LABORATOIRE DE PHYSIQUE ET MECANIQUE DES MATERIAUX

THESE

Par

Mohamad Najeeb SHIEKHELSOUK

Pour l'obtention du grade de :

DOCTEUR DE L'UNIVERSITE PAUL VERLAINE DE METZ

DISCIPLINE : **Mécanique**
SPECIALITE : **Mécanique des matériaux et Traitement thermique des matériaux**

Modélisation polycristalline et étude expérimentale du comportement mécanique d'aciers Fe-Mn à effet TWIP. Prise en compte du traitement thermique d'élaboration sur le maclage et les contraintes internes.

Soutenue le 17 septembre 2007 devant le jury composé de :

Carlos TOME	Professeur à Los Alamos National Laboratory, USA	Rapporteur
Pascal JACQUES	Professeur à l'université catholique de Louvain, Belgique	Rapporteur
Thierry BRETHEAU	Directeur de recherche, CNRS, LIM ENSAM, Paris	Examinateur
Sébastien ALLAIN	Ingénieur de recherche à Arcelor Research, Maizière les Metz	Examinateur
Olivier BOUAZIZ	Ingénieur de recherche à Arcelor Research, Maizière les Metz	Examinateur
Karim INAL	Maître de Recherche HDR, ENSMSE, CMP Gardanne	Co-encadrant
Véronique FAVIER	Maître de Conférences HDR, LPMM ENSAM, Metz	Co-directeur
Mohammed CHERKAOUI	Professeur à Georgia Institute of Technology, Atlanta, USA	Co-directeur

LPMM UMR CNRS 7554
Université Paul Verlaine de Metz, île du Saulcy,
57045 METZ Cedex 01

LPMM, ENSAM, CER de Metz
4 Rue Augustin Fresnel,
57078 METZ Cedex 03

Modélisation polycristalline et étude expérimentale du comportement mécanique d'aciers Fe-Mn à effet TWIP. Prise en compte du traitement thermique d'élaboration sur le maclage et les contraintes internes.

Résumé

Les aciers à effet TWIP (TWinning Induced Plasticity) suscitent un regain d'intérêt au niveau de la sidérurgie mondiale car ils combinent simultanément très haute résistance mécanique et forte ductilité. Ces excellentes propriétés mécaniques sont liées à la présence de maclage mécanique, mécanisme connu sous le nom d'effet TWIP. L'objectif majeur de cette thèse est d'étudier l'effet TWIP sur plusieurs nuances d'aciers Fe-Mn (entièrement austénitiques, austéno-ferritiques duplex) afin de développer une loi de comportement prédictive des aciers à effet TWIP. La première partie de cette thèse est consacrée à la détermination du comportement des aciers austénitiques Fe-Mn-C à effet TWIP. Pour ce faire, un modèle micromécanique par transition d'échelle en élastoviscoplasticité a été développé en se basant sur une description physique des mécanismes de déformation considérés dans cette étude: glissement cristallographique et maclage mécanique. Les interactions macle-glissement et macle-macle en relation avec le comportement de l'écrouissage à l'échelle du polycristal et à l'échelle du grain ont été finement analysés. La seconde partie de ce travail a été consacrée à la caractérisation du comportement d'aciers duplex Fe-Mn-Al-C par diffraction des rayons X afin d'évaluer les contraintes internes initiales dans les deux phases ainsi que leur évolution avec la déformation au cours d'un essai mécanique in situ. Une modélisation du comportement d'aciers duplex a été établie dans le but de développer un outil d'optimisation de la microstructure (proportion de la phase ferritique/austénitique) dans une approche « Alloy design ». Puis, des essais de traitements thermiques ont été faits afin de favoriser le maclage dans les aciers duplex.

Mots clés : Effet TWIP, Maclage, Elasto-viscoplasticité, Acier duplex, Contraintes internes

Abstract

Steels having TWIP effect (TWinning Induced Plasticity) are very interesting for the worldwide siderurgy, because they simultaneously combine very high mechanical strength and ductility. These excellent mechanical properties are related to the presence of mechanical twinning, the so-called TWIP effect. The major objective of this thesis is to study the TWIP effect on several grades of Fe-Mn steels (entirely austenitic, austeno-ferritic duplex) in order to develop a predictive constitutive equation of steels with TWIP effect. The first part of this work consisted in modelling of the behavior of Fe-Mn-C austenitic steels having TWIP effect. A micromechanical model using the scale transition method in elastoviscoplasticity has been developed. It is based on a physical description of the deformation mechanisms considered in this study: crystallographic slip and mechanical twinning. The twin-slip and twin-twin interactions in relation with the hardening behaviour at the polycrystal scale and the grain scale have been finely analyzed.The second part of this work is concentrated on the characterization of the behavior of Fe-Mn-Al-C duplex steels by X-rays diffraction in order to evaluate the initial internal stresses in the two phases as well as their evolution with the deformation during an in situ tensile test. A modeling of the duplex steel behavior was established in order to develop an optimization tool of the microstructure (proportion of the ferritic/austenitic phase) in an approach "Alloy design". Then, tests of heat treatments were made in order to generate the TWIP effect in the duplex steels.

Keywords: TWIP effect, Twinning, Elasto-viscoplasticity, Duplex steel, Internal stresses

Remerciements

Ce travail a été réalisé au Laboratoire de Physique et Mécanique des Matériaux (LPMM) à l'ENSAM de Metz en collaboration avec ARCELOR RESEARCH dans le cadre d'une Equipe de Recherche et Technologique (ERT) sur la mise en forme des aciers et le développement d'outils de simulation de leur comportement entre le LPMM-LETAM-ARCELOR RESEARCH, dirigée par Véronique FAVIER.

Je tiens à exprimer toute ma reconnaissance à Mme Véronique FAVIER, co-directrice de ma thèse, pour son aide immense, pour sa rigueur, pour ses idées et pour le temps qu'elle m'a accordé tout au long de cette thèse. Je lui remercie de m'avoir communiqué sa passion pour la modélisation et son enthousiasme pour la recherche. Je lui remercie également pour son encouragement permanent et son soutien dans les moments les plus difficiles de ma thèse.

Je remercie vivement Karim INAL, encadrant de ma thèse, qui m'a toujours soutenu lors de ces trois années de travail. Sa grande disponibilité, son enthousiasme et ses conseils toujours précieux m'ont grandement aidé pour la réalisation de ce travail. Il m'a transmis sa passion pour l'analyse expérimentale et m'a permis d'apprendre la technique de diffraction de Rayons X. Vraiment un grand merci.

Je voudrais également remercier Mohammed CHERKAOUI, Professeur à Georgia Institute of Technology à Atlanta-USA, non seulement pour avoir dirigé la thèse mais aussi pour la confiance qu'il m'a accordé en m'initiant à la recherche et pour les orientations qu'il m'a données tout au long de ces trois années.

Je tiens à exprimer ma gratitude à Mr Thierry BRETHEAU qui m'a fait l'honneur d'examiner mon travail. Tous mes remerciements vont à Pascal JACQUES et Carlos TOME qui ont accepté de consacrer une part importante de leur temps à la lecture de mon mémoire de thèse.

Je tiens aussi à remercier Olivier BOUAZIZ, Ingénieur de recherche à Arcelor Research de Maizières-les-Metz, qui, grâce à ses idées, m'a permis de réaliser ce travail de thèse. Je remercie également Sébastien ALLAIN, Ingénieur de recherche à Arcelor Research de Maizières-les-Metz, pour sa collaboration et ses conseils efficaces tout au long de ma thèse. Je les remercie également pour avoir été des correspondants industriels impliqués dans ce projet et avoir ainsi contribué à assurer une bonne relation industrie - recherche entre Arcelor et l'ENSAM.

Je tiens à exprimer ma reconnaissance à Monsieur Jean-Lou LEBRUN, Maître de conférences au LPMI ENSAM Angers, pour avoir examiné mon travail concernant l'analyse des contraintes internes et pour ses remarques et ses conseils avisés.

Je remercie M. Etienne PATOOR, directeur du LPMM de m'avoir accueilli au sein de son équipe.

Je remercie également David BARBIER, Nathalie GEY et Bernard BOLLE du LETAM pour les essais d'EBSD et les mesures de texture avec oscillations. Je remercie également Sylvie MIGOT du LPM pour les observations par MET.

Je souhaiterais exprimer ma très grande reconnaissance à Marc WARY pour m'avoir formé à toutes les techniques expérimentales et surtout pour toute l'aide qu'il m'a apportée. Je remercie également Denis BOUSCAUD pour son aide très précieuse pour réaliser les expériences nécessaires à cette thèse et surtout les mesures des contraintes internes et les textures.

Je remercie Olivier LORRAIN pour les essais de traitements thermiques réalisés dans le cadre de son master de recherche à l'ENSAM.

Un grand merci aussi à tous les chercheurs du LPMM et de l'ENSAM pour leurs encouragements et leurs marques de sympathie et plus particulièrement Sophie BERVEILLER, Stéphane BERBENNI, Tudor Balan, Fodil MERAGHNI, Alexis RUSINEK.

J'exprime toute ma reconnaissance à l'ensemble du personnel du LPMM et de l'ENSAM, pour leur gentillesse et leur chaleureux accueil et plus particulièrement Abderrahim NACHIT, Dominique VINCENT et Christophe COLLARD.

Je remercie également tous les thésards du LPMM et de l'ENSAM pour leur aide et les conseils qu'ils m'ont apportés, leur amitié et tous les bons moments que nous avons passés ensemble, ainsi qu'à toutes et ceux qui ont participé de loin ou de près à ce travail.

J'aimerais également dire merci à mes amis syriens pour leur amitié, leur soutien et encouragement.

Je remercie également toute ma famille en pensant plus particulièrement à mes parents auxquels je dédie ce mémoire, mes frères et mes sœurs mais aussi à ma belle famille pour tout leur soutien et leurs encouragements tout au long de ma thèse.

Je tiens à remercier ma petite famille notamment ma femme Randa pour son soutien et son encouragement constants.

Table des matières

Table des matières

TABLE DES MATIÈRES 1
INTRODUCTION GÉNÉRALE 5
Contexte industriel 5
Objectifs de la thèse 7
Plan de l'étude 8
I. ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE 10
Introduction 10
I.1. Mécanismes de déformation 12
I.1.1. Effet de l'EFE sur les mécanismes de déformation. *13*
I.1.2. Comparaison entre les mécanismes de déformation *15*
I.1.2.1. Maclage mécanique et transformation martensitique 15
I.1.2.2. Maclage mécanique et glissement cristallographique 16
I.2. Maclage mécanique 18
I.2.1. Définition *18*
I.2.2. Rôle de maclage mécanique *19*
I.2.3. Maclage mécanique dans différentes structures métalliques *19*
I.2.4. Morphologie des macles *20*
I.2.5. Germination des macles *21*
I.2.6. Contrainte critique du maclage *22*
I.2.6.1. Effet de la température 22
I.2.6.2. Effet de la vitesse de déformation 23
I.2.6.3. Effet de la taille de grain 23
I.2.6.4. Effet de la composition chimique 25
I.2.6.5. Effet de l'EFE 25
I.2.7. Cinétique du maclage *28*
I.2.8. Organisation des macles *30*
I.2.8.1. Observation par microscopie optique 30
I.2.8.2. Observation par microscopie électronique à transmission 31
I.2.9. Contributions du maclage à la déformation *33*
I.3. Courbe d'écrouissage 34
I.4. Modélisation du maclage 36
I.4.1. Description du comportement local *37*
I.4.2. Méthodes d'homogénéisation utilisées *39*
Conclusion 39
II. MODÉLISATION DU COMPORTEMENT DES ACIERS AUSTÉNITIQUES FE-MN-C À EFFET TWIP 41
Introduction 41
II.1. Modèle théorique proposé 41
II.1.1. Introduction *41*
II.1.2. Bilan des effets du maclage à l'échelle du grain *42*
II.1.3. Description de la modélisation *42*

II.1.4. Lois décrivant le comportement du grain *44*
II.1.5. Déformation par glissement cristallographique *47*
II.1.5.1. Vitesse de glissement 47
II.1.5.2. Relations d'écrouissage pour le glissement 48
II.1.6. Déformation par maclage *49*
II.1.6.1. Taux de cisaillement du maclage 49
II.1.6.2. Organisation du maclage 50
II.1.6.3. Cinétique de maclage 51
II.1.6.4. Relations d'écrouissage pour le maclage 52
II.1.7. Approximation de type autocohérente du comportement élastique-viscoplastique des matériaux hétérogènes *54*
II.1.7.1. Introduction 54
II.1.7.2. Présentation du modèle utilisé 55
II.2. Résultats et discussions 58
II.2.1. Introduction *58*
II.2.2. Procédure d'identification *58*
II.2.3. Analyse de la réponse du polycristal *62*
II.2.3.1. Analyse des systèmes de macles actifs 62
II.2.3.2. Fraction volumique de macles 62
II.2.3.3. Libre parcours moyen (LPM) 65
II.2.3.4. Courbe d'écrouissage 66
II.2.4. Analyse in situ de la réponse d'un grain *69*
II.2.5. Résumé *79*
Conclusions 79
III. ANALYSE EXPÉRIMENTALE ET MODÉLISATION DU COMPORTEMENT DES ACIERS FE-MN-AL-C 81
Introduction 81
III.1. Métallurgie des aciers duplex 81
III.1.1. Quelques généralités sur les aciers duplex *81*
III.1.2. Les aciers Fe-Mn-Al-C non inoxydables *83*
III.1.3. Les aciers duplex Fe-Mn-Al-C étudiés *84*
III.1.3.1. Elaboration et composition chimique 84
III.1.3.2. Analyse métallographique 85
III.2. Caractérisation initiale des microstructures 91
III.2.1. Analyse EBSD de la structure granulaire de la nuance B *91*
III.2.2. Analyse de texture cristallographique et dosage de phases par diffraction des rayons X 94
III.2.2.1. Appareillages utilisés et conditions expérimentales 94
III.2.2.2. Figures de pôles des alliages duplex 95
III.2.2.3. Dosage de phases 96
III.2.2.4. Mesures des textures cristallographiques avec oscillations de l'échantillon 98
III.2.3. Analyse de texture cristallographique par EBSD *100*
III.2.3.1. La technique EBSD 100
III.2.3.2. Micro-textures par EBSD 101
III.3. Essais de traction 102

III.3.1. Equipements *102*
III.3.1.1. Machine classique de traction 102
III.3.1.2. Machine de traction in-situ 103
III.3.1.3. Réalisation des éprouvettes 104
III.3.2. Résultats des essais de traction uniaxiale *105*
III.3.3. Résultats des essais de traction uniaxiale in-situ *108*
III.3.4. Observation par microscopie électronique à transmission *111*
III.3.4.1. Préparation des lames minces 111
III.3.4.2. Observation dans la phase ferritique 112
III.3.4.3. Observation dans la phase austénitique 113
III.4. Analyse de contraintes par DRX 115
III.4.1. Les contraintes résiduelles : définition, origine et échelles d'analyse *115*
III.4.2. Détermination des contraintes par diffraction des rayons X *117*
III.4.2.1. Principe de la diffraction des rayons X 117
III.4.2.2. Mesure d'une déformation par DRX 118
III.4.2.3. Méthode des $\sin^2 \psi$ 119
III.4.2.4. Méthodologie d'étude de contraintes dans un matériau biphasé 121
III.4.3. Contraintes résiduelles d'élaboration *123*
III.4.3.1. Appareillages utilisés et conditions expérimentales 123
III.4.3.2. Distribution des contraintes par phase 125
III.4.3.3. Prévision des contraintes internes dans les deux phases 127
III.4.4. Evolution des contraintes internes lors de la sollicitation *129*
III.4.4.1. Essai de traction in situ couplé avec la DRX 130
III.4.5. Conclusion sur les mesures *138*
III.5. Modélisation semi-phénoménologique des aciers duplex 139
III.5.1. Présentation du modèle *139*
III.5.1.1. Modèle ISOW 139
III.5.1.2. Loi de comportement 140
III.5.1.3. Stratégie d'identification 140
III.5.2. Confrontation avec la diffraction *144*
Conclusion 148
IV. TRAITEMENTS THERMIQUES POUR ACTIVER LE MACLAGE 149
Introduction 149
IV.1. Principe et rôle du traitement thermique 149
IV.2. Résultats avant traitement thermique 150
IV.3. Résultats après traitements thermiques 152
IV.3.1. Modification de la microstructure *152*
IV.3.2. Essai de traction uniaxiale *153*
IV.3.3. Echantillons fortement déformés par compression *155*
IV.3.4. Détermination des contraintes internes par DRX *156*
Conclusions 156
CONCLUSION GÉNÉRALE ET PERSPECTIVES 158
Conclusion 158

Perspectives 161
RÉFÉRENCES 163
ANNEXE I : ESSAI DE TRACTION IN SITU COUPLÉ AVEC DRX (NUANCE C) 177
ANNEXE II : MESURES DILATOMÉTRIQUE 179
Introduction 179
Résultats 180
ANNEXE III : INFLUENCE DES PARAMÈTRES D'ENTRÉE LIÉE AU MACLAGE SUR DIFFÉRENTES COURBES À DIFFÉRENTES ÉCHELLES 185
Influence des paramètres microstructuraux (2re) 185
Influence des paramètres d'écrouissage 187
Effet de α 187
Effet de h_{cp}^{tw} 189
Effet de h_{ncp}^{tw} 191

Introduction générale

Introduction générale

Contexte industriel

Pour des raisons de contraintes réglementaires environnementales et aussi économiques, les constructeurs automobiles doivent alléger leurs nouveaux modèles afin de réduire la consommation de carburant et donc les émissions de CO_2 de manière à contribuer au respect des objectifs du protocole de Kyoto. De plus, les exigences de confort et de sécurité des passagers, la compétition entre matériaux, la recherche des conditions de transformation de plus en plus économiques ont conduit les industries sidérurgiques à concevoir puis à élaborer de nouveaux aciers à très haute résistance tout en gardant une ductilité suffisante. De cette façon, les épaisseurs (et donc le poids) des pièces peuvent être diminuées.

L'objectif à terme des sidérurgistes est donc d'optimiser le comportement mécanique par la maîtrise des relations microstructure/propriétés, et ceci pour une large gamme d'aciers. Dans cette optique, différentes sources de durcissement (durcissement par solution solide, finesse de grains, précipités, multiphasage, transformation de phase…) ont été exploitées, donnant naissance à plusieurs types d'aciers : aciers multiphasés comme les aciers ferrite-martensite (Dual-Phase steels), des aciers micro alliés (HSLA steels), des aciers à effet TRIP (TRansformation Induced Plasticity).

Dans cette course à l'allègement et à la résistance, Arcelor Research en collaboration avec TKS a développé récemment une nouvelle classe d'aciers austénitiques Fe-Mn-C à très haute résistance mécanique et excellente formabilité pour des applications automobiles. La composition chimique de ces alliages a été optimisée pour fournir un meilleur compromis entre la résistance mécanique (supérieure à 1000MPa) et la ductilité (allongement à rupture supérieur à 50 %) à température ambiante. Ces aciers sont actuellement commercialisés sous le nom de « X-IP^{TM}1000 steel ». La Figure 1 montre une présentation schématique des différents mécanismes de durcissement qui se situent dans une gamme de ductilité et de résistance bien précise. En effet, on constate que l'acier X-IP combine simultanément très haute résistance mécanique et très grande ductilité dépassant celles des aciers TRIP (Transformation Induced Plasticity).

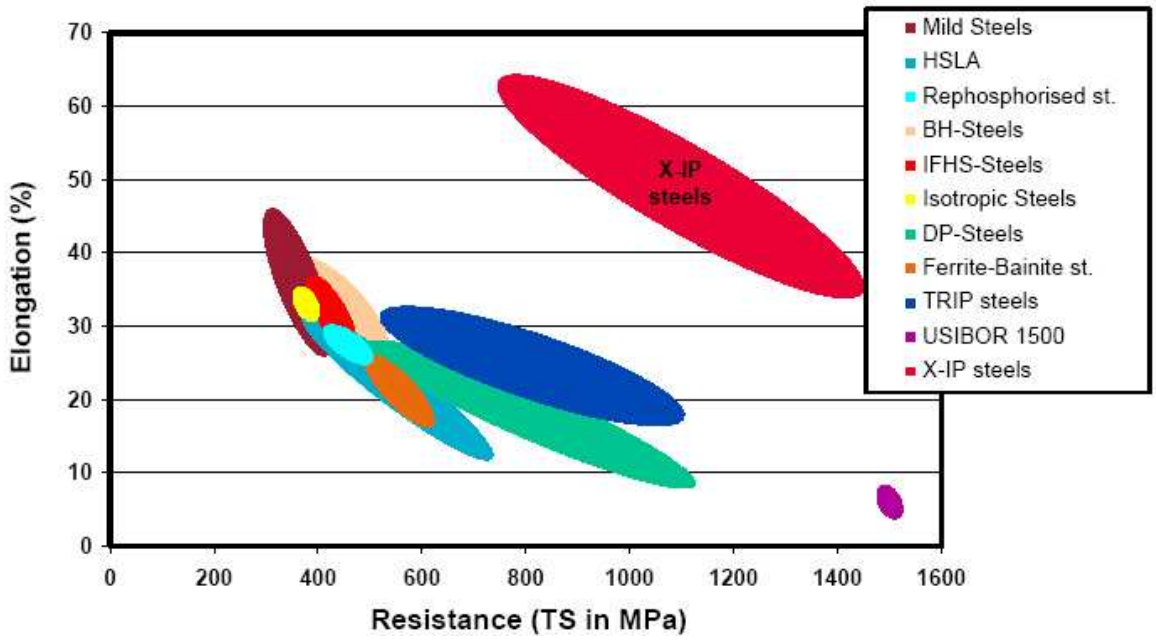


Figure 1: Gamme de ductilité et de résistance mécanique de différentes classes d'aciers [Cugy et al., 2005].

Ces propriétés remarquables sont directement liées au maclage mécanique, mécanisme connu sous le nom d'effet TWIP pour TWinning Induced Plasticity. Certains aciers austénitiques Fe-Mn-C à effet TWIP sont connus depuis longtemps, comme par exemple les aciers Hadfield inventés par Robert Hadfield en1880. Ils sont très résistants et ductiles mais la forte teneur en carbone (>1wt.%) nuit gravement à leur soudabilité, caractéristique indispensable pour l'industrie automobile. L'ajout d'une forte teneur en manganèse permet de conserver la structure austénitique à température ambiante, tout en enlevant une certaine proportion de carbone. On améliore donc ainsi la soudabilité du matériau.

Le phénomène de maclage mécanique induit par la plasticité a retenu l'attention de nombreux chercheurs. Le maclage constitue un véritable mode de déformation au même titre que le glissement de dislocations et la transformation martensitique ε ou α'. La compétition entre ces mécanismes de déformation est contrôlée par l'Energie de Faute d'Empilement (EFE) qui elle-même dépend de la composition chimique et de la température. La faible valeur de l'EFE des aciers austénitiques Fe-Mn-C privilégie le maclage (effet TWIP) comme un mécanisme de déformation concourant avec le glissement cristallographique à température ambiante.

Les métallurgistes d'Arcelor ont essayé d'exploiter l'effet TWIP avec la possibilité d'addition d'aluminium dans les alliages Fe-Mn-C. L'intérêt de l'addition d'aluminium est double : (i) la nature alphagène de l'aluminium stabilise la phase ferritique conduisant ainsi à une structure duplex austéno-ferritiques (ii) elle permet un allègement de l'acier d'environ 10%. Ces nouveaux aciers, candidats à un développement industriel, ont l'avantage de combiner les propriétés des aciers austénitiques et ferritiques. Ils ont été développés en favorisant la réduction des teneurs en carbone et manganèse et en bénéficiant de l'addition d'aluminium.

Cette thèse s'inscrit dans le cadre d'une Equipe de Recherche et Technologique (ERT) sur la mise en forme des aciers et le développement d'outils de simulation de leur comportement entre le LPMM-LETAM-ARCELOR RESEARCH, animée par Véronique Favier. La présente étude, menée au Laboratoire de Physique et Mécanique des Matériaux (LPMM) à l'ENSAM de Metz en collaboration avec Arcelor RESEARCH, est centrée sur plusieurs nuances d'aciers à base de manganèse allant d'un acier 100 % austénitique à quatre nuances d'aciers austéno-ferritiques duplex susceptibles d'avoir un effet TWIP.

Objectifs de la thèse

L'objectif majeur de notre travail est d'étudier l'effet TWIP sur plusieurs nuances d'aciers Fe-Mn (entièrement austénitiques et austéno-ferritiques duplex) afin de développer une loi de comportement prédictive des aciers à effet TWIP au cours de trajets de chargement monotones en utilisant une approche micromécanique par changement d'échelle.

Le second objectif est d'analyser et modéliser le comportement de nouveaux aciers duplex Fe-Mn-Al-C dans l'idée de développer un outil d'optimisation de la microstructure (proportion de phase ferritique/austénitique dans une approche « alloy and material design »).

Ces aciers duplex, malgré des propriétés mécaniques intéressantes, n'ont pas présenté l'effet TWIP attendu. Une partie du travail de thèse a donc consisté à analyser les raisons de l'absence des macles et a proposé une première piste via un traitement thermique pour favoriser le maclage comme mode de déformation dans la phase austénitique des aciers duplex.

Plan de l'étude

Pour répondre à ces objectifs à la fois scientifique et industriel, ce mémoire se décompose en quatre parties.

Le chapitre I est consacré à une revue bibliographique sur le maclage mécanique (origine de l'effet TWIP) notamment dans les alliages Fe-Mn-C. On présente tout d'abord l'effet de différents facteurs responsables de ce phénomène et plus particulièrement celui de l'EFE. Nous décrivons les phénomènes physiques associés à l'activation du maclage (germination, contrainte critique...) induite au cours de la déformation plastique ainsi que les morphologies et l'organisation multiéchelles des macles mécaniques. La contribution du maclage mécanique à l'écrouissage est ensuite détaillée. Enfin, les différents travaux de modélisation du comportement des aciers à effet TWIP sont exposés.

Le chapitre II est consacré à la formulation générale des équations constitutives de la modélisation du comportement micromécanique des aciers austénitiques à effet TWIP en élastoviscoplasticité dans l'hypothèse des petites déformations que nous proposons dans ce travail. Les relations de comportement local (monocristal) sont décrites à l'aide de la théorie de plasticité cristalline. Les deux mécanismes de déformation (glissement cristallographique et maclage mécanique) sont incorporés dans le modèle grâce à deux variables internes : les densités de dislocations et les fractions volumiques de macles. La microstructure typique de maclage observée expérimentalement est intégrée dans le modèle et son effet sur la réduction du libre parcours moyen des dislocations est représenté. Les réponses globale du polycristal et locale des grains en traction uniaxiale obtenues par le modèle sont ensuite analysées pour mieux comprendre le rôle des interactions macle-glissement et macle-macle sur la courbe d'écrouissage.

