54045 Metz, France  
Key Laboratory of Materials Modifications by Laser, Ion and Electron Beams, Dalian  
University of Technology, Dalian, China*

*Université de Lorraine – Pôle M4 : matière, matériaux, métallurgie, mécanique  
Ecole Doctorale EMMA: Energie Mécanique Matériaux*

# Résumé

L'optimisation des microstructures de surface est un facteur primordial pour améliorer les propriétés et la durée de vie des matériaux. Pour le traitement des aciers inoxydables, la nitruration est un procédé adéquat permettant l'augmentation de la dureté et de la résistance à l'usure par formation d'une austénite «expansée» sursaturée en azote. Des travaux récents ont suggéré que l'activation de surface par un traitement mécanique préalable permettait d'augmenter les cinétiques de diffusion de l'azote. Avec des traitements « duplex » de ce type, il doit donc être possible (i) d'augmenter l'épaisseur des couches nitrurées pour un temps de nitruration donné et/ou (ii) de diminuer la température de nitruration et éviter ainsi la formation de nitrures nuisibles à la tenue à la corrosion. La littérature montre toutefois qu'une couche de pollution issue du prétraitement peut affecter l'efficacité de la nitruration.

L'objectif de ce travail était d'aider à l'optimisation de la maîtrise de différents traitements « duplex » impliquant, avant une nitruration assistée plasma, les traitements mécaniques ou thermomécaniques suivants : le grenailage ultrasonore (SMAT pour Surface Mechanical Attrition Treatment), le laminage et le traitement par faisceau d'électrons pulsé (HCPEB pour High Current Pulsed Electron Beam). La combinaison des traitements mécaniques et thermochimiques a été essentiellement testée sur deux nuances de l'acier inoxydable austénitique 316L (avec et sans sulfures) et, dans une moindre mesure, sur l'acier AISI 660.

Afin de mieux caractériser l'effet des différents paramètres du procédé d'hyper-déformation SMAT (diamètre des billes, durée du traitement, amplitude de vibration, etc.) sur l'évolution de la microstructure, une procédure de caractérisation des couches écrouies utilisant l'EBSD a été proposée. Cette technique, basée pour partie sur l'évolution des Dislocations Géométriquement Nécessaires (GNDs), permet d'évaluer quantitativement l'épaisseur des différents types de couches formées en fonction des paramètres du procédé SMAT. Les natures des pollutions de la surface et leurs origines ont aussi été analysées.

Une analyse de l'efficacité des différents types de traitements duplex a ensuite été réalisée en comparant systématiquement des résultats obtenus après nitruration sur des échantillons avec et sans activation de surface. Des analyses par diffraction des rayons X, des observations en microscopies électroniques, des mesures de microdureté ainsi que la mesure des profils de concentration en azote par SDL (Spectrométrie à Décharge Luminescente) ont été mises en œuvre pour quantifier les effets des traitements combinés. Les résultats ont montré la complexité des modifications de structures et la complexité des phénomènes mis en jeu.