Le chapitre III est consacré à la présentation des aciers duplex et les résultats de l'ensemble des techniques expérimentales utilisées au cours de cette étude pour caractériser leurs propriétés mécaniques et leur microstructure. Nous détaillons en particulier la méthodologie de détermination des contraintes internes par Diffraction des Rayons X (DRX). L'état de contrainte dans chaque phase pour les quatre nuances est ainsi estimé par DRX à l'état initial (sans chargement appliqué). L'évolution des contraintes internes aux cours d'un essai de traction in-situ couplé avec DRX est également déterminée dans chaque phase pour deux nuances (B et C). La distribution

des contraintes entre phases, déterminée par DRX, en fonction de la déformation longitudinale macroscopique est comparée avec celle obtenue par une modélisation phénoménologique des aciers duplex. Cette modélisation est envisagée en utilisant une approche micro–macro basée sur le modèle ISOW à deux phases pour un essai de traction uniaxiale monotone.

Le chapitre IV est consacré à la mise au point d'un traitement thermique afin de favoriser le maclage mécanique dans les aciers duplex au cours de la déformation. Finalement, on présentera les conclusions générales et les perspectives de ce travail de thèse.

Chapitre I :

Etude bibliographique

I. Etude bibliographique

Introduction

Le sujet de cette thèse est d'étudier le comportement des aciers austénitiques à effet TWIP (TWinning Induced Plasticity) notamment les alliages Fe-Mn-C à forte teneur en manganèse. On appelle les aciers TWIP le type d'aciers austénitiques se déformant par maclage et glissement cristallographique à température ambiante [Allain *et al.* 2004a,b] comme par exemple l'acier austénitique Fe20%Mn0,6C auquel on s'intéresse dans ce travail de thèse. Les propriétés mécaniques de ces aciers, caractérisées par une bonne résistance et un allongement maximal, sont expliquées par la forte capacité d'écrouissage résultant de ces mécanismes de déformation.

Afin d'illustrer l'effet TWIP, nous avons comparé le comportement mécanique de l'acier austénitique Fe20%Mn0,6C avec et sans maclage dans les mêmes conditions d'essai (composition et température). La Figure I. 1 présente la courbe de traction de l'alliage simulé sans maclage (sans effet TWIP) à 20°C, comparée aux courbes de traction à la même température. Ces deux courbes de tractions uniaxiales expérimentales à température ambiante sont issues des travaux d'Allain *et al.* [Allain 2002 ; Allain *et al.* 2004a,b]. Il est à noter que le comportement du matériau simulé sans maclage est obtenu expérimentalement par des essais de prédéformation à température 400°C et à différents taux de déformation à une vitesse de $7\ 10^{-4}\ s^{-1}$. À cette température, d'après les observations expérimentales d'Allain *et al.* (2002), il n'y a pas de maclage mécanique. Le meilleur compromis allongement/résistance est obtenu à 298 K quand le maclage est activé (effet TWIP). Ce résultat montre que le fort écrouissage résulte essentiellement du maclage mécanique (effet TWIP) ou plutôt de la compétition entre le glissement et le maclage. En effet, il est maintenant admis dans la littérature que les macles agissent comme des obstacles supplémentaires aux mouvements des dislocations au même titre que les joints de grain conduisant à un effet dit de Hall-Petch dynamique.

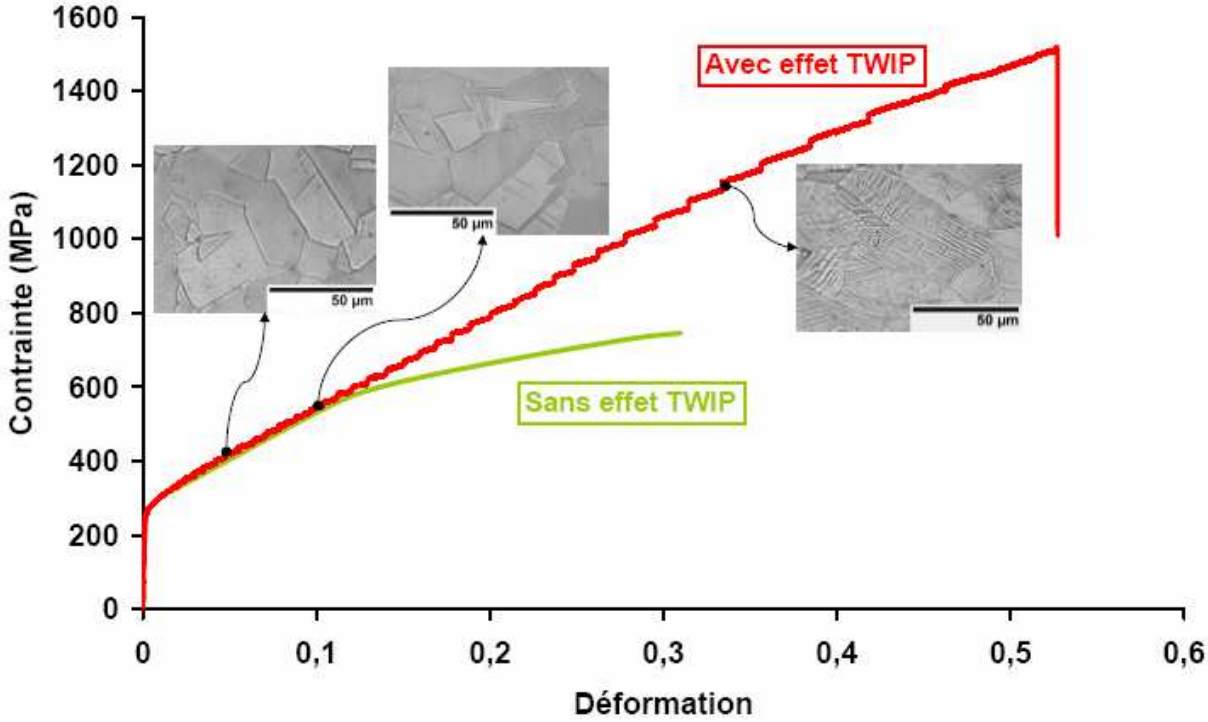


Figure I. 1 : Courbes de traction de l'acier austénitique Fe20%Mn0,6C avec et sans maclage (effet TWIP) à température ambiante. La courbe sans effet TWIP est obtenue après prédéformation à 400°C à différents taux de déformation [Allain 2002].

Bien que les premières macles aient été observées à 5 % de la déformation [Allain 2002], leurs effets sur la courbe macroscopique contrainte-déformation ne sont pas observés avant 10% de déformation (Figure I. 1). Ce phénomène illustre la complexité des interactions entre les systèmes de glissement et de maclage.

La compétition entre les différentes mécanismes de déformation (glissement cristallographique, maclage et dans certaines conditions la transformation martensitique ε) dépend de plusieurs facteurs qui interagissent de manière complexe comme la composition chimique, la stabilité de la phase austénitique, la température, la vitesse de déformation, la contrainte appliquée, l'Energie de Faute d'Empilement (EFE)… etc.

Dans ce chapitre à caractère bibliographique, la première section est consacrée aux mécanismes de déformations dans les aciers austénitiques Cubiques à Faces Centrées (CFC) et le rôle de l'EFE sur la compétition entre ces mécanismes de déformation. Ainsi, nous avons comparé le maclage avec la transformation martensitique et le glissement cristallographique. La deuxième section se consacre à la notion de maclage mécanique et son effet sur la microstructure du matériau. On s'intéresse également à la description des phénomènes physiques associés aux mécanismes de germination des macles. Ainsi, les morphologies et l'organisation des macles, l'activation et la cinétique

de maclage, de même que la contribution du maclage à la déformation puis à l'écrouissage sont également présentées. La dernière partie correspond à la présentation et à la discussion des différents modèles mécaniques de la littérature couplant le maclage mécanique et le glissement cristallographique. Enfin, on finit par une conclusion sur l'intérêt de développer un modèle intégrant (i) les natures élastique, plastique et viscoplastique de la déformation et (ii) le rôle de la microstructure sur l'effet TWIP afin de prédire le comportement des aciers TWIP sous différents trajets de chargement.

I.1. Mécanismes de déformation

Les mécanismes de déformation dans les métaux CFC sont généralement liés aux déplacements de dislocations conduisant à du glissement cristallographique. Dans divers alliages austénitiques (comme les aciers Fe-Mn-C [Allain *et al.* 2004a], les aciers inoxydables austénitiques [Lecroisey *et* Pineau 1972], de type 316L [Blanc 1990] ou 304 [Venables 1962]), d'autres mécanismes de déformation (maclage mécanique, transformation martensitique α' et/ou ε) entrent en compétition avec le glissement cristallographique induisant des caractéristiques mécaniques intéressantes. La compétition entre ces mécanismes est contrôlée au premier ordre par la valeur de l'EFE [Allain *et al.* 2004a, Rémy 1975] qui elle-même dépend de la température [Lecroisey *et* Pineau 1972; Rémy 1975, 1978; Tomota 1991] et de la composition chimique [Charles 1982 ; Tomota 1991 ; Chumlyakov *et al.* 1993; Lee *et* Choi 2000 ; Grässel *et al.* 2000 ; Cote *et al.* 2004].

Cependant, la variation de la vitesse de déformation [Christian *et* Mahajan 1995] et la température [Tsakiris et Edmonds, 1999 ; Grässel *et al.* 2000 ; Allain 2002 ; Byun *et al.* 2004] ont également une influence sur le mode de déformation (aspect et développement du glissement et du maclage). Généralement, une augmentation de la vitesse de déformation entraîne le même effet que la diminution des températures. Ceci explique l'apparition des macles à basse température et à grande vitesse de déformation pour de nombreux matériaux de structure CFC [Christian et Mahajan 1995; Wang *et al.* 2003 ; Huang *et al.* 2006a].

D'après de nombreux résultats expérimentaux [Grässel *et al.* 2000, Rémy 1975 ; Allain *et al.* 2004c], la variation des mécanismes de déformation avec la température peut être reliée à l'EFE puisqu'en général cette dernière augmente avec la température. Plus la température augmente, plus l'EFE augmente [Grässel *et al.* 2000, Rémy 1975 ; Allain *et al.* 2004c] et donc l'aptitude au maclage diminue. Par ailleurs, le glissement cristallographique en général thermiquement activé lors de la présence d'atomes en solution solide dans le polycristal est favorisé par une augmentation de température. Ainsi une augmentation de la température conduit (1) à rendre le glissement plus facile grâce à l'activation thermique et (2) à inhiber le maclage par l'augmentation de l'EFE. Ces deux effets vont donc dans le même sens sans que l'on sache aujourd'hui quelle en est leur contribution quantitative.

En ce qui concerne l'effet de la vitesse de déformation, souvent équivalent à celui de la température (une augmentation de vitesse de déformation équivaut à une baisse de la température), si dans le cas du glissement thermiquement activé, ces deux effets sont clairement couplés, à notre connaissance, on ne trouve pas de recherches concernant l'effet de la vitesse de déformation sur les mécanismes de déformation en relation avec l'EFE.

D'autres paramètres tels que le module de cisaillement [Vercammen 2004] ou l'effet de taille de grain [Karaman *et al.* 2000b ; Vercammen 2004] influencent aussi les mécanismes de déformation.

Dans la section suivante, nous allons mettre en évidence l'effet de l'EFE sur les différents mécanismes de déformation dans les aciers de structure CFC et plus particulièrement les aciers austénitiques Fe-Mn-C.

I.1.1. Effet de l'EFE sur les mécanismes de déformation.

Pour certains matériaux (acier austénitique, alliage de cobalt…) il existe un domaine d'EFE pour lequel le maclage est le mode de déformation principal à température ambiante [Allain *et al.* 2004a ; Rémy 1975]. Les aciers austénitiques Fe-Mn-C ont une faible EFE à température ambiante. Ils se déforment par glissement, mais aussi par maclage ou par transformation martensitique ε selon les conditions de sollicitations thermomécaniques. Une compétition entre les différents modes de déformation existe et dépend de la valeur de l'EFE. Quatre zones typiques sont

observables. Elles sont présentées schématiquement sur la Figure I. 2 pour les alliages Fe-Mn-C selon Allain (2002b). Notons que les frontières entre les zones ne sont pas définies de manière précise.

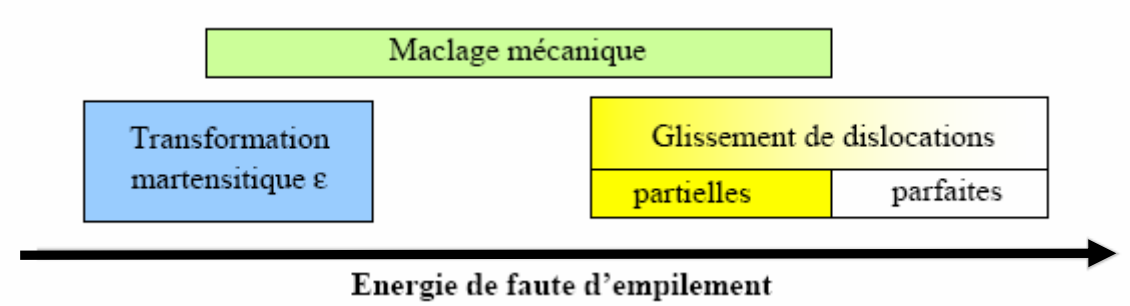


Figure I. 2 : Exemple de différents domaines de mode de déformation en fonction de l'énergie de faute d'empilement pour les alliages Fe-Mn-C.

Pour mieux comprendre l'effet de l'EFE, deux courbes de traction uniaxiale expérimentales à deux températures (20°C et 400 °C) issues de travaux d'Allain [Allain 2002 ; Allain *et al.* 2004a,b] ont été présentées sur la Figure I. 3. À température ambiante où l'EFE est suffisamment faible (18 mJ/m²), le maclage entre en compétition avec le glissement. Par contre, à 400 °C, l'EFE est très élevée (60 mJ/m²). Il n'y a alors qu'un seul mécanisme de déformation : le glissement cristallographique.

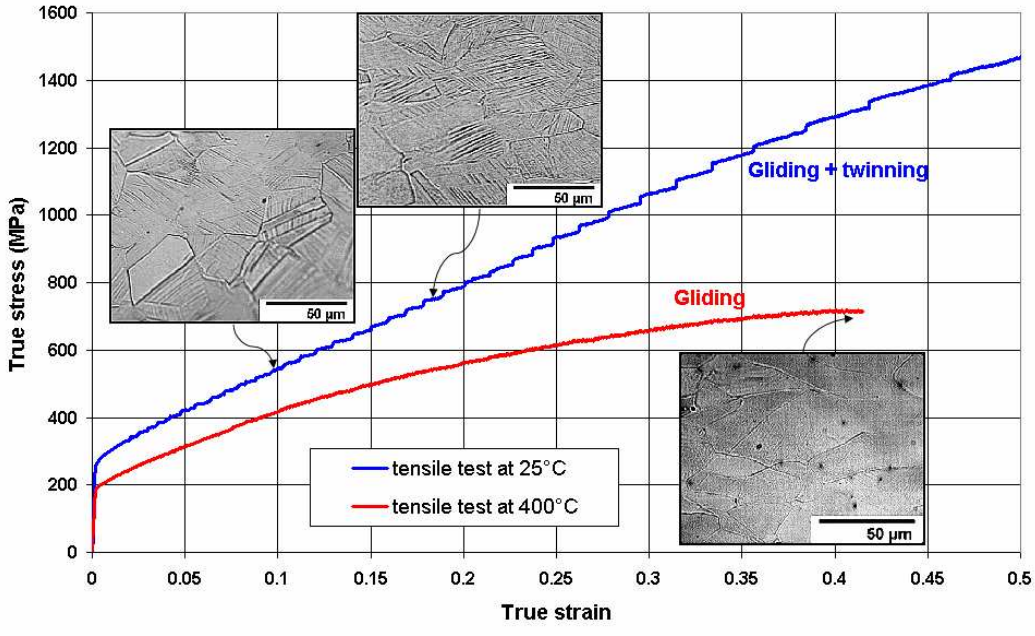


Figure I. 3 : Courbes de traction à température ambiante et 400°C d'après Allain [Allain 2002].

I.1.2. Comparaison entre les mécanismes de déformation

I.1.2.1. Maclage mécanique et transformation martensitique

Les macles mécaniques sont obtenues, lors d'une déformation plastique, par cisaillement de plans atomiques, selon un mécanisme tout à fait analogue à celui des transformations martensitiques. Les deux mécanismes sont des transformations sans diffusion ayant une croissance très rapide et une topologie particulière et ils provoquent un durcissement élevé. Mais contrairement à la transformation martensitique, le maclage est une transformation sans changement de volume et sans changement cristallographique. Ces mécanismes de déformation sont en compétition et dépendent de la température.

La dépendance du comportement vis-à-vis de la température est complexe. En effet, la température modifie l'occurrence des mécanismes de déformation : elle favorise le glissement cristallographique résultant du mouvement thermiquement activé des dislocations. Elle inhibe le maclage et la transformation de phase car elle augmente l'EFE. Pourquoi observe-t-on du maclage à basse température ? Est-ce que le glissement cristallographique est plus difficile ou est-ce parce que le maclage est plus facile ? Les questions restent aujourd'hui ouvertes essentiellement parce que les conditions et les mécanismes de germination des macles ne sont pas compris.

Le rôle de la vitesse de déformation sur le maclage reste également un problème ouvert. Christian et Mahajan (1995) soulignent que de nombreux matériaux de structure CFC se déforment par maclage lors d'un chargement dynamique engendré par un choc important. Là encore, est-ce parce que le glissement est plus difficile ou est-ce parce que le maclage est favorisé ?

Si la dépendance à la température et la vitesse de déformation est reliée par la théorie de l'activation thermique dans le cas du glissement, il n'en est pas de même pour le maclage. Le maclage mécanique, comme la transformation martensitique, est considéré comme mécanisme instantané et indépendant du temps (par exemple Srinivasa *et al.* 1998 ; Fischer *et al.* 2003). Dans la section I.2.6.2, nous détaillons l'influence de la vitesse de déformation sur la contrainte critique du maclage.

I.1.2.2. Maclage mécanique et glissement cristallographique

Le glissement et le maclage sont les deux principaux mécanismes permettant d'accommoder la déformation plastique. De manière globale, il est raisonnable de représenter le glissement cristallographique et le maclage comme un cisaillement du cristal, (voir la Figure I. 4). Les deux phénomènes ont besoin d'une certaine force de cisaillement pour être activée [Fischer *et al.* 2003].

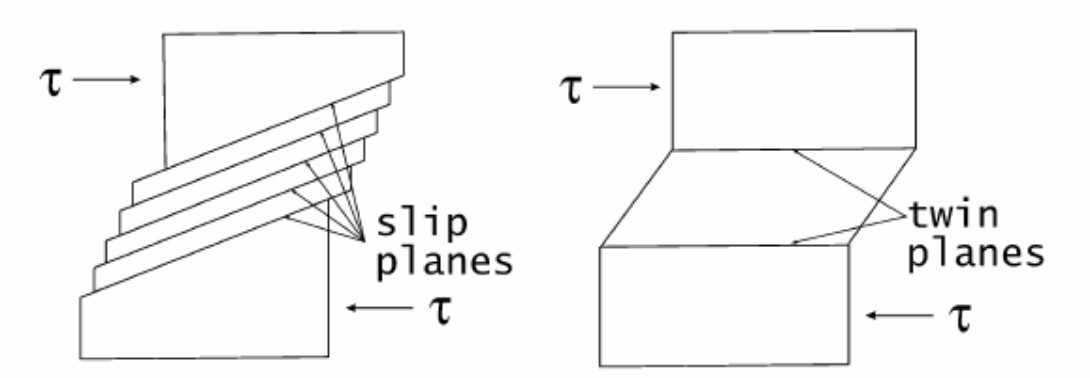


Figure I. 4: Comparaison entre le glissement et le maclage [Fischer et al. 2003].

Ainsi, de manière similaire au glissement, le maclage est un mécanisme de déformation impliquant des déplacements par cisaillement sur des planes cristallographiques spécifiques K1 (appelés plans de maclage) sur des directions cristallographiques spécifiques η1 (appelés directions de maclage). Le Tableau I. 1 donne les systèmes de glissement et de maclage pour quelques matériaux.

Système cristallin	Système de glissement		Vecteur de Burgers	Systèmes de maclage			Exemple de métaux
	Plan de glissement	Direction de glissement		Plan de maclage	Direction de maclage	γ (cisaillement)	
CFC	{111}	<110>	$\frac{a}{2}$<110>	{111}	$<11\bar{2}>$	0.707	Cu, Al, Feγ, Ni
CC	{110} {112} {123}	<111>	$\frac{a}{2}$<111>	{112}	$<\bar{1}1\bar{1}>$	0.707	Feα, Mo, W
HC	{0001}		$<11\bar{2}0>$	$\{10\bar{1}2\}$	$<10\bar{1}>$	0.139	Ti, Mg, Be, Zn

Tableau I. 1 : Comparaison entre le système de glissement et de système de maclage pour différents réseaux cristallins.

Il est à noter que les plans de glissement et ceux de macles sont identiques dans la structure CFC, ce sont les plans {111}. Les directions de macle sont définies par <112>, alors que les directions de glissement sont présentées par <110>.

Cependant, il y a quelques différences entre le glissement et le maclage [Hosford 1993]. Le glissement peut se produire dans des directions positives et négatives (par exemple, dans le cas CFC, le cristal est déformé par cisaillement sur le plan (111) dans deux directions opposées $\left[\bar{1}10\right]$ ou $\left[1\bar{1}0\right]$), tandis que le maclage est seulement limité à la direction positive. Par exemple, le maclage est formé par un cisaillement sur le plan (111) dans le cas de CFC dans la direction $\left[11\bar{2}\right]$ mais pas par cisaillement dans la direction $\left[\bar{1}\bar{1}2\right]$. De plus, l'aptitude de déplacement par cisaillement sur un plan de glissement est variable, mais elle correspond toujours à un nombre entier de distances interatomiques. Dans le cas du maclage, le déplacement par cisaillement est une fraction de la distance interatomique [Schlögl et Fischer 1997].

Le maclage est un mode de déformation beaucoup plus compliqué que le glissement. En effet, contrairement au glissement qui ne concerne qu'un plan, la macle met en jeu toute une tranche du cristal qui bascule dans une nouvelle orientation. Donc, la déformation par glissement conserve l'orientation du cristal, par contre la déformation par maclage en change l'orientation ce qui explique que ce mode de déformation produise des textures de déformation extrêmement marquées [voir par exemple : Van Houtte, 1978; Kalidindi 2001; Kaschner *et al.* 2006 ; Proust *et al.* 2007].

Une autre différence avec le glissement, où toutes les dislocations se propagent dans un même plan provient du fait que le maclage exige la propagation d'une dislocation sur chaque plan successif [Fischer *et al.* 2003].

Les macles sont faciles à observer sur la surface polie et attaquée d'un échantillon, où il apparaît une marche inclinée. Le maclage apparaît comme un mode de déformation induisant une déformation non continue du cristal, et les plans du glissement prennent la forme de bandes parallèles provoquant des marches sur la surface extérieure des échantillons. La Figure I. 5 montre la différence entre le maclage et le glissement.

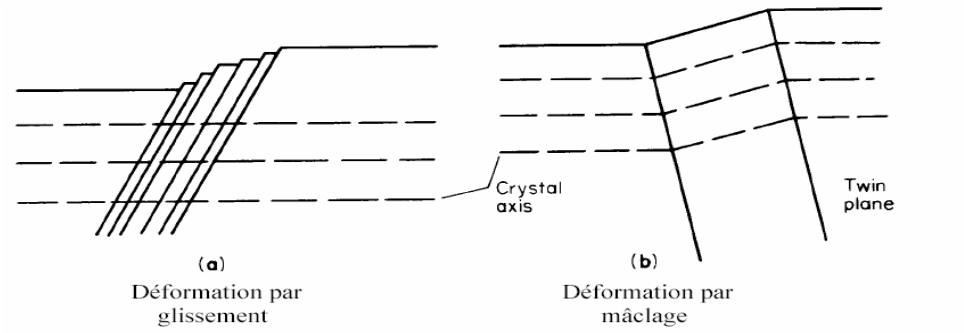


Figure I. 5 : Différence entre le glissement (a) et le maclage (b).

Les macles peuvent être confondues avec les lignes de glissement. Mais, il est possible de les identifier en repolissant la surface, les marches dues au glissement disparaissent tandis que les macles restent. Un autre moyen d'identifier les macles consiste à utiliser les techniques de diffraction : un glissement ne crée aucune désorientation du cristal, alors qu'une macle crée la désorientation d'une partie du réseau cristallographique.

I.2. Maclage mécanique

I.2.1. Définition

Deux cristaux de même structure sont dits maclés si leurs réseaux sont l'image l'un de l'autre par rapport à un plan miroir, dit plan de macle. Les deux parties du cristal maclé ont la même structure cristallographique puisqu'il n'y a pas de changement de phase (Figure I. 6).

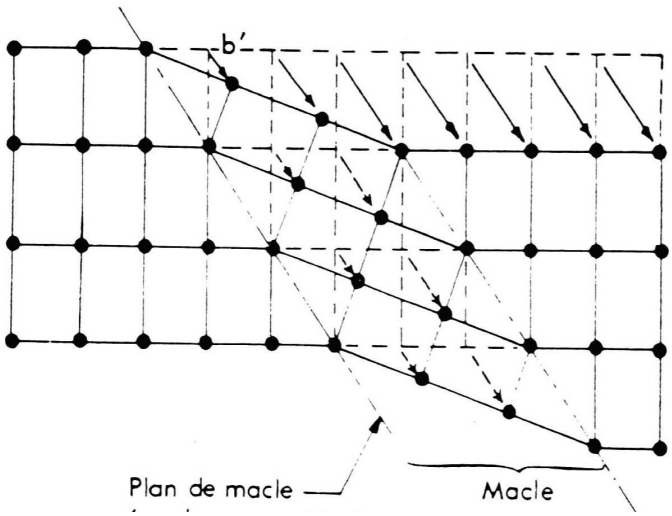


Figure I. 6 : Formation schématique d'une macle mécanique dans un réseau cristallin.

On peut aussi regarder l'un des cristaux comme le résultat d'un cisaillement homogène d'une partie du cristal initial. Cette opération, correspondant à un cisaillement pur d'une partie du cristal par rapport à l'autre, peut aussi s'effectuer sous l'action d'une contrainte extérieure, c'est le maclage mécanique [Philibert *et al.* 1998]. Il existe deux types de macles, les macles de recuit activées thermiquement et les macles mécaniques activées au cours de la déformation, qui font l'objet de cette étude.

I.2.2. Rôle de maclage mécanique

L'activité de maclage joue trois rôles importants pour le comportement mécanique : elle contribue à la déformation plastique [Meyers *et al.* 2001], elle affecte fortement la courbe d'écrouissage [Mulford et Kocks 1979 ; El-Danaf *et al.* 1998 ; Kalidindi 1998a,b ; Staroselsky et Anand 1998 ; Karaman *et al.* 2000b], elle a un effet marqué sur l'évolution de la texture à cause de la réorientation des parties maclées [Van Houtte 1978 ; Tome *et al.* 1991 ; Proust *et al.* 2007]. L'importance de ces trois effets dépend de la fraction de macles présente dans le matériau. Dans le cas de faibles fractions volumiques, l'effet des parties maclées sur la texture est peu visible.

En ce qui concerne, la contribution à la déformation plastique, elle est mise en évidence sur des monocristaux et sur des alliages de cuivre Vöhringer (1970) et peut conduire à une relaxation de contrainte ou une diminution du taux de l'écrouissage [Meyers *et al.* 2001]. Mais l'effet prédominant (et le plus intéressant pour des applications industrielles) est le durcissement additionnel produit par les macles. Les macles mécaniques apparaissent comme des barrières infranchissables pour les dislocations de manière similaire aux joints de grains, ce qui réduit le libre parcours moyen des dislocations et augmente le taux de l'écrouissage [Meyers *et al.* 2001 ; Mulford et Kocks, 1979].

I.2.3. Maclage mécanique dans différentes structures métalliques

Dans les cristaux Cubiques Centrés (CC), qui possèdent de nombreux systèmes de glissement, pour répondre à la sollicitation mécanique, le maclage est peu fréquent et apparaît comme un mode de déformation complémentaire lorsque le glissement devient difficile. Le maclage est favorisé par le manque d'activité du glissement telle que la déformation à basse température ou à vitesse de déformation élevée [Richman 1994].

Les matériaux CC ont en effet un frottement de réseau élevé et l'activation thermique facilite le mouvement des dislocations donnant lieu à une forte dépendance négative à la température de la contrainte de Peierls. Dans le cas des structures CFC, le frottement de réseau est plus faible bien que non négligeable en présence d'atomes en solution solide. Par conséquent, le phénomène précédemment indiqué est plus faible que dans les structures CC. L'occurrence du maclage mécanique dans les matériaux CFC est alors favorisée par une faible énergie de faute d'empilement parce que les macles mécaniques peuvent être nucléées à partir des fautes d'empilement selon Venables (1961). Étrangement, dans la littérature, on ne parle pas de l'effet de l'EFE sur le maclage dans les CC, alors que dans les aciers austénitiques (CFC) Fe-Mn-C l'occurrence du maclage est directement associée à la valeur de l'EFE. Mais dans tous les cas, le maclage est vu comme un mode de déformation remplaçant le glissement lorsque ce dernier devient difficile (à basses températures et aux fortes vitesses de déformation).

I.2.4. Morphologie des macles

A cause de la différence d'orientation des grains, les macles apparaissent dans les grains favorablement orientés. La formation des macles est gouvernée par un mécanisme de germination-propagation qui s'effectue sans diffusion et correspond au cisaillement pur. La germination des macles requiert un niveau de contrainte bien supérieur à celui de leur expansion, c'est pourquoi le maclage est un phénomène très rapide. La propagation des macles peut être considérée brutale (à la vitesse du son) [Lubenets *et al.* 1985 ; Rémy 1975]. Une formation d'une macle doit passer par trois étapes :

- germination de la macle à partir d'une faute d'empilement (on note ici que les joints des grains sont le site préféré par la germination des macles),
- propagation de cette macle dans la matrice,
- épaississement des macles jusqu'à un obstacle.

Les macles ainsi formées sont des plaquettes d'une épaisseur variant de quelques dizaines de nanomètres (appelées micromacles) à quelques microns selon le type d'alliage. La longueur des macles peut atteindre plusieurs dizaines de microns. Les rapports épaisseur/longueur sont toujours inférieurs à un.

La finesse des macles est une caractéristique des alliages austénitiques à basse EFE, à comparer avec les macles mécaniques beaucoup plus épaisses observées dans des alliages de cristallographie plus complexe et limités en nombre de systèmes de glissement, comme par exemple dans les alliages Ti-Al [Fischer *et al.* 2003] ou les alliages Zr [Proust *et al.* 2007].

I.2.5. Germination des macles

Une macle mécanique est une faute d'empilement cristallin dû à l'accommodation du réseau à la déformation macroscopique (cisaillement pur [Fischer *et al.* 2003]). La formation d'une macle correspond au passage de dislocations partielles de Shockley identiques sur tous les plans compacts adjacents sur toute l'épaisseur de la macle [Venables 1961]. Pour le cas des CFC, la macle <112> {111} correspond au passage sur des plans successifs d'une dislocation partielle de Shockley qui crée chaque fois une faute d'empilement.

Divers mécanismes ont été imaginés pour expliquer comment se forment les macles dans différentes structures cristallines. Reed-Hill *et al.* (1963) et Mahajan et chin (1973) ont recensé de façon très complète les données expérimentales et théoriques relatives au maclage dans les métaux et alliages. Nous nous limiterons ici aux modèles qui sont spécifiques à la structure CFC.

Le modèle de Venables [Reed Hill, 1963] pour les CFC considère un arbre de vecteur de Burgers (1/2) [110] qui perce le plan de glissement primaire (111). Après le passage de nombreuses dislocations de ce système, l'arbre a acquis un cran de grande taille qui peut se dissocier, sous l'action de la contrainte de la façon suivante:

$$\frac{1}{2}[110] \rightarrow \underbrace{\frac{1}{3}[111]}_{\textit{Dislocation de Frank}} + \underbrace{\frac{1}{6}[11\bar{2}]}_{\textit{dislocation de Shockley}} \qquad \text{(I. 1)}$$

C'est la dislocation de Shockley qui génère la macle.

Le rôle de glissement des dislocations sur la formation des macles, dans les matériaux CFC à faible énergie de faute d'empilement, a été étudié par Mahajan et Chin (1973a) en utilisant la microscopie optique et la microscopie électronique à transmission. Dans leur modèle, la réaction entre deux dislocations parfaites dissociées

et coplanaires engendre un noyau constitué par trois fautes extrinsèques superposées et s'écrit globalement :

$$\frac{1}{2}[\bar{1}01]+\frac{1}{2}[\bar{1}10]\rightarrow 3\left(\frac{1}{6}[\bar{2}11]\right) \qquad \text{(I. 2)}$$

Les auteurs n'ont émis que des hypothèses sur le détail de la réaction, mais les observations en MET confirment les trois points suivants (Mahajan *et al.* 1973) :

- les dislocations parfaites plus au moins dissociées qui réagissent sont coplanaires,
- la réaction conduit à la formation d'une faute triple,
- les macles se forment directement par coalescence entre ces noyaux.

Le modèle de Mahajan *et al.* implique l'activation de systèmes de glissement coplanaires or de telles combinaisons ne sont pas toujours autorisées : il serait donc spécifique de certaines conditions de déformation.

I.2.6. Contrainte critique du maclage

Expérimentalement, il est constaté que le maclage ne peut se produire en dessous d'une certaine contrainte critique lors d'un essai de traction uniaxiale de manière similaire à la plasticité classique par glissement. L'existence de cette valeur seuil a été observée dans les monocristaux et les polycristaux de différents corps purs et alliages métalliques [Allain 2002]. La valeur de la contrainte critique de maclage dépend de plusieurs paramètres non indépendants tels que la température, la vitesse de déformation, la taille de grain et la composition chimique, le type de chargement appliqué (traction ou compression) et l'EFE [Christian et Mahajan 1995 ; Meyers *et al.* 2001 ; Allain 2002].

I.2.6.1. Effet de la température

Meyers *et al.* (2001) ont constaté que la contrainte du maclage n'est pas sensible à la température pour différents types de matériaux. Leurs résultats sont basés sur des données expérimentales de la littérature sur des mono- et poly-cristaux. Des résultats contradictoires ont été rapportés sur ce sujet. Par exemple, les matériaux CFC ont une dépendance positive de la contrainte critique du maclage sur la température [Reed-Hill 1973 ; Chun *et al.* 1969] alors que les matériaux CC ont une dépendance négative [Mahajan et Williams 1973].

Comme déjà mentionné, le rôle de la température sur la contrainte critique de maclage apparait à travers l'EFE. A-t-elle un rôle indépendant de l'EFE ? Cette question reste ouverte.

I.2.6.2. Effet de la vitesse de déformation

D'après de nombreux auteurs [Christian *et* Mahajan 1995 ; Rohatgi *et al.* 2001 ; Wang *et al.* 2003], sous un chargement dynamique (choc), il est possible de former des macles dans les matériaux CFC ayant une forte EFE (comme les alliages d'aluminium) qui ne forment pas des macles sous chargement statique. Cet effet est encore plus prononcé pour des matériaux de structure CC et HCP.

Dans les conditions de valeurs de vitesse de déformation intermédiaire, les résultats expérimentaux de nombreux auteurs (Karaman *et al.* 2000b ; Meyers *et al.* 2001) montrent que la contrainte de maclage est indépendante de la vitesse de déformation.

La diminution de la contrainte de maclage avec l'augmentation de la vitesse de déformation a aussi été observée dans les matériaux où le maclage est le seul mécanisme de déformation [Reed Hill 1973]. Ce comportement est masqué quand le maclage et le glissement s'activent ensemble car le processus thermiquement activé du glissement contrôle la contrainte d'écoulement et produit la majeure partie de la déformation [Reed Hill 1973]. Dans tous les cas, il est à noter que cette sensibilité de la contrainte de maclage à la vitesse de déformation concerne seulement la nucléation des macles. En effet, une fois que les macles sont nucléées, elles se propagent très rapidement de telle sorte que la propagation des macles peut être considérée comme quasi-instantanée.

I.2.6.3. Effet de la taille de grain

Des études expérimentales révèlent un effet significatif de la taille de grain sur la contrainte critique du maclage (Armstrong et Worthington 1973 ; El-Danaf *et al.* 1998). Un laiton de 70/30 avec une taille de grain 250 µm montre une densité du maclage mécanique beaucoup plus grande qu'avec des tailles de grain de 9 et 30 µm [El-Danaf *et al.* 1998].

Une relation de type Hall-Petch a été observé pour différents matériaux (alliages de magnésium, chrome, et fer [Chun *et al.* 1969 ; Marcinkowski et Lipsitt 1962 ; Barnett

et al. 2004]. Cette relation est exprimée pour le glissement et le maclage, à l'échelle du polycristal, comme :

$$\sigma_y^s = \sigma_0^s + k^s \left(d\right)^{-\frac{1}{2}} \qquad \text{(I. 3)}$$

$$\sigma_y^{tw} = \sigma_0^{tw} + k^{tw} \left(d\right)^{-\frac{1}{2}} \qquad \text{(I. 4)}$$

où d est la taille moyenne des grains, k est un paramètre à identifier qui représente la pente de Hall-Petch, σ_y est la contrainte d'élasticité ou d'écoulement, σ_0 représente la contrainte de frottement s'opposant au mouvement des dislocations ou des macles, les indices *s* et *tw* dénotent respectivement la déformation par glissement et de maclage. Les paramètres σ_0 et k sont identifiés à partir des courbes conventionnelles de traction. Le paramètre k dépend de la structure cristalline des matériaux. Il est élevé pour les métaux CC et faible pour les métaux CFC et HC. Ainsi, le coefficient de Hall-Petch k, est plus grand pour le maclage que pour le glissement, comme initialement indiqué par Armstrong et Worthington (1973). La raison de cette différence n'est aujourd'hui pas complètement comprise.

Song et Gray (1995) ont indiqué que la pente k pour le maclage est 10 fois plus élevée que celle pour le glissement dans le zirconium. Cette tendance a été confirmée par nombreuses études expérimentales (par exemple Barnett *et al.* 2004 ; Koike 2005 pour les alliages du magnésium AZ31).

D'une manière générale, la petite taille de grain inhibe la nucléation du maclage [Chun *et al.* 1969 ; Hull, 1961]. Ceci a été confirmé par l'étude de Lahaie *et al.* (1992) sur les alliages du magnésium AZ91 avec deux tailles de grain différentes 1µm et 15 µm soumis à des sollicitations de traction et de compression. Ils ont constaté que les macles étaient absentes dans les échantillons de petite taille de grains (1 µm), alors que le maclage se produisait dans les échantillons de taille de grains plus élevée (15 µm). Meyers *et al.* (1995) ont également montré cet effet par des essais de compression en choc sur le cuivre à 35 GPa. Les macles ont été observées dans les échantillons avec des tailles de grain de 117 et 315 µm, et aucune macle n'est apparue dans les échantillons avec une taille de grain de 9 µm. De plus, l'épaisseur des macles est affectée par la taille de grain, des macles plus épaisses ont été trouvées dans les échantillons à grande taille de grains [Hull 1961].

Nous avons constaté, d'après les travaux de tous ces auteurs sur des alliages différents, que le maclage est plus favorable pour des tailles de grains plus élevées.

I.2.6.4. Effet de la composition chimique

L'effet de la composition chimique sur les caractéristiques de maclage est compliqué et difficile à résumer. Cet effet dépend de la nature de chaque élément d'alliage (interstitiel ou substitutionnel). Dans les matériaux CC, contrairement aux éléments substitutionnels, les éléments interstitiels ont un effet négatif sur la présence du maclage [Christian et Mahajan 1995]. D'après l'étude de Karaman *et al.* (2000b) sur les aciers Hadfield CFC, la forte concentration des atomes interstitiels de carbone augmente considérablement la contrainte de frottement influençant les contraintes de nucléation des macles.

Les éléments substitutionnels ont souvent un effet prononcé sur le maclage pour les métaux de structure CFC [Christian et Mahajan 1995].

Ainsi, la composition chimique affecte la contrainte critique de maclage. La raison est certainement double. D'une part, elle modifie l'EFE et d'autre part, elle modifie les conditions de glissement cristallographique et donc peut favoriser de manière indirecte le maclage.

I.2.6.5. Effet de l'EFE

Venables (1963) a trouvé une corrélation apparente entre la contrainte critique de maclage et l'EFE mesurée pour les alliages CFC à base de cuivre (Figure I. 7).

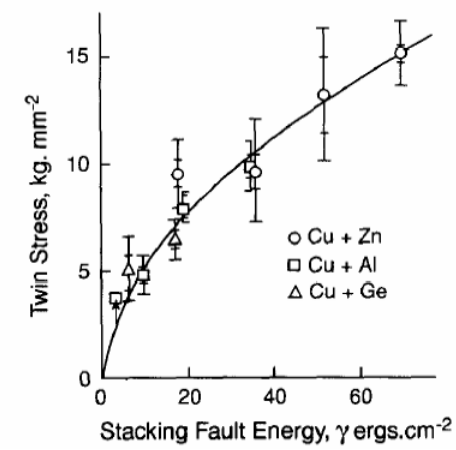


Figure I. 7 : Dépendance de la contrainte critique de maclage sur l'EFE pour les alliages à base de cuivre (d'après Venables 1963).

Venables (1961) a été le premier à établir une relation entre la contrainte critique de maclage et l'EFE. Il a introduit cette relation à l'échelle du grain sur la cission critique microscopique appelée intrinsèque τ^{c-int}. Cette cission critique dépend de deux contributions (i) la première liée à l'EFE (ii) la deuxième liée à la formation d'une boucle de faute d'empilement :

$$\tau^{c-int} = \frac{\Gamma}{b_{112}} + \frac{\mu b_{112}}{R_c} \qquad \text{(I. 5)}$$

où Γ est l'EFE, τ^{c-int} la cission critique intrinsèque de maclage, b_{112} le vecteur de Burgers d'une dislocation de Schockley, Rc est le rayon critique d'émission de la boucle de dislocation. La cission critique intrinsèque qui ne considère qu'un germe isolé peut être reliée à la cission critique mésoscopique τ_c^{tw} à l'échelle du grain selon la formule établie par Venables (1964) :

$$N^{pile-up}\tau_c^{tw} = \tau^{c-int} \qquad \text{(I. 6)}$$

Où $N^{pile\text{-}up}$ le nombre moyen de dislocations dans l'empilement qui active le germe.

Cependant, cette variation linéaire de la contrainte critique de maclage (à l'échelle du polycristal) avec l'EFE n'a pas été vérifiée de manière expérimentale et une loi parabolique semble mieux décrire la relation entre l'EFE et la contrainte critique de maclage [Rémy 1975 ; Meyers *et al.* 2001]. Il a été établi, par Venables (1964), de manière phénoménologique que la cission critique peut s'exprimer par une fonction parabolique de l'EFE :

$$\left[\left(1-\frac{2\Theta}{3\beta}\right)+K\Theta^2\tau_c^{tw}\right]\tau_c^{tw} = \frac{\Gamma}{b_{112}} \qquad \text{(I. 7)}$$

où β est lié à la densité de la forêt des dislocations et à la cission critique du glissement, Θ représente la dépendance à l'orientation, qui est le rapport des facteurs de Schmid pour le glissement et le maclage, K est une constante qui dépend des caractéristiques du matériau et du réseau :

$$K = \frac{(1-\upsilon)L_{pile}}{1{,}84\ \ \mu b_{110}} \qquad \text{(I. 8)}$$

où L_{pile} caractéristique de la taille des empilements des dislocations parfaites dans le matériau, b_{110} le vecteur de Burgers d'une dislocation parfaite, μ est le module de cisaillement, υ est le coefficient de Poisson.

En considérant la relation (I.6) et prenant $\theta=\beta=1$, on peut établir la formule suivante (Venables, 1964) :

$$\left[\frac{1}{3}+\frac{(1-\upsilon)L_{pile}}{1{,}84\ \ \mu b_{110}}\tau_c^{tw}\right]\tau_c^{tw}=\frac{\Gamma}{b_{112}} \qquad \text{(I. 9)}$$

Cette formule, utilisée par de nombreux auteurs [Rémy 1975 ; Karaman *et al.* 2000a] montre que la cission critique de maclage augment avec la racine de l'EFE $(\Gamma)^{1/2}$.

D'autres relations sont également proposées comme celle de Meyers *et al.* (2001) dans le cas des alliages Cu-Zn de structure CFC :

$$\tau_c^{tw}=K_2\left(\frac{\Gamma}{Gb_{112}}\right)^{1/2} \qquad \text{(I. 10)}$$

où K_2 est un paramètre matériau, G le module de cisaillement.

Se basant sur les travaux de Mura *et al.* (1968) et Venables (1961), Karaman *et al.* (2000a) ont proposé un modèle incorporant l'effet de la contrainte appliquée sur l'EFE effective (Γ_{eff}) et la contrainte de frottement additionnelle sur le mouvement de dislocation du aux atomes interstitiels en solution solide pour mettre en avant le lien entre le mouvement des dislocations parfaites et le maclage :

$$\tau_c^{tw}=\underbrace{\frac{F_{max}}{b_{112}\delta}}_{\substack{\text{Contrainte due aux}\\ \text{atomes interstitiels}\\ \text{en solution solide}}}+\underbrace{\frac{9\Gamma_{eff}}{4\sqrt{3}b}}_{\text{contrainte due à l'EFE}}+\underbrace{\frac{\alpha\sqrt{3}Gb_{110}}{3l}}_{\substack{\text{Contrainte due à}\\ \text{l'interaction avec les}\\ \text{forets de dislocations}}}-\underbrace{\frac{\sqrt{3}}{2}\left(\frac{L}{r_c}\right)^{1/2}\tau}_{\substack{\text{Contrainte due aux}\\ \text{dislocations pile-up}}} \qquad \text{(I. 11)}$$

Avec F_{max} est la force de frottement maximale pour une boucle de dislocation, δ est la distance entre les atomes en solution solide, l est la distance moyen entre dislocations forêts, G est le module de cisaillement, L est la largeur de l'empilement, r_c est la taille critique de germe de maclage.

Le rôle de l'état interne du matériau sur la cission critique de maclage étant aujourd'hui encore largement discuté. Certains auteurs proposent une relation simplifiée de la cission critique de maclage supposée égale pour tous les systèmes de maclage [Allain 2002] :

$$\tau_c^{tw} = \frac{\Gamma}{b_{112}} + \tau_{c0}^{tw} \qquad \text{(I. 12)}$$

avec τ_{c0}^{tw} un paramètre qui tient compte des effets de la densité de dislocations sur le germe de macle. Par exemple, d'un côté, les dislocations contribuent à la formation et à l'activation des germes par l'intermédiaire des empilements, mais d'un autre côté, les dislocations de la forêt peuvent empêcher des germes de se développer [Allain 2002]. Dans une première approche et en raison du manque actuel d'une explication claire sur l'origine de la cission critique de maclage, nous allons utiliser cette dernière équation pour déterminer la contrainte critique du maclage dans notre modèle développé dans le chapitre II.

I.2.7. Cinétique du maclage

La cinétique de maclage est habituellement étudiée en terme d'évolution de la fraction volumique des macles avec la déformation (ou la contrainte). Actuellement, les variables qui influencent l'évolution de la fraction volumique du maclage dans un grain ne sont pas clairement comprises.

Une loi de type puissance est utilisée par différents auteurs [Tome *et al.* 1991 ; Kalidindi 1998a ; Doquet 1993 ; Schlögl et Fischer 1996 ; Marketz *et al.* 2003] pour décrire l'évolution de la fraction volumique des macles. Cette loi prend la forme suivante :

$$\dot{f}^{(h)} = \dot{f}_0 \left(\frac{\tau^{tw(h)}}{\tau_c^{tw(h)}} \right)^m \qquad \text{(I. 13)}$$

où $\dot{f}_0$ est le taux de la fraction de macle de référence, $\tau^{tw(h)}$ est la cission résolue sur un système de maclage (h), $\tau_c^{tw(h)}$ représente la cission critique du maclage. m est l'inverse de la sensibilité du matériau à la vitesse. Dans la littérature, on choisit des valeurs relativement élevées de m (20-100) afin de simuler un comportement

indépendant de la vitesse de déformation à température ambiante. La valeur élevée de *m* garantit que la contribution d'un système donné à la déformation est négligeable sauf si $\tau^{tw(h)}$ est très proche de $\tau_c^{tw(h)}$ [Tome *et al.* 1991].

Tome *et al.* (1991) ont utilisé des valeurs constantes de la cission critique de maclage. Cette approximation conduit à une augmentation continue de la fraction volumique du maclage dans le grain au cours de la déformation imposée sans aucune limite intrinsèque. Cependant, les données expérimentales de différents auteurs [Rémy *et al.* 1978 ; Asgari *et al.* 1997] indiquent que la fraction volumique de maclage dans le matériau approche une valeur de saturation au cours de la déformation imposée. Par conséquent, l'évolution de la fraction volumique du maclage prend une forme sigmoïdale due à la diminution progressive du volume des micromacles comme dans le modèle de Rémy [Rémy 1977] et à la saturation des différents systèmes de maclage.

Dans ce paragraphe, on présente une liste des différents modèles de cinétique du maclage.

Expressions	**Commentaire**
$df^{tw} = \alpha_{tw}(1 - f^{tw})d\varepsilon_p$ Ou par intégration prend la forme : $f^{tw} = 1 - e^{-\alpha_{tw}\varepsilon_p}$	$d\varepsilon_p$: le taux de la déformation plastique. α_{tw} représente le taux de la formation de macle à faible déformation. α_{tw} dépend de l'EFE et la vitesse de déformation et il est indépendant de la déformation [Olson *et* Cohen 1975 ; Vercammen 2004]

$\frac{f^{tw}}{f^{tw}_{max}} = 1 - e^{-\beta_{tw}(\varepsilon_p)^n}$ n représente le taux de formation des sites de nucléation (n=1 pour le maclage mécanique, n=1,6 pour la transformation martensitique) β_{tw} caractérise la stabilité de l'austénite (dépend de la température et de la composition chimique). f^{tw}_{max} représente la valeur saturée de la fraction volumique du maclage qui diminue quand la température augmente.	Cette saturation de la fraction volumique a été observée expérimentalement par Choi *et al.* (1999) et Allain (2002). Cette formule empirique présente une allure sigmoïdale. Dans ce modèle, l'écrouissage est sous-estimé au début de la déformation, parce que le modèle prédit l'apparition du maclage dès le début de la déformation (Vercammen 2004) or l'observation expérimentale d'Allain (Allain *et al.* 2004b ; Allain 2002) sur un acier Fe-Mn-C montre que le maclage n'est observé qu'à partir de 5% de déformation. Une densité de dislocations est nécessaire pour le développement des macles.

I.2.8. Organisation des macles

Dans le cas des CFC à faible EFE, des observations microstructurales à différentes échelles ont été réalisées par différents auteurs (Kalidindi 1998a ; Karaman et al. 2000a ; El-Danaf et al. 2001 ; Dai et al. 2003 ; Allain 2002b) sur des matériaux à faible EFE se déformant par glissement et maclage. Toutes ces observations indiquent la présence d'une organisation multi échelles du maclage.

Nous résumons toutes ces observations à travers l'étude expérimentale d'Allain [Allain *et al.* 2004b ; Allain 2002] faites par microscopie optique et électronique à transmission sur un acier Fe22%Mn0,6%C à faible EFE.

I.2.8.1. Observation par microscopie optique

Des observations par microscopie optique (Figure I. 8) indiquent que :

- la densité volumique de macles augmente avec la déformation,
- les joints de grains sont de forts obstacles pour la propagation de macles,
- deux systèmes de macles sont activés séquentiellement dans la majorité des grains.

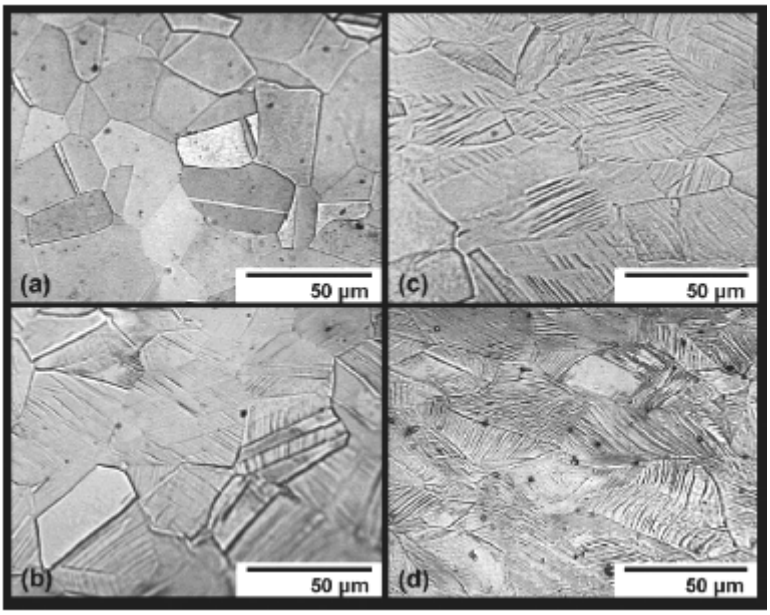


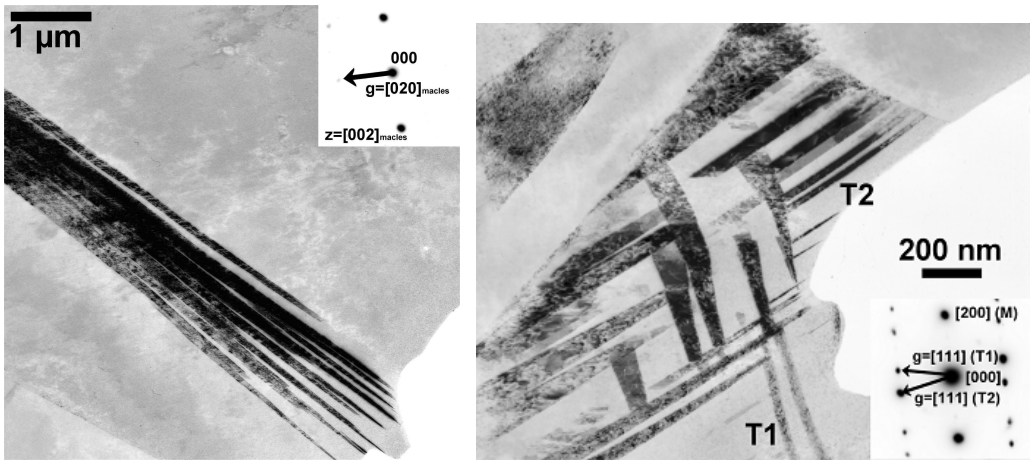
Figure I. 8 : Micrographes optiques montrant l'évolution de la microstructure (joints de grains et macles) à différents niveaux de déformation : (a) avant déformation, (b) 18%, (c) 26% et (d) 34% pour un acier austénitique Fe-Mn-C d'après Allain et al. [Allain et al. 2004b].

D'abord, un système est activé vers 5% de déformation. Ensuite, au cours de la déformation, un second système apparaît après 15 % de la déformation dans la moitié des grains. Puisque les joints des macles sont de forts obstacles (comme les joints des grains), les macles du second système sont bloquées par celles du premier système. Dans quelques rares grains, les deux systèmes sont activés presque simultanément [Allain 2002].

I.2.8.2. Observation par microscopie électronique à transmission

L'analyse réalisée par différents auteurs [Asgari *et al.* 1997 ; Allain *et al.* 2002 ; Allain 2002 ; Karaman *et al.* 2000b] en utilisant le microscope électronique à transmission (MET), a montré que :

- les macles observées par microscopie optique sont en réalité des micromacles regroupées en faisceaux (ou plaquette) (Figure I. 9a),
- les joints des faisceaux de micromacles forment des obstacles au mouvement de dislocations de manière similaire aux joints des grains,
- les micromacles du second système (T2) sont bloquées par les micromacles du système primaire (T1) (Figure I. 9b),
- l'activité de glissement dans les macles est très faible comparée à celle dans la région non maclée.



(a) **(b)**

Figure I. 9 : Micrographie MET montrant les micromacles observées sur un échantillon d'acier F-22%Mn0,6%C déformé à 15% (a)paquet de micromacles coplanaires et à 33% (b) deux systèmes de micromacles non coplanaires d'après [Allain et al. 2004b ; Allain 2002]

Les micrographies électroniques à transmission donnent une description plus précise d'une macle formée de micromacles en plaquette d'une épaisseur de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres (Figure I. 10).

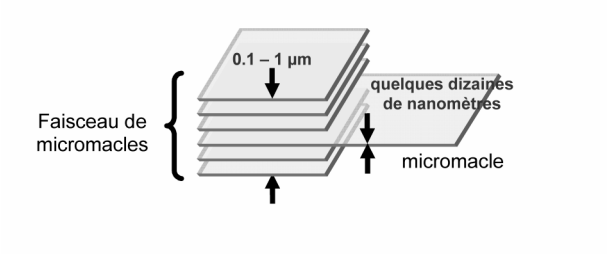


Figure I. 10: Ordres de grandeur des micromacles et des faisceaux [Allain et al. 2004b]

La notion de micromacle est souvent utilisée dans la littérature [Karaman *et al.* 2000b ; Karaman *et al.* 2001 ; Allain *et al.* 2004a,b] car l'épaisseur d'une macle est très faible devant son rayon.

À fraction de phase maclée identique, de très fines micromacles dispersées n'auront pas le même effet qu'une seule macle épaisse sur la diminution du libre parcours moyen des dislocations [Allain 2002]. De nombreux auteurs [Bouaziz *et* Guelton 2001 ; Rémy 1978 ; Karaman *et al.* 2000b ; Allain *et al.* 2004a,b] utilisent la relation stéréologique de Fullman pour évaluer analytiquement le libre parcours moyen entre les macles T :

$$\frac{1}{T} = \frac{1}{2e}\frac{F}{(1-F)} \qquad \text{(I. 14)}$$

avec *e* l'épaisseur des macles et *F* la fraction totale de phase maclée.

Notons que la mesure en microscopie électronique de l'épaisseur des micromacles est techniquement difficile, car elle nécessite de positionner les macles verticalement par rapport au faisceau électronique [Allain 2002]. Les épaisseurs des micromacles observées dans le cas des aciers Fe-Mn-C ont des valeurs comprises entre 30 et 100 nm [Allain 2002]. Les faisceaux ont par contre une épaisseur de quelques dixièmes de microns. L'espacement entre les macles coplanaires d'un même faisceau est de l'ordre de grandeur de l'épaisseur des macles du faisceau. Le nombre de micromacles dans un faisceau varie mais est généralement inférieur à une dizaine [Allain 2002].

L'hypothèse que « toutes les micro macles coplanaires d'un grain appartiennent au même système de maclage et sont soumises au même cisaillement » permet de définir un pseudo facteur de Schmid pour chaque système de maclage.

I.2.9. Contributions du maclage à la déformation

Dans les matériaux se déformant par glissement et maclage, trois contributions différentes à la déformation plastique peuvent exister. Ces contributions sont définies dans le cadre de la plasticité cristalline par cette relation selon (Kalidindi 1998a) :

$$\dot{\varepsilon}_{ij}^{p} = \left(1 - \sum_{h}^{N^{(h)}} f^{(h)}\right) \sum_{g}^{N^{(g)}} R_{ij}^{(g)} \dot{\gamma}^{(g)} + \sum_{h}^{N^{(h)}} R_{ij}^{(tw)(h)} \dot{f}^{(h)} \gamma^{tw} + \sum_{h}^{N^{(h)}} f^{(h)} \left(\sum_{g}^{N^{(g)^{twin}}} R_{ij}^{(g)^{twin}} \dot{\gamma}^{(g)} \right) \quad \text{(I. 15)}$$

où R_{ij} est le tenseur de Schmid associé aux systèmes de glissement (g) ou aux systèmes du maclage (h), $\dot{\gamma}^{(g)}$ est le vitesse de glissement du système (g), $f^{(h)}$ est la fraction volumique des régions maclées associées au système (h), γ^{tw} est le taux de cisaillement (constant) lié au maclage.

Le premier terme de l'équation (I.15) représente la contribution du glissement à la déformation plastique dans les régions non maclées du grain. Les deuxième et troisième termes représentent la contribution du maclage et du glissement dans les régions maclées.

$N^{(g)}$, $N^{(h)}$ et $N^{(g)^{twin}}$ représentent respectivement le nombre de systèmes potentiellement actifs du glissement dans les régions non maclées, le nombre des

systèmes potentiellement actifs de maclage dans les régions non maclées, et le nombre des systèmes potentiellement actifs de glissement dans les régions maclées.

Compte tenu de la finesse des macles (micromacles) dans les alliages CFC à faible EFE, il semble que la contribution du maclage soit faible vis-à-vis de la déformation totale. De plus, il est possible de négliger la plasticité dans les régions maclées. Allain *et al.* (2004a,b) ont supposé qu'une fois formée, la phase maclée ne contribue plus à la déformation par glissement. Cette hypothèse basée sur les observations expérimentales des micromacles permet d'éviter le calcul de la réorientation de la phase maclée coûteux en temps [Karaman *et al.* 2000b] mais indispensable dans le cas de macles épaisses [Lebensohn et Tomé 1993].

I.3. Courbe d'écrouissage

Dans les métaux CFC ayant une faible EFE, il est admis généralement que le maclage s'active après une certaine quantité de glissement. Des concentrations de contrainte dues aux dislocations 'pile-ups' peuvent être exigées pour commencer la nucléation des macles (Yang *et al.* 2006). Cependant, des résultats expérimentaux récents montrent que certains aciers à haute teneur en manganèse (Fe-Mn-Al-Si) se déforment par maclage sans avoir besoin de glissement préalable [Vercammen *el al.* 2004]. Les résultats soulignent une fois encore la complexité des mécanismes de germination des macles. Quoi qu'il en soit, le glissement et le maclage sont des mécanismes concourants et compétitifs et leurs interactions engendrent des changements de microstructure et donc de propriétés mécaniques tels que le taux de l'écrouissage, la contrainte maximale, la ductilité. En particulier, beaucoup de résultats expérimentaux [Rémy 1978 ; Kim *et al.* 1985 ; El-Danaf *et al.* 1998 ; Asgari *et al.* 1997 ; Han *et al.* 1991 ; Hong *et* Han 1995 ; Allain *et al.* 2002b ; Allain *et al.* 2004b] montrent que la formation des macles mécaniques conduit à une forte augmentation de l'écrouissage améliorant, en même temps, l'allongement en traction avant la striction et la résistance du matériau. Le taux d'écrouissage $d\sigma/d\varepsilon$ présente un plateau dans le domaine des déformations intermédiaires alors que classiquement dans les polycristaux se déformant uniquement par glissement cristallographique (matériau à forte EFE), il diminue continuellement avec la déformation (Figure I. 11). Cette évolution spécifique du taux d'écrouissage est généralement attribuée à la réduction du Libre Parcours Moyen des dislocations (LPM) due au maclage, comme déjà mentionné (§ I.2.2, § I.2.2). La

réduction du LPM due au maclage est semblable à un effet « Hall & Petch dynamique ». Cependant, différentes interprétations de l'effet du maclage mécanique sur l'écrouissage existent et plus généralement des questions restent ouvertes sur les interactions glissement-maclage mais également les interactions macle-macle et leur rôle sur l'écrouissage (par exemple Asgari *et al.* 1997 ; El-Danaf *et al.* 1998 ; Allain *et al.* 2004 ; Yang *et al.* 2006).

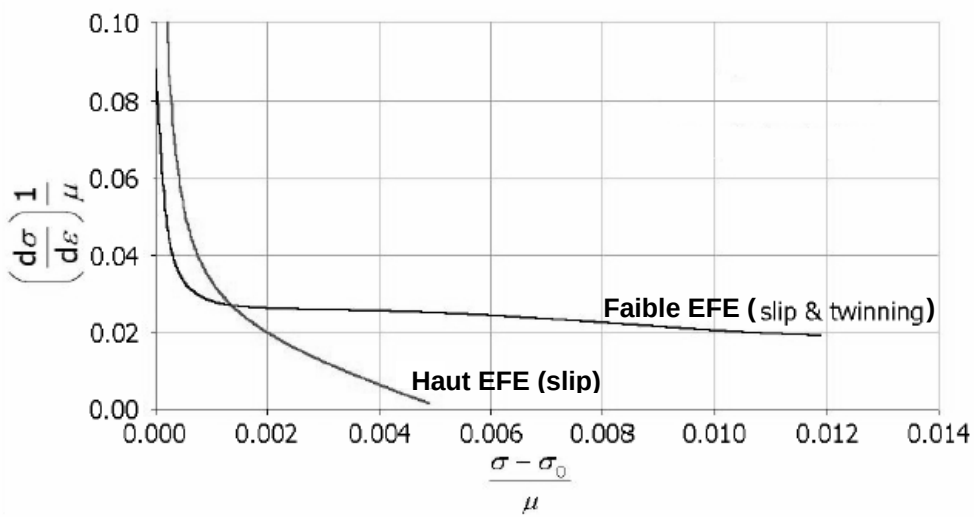


Figure I. 11: évolution du taux de l'écrouissage normalisé en fonction de la contrainte normalisée pour des alliages Fe-Mn-C à faible et haute EFE [Vercammen 2004].

Selon les résultats expérimentaux de Kalidindi et son équipe (Asgari *et al.* 1997 ; El-Danaf *et al.* 1998), le changement dans l'évolution du taux d'écrouissage est attribué au déclenchement de la déformation par maclage. Cependant, les résultats expérimentaux récents d'Allain *et al.* (Allain *et al.* 2004a,b) couplant les essais de traction et les micrographes optiques indiquent que l'effet « Hall & Petch dynamique » du au maclage n'apparaît pas au début de la déformation du maclage mais à des déformations plus élevées, probablement lorsque le nombre de grains présentant deux systèmes de maclage actifs devient assez élevé. En effet, Allain et *al.* soutiennent que le système de macle primaire est principalement coplanaire aux systèmes de glissement primaires. Par conséquent, le rôle des macles comme obstacles au mouvement des dislocations est réduit ou supprimé. Une telle hypothèse est confirmée par El-Danaf *et al.* (1998) pour des métaux CFC à faible EFE sous cisaillement simple mais pas pour des essais de compression simple et plane. Il est donc nécessaire de clarifier le rôle des macles primaires et secondaires dans l'écrouissage en traction uniaxiale et pour différents modes de déformation.

Beaucoup d'auteurs (Kalidindi 1998a, Karaman *et al.* 2000a, El-Danaf *et al.* 2001 ; Dai *et al.* 2003 ; Remy 1975) se sont intéressés aux comportements des matériaux à faible EFE couplant essais mécaniques et observations microstructurales afin de mieux comprendre les mécanismes d'écrouissage de ces matériaux se déformant par glissement et maclage. Tous s'accordent sur la présence d'une organisation multi échelles du maclage.

Cette dernière est très bien documentée par l'étude expérimentale réalisée par Allain (Allain *et al.* 2002a, Allain 2002b) sur l'acier Fe22%Mn0.6%C auquel on s'intéresse dans cette étude. Leurs observations expérimentales en utilisant la microscopie électronique à transmission et la microscopie optique, obtenues pour un essai de traction à la température ambiante, ont été présentées dans ce chapitre (§ I.2.8.1, § I.2.8.2).

I.4. Modélisation du maclage

D'un point de vue théorique, les premiers modèles mécaniques (Chin 1975 ; Van Houtte, 1978) et plus récemment (Tome *et al.* 1991 ; Lebensohn et Tome 1994 ; Kalidindi 1998a ; Kalidindi 2001) se sont tout d'abord attachés au développement de la texture. En effet, une des premières manifestations du maclage est la texture cristallographique qui est très modifiée par la présence de maclage lorsque la fraction volumique de macles est élevée [Leffers 1996].

Le succès de la modélisation basée sur la plasticité cristalline pour décrire la réponse contrainte-déformation et le développement de la texture dans le cas des matériaux cubiques polycristallins se déformant uniquement par glissement (par exemple Lipinski et Berveiller 1989 ; Molinari *et al.* 1987 ; Paquin *et al.* 2001), ont conduit naturellement à son utilisation dans le cas du maclage, en particulier pour les métaux CFC à faible EFE (Staroselsky et Anand, 1998 ; Kalidindi 2001 ; Karaman *et al.* 2000 ; Cherkaoui 2003). L'emploi de la théorie de la plasticité cristalline est également motivé par le fait que le maclage peut être considéré comme un cisaillement se produisant sur des plans et des directions cristallographiques spécifiques comme le glissement (par exemple : les premiers travaux de Van Houtte (1978)). Les modèles qui en résultent diffèrent par l'écriture de la loi de comportement du grain focalisée sur un ou deux effets spécifiques de la déformation par maclage et le schéma

d'homogénéisation pour déterminer le comportement du polycristal à partir du comportement du grain.

I.4.1. Description du comportement local

L'effet du maclage sur le développement de la texture devient significatif aux niveaux élevés de la déformation. Pour les petites et modestes déformations, le premier effet des macles mécaniques est principalement (i) d'introduire une déformation additionnelle inélastique et (ii) de produire un écrouissage élevé contrairement à celui des métaux CFC à haute EFE.

Concernant le point (i), les efforts de la modélisation considérant que le glissement et le maclage mécanique contribuent à la déformation inélastique sont assez récents. Dans le modèle de Kalidindi (2001), avec l'aide d'hypothèses cinématiques, une distinction a été faite entre les lois d'écoulement pour le maclage et le glissement en impliquant les couplages appropriés entre les deux mécanismes inélastiques. Ainsi, l'auteur représente les contributions à la déformation plastique du glissement et du maclage dans les régions maclées et non maclées du cristal. Comme mentionné auparavant, pour les métaux CFC à faible EFE où les macles sont extrêmement minces (Asgari *et al.* 1997 ; Karaman *et al.* 2000 ; Remy 1975 ; Allain *et al.* 2004b), le glissement dans les macles est limité aux plans qui sont coplanaires avec le plan de macle et le maclage est extrêmement rare. En conséquence, Cherkaoui (2003) et Allain *et al.* (2004a, b) ajoutent l'hypothèse qu'il n'y a pas de glissement dans les régions maclées. Bien que la phase maclée soit CFC comme la matrice, une telle hypothèse peut être justifiée par la finesse des micromacles observées dans les alliages Fe-Mn-C à faible EFE (Allain *et al.* 2004b ; Remy 1975). La phase maclée ne contribue donc plus à la déformation. La prise en compte de la plasticité dans la zone maclée ne peut se justifier que si les macles sont épaisses comme les macles de recuit par exemple ou les macles de déformation dans les hexagonaux.

Pour ce qui concerne le point (ii), des modèles phénoménologiques ou à base physique pour décrire l'écrouissage à l'échelle du grain existent dans la littérature. Kalidindi (1998b) a proposé différentes lois pour chaque étape de la déformation pour capter le comportement complet d'écrouissage. Staroselsky et Anand (1998) ont pris en compte les interactions glissement-glissement, glissement-macles et macles-macles en utilisant trois lois d'écrouissage phénoménologiques de type saturant. En utilisant une

approche indépendante du temps et les outils micromécaniques appliqués aux inclusions ellipsoïdales à frontières mobiles, Cherkaoui (2003) propose un formalisme général pour prendre en compte les interactions entre le glissement et le maclage.

Pour améliorer la description physique des interactions glissement-macle, c'est-à-dire le fait que la formation des macles introduit des frontières additionnelles pour le glissement de dislocation, des approches (Rémy 1978 ; Karaman *et al.* 2001 ; Bouaziz et Guelton 2001 ; Allain *et al.* 2004b) basées sur les travaux de Kocks et Mecking (2003) associent l'écrouissage à l'évolution de la densité des dislocations tenant compte le stockage et la restauration dynamique des dislocations.

D'après Estrin et Mecking (1984), le terme du stockage lié au libre parcours moyen (LPM) des dislocations dépend de l'espacement entre les obstacles tels que les joints des grains et des macles. Ce genre d'approche nécessite d'estimer correctement la fraction volumique des macles et de distinguer les interactions entre les macles coplanaires et non coplanaires avec les systèmes de glissement. Kalidindi (2001) introduit la fraction volumique du maclage comme variable interne. La loi d'évolution de la fraction volumique du maclage est définie de manière similaire au glissement adoptant une simple loi puissance ; l'écrouissage latent résulte seulement des interactions glissement-macle qui sont représentées par une fonction phénoménologique de type saturante selon Staroselsky et Anand (1998). L'effort de modélisation le plus important pour introduire les aspects physiques du comportement de l'écrouissage pour les métaux CFC à faible EFE est le travail d'Allain *et al.* (2004a, b). Dans leur modèle, les densités de dislocation stockées dans chaque système du glissement et la fraction volumique du maclage pour chaque système de macle sont prises comme des variables internes décrivant l'évolution de la microstructure pendant la déformation.

L'évolution de la fraction volumique du maclage décrit la nucléation des macles et intègre les observations expérimentales de la microstructure. Les interactions macle-glissement sont basées sur l'évolution du LPM des dislocations tenant compte de l'organisation spatiale tridimensionnelle des macles dans un grain. Cependant, l'augmentation de la résistance au maclage avec la déformation est négligée et le nombre maximal de systèmes de maclage actifs est imposé à deux.

I.4.2. Méthodes d'homogénéisation utilisées

Concernant, la transition d'échelle du comportement du grain au comportement du polycristal, des procédés d'homogénéisation de type Taylor (Van Houtte 1978 ; Bouaziz et Guelton 2001 ; Allain *et al.* 2004b) ou autocohérente (Lebensohn et Tome 1994 ; Karaman *et al.* 2000 ; Kalidindi 2001 ; Cherkaoui 2003) ont été utilisés dans le contexte d'un comportement rigide-plastique, élastoplastique ou viscoplastique. À notre connaissance, seulement Tome *et al.* (2001) pour le Zirconium, Parisot *et al.* (2000) pour le zinc et Staroselsky et Anand (1998) pour les métaux CFC à faible EFE ont réalisé des modélisations par éléments finis sur des agrégats polycristallins. Aucun modèle prenant en compte à la fois la déformation élastique, la déformation viscoplastique liée au glissement thermiquement activé des dislocations et la déformation plastique par maclage, c'est-à-dire donnant lieu à un comportement élastoviscoplastique n'existent aujourd'hui.

Conclusion

En conclusion, l'ensemble des expériences précédemment citées fait apparaître les différents aspects du maclage mécanique et de l'effet TWIP. Dans les structures CFC, l'apparition du maclage mécanique comme mode de déformation concourant au glissement dépend essentiellement de la valeur de l'énergie de faute d'empilement, de la température, composition chimique, taille de grain et la contrainte appliquée. Ces paramètres n'étant pas tous indépendants. La formation d'une macle mécanique a pour effet d'engendrer des frontières additionnelles au mouvement des dislocations réduisant le libre parcours moyen des dislocations conduisant ainsi à une forte augmentation de l'écrouissage. Cette dernière résulte donc principalement des interactions entre les systèmes de maclage/glissement. Ces interactions sont anisotropes et dépendent de la distribution et de l'orientation des macles dans la matrice austénitique. Le rôle des interactions macles/macles sur l'écrouissage reste à éclaircir.

Ainsi, en vue de développer un modèle prédictif du comportement mécanique des aciers TWIP pour différents modes de déformation, il est essentiel d'intégrer l'organisation multi échelles des macles et l'anisotropie des interactions entre les systèmes de maclage et les systèmes de glissement. La plasticité cristalline et les techniques d'homogénéisation sont des outils bien adaptés pour intégrer ces aspects. Cependant, dans toutes les modélisations proposées aujourd'hui l'occurrence du

maclage est reliée à la valeur de l'EFE. Or, de nombreuses expériences montrent que la compétition entre glissement cristallographique et maclage est aussi lié au caractère thermiquement activé du glissement cristallographique, souvent négligé dans les modèles de comportement. Notons que les modèles viscoplastiques prennent en compte partiellement cet effet température-vitesse de déformation sur l'activation du maclage mais néglige alors l'élasticité du matériau ce qui est rédhibitoire dès lors que l'on s'intéresse aux contraintes internes. Dans ce travail, nous nous proposons de développer un modèle de comportement prédictif du comportement d'aciers austénitiques à effet TWIP sous chargements complexes intégrant 3 modes de déformation : la déformation élastique, la déformation viscoplastique due au glissement cristallographique thermiquement activé et la déformation plastique due au maclage. Basé sur les mécanismes physiques de déformation et d'écrouissage, ce modèle doit également permettre de clarifier le rôle des macles primaires et secondaires sur l'écrouissage du matériau. Ce modèle est exposé au chapitre 2.

Chapitre II :

Modélisation du comportement des aciers austénitiques Fe-Mn-C à effet TWIP

II. Modélisation du comportement des aciers austénitiques Fe-Mn-C à effet TWIP

Introduction

Dans ce chapitre, la première partie est consacrée à la présentation du modèle théorique proposé pour décrire le comportement des aciers austénitiques à effet TWIP ayant une faible EFE au cours d'un chargement thermomécanique. Ainsi, on décrit successivement les lois monocristallins puis la loi d'interaction élastique-viscoplastique et le procédé d'homogénéisation pour les transitions d'échelles. La deuxième partie sera consacrée à la discussion des résultats de la modélisation à différentes échelles (systèmes du glissement et maclage, grain et l'échelle du polycristal). De plus, la compétition entre le glissement et le maclage est particulièrement analysée et corrélée avec les données expérimentales obtenues par Allain *et al.* (2004a) sur l'acier austénitique Fe-22 %Mn-0.6 %C à faible EFE. Finalement, on termine ce chapitre par une conclusion préliminaire.

II.1. Modèle théorique proposé

II.1.1. Introduction

Dans le cadre de cette thèse, nous formulons un modèle de comportement dépendant de la vitesse de déformation qui prend en compte le glissement thermiquement activé et le maclage pour décrire le comportement mécanique et l'écrouissage des aciers austénitiques à faible EFE. Nous nous sommes en particulier intéressés aux aciers Fe-22 %Mn0.6 %C qui se déforment par maclage et glissement cristallographique à température ambiante bien que le modèle proposé puisse être appliqué à d'autres matériaux présentant ces deux modes de déformation. Le glissement est considéré comme thermiquement activé car dans ces aciers, l'obstacle prédominant aux mouvements des dislocations est le frottement lié à la présence d'atomes en solution solide. Se fondant sur une analyse micromécanique et les techniques d'homogénéisation, le modèle présenté dans cette étude consiste à relier la microstructure, le comportement de chaque grain et les interactions mécaniques entre les grains, au comportement du polycristal.

II.1.2. Bilan des effets du maclage à l'échelle du grain

D'après l'étude biobibliographique présentée dans le chapitre précèdent, l'intégration des caractéristiques du maclage pour représenter le comportement du grain dans le formalisme de la plasticité cristalline déjà développé pour les métaux CFC à haute EFE doit intégrer les aspects suivants :

a. la contribution du glissement et du maclage à la déformation inélastique
b. la redistribution de contraintes dans un grain dû à la présence des macles mécaniques
c. l'écrouissage additionnel et anisotrope dû au maclage des systèmes de glissement non coplanaires aux systèmes de maclage
d. l'augmentation de la résistance au maclage
e. la réorientation des régions maclées
f. la détermination des systèmes de maclage actifs
g. la cinétique de la fraction volumique des macles
h. la compétition entre le glissement et le maclage comme modes de déformation.

II.1.3. Description de la modélisation

L'objectif de cette modélisation est d'analyser avec précision la courbe d'écrouissage en relation avec les mécanismes de déformation inélastiques, leurs interactions et leurs impacts sur l'évolution de la microstructure telle qu'observée expérimentalement par Allain *et al.* (2004b). Le modèle actuel est une prolongation d'une modélisation polycristalline préalablement développée dans la thèse de Stéphane Berbenni [Berbenni *et al.* 2004] qui permet de traduire l'effet de la vitesse de déformation sur le comportement des aciers CC. Nous avons adapté le modèle de Berbenni *et al.* (2004) aux métaux de structure CFC et introduit la déformation par maclage. Le modèle proposé, formulé en petites déformations, est basé sur un processus d'homogénéisation inspiré des méthodes autocohérentes et de champs translatés développées pour le comportement élastique-viscoplastique de matériaux hétérogènes (Sabar *et al.* 2002, Favier *et al.* 2003).

Les lois de comportement du grain considèrent trois mécanismes de déformation : l'élasticité instantanée, la plasticité dépendante de la vitesse de déformation liée au

glissement thermiquement activée et la plasticité indépendante de la vitesse de déformation due au maclage. Cependant, pour faciliter le couplage entre les deux mécanismes de déformation inélastiques et pour une manipulation numérique plus facile, une formulation viscoplastique est utilisée pour décrire l'évolution des taux de la fraction volumique du maclage. Ce type de formulation est classiquement utilisée dans le cas de la plasticité par glissement seul (par exemple Asaro et Needleman 1985 ; Tabourot *et al.* 1997, Paquin *et al.* 2001).

En utilisant le formalisme de la plasticité cristalline et selon Karaman *et al.* (Karaman *et al.* 2000) et Allain *et al.* (Allain *et al.* 2004b), les mécanismes du glissement et du maclage ont été incorporés grâce à deux types de variables internes : les densités de dislocations associées aux systèmes de glissement et les fractions volumiques des macles liés aux systèmes de maclage. Ainsi, les équations constitutives présentes tendent à incorporer les descriptions physiques déduites de l'analyse expérimentale pour traiter les points mentionnés ci-dessus (a –> h) excepté les points (b et e) qui ne sont pas considérés dans cette étude.

En ce qui concerne le point b, les contraintes internes intragranulaires dues au maclage sont certainement importantes conduisant à un effet Baushinger. Le travail de Karaman *et al.* (2001) a montré cet effet sur un monocristal d'un acier Hadfield. Cependant, l'analyse des contraintes internes dans un grain dues au maclage pour les aciers Fe-Mn-C nécessite plus d'investigations expérimentales pour fournir les informations nécessaires et la validation des efforts de la modélisation.

Pour ce qui concerne le point e, aucune réorientation des macles n'est considérée parce que cette étude traite du domaine des faibles et moyennes déformations et ne s'intéresse pas au développement de la texture. Le couplage entre le glissement et le maclage intervient dans la modélisation au travers la réduction du libre parcours moyen des dislocations due à l'apparition des macles.

Dans notre modèle, nous prenons le polycristal comme un volume élémentaire représentatif soumis à des conditions aux limites homogènes en contraintes ou en vitesses de déformation. Le polycristal est constitué d'un ensemble d'orientations de grain. Les fluctuations des champs mécaniques de grain à grain sont affectées par l'anisotropie plastique des mécanismes de déformation inélastiques : glissement cristallographique et maclage. Ces mécanismes sont introduits dans une équation

comportementale tridimensionnelle du grain en utilisant le formalisme de plasticité cristalline comme mentionné auparavant. Les variables internes sont définis en moyenne sur le grain (§ II.1.4). Par ailleurs, un schéma de type autocohérent utilisant la technique des «champs translatés » dans le cas de matériaux hétérogènes élastiques-viscoplastiques est utilisé pour la transition d'échelle micro-macro (§ II.1.5).

II.1.4. Lois décrivant le comportement du grain

Dans l'hypothèse des petites déformations, la déformation moyenne totale ε d'un grain se décompose en déformation élastique ε^e et viscoplastique ε^{vp}. Nous supposons que les propriétés matérielles sont homogènes, isotropes, linéairement élastiques, représentées par le module de cisaillement μ et le coefficient de Poisson ν.

Les contraintes d'un grain σ sont ainsi liées aux déformations élastiques par les modules élastiques c et la relation inverse fait intervenir les souplesses élastiques s :

$$\varepsilon_{ij}^e = s_{ijkl}\sigma_{kl}\,,\ \sigma_{ij} = c_{ijkl}\varepsilon_{kl}^e \qquad \text{(II. 1)}$$

Les vitesses de déformation viscoplastiques $\dot{\varepsilon}^{vp}$ sont reliées aux contraintes σ selon une formulation sécante :

$$\dot{\varepsilon}_{ij}^{vp} = m_{ijkl}(\sigma)\sigma_{kl} \qquad \text{(II. 2)}$$

Dans l'équation (II. 2), le tenseur des complaisances viscoplastiques m (ou son inverse équivalent, le tenseur des modules viscoplastiques $b = m^{-1}$) dépendent des variables internes et des mécanismes de la déformation inélastiques, glissement et maclage, qui sont introduits en utilisant la théorie de la plasticité cristalline. Ainsi, le tenseur des vitesses de déformation viscoplastique est obtenu en calculant la moyenne volumique du tenseur des vitesses de déformation viscoplastique dans la matrice (régions non maclées) et dans les régions maclées suivant les travaux de nombreux auteurs (Kalidindi 1998, 2001 ; Cherkaoui 2003 ; Allain *et al.* 2004b) :

$$\dot{\varepsilon}_{ij}^{vp} = \left(1 - \sum_h^{N^{(h)}} f^{(h)}\right) \sum_g^{N^{(g)}} R_{ij}^{(g)} \dot{\gamma}^{(g)} + \sum_h^{N^{(h)}} R_{ij}^{(tw)(h)} \dot{f}^{(h)} \gamma^{tw} \qquad \text{(II. 3)}$$

où $R_{ij}^{(g,tw)} = \frac{1}{2}\left(m_i^{(g,tw)} n_j^{(g,tw)} + m_j^{(g,tw)} n_i^{(g,tw)}\right)$ est le tenseur de Schmid associé aux systèmes de glissement ou aux systèmes du maclage, $\dot{\gamma}^{(g)}$ est le vitesse de glissement du système (g), $f^{(h)}$ est la fraction volumique des régions maclées associées au système (*h*), γ^{tw} est le cisaillement lié au maclage, $N^{(s)}$ et $N^{(h)}$ représentent le nombre de systèmes potentiellement actifs du glissement et du maclage respectivement. Dans le cas des structures Cubiques à Faces Centrées (CFC), 12 systèmes de maclage intrinsèques {111}<-211> (les 12 systèmes de maclage extrinsèques ne sont pas considérés dans cette étude) et 24 systèmes de glissement {110}<111> sont possibles. Notons que le cisaillement lié au maclage γ^{tw} est égale à 0,707 pour les systèmes de maclage intrinsèques (γ^{tw} est égale à 0,35 pour les systèmes de maclage extrinsèques).

Le premier terme de l'équation II. 3 est associé à la contribution du glissement à la déformation plastique dans les régions non maclées. En raison du mouvement thermiquement activé des dislocations, le glissement est considéré dépendant de la vitesse de déformation. Le deuxième terme représente la déformation liée au maclage dû à la nucléation et croissance de nouvelles macles. Malgré le fait que le maclage soit plutôt un mécanisme insensible à la vitesse de déformation (Venables, 1961 ; Karaman *et al.* 2000 ; Meyers *et al.* 2001), pour coupler les deux mécanismes de déformation inélastique dans un seul schéma, la déformation du maclage est représentée dans un formalisme dépendant de la vitesse (§ II.1.6.3).

L'équation II. 3 suppose qu'une fois formée, la phase maclée ne contribue plus à la déformation par glissement et que seule la matrice qui représente une fraction de phase égale à $\left(1 - \sum_{h}^{N^{(h)}} f^{(h)}\right)$ dans un grain donné se déforme par glissement. C'est une hypothèse raisonnable pour les métaux CFC où les macles sont extrêmement minces (Asgari *et al.* 1997 ; Allain *et al.* 2004b). D'ailleurs, comme déjà mentionné, la modélisation actuelle ignore la réorientation des régions maclées. Ce choix permet d'éviter le calcul de la réorientation de la phase maclée coûteux en temps [Karaman *et al.* 2000b] mais indispensable dans le cas de macles épaisses [Lebensohn et Tomé 1993].

Cependant, bien que cette étude ne s'intéresse pas au développement de la texture avec la déformation, la rotation des grains due au glissement est représentée. Ce choix

est motivé par le fait que la rotation d'un grain influence l'activation du maclage comme démontré par Yang *et al.* (2006). Suivant les travaux de Bunge (1968), les dérivés des angles d'Euler sont donnés par :

$$\begin{aligned}
\dot{\varphi}_1 &= \frac{\sin\varphi_2}{\sin\phi}\cdot\dot{\omega}^e_{13} - \frac{\cos\varphi_2}{\sin\phi}\cdot\dot{\omega}^e_{21} \\
\dot{\varphi}_2 &= \cos\phi\cdot\left(\frac{\cos\varphi_1}{\sin\phi}\cdot\dot{\omega}^e_{13} + \frac{\sin\varphi_1}{\sin\phi}\cdot\dot{\omega}^e_{23}\right) + \dot{\omega}^e_{21} \\
\dot{\phi} &= -\cos\varphi_2\cdot\dot{\omega}^e_{23} + \sin\varphi_2\cdot\dot{\omega}^e_{13}
\end{aligned} \qquad \text{(II. 4)}$$

où $\varphi_1, \varphi_2, \phi$ sont les angles d'Euler et $\dot{\omega}^e$ est la vitesse de rotation du réseau cristallin.

Les grains sont supposés sphériques et l'évolution de leur forme pendant l'écoulement plastique est négligée. Dans ce cas, la rotation locale est simplement égale à la rotation globale :

$$\dot{\omega}_{ij} = \dot{\Omega}_{ij} \qquad \text{(II. 5)}$$

Dans les essais mécaniques étudiés, $\dot{\Omega}$ est égal à zéro.

Par ailleurs: $\dot{\omega}^e_{ij} = \dot{\omega}_{ij} - \dot{\omega}^{vp}_{ij}$ (II. 6)

$$\dot{\omega}^{vp}_{ij} = \left(1 - \sum_n^{N^{tw}} f^{(h)}\right)\sum_g R^{\perp(g)}_{ij}\dot{\gamma}^{(g)} \qquad \text{(II. 7)}$$

où $R_{ij}{}^{\perp(g)} = \frac{1}{2}\left(m_i^{(g)}n_j^{(g)} - m_j^{(g)}n_i^{(g)}\right)$ (II. 8)

Afin de compléter la description de la loi d'écoulement plastique, nous devons maintenant déterminer les fonctions constitutives spécifiques pour la vitesse de glissement et le taux de la fraction volumique du maclage sur les systèmes. Toutes les deux dépendent de l'état de contrainte local σ représenté par la contrainte de cisaillement résolue sur un système *(g)* qui s'écrit :

$$\tau^{(g)} = R^{(g)}_{ij}\sigma_{ij} \qquad \text{(II. 9)}$$

Notons que les contraintes internes dus aux empilements de dislocations et à la présence des macles sont négligées. Nous sommes conscients que la redistribution de la contrainte entre la matrice et les régions maclées joue un rôle important sur l'activation du glissement et du maclage au cours de la déformation. La prise en compte de ces

contraintes intragranulaires constitue une suite de ce travail suivant par exemple le travail de Cherkaoui (2003).

II.1.5. Déformation par glissement cristallographique

II.1.5.1. Vitesse de glissement

La vitesse de glissement cristallographique d'un système du glissement est donnée par une loi de type d'Arrhenius, fortement non linéaire avec la contrainte (Kocks *et al.* 1975) représentant la sensibilité du glissement à la température et à la vitesse de déformation. D'après Berbenni *et al.* (2004) pour une approche multi système, la vitesse de glissement s'écrit :

$$\dot{\gamma}^{(g)} = \dot{\gamma}_0 \left(\frac{\tau^{(g)}}{\mu} \right)^2 \exp\left(-\frac{\Delta G_0}{kT} \left(1 - \left(\frac{\left|\tau^{(g)}\right|}{\tau_r^{(g)}} \right) \right) \right) sign\left(\tau^{(g)}\right) \qquad \text{(II. 10)}$$

où $\dot{\gamma}_0$ est une vitesse de référence, μ est le module de cisaillement, ΔG_0 est l'énergie d'activation requise pour franchir un obstacle sans l'aide d'une contrainte (quand $\tau = 0$), T est la température absolue, k est la constante de Boltzmann, $\tau_r^{(g)}$ est une cission de référence décrivant l'état de l'écrouissage.

Dans une étude expérimentale récente, Allain (2002) montre que l'acier Fe-22%Mn-0.6 %C étudié dans ce mémoire présente une diminution de la limite élastique avec l'augmentation de la température classiquement observée pour les alliages austénitiques (Champier et Saada 1968 ; Fréchard 2003) et en particulier pour les aciers Fe-Mn-C (Rémy 1975 ; Lim et Kim 1991 ; Hong et Han 1995).

Aux faibles déformations, dans les métaux CFC à faible EFE, les macles ne sont pas encore activées et la limite élastique est seulement contrôlée par le glissement (Karaman *et al.* 2000 ; Allain *et al.* 2002a). Plus précisément, on observe un premier domaine à basse température (au-dessous de 250 K) où la limite élastique varie rapidement avec la température. Aux températures plus élevées (au-dessus de 250 K), une plus faible évolution est remarquée conduisant à un palier quasi-constant athermique. Allain (2002) a constaté que la valeur $\Delta G0 = 1.6\ 10^{-19}$ J (1 eV) donne une bonne corrélation avec la réponse macroscopique expérimentale contrainte-température pour la température au-dessus de 250 K. Cette valeur correspond à $0.15\ \mu b^3$ (où b est

l'amplitude du vecteur de Burgers, *b=0,256 nm*) montrant que, au premier stade de la déformation, les obstacles au glissement des dislocations dominants sont des obstacles faibles dus au frottement des dislocations avec le réseau enrichi par les atomes en solution solide. Dans ce travail, nous nous intéressons à ce domaine de température, c'est pourquoi nous avons pris pour notre modélisation, la même valeur de l'énergie d'activation que celle proposée par Allain.

II.1.5.2. Relations d'écrouissage pour le glissement

La cission de référence $\tau_r^{(g)}$, pour un système de glissement *(g),* représente la résistance moyenne des obstacles à courte et moyenne distances à 0 K. Dans les aciers étudiés ici, ces obstacles correspondent, au premier stade de la déformation, aux atomes en solution solide et aux dislocations de la forêt pour des déformations plus élevées. La valeur de la cission de référence change avec l'évolution des densités des dislocations de la forêt $\rho^{(h)}$. Elle est donnée pour une approche multi systèmes (Franciosi 1985) comme:

$$\tau_r^{(g)} = \tau_{r0}^{(g)} + \alpha\mu b\sqrt{\sum_h a^{(gh)}\rho^{(h)}} \qquad \text{(II. 11)}$$

Le premier terme, $\tau_{r0}^{(g)}$ est la cission de référence initiale sur le système (g) représentant la résistance du glissement due aux atomes en solution solide. Il est choisi identique sur tous les systèmes de glissement et tous les grains. Le second terme, α est une constante qui caractérise la résistance de la forêt ($0 < \alpha < 1$) typiquement $\alpha = 0.5$ (Berbenni *et al.* 2004). $a^{(gh)}$ est la matrice d'interaction symétrique (12×12) glissement-glissement inspirée du travail de Franciosi (1985).

La modélisation de l'écrouissage prend en compte la création et l'annihilation des dislocations. L'évolution de la densité totale de dislocations $\dot{\rho}^{(g)}$ du système de glissement (g) peut s'écrire comme (Kocks et Mecking 2003 ; Tabourot *et al.* 1997) :

$$\dot{\rho}^{(g)} = \frac{1}{b}\left(\frac{1}{L^{(g)}} - \beta\rho^{(g)}\right)\left|\dot{\gamma}^{(g)}\right| \qquad \text{(II. 12)}$$

où β est une constante représentative du taux de restauration dynamique et considérée constante avec la température en première approximation. $L^{(g)}$ représente le libre parcours moyen (LPM) des dislocations du système (g) qui est la moyenne

harmonique des distances entre les obstacles rencontrés par ce système (Estrin et Mecking 1984). Ce concept fournit un cadre naturel pour, en plus des interactions entre dislocation-dislocation et les joints de grain habituellement prises en compte, incorporer les joints de macles comme des barrières au mouvement de dislocation. Le libre parcours moyen des dislocations est ainsi déterminé par :

$$\frac{1}{L^{(g)}} = \frac{1}{D} + \frac{1}{T^{(g)}} + \frac{\sqrt{\sum_{i \neq g} \rho^{i}}}{K} \qquad \text{(II. 13)}$$

où D est la taille moyen de grain, K est un paramètre à ajuster et $T^{(g)}$ représente l'espacement entre les micromacles sécantes au système de glissement (g). Son expression prend en compte la microstructure des macles et sera donnée dans la section suivante. Notons que cette formulation suppose que les deux types de frontières présentent une résistance au mouvement des dislocations équivalente bien que les joints de grain soient, en réalité, des barrières plus fortes que les macles.

Finalement, la loi d'évolution pour $\tau_r^{(g)}$ s'écrit:

$$\dot{\tau}_r^{(g)} = \sum_h H^{(gh)} \left| \dot{\gamma}^{(h)} \right| \qquad \text{(II. 14)}$$

où $H^{(gh)}$ est la matrice de l'écrouissage qui traduit la nature anisotrope des interactions entre les systèmes de glissement (g) et (h) et peut être donnée d'après (Berbenni *et al.* 2004) :

$$H^{(gh)} = \frac{\alpha\mu}{2\sqrt{\sum_k a^{gk} \rho^{(k)}}} a^{gh} \left(\frac{1}{L^{(h)}} - \beta \rho^{(h)} \right) \qquad \text{(II. 15)}$$

II.1.6. Déformation par maclage

II.1.6.1. Taux de cisaillement du maclage

D'après l'équation II. 3, le taux du "cisaillement du maclage" $\dot{\gamma}^{tw(h)}$ du système de macle (h) est relié à la fraction volumique de macle $\dot{f}^{(h)}$ du système (h) par :

$$\dot{\gamma}^{tw(h)} = \dot{f}^{(h)} \gamma^{tw} \qquad \text{(II. 16)}$$

Les fractions volumiques des macles sont considérées comme des variables internes. La définition de $f^{(h)}$ mène aux restrictions suivantes :

- $f^{(h)} \geq 0$; la fraction volumique de macle ne peut pas être négative.
- $\sum_{h}^{N} f^{(h)} \leq 1$; quand un certain nombre N^{tw} de systèmes de macles est actif, la fraction volumique totale ne peut pas excéder le volume du grain lui-même.
- $\dot{f}^{(h)} \geq 0$; le dé-maclage n'est pas autorisé dans l'approche actuelle.

Avant d'aller plus loin sur la loi d'évolution de la fraction volumique de macle, nous avons besoin de préciser comment le maclage se produit et modifie le comportement de l'écrouissage grâce aux observations expérimentales de la morphologie et de l'organisation des macles. Nous avons montré les observations expérimentales de la morphologie et de l'organisation des macles à différentes échelles dans le chapitre I (§ I.6, § I.7). Dans ce chapitre, nous intégrons, dans la modélisation, ces observations.

II.1.6.2. Organisation du maclage

Comme mentionné dans le chapitre I (§ I.2.8.2), les macles sont organisées dans des faisceaux ou paquets de micromacles et agissent comme des barrières au glissement de dislocation. Ainsi, l'espacement entre deux paquets de micromacles est pris en compte dans le calcul du LPM des dislocations et est écrit comme :

$$\frac{1}{L^{(g)}} = \frac{1}{D} + \frac{1}{T^{(g)}} + \frac{\sqrt{\sum_{i \neq g} \rho^{i}}}{k} \qquad \text{(II. 17)}$$

où $T^{(g)}$ est calculé en utilisant le formalisme proposé par Allain *et al.* (2004a) :

$$\frac{1}{T^{(g)}} = B^{gh} \frac{1}{d_h} \qquad \text{(II. 18)}$$

où d_h est la distance entre deux paquets de micromacles d'un système de maclage donné (h), B^{gh} représente la matrice d'interaction entre systèmes de glissement et de maclage définie comme :

- $B^{gh} = 0$ si les systèmes de glissement (g) et de maclage (h) sont coplanaires.
- $B^{gh} = 1$ si les systèmes (g) et (h) sont sécants.

Cette matrice d'interaction glissement-maclage permet de prendre en compte le fait que le maclage durcit préférentiellement les systèmes de glissement qui sont non coplanaires au système de maclage actif. La distance entre les paquets coplanaires de micromacles est calculée en utilisant la relation stéréologique de Fullman modifiée et proposée par Allain *et al.* (2004a) pour intégrer l'approche multi-systèmes:

$$\frac{1}{d_h} = \frac{f^{(h)}}{2re(1-\sum_{h=1}^{12} f^{(h)})} \qquad \text{(II. 19)}$$

où r est le nombre moyen de micromacles par paquet, e est l'épaisseur moyenne des micromacles. Notons que l'organisation des paquets est explicitement intégrée dans les paramètres r et e. L'épaisseur de la micromacle e est choisie constante pour tous les systèmes du maclage. Selon les données expérimentales effectuées par Allain (2002) l'épaisseur moyenne de la micromacle est autour de 30 nm et le nombre moyen des micromacles par paquet a été estimé à 5.

Finalement, d'après les équations (II. 17, II. 18, II.19), le LPM s'écrit :

$$\frac{1}{L^{(g)}} = \frac{1}{D} + B_{gh}\frac{f^{(h)}}{2re(1-\sum_{h=1}^{12} f^{(h)})} + \frac{\sqrt{\sum_{i\neq g}\rho^i}}{k} \qquad \text{(II. 20)}$$

Les index (g) et (h) sont associés aux systèmes de glissement et de maclage respectivement. Finalement, nous pouvons dire que le couplage entre la plasticité et le maclage intervient seulement par la réduction du LPM comme défini dans l'Eq (II. 20).

II.1.6.3. Cinétique de maclage

Les équations précédentes dépendent des fractions volumiques de macles sur les divers systèmes de maclage. Une loi d'évolution de ces variables internes est ainsi requise pour le calcul du LPM de dislocation et de la déformation inélastique totale du grain. Les grandeurs qui agissent sur l'augmentation de la fraction volumique de macles ne sont pas encore complètement définies.

Par souci de simplicité et suivant beaucoup d'auteurs (Doquet, 1993 ; Kalidindi 1998 ; Schlögl *et* Fischer 1996 ; Marketz *et al.* 2003), nous avons utilisé une loi de type puissance pour décrire l'évolution de la fraction volumique du maclage. Cette loi est similaire à celle utilisée classiquement pour décrire l'évolution du glissement (par exemple Asaro et Needleman 1985) dans une approche viscoplastique. Finalement, le taux de fraction volumique de macles pour un système de maclage donné (*h*) s'écrit :

Si $\tau^{tw(h)} \leq \tau_c^{tw(h)}$ puis $\dot{f}^{(h)} = 0$

$$\tau^{tw(h)} > \tau_c^{tw(h)} \quad \text{puis} \quad \dot{f}^{(h)} = \dot{f}_0 \left(1 - \sum_{t=1}^{12} f^{(t)}\right) \left(\frac{\tau^{tw(h)}}{\tau_c^{tw(h)}}\right)^m \qquad \text{(II. 21)}$$

où $\dot{f}_0$ est un taux de fraction volumique du maclage de référence, $\tau_c^{tw(h)}$ représente la cission critique du maclage. *1/m* est la sensibilité du matériau à la vitesse. Lorsque $m \to \infty$, la loi puissance décrit un mécanisme indépendant de la vitesse (Kalidindi 1998 ; Schlögl et Fischer 1997 ; Karaman *et al.* 2000).

II.1.6.4. Relations d'écrouissage pour le maclage

La cission critique initiale $\tau_c^{tw(h)}$ pour le maclage dépend de plusieurs paramètres. Certains sont des paramètres internes tels que la taille de grain, l'état de contrainte local, le glissement précurseur accumulé, l'épaisseur des macles (Armstrong 1968), l'EFE, les mécanismes de nucléation (dislocation piles-up, glissement multiple …) et d'autres sont des paramètres externes, tels que la température, la vitesse de déformation (Christian et Mahajan 1995 ; Meyers *et al.* 2001). Il est difficile d'analyser l'effet de ces paramètres externes sur la contrainte critique de maclage car ils influencent également les paramètres internes et le glissement accompagnant le maclage.

Toutefois, nous avons discuté dans le chapitre I (§ I.2.6.5) l'effet de l'EFE sur l'occurrence du maclage. Il est du premier ordre dans les matériaux CFC à faible EFE. En conséquence, pour notre modélisation, suivant les travaux de nombreux auteurs (Venables 1964 ; Christian 1969, Franciosi *et al.* 1993 ; Lubenets *et al.* 1985), $\tau_c^{tw(h)}$, la contrainte critique du maclage est donnée par une fonction qui dépend uniquement l'EFE, grandeur qui dépend elle-même de la température:

$$\tau_c^{tw(h)} = \tau_{c0}^{tw} + \frac{\Gamma(T)}{b_{112}} \qquad \text{(II. 22)}$$

où b_{112} est le vecteur de Burgers des dislocations partielles de Shockley, τ_{c0}^{tw} est un paramètre à ajuster qui tient compte de tous les autres effets précédemment mentionnés et $\Gamma(T)$ est l'énergie de faute d'empilement. Puisque le comportement en traction est simulé aux deux températures, *298K* et 673*K*, deux valeurs de $\Gamma(T)$, $\Gamma(298K) = 18\ mJm^{-2}$ et $\Gamma(673K) = 80\ mJm^{-2}$, données par Allain (2002) ont été utilisées dans le modèle actuel.

L'évolution de la cission critique de maclage avec la déformation est représentée suivant une loi proposée par Kalidindi (2001) :

$$\dot{\tau}_c^{tw(t)} = \underbrace{h_{ncp}^{tw}\left(\sum_{t=1}^{12} f^{(t)}\right)^{\alpha} \underbrace{\sum \gamma^{tw}\dot{f}^{(k)}}_{K \in \text{ système de macle non-coplanaire avec } h}}_{\text{Terme non coplanaire}} + \underbrace{h_{cp}^{tw}\left(\sum_{t=1}^{12} f^{(t)}\right) \underbrace{\sum \gamma^{tw}\dot{f}^{(k)}}_{K \in \text{ système de macle coplanaire avec } h}}_{\text{Terme coplanaire}} \qquad \text{(II. 23)}$$

où α, h_{ncp}^{tw} et h_{cp}^{tw} sont les paramètres qui doivent être ajustés. Bien que cette loi soit empirique, l'avantage principal de l'équation (II. 23) est de traduire les interactions macles-macles et de distinguer les systèmes de macles coplanaires et non coplanaires. En outre, Kalidindi (2001) soutient que cette loi est requise pour décrire l'activité séquentielle du maclage. Ce point sera discuté dans la section II.2.4. Le premier terme de l'équation représente l'écrouissage dû à la production des macles non coplanaires (la réduction du "libre parcours moyen" des macles). Le second terme représente l'écrouissage dû à la production des macles coplanaires. Il traduit la difficulté croissante à créer de nouvelles macles dans une région non maclée qui ne cesse de diminuer avec l'augmentation de la déformation par maclage. Dans cette modélisation, l'influence du glissement cristallographique sur la résistance au maclage n'est pas prise en compte car il est communément admis qu'il reste faible.

II.1.7. Approximation de type autocohérente du comportement élastique-viscoplastique des matériaux hétérogènes

II.1.7.1. Introduction

L'anisotropie plastique des cristaux quand ils sont regroupés en agrégats polycristallins conduit au développement d'interactions intergranulaires qui sont des sources de contraintes internes. Ainsi, au moins au premier stade de la déformation, l'hétérogénéité micromécanique est principalement le résultat des différentes interactions entre grains. Pour prendre en compte cette hétérogénéité intergranulaire, des modèles micromécaniques basés sur les problèmes d'inclusions multiples pour lesquels le comportement est supposé uniforme ont été générés. Selon les hypothèses adoptées, concernant la forme des inclusions et les différents comportements mécaniques pour les inclusions et la matrice, différents types de modèles ont vu le jour, donnant lieu à différents comportements globaux.

Parmi les modèles avancés, on peut citer les modèles autocohérents qui décrivent avec succès le comportement des matériaux polycristallins. Ces modèles sont aujourd'hui bien établis dans le cas de comportements "simples" c'est-à-dire dans les cas où la loi de comportement global a la même structure que la loi de comportement locale. C'est le cas de la thermoélasticité linéaire (Hershey 1954 ; Kröner 1958), de la viscoplasticité (Hutchinson 1976 ; Molinari *et al.* 1987) et de l'élastoplasticité (Hill 1965 ; Berveiller et Zaoui 1979 ; Weng 1980 ; Lipinski et Berveiller 1989).

Dans le cas d'un comportement élastique-viscoplastique où la loi de comportement locale présente différents ordres de dérivation, on constate que la forme de la loi de comportement globale diffère de la forme locale. Cette différence est liée à la présence d'un couplage espace-temps et un "effet de mémoire longue" (Suquet (1985)). Différentes approches ont alors été proposées pour représenter les interactions complexes élastiques-viscoplastiques entre les hétérogénéités (Laws et Mclaughlin 1978 ; Weng 1981 ; Nemat et Obata 1986 ; Harren 1991 ; Masson et Zaoui 1999 ; Brenner *et al.* 2002 ; Kouddane *et al.* 1993 ; Paquin *et al.* 1999 ; Sabar *et al.* 2002).

Dans le modèle discuté ici, nous avons utilisé l'approche récemment proposé par (Sabar *et al.* 2002 ; Favier *et al.* 2003) et appliqué aux polycristaux (Berbenni *et al.*2004). Cette méthode fournit une formulation mécanique complète basée sur les champs translatés, les opérateurs de projection et l'approximation auto cohérente des

équations intégrales. Cette formulation a été comparée avec d'autres formulations (Reuss (1929) et Taylor (1938)) limitées à la viscoplasticité, et à des estimations autocohérentes récentes comme celle de Masson-Zaoui (1999). Les résultats de ces comparaisons sont donnés dans Sabar *et al.* (2002) et Favier *et al.* (2003) dans le cas d'un polycristal CFC isotrope non linéaire.

II.1.7.2. Présentation du modèle utilisé

Considérant un milieu élastique-viscoplastique avec un module élastique homogène C (et la complaisance élastique homogène $S=C^{-1}$) et une complaisance viscoplastique hétérogène m (modules $b = m^{-1}$), le problème est traité dans le cadre de l'équilibre quasi statique sans forces volumiques et dans l'hypothèse des petites perturbations. Les équations constitutives locales définies dans la section II.1.4 sont rappelées ici :

$$\begin{aligned} \dot{\varepsilon} &= S : \dot{\sigma} + \dot{\varepsilon}^{vp} \\ \dot{\varepsilon}^{vp} &= m(\sigma) : \sigma \end{aligned} \qquad \text{(II. 24)}$$

où ":" dénote le produit contracté entre deux tenseurs. Ils sont complétés par les équations de champ pour σ, $\dot{\varepsilon}$ et $\dot{\sigma}$:

$$\dot{\varepsilon} = \nabla^S \underline{\dot{u}},\ div(\dot{\sigma}) = 0,\ div(\sigma) = 0. \qquad \text{(II. 25)}$$

La vitesse de déformation uniforme $\dot{E}$ est imposée sur la frontière du VER de sorte que :

$$\underline{\dot{u}}^d = \dot{E} \cdot \underline{x}, \qquad \text{(II. 26)}$$

où $\underline{\dot{u}}^d$ est le vecteur de vitesse imposé et le "·" représente le produit simple. L'introduction de l'opérateur élastique de projection Π^C défini par $\Pi^C = \Gamma^C : C$ d'après Kunin (1981, 1983) permet de déterminer à partir des équations II. 24 à II. 26 l'équation intégrale du problème, reliant la vitesse de déformation locale inconnue à la vitesse de déformation macroscopique imposée:

$$\dot{\varepsilon} = \dot{E} + \Pi^C * \dot{\varepsilon}^{vp}, \qquad \text{(II. 27)}$$

où "*" dénote le produit de convolution. Γ^C est le tenseur de Green modifié associé au milieu infini homogène de module élastique C (Kröner 1972) et peut être décomposé en partie locale Γ_l^C et non locale Γ_{nl}^C (Kröner 1989) :

$$\Gamma^C(\underline{x}-\underline{x}') = \Gamma_l^C\ \delta(\underline{x}-\underline{x}') + \Gamma_{nl}^C(\underline{x}-\underline{x}'), \qquad \text{(II. 28)}$$

où le premier terme correspond aux interactions locales (δ est la fonction tridimensionnelle de Dirac) et le second terme non local décroît en $\frac{1}{|\underline{x}-\underline{x}'|^3}$ (Kröner 1989). L'introduction de l'équation (II. 28) dans l'équation (II. 27) conduit à :

$$\dot{\varepsilon} = \dot{E} + \Pi_l^C : \dot{\varepsilon}^{vp} + \Pi_{nl}^C * \dot{\varepsilon}^{vp} \qquad \text{(II. 29)}$$

Puisque $\dot{\varepsilon}^{vp}$ ne disparaît pas quand $\underline{x}'$ tend à l'infini, la convergence de l'équation (II. 29) n'est pas assurée. L'idée des modèles autocohérents de Kröner (1961) et de Weng (1981) est d'affaiblir la contribution non locale en introduisant des fluctuations de $\dot{\varepsilon}^{vp}$ autour d'un champ uniforme. La vitesse de déformation inélastique est considérée ici comme une déformation libre de contraintes. On écrit alors :

$$\dot{\varepsilon}^{vp}(\underline{x}) = \dot{E}^{vp} + \delta\dot{\varepsilon}^{vp}(\underline{x}). \qquad \text{(II. 30)}$$

Dans l'approche proposée par Sabar *et al.* (2002) et utilisée ici, l'idée est de translater le champ de vitesse de déformation inélastique autour d'un champ non uniforme $\dot{e}^{vp}(\underline{x})$ qui est *a priori* inconnu mais compatible et purement viscoplastique. Ainsi :

$$\dot{\varepsilon}^{vp}(\underline{x}) = \dot{e}^{vp}(\underline{x}) + \delta\dot{\varepsilon}^{vp}(\underline{x}). \qquad \text{(II. 31)}$$

Ici, le champ translaté $\dot{e}^{vp}(\underline{x})$ peut être choisi comme la solution autocohérente pour un milieu non homogène purement viscoplastique soumis au champ inconnu $\dot{E}^{vpe}$ ayant la même microstructure et comportement local que ceux l'agrégat étudié. L'équation intégrale auxiliaire purement viscoplastique à résoudre est alors :

$$\dot{e}^{vp} = \dot{E}^{vpe} + \Pi^{B^0} * \left(\delta b : m : \dot{e}^{vp} \right) \qquad \text{(II. 32)}$$

où $\Pi^{B^0} = \Gamma^{B^0} : B^0$, $\delta b(r) = b(r) - B^0$ et Γ^{B^0} est le tenseur de Green modifié associé au milieu infini homogène des modules viscoplastiques B^0 selon la même expression que celle de l'équation (II. 28). Par conséquent, $\dot{e}^{vp}(\underline{X})$ s'écrit :

$$\dot{e}^{vp}(r) = A^{B^e}(r) : \dot{E}^{vpe}, \qquad \text{(II. 33)}$$

où le tenseur de localisation de la vitesse de déformation viscoplastique associé au milieu viscoplastique effective de module B^e s'écrit :

$$A^{B^e} = \left(I + \Gamma_l^{B^e} : \delta b^e \right)^{-1}, \ \delta b^e = b - B^e. \qquad \text{(II. 34)}$$

En utilisant les équations (II. 31) et (II. 33), on obtient facilement :

$$\dot{E}^{vpe} = \overline{\dot{\varepsilon}^{vp}} = \overline{\dot{e}^{vp}}, \qquad \text{(II. 35)}$$

où pour tout champ variable *F(r)*, $\overline{F(r)}$ signifie sa moyenne sur le VER.

Après quelques calculs utilisant les équations précédentes, on obtient la loi d'interaction suivante pour les taux de contraintes (Sabar *et al.* 2002) :

$$\dot{\sigma} = \dot{\Sigma} - C : \left(I - S^E \right) : \left(\dot{\varepsilon}^{vp} - A^{B^e} : \dot{E}^{vpe} \right), \qquad \text{(II. 36)}$$

où S^E est les tenseur élastique d'Eshelby (1957).

Cette formule d'interaction diffère de manière significative, par le terme A^{B^e}, des équations basées sur l'approche de Kröner en utilisant la formulation de la vitesse de déformation. L'approche de Kröner considère la déformation d'incompatibilité (visco) plastique comme ‘‘libre de contrainte’’, ce qui conduit à des interactions mécaniques élastiques pures. En conséquence, les contraintes internes sont fortement surestimées. Au contraire, le modèle proposé considère des déformations viscoplastiques dépendantes des contraintes et décrit ainsi les interactions élastiques-viscoplastiques menant à une meilleure estimation des contraintes. Le comportement global est obtenu par la procédure classique d'homogénéisation :

$$\dot{E} = \frac{1}{V}\int_V \dot{\varepsilon} dV \quad and \quad \dot{\Sigma} = \frac{1}{V}\int_V \dot{\sigma} dV \qquad \text{(II. 37)}$$

II.2. Résultats et discussions

II.2.1. Introduction

Dans une étude expérimentale récente, Allain *et al.* (2004a, b) ont bien documenté la réponse mécanique contrainte-déformation en traction en lien avec l'évolution de la microstructure dans le cas d'un acier austénitique Fe-22%Mn-0.6%C à faible énergie de faute d'empilement. Dans cette section, ces résultats expérimentaux sont corrélés avec ceux obtenus à partir du modèle que nous avons proposé. La texture initiale est choisie de manière quasi aléatoire comme expérimentalement mesurée et est représentée par un volume élémentaire représentatif (VER) de 800 grains.

Des essais de traction uniaxiale ont été simulés à deux températures (298 K et 673 K) pour une vitesse de déformation 0,0007 s^{-1}. Dans un premier temps, le modèle est formulé en petites déformations bien que la déformation atteinte dans les simulations soit élevée (>30%).

La stratégie adoptée pour établir les valeurs des paramètres du modèle est définie de manière précise dans la section II.2.2 ci-dessous. Les résultats mesurés et calculés obtenus à différentes échelles (polycristal, grain et systèmes du glissement et du maclage) sont discutés pour expliquer le comportement de l'écrouissage. Le comportement global mais également le comportement in-situ d'un grain sont analysés.

II.2.2. Procédure d'identification

Dans le modèle proposé, les paramètres introduits ont une signification physique. Certains paramètres sont déduits directement de l'expérience. C'est le cas des paramètres microstructuraux (D, r, e) qui sont estimés à partir des observations micrographiques et des propriétés élastiques de la réponse contrainte-déformation en traction. Certains paramètres physiques comme le vecteur de Burgers b, l'énergie d'activation ΔG_0, l'énergie de faute d'empilement EFE sont issues des données de la littérature. La valeur de la densité de dislocation initiale ρ_0 est prise égale à 10^{10} (m^{-2}) et correspond à celle typiquement observée pour les métaux recuits. Tous ces paramètres

sont classés dans le Tableau II.1 sont identifiés par la lettre P « prédéfinis ». Les autres paramètres ont été déterminés de manière indirecte en comparant des résultats calculés à des résultats expérimentaux. Ils sont repérés par la lettre I pour « Identifiés » dans le Tableau II.1. La procédure d'identification de cette deuxième sorte de paramètres est la suivante.

La première étape consiste à déterminer les paramètres liés au glissement ($\tau_{r0}, \dot{\gamma}_0, \beta, k$), sachant que, dans les aciers étudiés, l'activité du glissement contrôle (i) la limite élastique à n'importe quelle température, (ii) l'écrouissage à 673 K. En effet, à cette température (673 K), l'énergie de faute d'empilement est suffisamment élevée pour inhiber le maclage et donc le mécanisme de déformation prédominant est le glissement cristallographique. En gardant identique les paramètres liés au glissement, nous avons ensuite identifié « manuellement » à l'aide de comparaisons successives entre expérience et simulation les paramètres liés au maclage ($\dot{f}_0$, m, τ_{c0}^{tw}, α ,h_{cp}, $h_{ncp,}$) à partir d'un essai expérimental effectué à la température 298 K où maclage et glissement se produisent ensemble.

Plus précisément, trois types de résultats ont été utilisés pour identifier les paramètres. Le premier est la réponse macroscopique contrainte-déformation du matériau en traction uniaxiale (Figure II. 2a). Le second est l'évolution du paramètre d'écrouissage $n = \frac{\varepsilon}{\sigma}\frac{d\sigma}{d\varepsilon}$ et de la pente de la courbe contrainte-déformation $d\sigma / d\varepsilon$ en fonction de la déformation macroscopique (Figure II. 2b). Le troisième concerne l'évolution du nombre de grains, appelé ici proportion de grains, ayant, zéro, un, deux systèmes de macles actifs pendant le chargement (Figure II. 2c). Pour ce qui concerne ces dernières données, les résultats expérimentaux d'Allain et al. (2004a) ont été réalisés à l'aide d'observations en microscopie optique en surface sur des échantillons attaqués issus d'essais de traction interrompus à différents taux de déformation. L'identification de tous ces paramètres est assurée par des comparaisons successives entre les données mesurées et calculées après une analyse de la sensibilité des différents paramètres du modèle.

Paramètres		Valeurs		Signification physique
Paramètres du glissement	μ	62 (GPa)	(P)	Module de cisaillement
	ΔGo	1 (ev)	(P)	Énergie d'activation pour le glissement
	ρo	10^{10} (m^{-2})	(P)	Densité de dislocation initiale
	b110	0.256 (nm)	(P)	Vecteur de Burgers
	D	15.2 (μm)	(P)	Taille de grain effective
	β	2×10^{-9} (m)	(I)	Restauration dynamique
	$\dot{\gamma}_0$	7.69×10^{4} (s^{-1})	(I)	Vitesse de glissement de référence
	k	33	(I)	Paramètre lié à la forêt de dislocation
	τ_{c0}	95 (MPa)	(I)	Cission de référence initiale
Paramètres du maclage	e	10 (nm)	(P)	Épaisseur moyenne de micromacle
	r	3	(P)	Dispersion de micromacle
	Γ(298)	20 (mJm^{-2})	(P)	EFE à T=298 K
	Γ(673)	80 (mJm^{-2})		EFE à T=673 K
	b112	0.147 (nm)	(P)	Vecteur de Burgers pour les dislocations partiales de Shockley
	$\dot{f}_0$	1×10^{-4} (s^{-1})	(I)	Taux de fraction de maclage de référence
	$1/m$	1	(I)	Sensibilité à la vitesse pour le maclage
	α	0.2	(I)	Paramètre de l'écrouissage lié au maclage
	h_{ncp}^{tw}	6000 (MPa)	(I)	Paramètre de l'écrouissage lié au maclage
	h_{cp}^{tw}	3900 (MPa)	(I)	Paramètre de l'écrouissage lié au maclage
	τ_{c0}^{tw}	47,5 (MPa)	(I)	Contrainte critique initial du maclage

Tableau II. 1: Ensemble des paramètres utilisés pour les simulations : (P) Constantes physiques obtenues de la littérature ou paramètres estimés à partir des résultats expérimentaux. (I) Paramètres obtenus en confrontant les données expérimentales et simulées.

La cission de référence associée au glissement τ_{r0} est déterminé à partir de la courbe donnant l'évolution de la contrainte d'écoulement à 0,5% de la déformation macroscopique en fonction de la température (Figure II.1). De même, $\dot{\gamma}_0$ et les paramètres d'écrouissage K et β ont été identifiés à partir de la courbe expérimentale contrainte-déformation à 673 K (Figure II. 2a). Ces valeurs, une fois établies, les mêmes valeurs ont été utilisées dans les simulations suivantes réalisées à 293 K. Notons cependant qu'il n'est pas certain que les mécanismes de glissement soient identiques aux deux températures. En effet, la présence de glissement dévié à 673 K n'est pas à écarter.

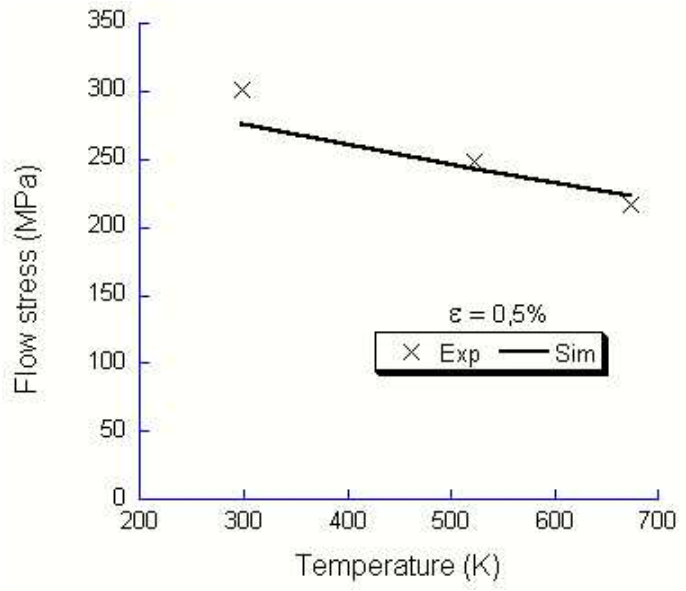


Figure II. 1: Contrainte d'écoulement expérimentale [Allain 2002] et simulée à 0.5% de la déformation macroscopique en fonction de la température.

Comme déjà mentionné, la réponse contrainte-déformation expérimentale à 298 K a été utilisée pour déterminer les paramètres du maclage. Cependant, cette stratégie ne mène pas à un jeu unique de paramètres associés au maclage. Pour améliorer la fiabilité de procédure d'identification, les paramètres internes caractérisant l'évolution microstructurale liée au maclage ont été confrontés à des résultats expérimentaux obtenus à différentes échelles lors d'un essai de traction à 298 K. La valeur initiale de la résistance au maclage τ_{c0}^{tw} a été identifiée afin d'activer le maclage pour la même déformation macroscopique que celle mesurée expérimentalement (Figure II. 2c).

Notons que, dû au fait que les macles mécaniques dans les matériaux CFC sont extrêmement minces (seulement de l'ordre d'un micron d'épaisseur), les traits correspondant aux macles ne sont discernables sur les micrographies optiques qu'à un niveau de déformation de 0.05 et ne sont que des observations en surface. Ces résultats ne permettent pas d'exclure l'occurrence du maclage pour une déformation inférieure. Ensuite, les paramètres liés à la cinétique du maclage, $\dot{f}_0$ et m dans l'équation (II. 21), et les paramètres de l'écrouissage associés au maclage (α ,h_{cp}, et h_{ncp}) dans l'équation (II. 23), ont été établis pour que les courbes simulées des taux d'écrouissage (Figure II. 2b) mais également de la proportion de grains ayant zéro, un ou deux systèmes de maclage (Figure II. 2c) correspondent le mieux possible avec celles obtenues expérimentalement. Les valeurs adaptées de tous ces paramètres sont classées dans le Tableau II.1.

II.2.3. Analyse de la réponse du polycristal

Nous avons gardé l'axe X identique dans tous les graphes présentés sur la Figure II. 2 pour montrer la relation entre l'évolution de la microstructure et celle de l'écrouissage. Comme déjà mentionné, les figures (Figure II. 2a, Figure II. 2b et Figure II. 2c) comparent les courbes simulées et mesurées de la réponse mécanique contrainte-déformation, des taux d'écrouissage et de la proportion de grains présentant différents nombres de systèmes de maclage actifs en fonction de la déformation macroscopique, respectivement. Les courbes obtenues après identification permettent de décrire correctement ces précédents résultats.

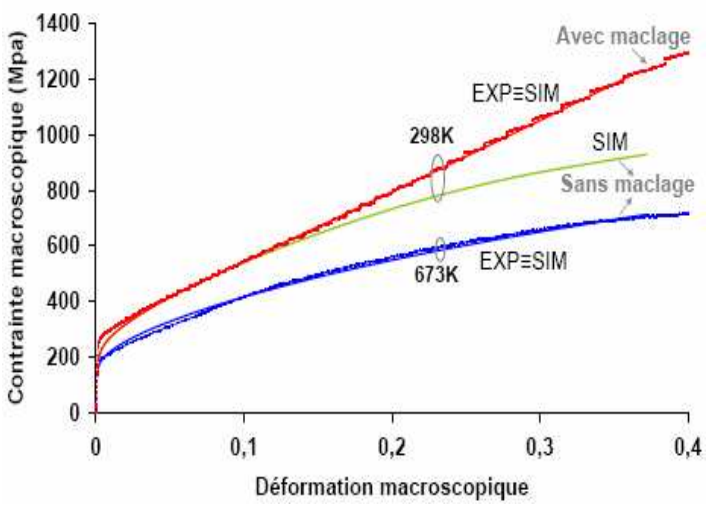
II.2.3.1. Analyse des systèmes de macles actifs

En bon accord avec les expériences, les simulations prévoient que (i) à 15% de la déformation, environ 90% de grains présentent des macles et (ii) deux systèmes de maclage par grain sont clairement dominants. Un troisième système (non tracé) est prédit dans 5% des grains à une déformation de 30% mais ses effets sur la déformation et l'évolution de l'écrouissage sont négligeables. De plus, la simulation indique une diminution du nombre de grains présentant un seul système actif en faveur du nombre de grains présentant deux systèmes actifs.

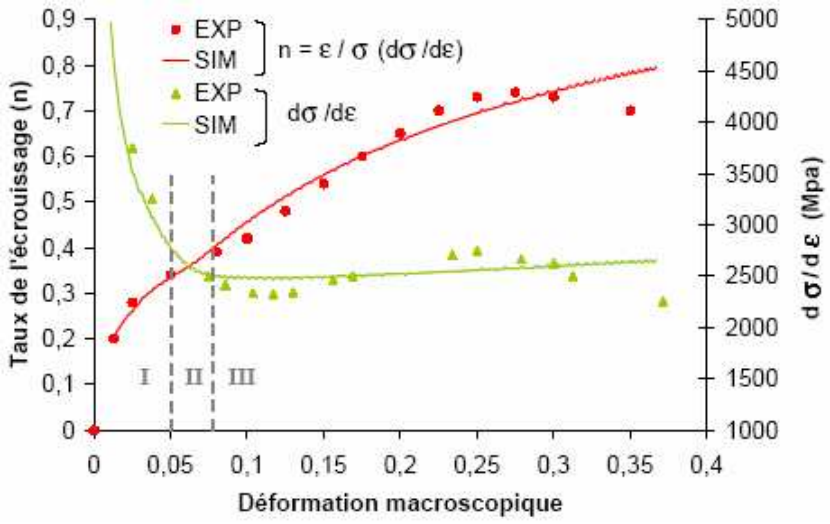
II.2.3.2. Fraction volumique de macles

Par ailleurs, la fraction de macles simulée est tracée en fonction de la déformation macroscopique (Figure II. 2d). Cette sortie naturelle du modèle indique que la fraction de macles simulée augmente avec la déformation et atteint une valeur maximale proche de 9% à 30% de la déformation (Figure II. 2d). Cette valeur est cohérente avec les observations expérimentales de Remy 1975 et d'Allain et al. (2002b).

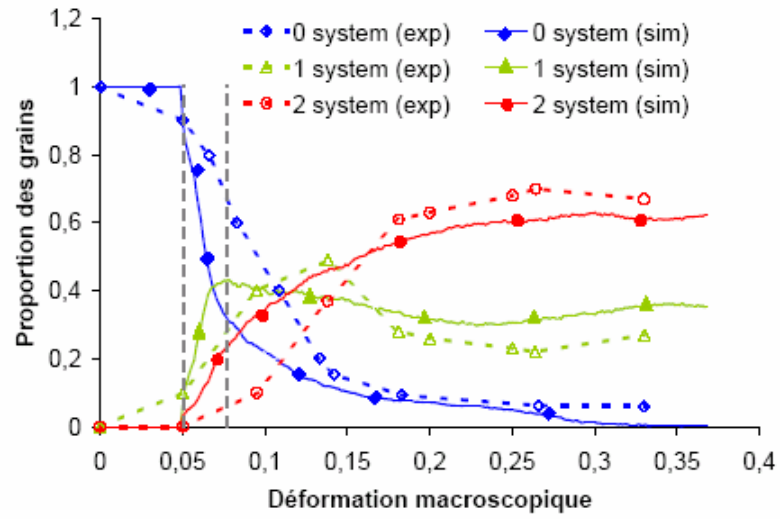
La faible valeur de la fraction volumique de macle est responsable d'une faible contribution de la déformation de maclage à la déformation plastique totale. Comme illustrée sur la figure 2f, la déformation due au maclage est autour de 3% de la déformation totale à 35% de la déformation macroscopique. Ceci confirme l'hypothèse que la ductilité pour les aciers TWIP est principalement due à un très fort écrouissage améliorant l'allongement avant l'apparition de la striction et non à la déformation additionnelle due au maclage contrairement aux cas des aciers TRIP lors de la transformation martensitique (Cherkaoui *et al*. 1998, 2000).


Contrainte macroscopique (Mpa)
Déformation macroscopique
Avec maclage
EXP≡SIM
298K
SIM
Sans maclage
673K
EXP≡SIM

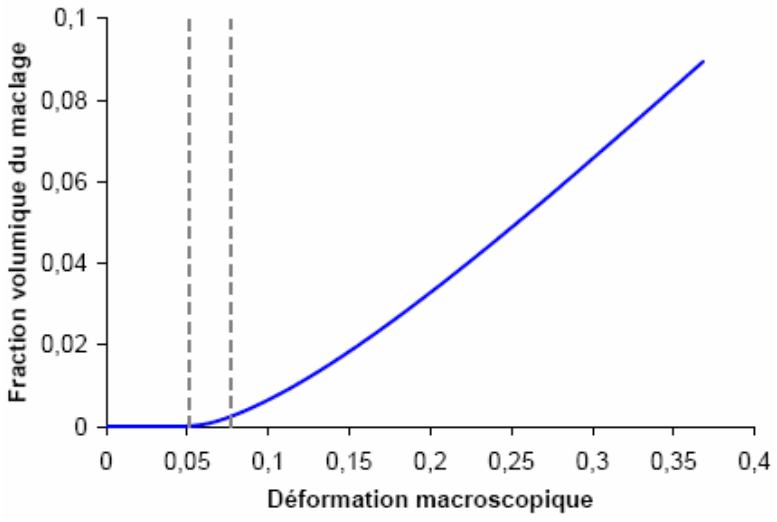
(a)


Taux de l'écrouissage (n)
d σ / d ε (Mpa)
Déformation macroscopique
EXP
SIM
n = ε / σ (dσ /dε)
EXP
SIM
dσ /dε
I
II
III

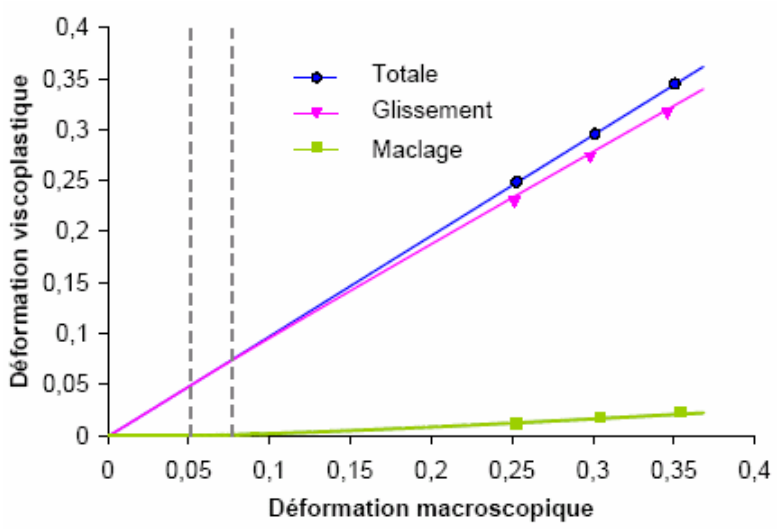
(b)


Proportion des grains
Déformation macroscopique
0 system (exp)
1 system (exp)
2 system (exp)
0 system (sim)
1 system (sim)
2 system (sim)

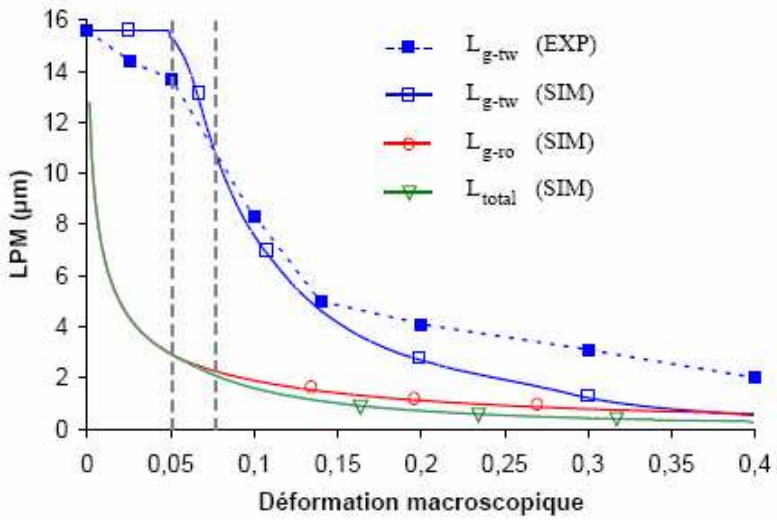
(c)


Fraction volumique du maclage
0,1
0,08
0,06
0,04
0,02
0
0
0,05
0,1
0,15
0,2
0,25
0,3
0,35
0,4
Déformation macroscopique

(d)


Déformation viscoplastique
Totale
Glissement
Maclage
0,4
0,35
0,3
0,25
0,2
0,15
0,1
0,05
0
0
0,05
0,1
0,15
0,2
0,25
0,3
0,35
0,4
Déformation macroscopique

(e)


LPM (µm)
$L_{g\text{-}tw}$ (EXP)
$L_{g\text{-}tw}$ (SIM)
$L_{g\text{-}ro}$ (SIM)
L_{total} (SIM)
16
14
12
10
8
6
4
2
0
0
0,05
0,1
0,15
0,2
0,25
0,3
0,35
0,4
Déformation macroscopique

(f)

Figure II. 2: Résultats simulés (modèle proposé) et expérimentaux (issus des travaux d'Allain [Allain et al. 2004a ; Allain 2002] pour l'acier Fe-22Mn0,6C) donnés en fonction de la déformation (a) Courbes contrainte-déformation en traction à 298 K (avec/sans maclage) et à 673 K (sans maclage). (b) Évolution des paramètres d'écrouissage (n, $d\sigma / d\varepsilon$). (c) Évolution de la proportion des grains avec zéro, un ou deux systèmes de maclage actifs. (d) Évolution de la fraction volumique de maclage. (e) Évolution de LPM dû à différents obstacles (dislocations de la forêt, joints de grains et micromacles). (f) Évolution de la déformation viscoplastique totale, associée au glissement et au maclage.

II.2.3.3. Libre parcours moyen (LPM)

Le libre parcours moyen des dislocations (LPM) est une autre sortie naturelle du modèle. La contribution des joints de grains et de macles au LPM peut être séparée de la contribution des dislocations de la forêt afin de la comparer avec celle mesurée par Allain [Allain et al. 2002 ; Allain 2002] (Figure II. 2e).

Le LPM macroscopique prévu par le modèle, L_{g-tw}, dû seulement aux joints de grains et de macles, le LPM, L_{g-ro}, dû seulement aux joints de grains et aux dislocations de la forêt et le LPM total, L_{total}, ont été déterminés à partir de la moyenne suivante proposée par Allain (Allain 2002) :

$$\begin{matrix} L_{total} \\ g-tw \\ g-ro \end{matrix} = \frac{1}{N}\sum_{n=1}^{N} \begin{matrix} L_{total}^{(n)} \\ g-tw \\ g-ro \end{matrix} \qquad \text{(II. 38)}$$

où N est le nombre total de grain dans VER et :

$$L_{total}^{(n)} = \frac{1}{\frac{1}{D} + \sum_{g=1}^{12} \frac{1}{T^{(g)}} + \frac{\sqrt{\sum_{i \neq g} \rho^i}}{K}} \qquad \text{(II. 39)}$$

$$L_{g-tw}^{(n)} = \frac{1}{\frac{1}{D} + \sum_{g=1}^{12} \frac{1}{T^{(g)}}} \qquad \text{(II. 40)}$$

$$L_{gr-ro}^{(n)} = \frac{1}{\frac{1}{D} + \frac{\sqrt{\sum_{i \neq g} \rho^i}}{K}} \qquad \text{(II. 41)}$$

Comme habituellement observé (Berbenni et al. 2004), le LPM total simulé, L_{total}, est égal à la taille de grain au début de la déformation et diminue pendant la déformation due à l'augmentation de la densité des dislocation de la forêt ($L_{total} = L_{g-ro}$ sur la Figure II. 2e). La présence du maclage à 5% de la déformation provoque une réduction additionnelle du LPM. Notons que l'évolution de LPM du seulement aux joints de grains et de macles est en bon accord avec les mesures expérimentales jusqu'à une déformation macroscopique de 15% (Figure II. 2e). Ensuite, des divergences importantes apparaissent pour des valeurs de déformation plus élevées: la valeur finale de L_{g-tw} prédite est égale à 1 µm tandis que la valeur expérimentale trouvée est de 2µm. Ces divergences sont attribuées au fait que les mesures expérimentales sont effectuées à l'aide de micrographies optiques et par conséquent ne peuvent pas prendre en compte l'effet des macles très minces contrairement à la modélisation.

II.2.3.4. Courbe d'écrouissage

Puisque l'écrouissage est généralement attribué à la réduction de LPM, nous cherchons maintenant à analyser le comportement de l'écrouissage lié aux activités du glissement et du maclage.

Principaux stades d'écrouissage

Selon l'évolution du taux d'écrouissage (Figure II. 2b), n, trois stades principaux d'écrouissage sont distingués qui peuvent être résumés de la façon suivante :

- Stade (I) : Le taux d'écrouissage n augmente rapidement avec la déformation jusqu'à 5% de la déformation. Cette augmentation est directement liée à la réduction du LPM due à la multiplication des dislocations de la forêt (Figure II. 2e). Il n'y a pas de maclage à ce stade (la fraction volumique macroscopique de macle est égale à zéro sur la Figure II. 2d). Simultanément, la pente $\frac{d\sigma}{d\varepsilon}$ diminue rapidement.
- Stade (II): Le stade (II) est caractérisé par une évolution linéaire du taux d'écrouissage *n* jusqu' à 7% de la déformation. Ce stade est suivi d'une nouvelle forte augmentation *de n* avec la déformation, nommé stade (III). En ce qui concerne la pente $\frac{d\sigma}{d\varepsilon}$, sa diminution ralentit jusqu'à la présence d'un plateau associé au stade (III). Par conséquent, le stade (II) est un stade transitoire entre le stade (I) et le stade (III). En

fait, il a été distingué parce que le début du stade (II) correspond exactement au début du maclage (Figure II. 2d). La Figure II. 2f montre que l'occurrence du maclage entraîne une réduction additionnelle du LPM. Cependant, son effet n'est pas clairement visible sur la courbe donnant l'évolution du taux d'écrouissage. Dans la littérature, l'occurrence du maclage est souvent liée à un arrêt de la diminution de la pente $\frac{d\sigma}{d\varepsilon}$ (El-Danaf *et al.* 2001 ; Kalidindi 2001). Cependant, comme mentionné par El-Danaf *et al.* (2001) et Singh (1987), le maclage est plus ou moins efficace et l'effet des macles primaires sur l'écrouissage dépend du trajet de la déformation. Kalidindi (2001) affirme, à partir d'expériences réalisées en compressions simple et plane, que l'arrêt de la diminution de la pente $\frac{d\sigma}{d\varepsilon}$ se produit quand les systèmes de macles primaires sont activés dans quelques grains tandis que l'étude expérimentale d'Allain (Allain *et al.* 2002 ; Allain 2002), réalisée sous traction uniaxiale, indique que cet arrêt est dû à l'activation des systèmes de macles secondaires. Allain *et al.* suggèrent que le système de macle primaire est coplanaire au système de glissement primaire dans la majorité de grains et par conséquent ne mène pas à une réduction additionnelle du LPM. Ces divergences soulignent les difficultés à relier expérimentalement le comportement de l'écrouissage avec l'activation du glissement et du maclage. Pour mieux comprendre la relation entre le comportement de l'écrouissage et l'activité plastique glissement/maclage, nous avons analysé la courbe de l'écrouissage à l'échelle du grain. Cette analyse sera présentée dans la section suivante.

- Stade (III) : Selon l'expérience, le stade (III) est caractérisé par une augmentation du taux d'écrouissage *n* plus forte qu'en stade (II) et une valeur quasi-constante de la pente $\frac{d\sigma}{d\varepsilon}$. D'un point de vue de la modélisation, les mêmes évolutions sont obtenues.

L'écrouissage en relation avec les activités glissement/maclage

Afin de mieux comprendre les mécanismes d'écrouissage, nous avons simulé trois courbes de traction (Figure II. 3) représentant les trois cas suivants :

- Cas (1) : le maclage et l'augmentation de la résistance au maclage avec la déformation sont considérés,
- Cas (2) le maclage n'est pas considéré,

- Cas (3) le maclage est pris en compte mais la résistance au maclage est supposée constante pendent la déformation.

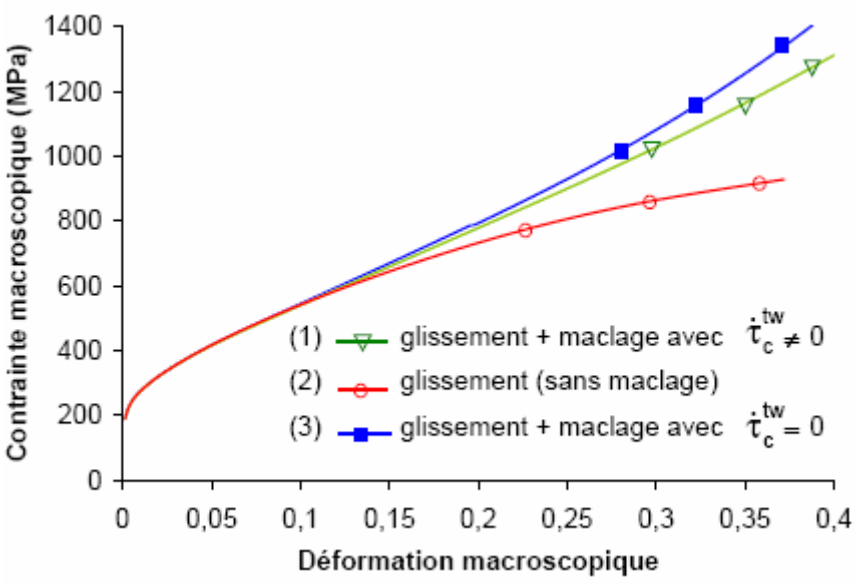


Figure II. 3 : Courbes de traction contrainte-déformation simulées à 298 K pour (1) glissement + maclage en considérant l'augmentation de la résistance au maclage avec la déformation, (2) glissement seulement où le maclage n'est pas considéré, (3) glissement + maclage en considérant que la résistance au maclage est constante.

Premièrement, les comparaisons entre les trois courbes indiquent que le maclage est responsable du fort écrouissage : la contrainte est systématiquement plus élevée dans les cas 1 et 3 - c'est-à-dire lorsque le maclage et le glissement se produisent simultanément - que dans le cas 2 où le glissement est le seul mécanisme actif. Deuxièmement, dans les cas (1) et (3), aucune différence entre les courbes d'écrouissage n'est observée pour un domaine de déformation s'étendant du début du maclage à 5% jusqu'à 25%. En conséquence, dans cette gamme de déformation, l'évolution de la résistance au maclage représentant les interactions macle/macle n'influence pas l'écrouissage. Cela signifie que, dans cette gamme de déformation, l'écrouissage est seulement dû aux interactions glissement/maclage au travers la réduction du LPM. De manière intéressante, on constate que le début du stade (III) correspond à la déformation pour laquelle la population simulée de grains ayant un système actif de maclage est à son maximum (plus de 40%) et 20-30% de grains ont deux systèmes de maclage actifs. Ces valeurs sont un peu surestimées en comparaison avec les mesures expérimentales. Quoiqu'il soit, cette analyse globale indique que l'effet du maclage sur la courbe de l'écrouissage pendant le stade (III) peut être attribué à la réduction du LPM des dislocations due (i) aux macles primaires qui agissent comme de nouveaux obstacles

mais avec retard dans la déformation et/ou (ii) aux macles secondaires qui sont présentes dans de plus en plus de grains, conduisant à un effet macroscopique de plus en plus significatif. Ces questions importantes sur l'origine physique de l'écrouissage seront analysées avec plus de précision dans la section II.2.4 ci-dessous. Pour finir, notons que la diminution du taux d'écrouissage aux grandes déformations peut définir un quatrième stade (IV) mais celui-ci n'est pas bien traduit par le modèle proposé. Une formulation en grandes déformations serait sûrement plus appropriée pour décrire le comportement dans cette gamme élevée de déformation parce qu'elle fournit une description plus complète de la rotation du réseau qui contrôle en partie l'activation des systèmes de glissement et de maclage et donc aussi les mécanismes d'écrouissage.

II.2.4. Analyse in situ de la réponse d'un grain

L'évolution de l'écrouissage a été analysée à l'échelle du grain afin de mieux comprendre l'activation du glissement et du maclage et leurs influences sur la courbe d'écrouissage. Cette analyse très fine a nécessité le développement d'un outil numérique pour gérer les très nombreux résultats de la simulation au niveau de chaque grain. Après avoir analysé les activations des systèmes de maclage et de glissement dans chaque grain de l'agrégat, nous avons choisi un grain pour illustrer notre propos. Ce grain, appelé le grain G, est représentatif du comportement du grain dans le sens où il appartient à la population de grains ayant un système de macle actif à une déformation macroscopique de 10% et deux systèmes de macle actifs à une déformation macroscopique de 20%. Son orientation est donnée sur Figure II. 4.

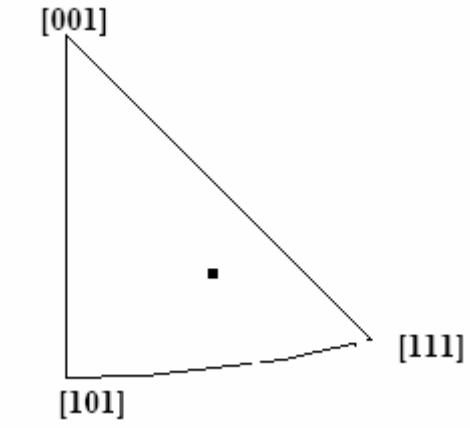


Figure II. 4: Représentation de l'orientation cristallographique du grain G.

La réponse contrainte-déformation viscoplastique de ce grain est tracée sur la Figure II. 5. Elle est similaire à celle du polycristal présentant un léger point d'inflexion autour de 7% de déformation viscoplastique indiquant une modification dans les mécanismes d'écrouissage.

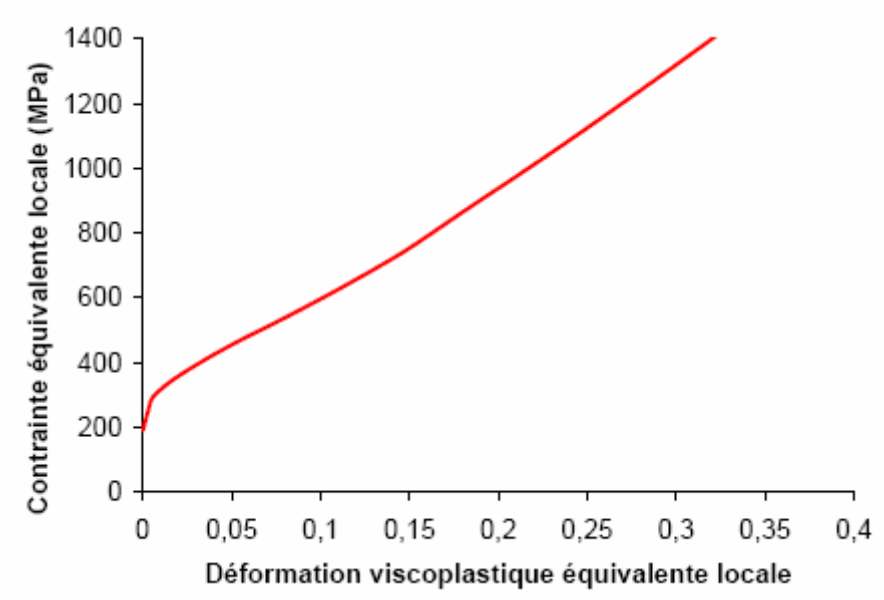


Figure II. 5: Réponse contrainte-déformation simulée pour le grain G.

Comme illustré sur la Figure II. 6, le grain G montre trois systèmes de glissement actifs dominants non coplanaires au cours de la déformation. L'analyse globale de l'ensemble des grains indique que trois à cinq systèmes de glissement actifs sont prévus par le modèle au début de la déformation. Ce résultat est classiquement obtenu en utilisant le formalisme de la plasticité cristalline. Nous avons vérifié que le nombre et la nature des systèmes de glissement actifs, déterminés en utilisant comme critère soit l'amplitude du glissement, soit la vitesse de glissement sont identiques. Le nombre de systèmes de glissement actifs de 3 prédits par le modèle est en bon accord avec l'expérience pour les grains présents en volume dans le polycristal et avec des orientations favorables au glissement multiple, au début de la déformation plastique (Kocks, 1958, Kocks et Mecking 2003).

La Figure II. 6 prouve également qu'il n'y a pas de nouveaux systèmes de glissement qui s'activent au cours de la déformation. Ce résultat montre que le maclage remplace en partie le glissement pour accommoder la déformation. Nous avons vérifié, grâce à la modélisation, que l'inhibition du maclage provoque le retour à une activation séquentielle de plusieurs systèmes de glissement comme habituellement observée pour les cristaux déformés par glissement seul.

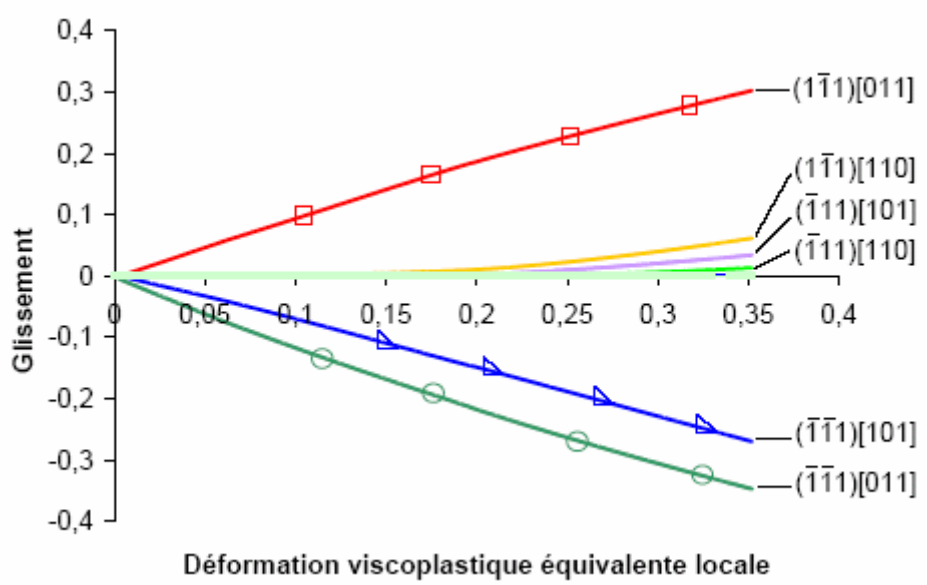


Figure II. 6: Évolution du glissement en fonction de la déformation équivalente viscoplastique locale pour les systèmes du glissement du grain G.

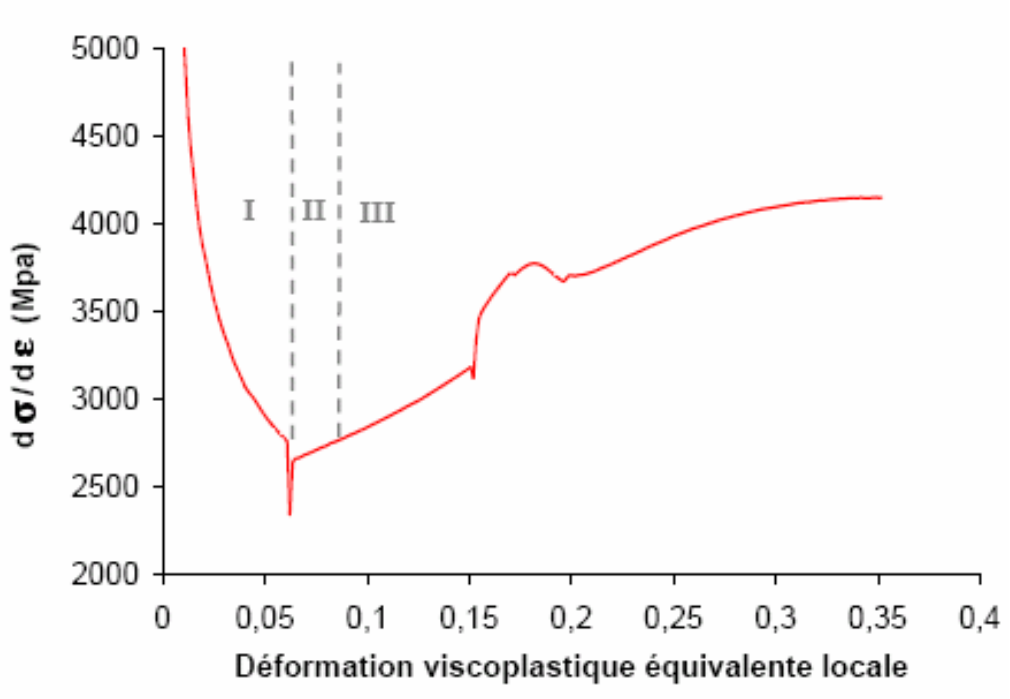
Une représentation plus précise de l'évolution de l'écrouissage au cours de la déformation est donnée par la courbe $\frac{d\sigma}{d\varepsilon}$ associée au grain G (Figure II. 7a). D'une manière similaire à l'analyse de la réponse du polycristal, nous définissons trois stades sur la courbe d'écrouissage $\frac{d\sigma}{d\varepsilon}$ en fonction de la déformation viscoplastique locale.

Le stade (I) s'étend de 0 à 6% de la déformation viscoplastique du grain. Elle correspond à une diminution rapide de $\frac{d\sigma}{d\varepsilon}$. Aucune macle ne se produit et l'écrouissage est attribué à la réduction du LPM des dislocations due à l'activation des systèmes de glissement non coplanaires comme illustré par Figure II. 7b.

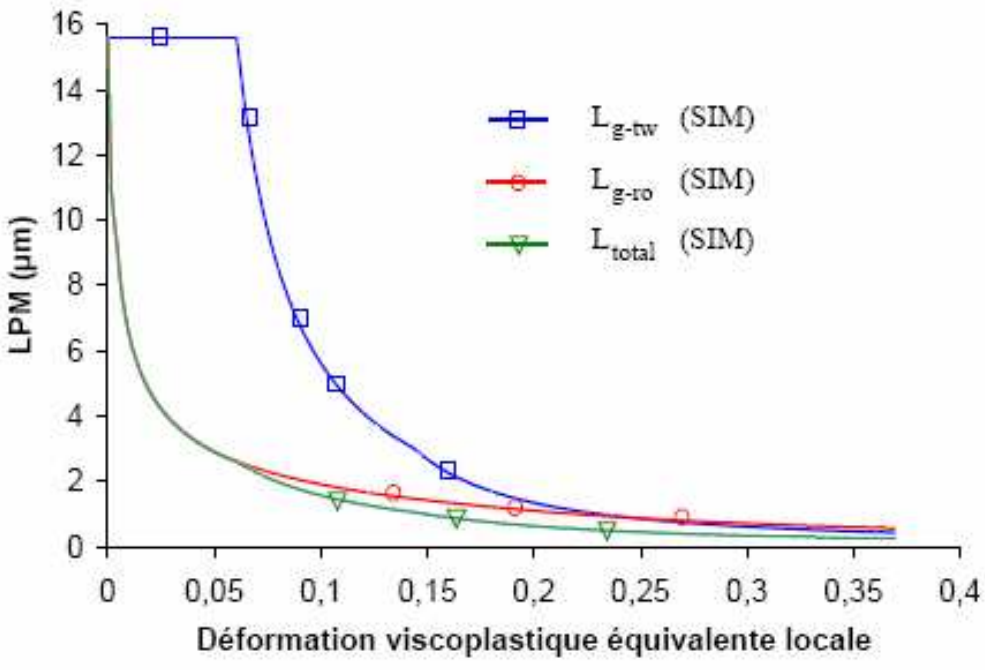
Le stade (II) correspond à l'activation du premier système de macle à 6% de la déformation viscoplastique comme illustré sur la Figure II. 7c. Le système primaire de maclage est trouvé non coplanaire avec deux systèmes de glissement actifs et coplanaire avec le troisième. L'analyse de l'ensemble des grains montre des résultats similaires c'est-à-dire que le système primaire de maclage est coplanaire avec un système primaire de glissement mais également non-coplanaire au moins avec un système de glissement. Par conséquent, les macles primaires constituent des obstacles efficaces aux mouvements des dislocations sur les systèmes de glissement non coplanaires conduisant immédiatement à une réduction additionnelle du LPM comme illustrée sur la

Figure II. 7b. Cependant, la Figure II.7a montre clairement que cette réduction additionnelle du LPM ne provoque pas un arrêt de la diminution de la pente $\frac{d\sigma}{d\varepsilon}$. Au contraire, une chute brutale de la pente $\frac{d\sigma}{d\varepsilon}$ est observée quand le maclage se produit. Deux effets sont attribués à cette chute. Premièrement, l'occurrence du maclage provoque une augmentation brusque de la vitesse de la déformation viscoplastique totale $\dot{\varepsilon}_{vp}^{(total)}$ et par conséquent également de l'incrément de la déformation $d\varepsilon$. Ce résultat est illustré sur la Figure II. 7d qui donne l'évolution de la vitesse de déformation viscoplastique due au glissement $\dot{\varepsilon}_{vp}^{(slip)}$, maclage $\dot{\varepsilon}_{vp}^{(twin)}$ et la totale $\dot{\varepsilon}_{vp}^{(total)}$: l'évolution de $\dot{\varepsilon}_{vp}^{(total)}$ présente un petit pic quand $\dot{\varepsilon}_{vp}^{(twin)}$ augmente brusquement. Notons que la valeur de $\dot{\varepsilon}_{vp}^{(twin)}$ reste petite. Cette faible valeur de $\dot{\varepsilon}_{vp}^{(twin)}$ ne peut pas expliquer toute seule la chute de la pente $\frac{d\sigma}{d\varepsilon}$. En fait, la présence d'une vitesse de déformation viscoplastique additionnelle due à l'occurrence du maclage implique également une baisse du taux de contraintes prédit dans le grain suivant la loi d'interaction (équation II. 36). Cette baisse est le deuxième effet, plus important que le premier, responsable de la chute de la pente $\frac{d\sigma}{d\varepsilon}$ et conduit à retarder l'augmentation de la contrainte résultant de l'écrouissage.

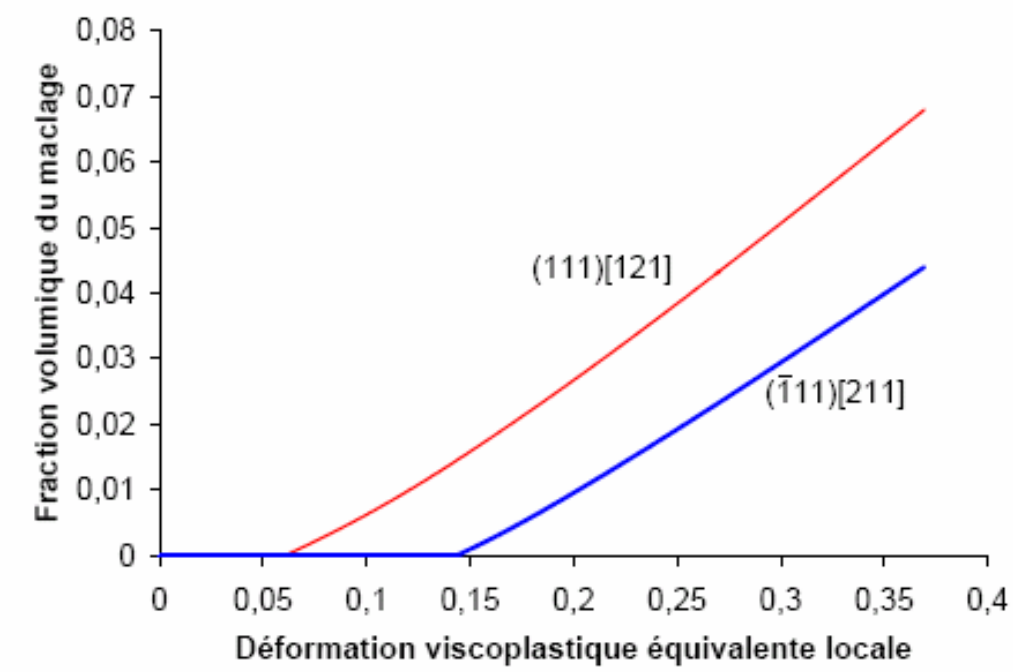
Cette analyse clarifie donc le rôle des macles primaires. Celles-ci agissent bien comme de nouveaux obstacles aux mouvements des dislocations mais leur effet sur l'écrouissage est retardé à cause de la chute simultanée de la pente $\frac{d\sigma}{d\varepsilon}$ due à l'augmentation brutale de la vitesse de déformation viscoplastique de maclage et une diminution du taux de contrainte. Cet effet est plus prononcé quand la sensibilité à la vitesse de déformation du matériau *1/m* est plus faible. La Figure II. 8 compare la courbe $\frac{d\sigma}{d\varepsilon}$ obtenue pour *m*=1 et *m*=100.


5000
4500
4000
3500
3000
2500
2000
dσ/dε (Mpa)
I
II
III
0
0,05
0,1
0,15
0,2
0,25
0,3
0,35
0,4
Déformation viscoplastique équivalente locale

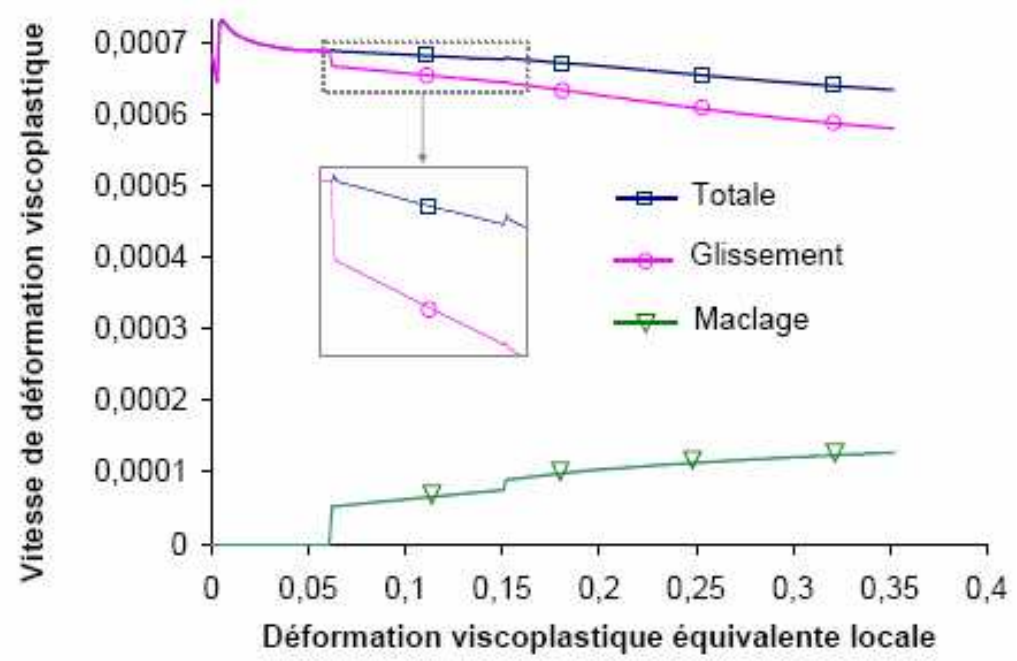
(a)


16
14
12
10
8
6
4
2
0
LPM (µm)
$L_{g\text{-}tw}$ (SIM)
$L_{g\text{-}ro}$ (SIM)
L_{total} (SIM)
0
0,05
0,1
0,15
0,2
0,25
0,3
0,35
0,4
Déformation viscoplastique équivalente locale

(b)



(c)



(d)

Figure II. 7: Évolution des différentes variables pour le grain G en fonction de la déformation équivalente viscoplastique locale. (a) Pente de la courbe de traction (paramètre de l'écrouissage) ($d\sigma / d\varepsilon$). (b) LPM des dislocations dû aux différents obstacles (dislocations de la forêt, grain et micromacles). (c) Fraction volumique de macles pour les deux systèmes actifs. (d) Vitesse de déformation viscoplastique associée au glissement, maclage et totale.

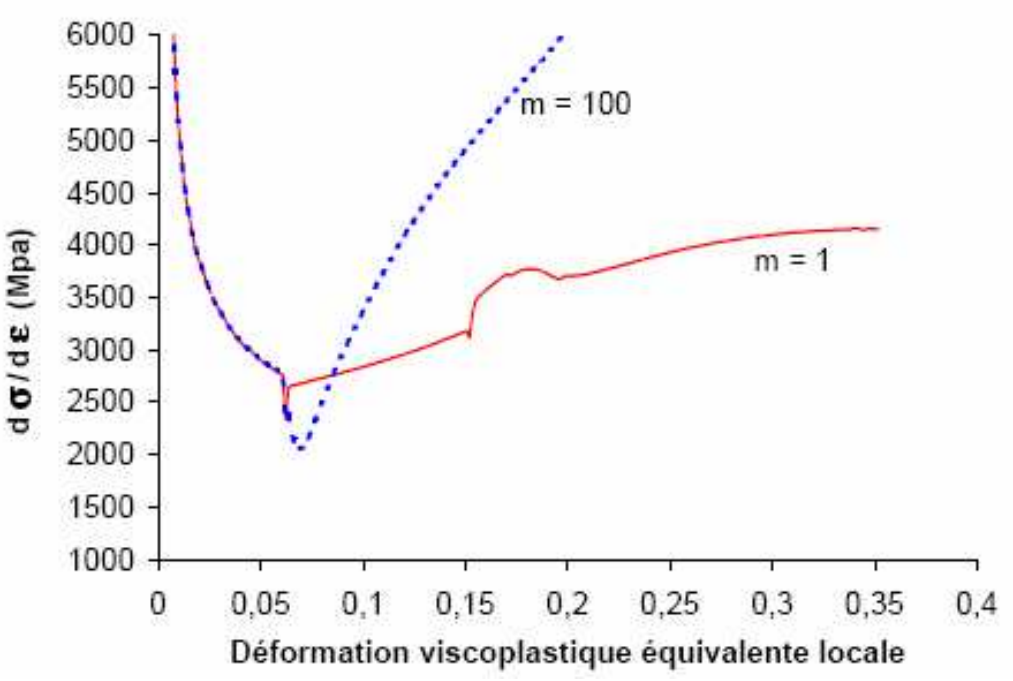


Figure II. 8: Évolution de la pente ($d\sigma / d\varepsilon$) simulée pour le grain G obtenu pour m=1 et m=100 en fonction de la déformation équivalente viscoplastique locale.

L'amplitude du pic est plus élevée pour m=100 parce que la vitesse de la déformation viscoplastique (tous les autres paramètres restant identiques) est plus élevée que celle calculée dans le cas m=1 suivant la loi puissance de l'équation II. 21. Dans le cas limite indépendant du temps obtenu pour $m \to \infty$, la loi puissance donne une valeur très élevée (voire infinie) pour $\dot{\varepsilon}_{vp}^{(twin)}$ de sorte que le taux de contrainte devient négatif impliquant une diminution de la contrainte dans le matériau. Ce résultat est cohérent avec les relaxations des contraintes observées expérimentalement sur la réponse contrainte-déformation en traction des mono- et poly-cristaux lors du maclage (voir par exemple la discussion de Christian et Mahajan (1995)). Si une chute de contrainte est clairement observée dans les monocristaux, dans les polycristaux, on observe plus souvent une légère inflexion de la courbe contrainte-déformation marquant le début du maclage.

Dans le modèle proposé, nous avons constaté que lorsque l'on prend $m \to \infty$,la pente $\frac{d\sigma}{d\varepsilon}$ chute fortement de telle sorte que cette chute masque totalement l'effet de la réduction du LPM des dislocations due au maclage sur l'écrouissage. Ceci indique que la loi d'interaction utilisé dans cette étude, couplant l'élasticité et la viscoplasticité, n'est peut être pas bien appropriée pour approcher un comportement insensible à la vitesse contrairement aux approches purement viscoplastiques (Kalidindi 1998 ; Schlögl *et*

Fischer 1997 ; Karaman *et al.* 2000) où une valeur élevée de *m* (20 à 100) est généralement admise.

Le stade III commence à 8% de la déformation viscoplastique quand l'effet de la réduction du LPM du aux macles primaires devient effectif sur l'écrouissage. À 15% de la déformation viscoplastique, un système de maclage secondaire devient actif. Nous avons vérifié que la plupart des grains ayant un système actif montrent progressivement un deuxième système actif conduisant à une activation séquentielle des systèmes de macles, comme observé expérimentalement par Allain *et al.* (2004a) et mentionné par de nombreux auteurs (par exemple Kalidindi 2001). Le système de macle secondaire est trouvé non coplanaire aux systèmes de glissement primaires et au système de maclage primaire (Figure II. 6 et Figure II. 7c). La présence d'un troisième système de maclage est très rare dans la majorité des grains et par conséquent, le nombre de système du maclage actif se limite à deux.

De nombreux auteurs (par exemple Asgari *et al.* (1997) et Kalidindi (2001)) suggèrent que le faible nombre de systèmes de maclage actifs est dû aux interactions entre les macles : la production des macles à l'intérieur d'un grain augmente de manière significative la contrainte exigée pour produire une nouvelle macle non-coplanaire (ou coplanaire) dans le même grain. Pour traduire cet effet, Kalidindi (2001) a proposé une loi d'évolution de la résistance au maclage prenant en compte l'auto écrouissage et l'écrouissage latent dus aux macles elles-mêmes. Pour les mêmes raisons, nous avons intégré cette loi (équation II. 23) dans notre modèle.

Pour mieux comprendre le rôle de l'équation II. 23 dans la sélection des systèmes de maclage actifs, le comportement prévu en traction a été comparé à celui obtenu dans le cas où la résistance au maclage est imposée constante au cours de la déformation. De manière intéressante, nous avons constaté, au premier stade du maclage, que l'activation séquentielle des systèmes du maclage n'est pas fortement modifiée dans tous les grains et l'occurrence des macles primaires et secondaires se produit pour des déformations similaires (Figure II. 9). En revanche, si on néglige la rotation du réseau, on constate que l'activation du système de maclage secondaire est repoussée à une déformation plus élevée (de 15 % à 25% de la déformation viscoplastique) comme illustré sur la Figure II. 9. Ces résultats indiquent que l'activation des systèmes de maclage primaire et secondaire suit d'abord une loi de Schmid et comme pour le glissement, le

déclenchement du multi- maclage est favorisé par la rotation du réseau au détriment du maclage primaire.

Dans ces conditions, le premier système de maclage est généralement le système ayant le meilleur facteur de Schmid. Cependant, pour assurer l'activation de seulement deux systèmes de maclage sécants au cours de la déformation comme cela est observé expérimentalement, la prise en compte de l'évolution de la cission critique du maclage est nécessaire. La loi de l'évolution de la cission critique du maclage $\dot{\tau}_c^{(I)}$ contient deux termes associés aux interactions entre macles coplanaires et non coplanaires.

La Figure II. 10 compare la valeur des deux termes coplanaires et non coplanaires définies par l'équation II. 23. Au début du maclage, $\dot{\tau}_c^{(I)}$augmente lentement avec la déformation viscoplastique en raison de l'auto écrouissage. Dès que le système de maclage secondaire devient actif, on observe une augmentation très forte de $\dot{\tau}_c^{(I)}$en raison de l'écrouissage latent. En conséquence, le rôle mécanique des interactions macle/macle augmente avec la déformation.

On constate que l'activation du système du maclage secondaire conduit également à une chute de la pente $\frac{d\sigma}{d\varepsilon}$ similaire à celle obtenue lors de l'activation du système primaire. Cependant, cette chute est plus petite, et contrairement au cas précédent, elle est immédiatement suivie d'une forte augmentation de$\frac{d\sigma}{d\varepsilon}$ en raison des mécanismes d'écrouissage additionnels attribués aux interactions entre macles non coplanaires.

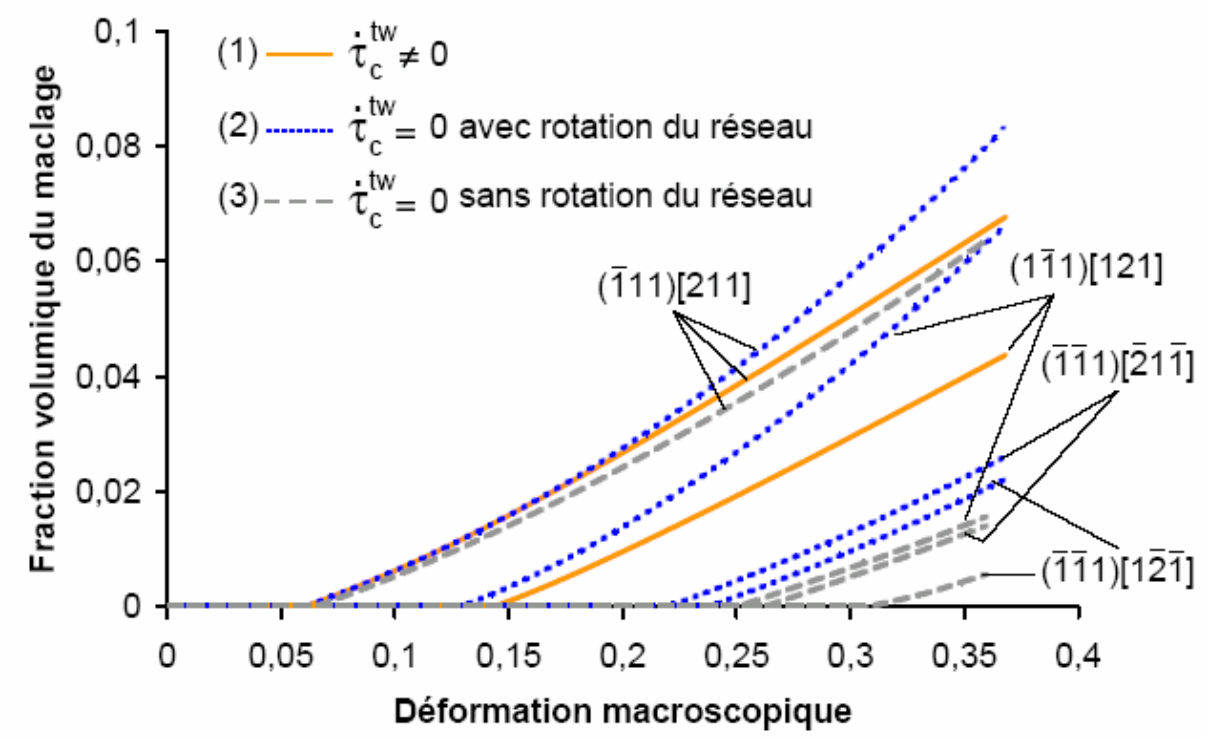


Figure II. 9: Évolution de la fraction volumique de macles du grain G en fonction de la déformation viscoplastique équivalente locale quand : (1) la résistance au maclage augmente avec la déformation, (2) la résistance au maclage est constante, (3) la résistance du maclage est constante et la rotation du réseau est négligée.

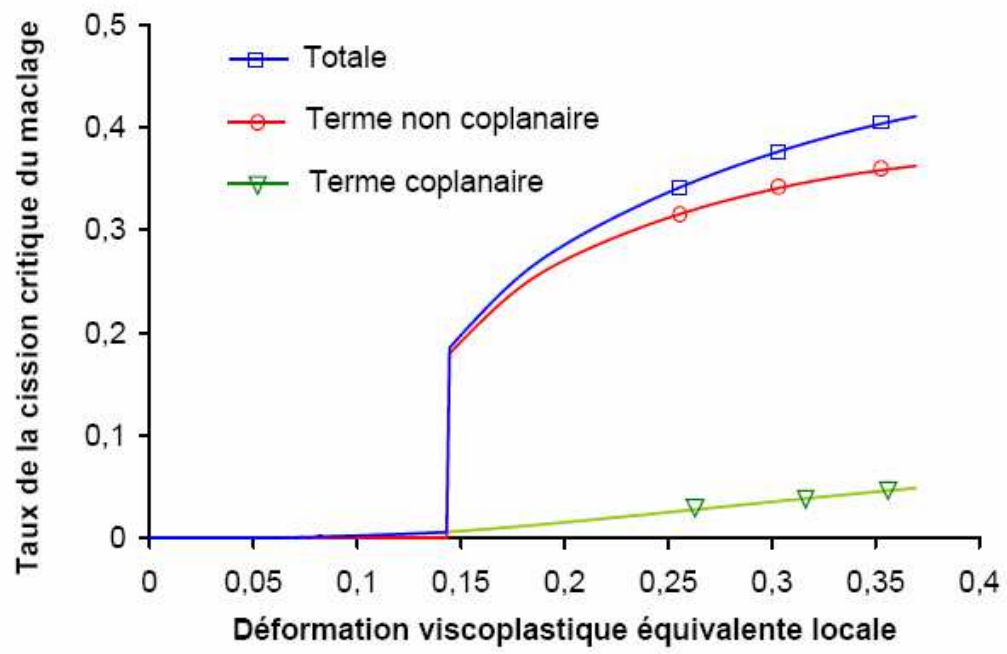


Figure II. 10: Évolution de la valeur des deux termes (coplanaire et non coplanaires) du taux de la cission critique du maclage $\dot{\tau}_c^{(I)}$ pour le système de macle primaire en fonction de la déformation viscoplastique équivalente locale.

II.2.5. Résumé

L'analyse réalisée à deux échelles (grain et polycristal) fondée sur les caractéristiques mécaniques et microstructurales permet de clarifier les mécanismes d'écrouissage liés à l'activation du glissement et du maclage dans les aciers Fe-Mn-C étudiés ici. Pour le premier stade de la déformation (jusqu'à 5%), l'écrouissage est attribué aux interactions entre dislocations qui conduisent à une première réduction du LPM des dislocations.

Pour des déformations intermédiaires (5%-20%), les interactions dislocation/macle sont responsables de l'écrouissage en raison d'une seconde réduction du LPM des dislocations attribuée aux macles primaires qui agissent comme des nouveaux obstacles aux mouvements des dislocations. Cependant cet effet s'exprime avec retard sur les courbes d'écrouissage parce que le maclage provoque également une déformation additionnelle et "relaxe" les contraintes à l'échelle du grain. Autrement dit, cette « relaxation » n'est pas immédiatement compensée par la seconde réduction du LPM. Pour les grandes déformations (plus de 20%), les interactions entre les macles non coplanaires contribuent de manière significative à l'écrouissage.

De manière intéressante, cette analyse suggère que la courbe de l'écrouissage "idéale" pour obtenir à la fois ductilité et résistance doit venir d'un équilibre dynamique entre les mécanismes durcissant et adoucissant dus au maclage, qui ne peut exister que si on a une évolution progressive de la microstructure.

Conclusions

Le comportement mécanique en traction pour les aciers austénitiques Fe-Mn-C est modélisé en prenant en compte les investigations expérimentales obtenues par Allain (Allain (2002b) ; Allain *et al.* (2004a)) concernant l'activation du maclage, l'évolution de la microstructure et la courbe d'écrouissage. Le glissement cristallographique et le maclage sont représentés comme des mécanismes de déformation plastique en utilisant le formalisme de la plasticité cristalline dans une formulation viscoplastique bien adapté pour décrire le glissement thermiquement activé. Les déformations élastiques sont couplées aux deux déformations inélastiques à l'échelle du grain. Le comportement du polycristal est déterminé grâce à une modélisation en utilisant une transition d'échelle adaptée aux interactions élastiques-viscoplastique entre les grains.

Nous avons montré qu'au premier stade de la déformation, les aciers étudiés ici se déforment par glissement thermiquement activé. L'évolution de l'écrouissage a été analysée avec précision en relation avec l'activation du glissement et du maclage et du couplage entre les deux mécanismes. Le modèle reproduit l'évolution du taux d'écrouissage avec la déformation et en particulier la présence de trois stades. Nous avons montré que les interactions glissement/maclage jouent un rôle dominant sur le fort taux d'écrouissage mais les interactions macle/ macle ne peuvent pas être négligées. Les efforts engagés de modélisation du comportement des aciers Fe-Mn-C, alimentée par le travail expérimental d'Allain *et al.* (2004a,b) présentent des résultats encourageants car ils permettent de mieux comprendre les interactions entre les mécanismes de déformation, l'évolution de la microstructure et la courbe d'écrouissage de l'acier austénitique Fe-Mn-C étudié.

Il semble important maintenant d'effectuer la même sorte d'analyse sur des matériaux CFC à faible EFE sous d'autres modes de déformation. Par ailleurs, bien que le modèle actuel soit développé pour l'acier austénitique Fe-Mn-C, l'approche proposée devrait également être applicable pour d'autres matériaux où la plasticité est réalisée par glissement et maclage.

Chapitre III

Analyse expérimentale et modélisation du comportement des aciers Fe-Mn-Al-C

III. Analyse expérimentale et modélisation du comportement des aciers Fe-Mn-Al-C

Introduction

Dans ce chapitre, les différents alliages élaborés dans le cadre de cette étude sont présentés. Leurs propriétés mécaniques ont été déduites à l'aide d'essais de traction quasistatique à température ambiante. Les microstructures ont été caractérisées par différentes méthodes expérimentales appropriées (microscope optique, microscope électronique à balayage, microscope électronique à transmission, EBSD, diffraction des rayons X). Le développement qui suit fait référence à ces méthodes et plus particulièrement à la Diffraction des Rayons X (DRX). Nous avons utilisé la DRX pour (i) évaluer la proportion des phases, (ii) déterminer la texture cristallographique et (iii) évaluer les contraintes internes initiales dans les deux phases ainsi que leur évolution avec la déformation au cours d'un essai mécanique in situ. Nous présentons dans ce chapitre aussi les difficultés rencontrées lors de la détermination des contraintes internes in-situ, liées principalement à la nature très hétérogène des matériaux analysés.

La réponse mécanique du matériau a été confrontée à celle obtenue par différents modèles d'homogénéisation où l'hétérogénéité considérée est la phase. Cela permettra, d'une part d'identifier le comportement de chaque phase au sein du duplex et d'autre part, de prévoir l'influence de la fraction volumique de chacune des phases sur sa réponse à une sollicitation donnée et de s'intégrer, ainsi, dans les démarches industrielles de « Alloy design ».

III.1. Métallurgie des aciers duplex

III.1.1. Quelques généralités sur les aciers duplex

Les premières nuances d'aciers austéno-ferritiques dits duplex sont apparues en 1930. Ils ont été découverts par hasard, à cause d'une erreur dans la teneur en chrome d'un acier inoxydable normalement austénitique [Desestret e*t* Charles 1990]. Ils ont une structure biphasée, formée d'austénite γ (Cubique à Faces Centrées CFC) et de ferrite α (Cubique Centré CC). Ils ne sont commercialisés en masse que depuis les années 1970 grâce aux méthodes modernes d'élaboration ainsi qu'aux progrès de suivi de

composition en cours d'élaboration [Aubin 2001]. Les propriétés des aciers duplex inoxydables sont dues, pour la plupart, à la structure biphasée de l'alliage. Ils combinent favorablement les propriétés mécaniques des aciers ferritiques et austénitiques. La limite d'élasticité des aciers austéno-ferritiques (400-600 MPa) est deux à trois fois plus élevée que celle des aciers austénitiques et leur allongement est plus faible mais néanmoins acceptable (15 à 25%) [Desestret et Charles 1990]. Leur ténacité, intermédiaire entre celles des aciers ferritiques et des aciers austénitiques, est contrôlée par la teneur en phase ferritique. La ténacité maximale est obtenue par un refroidissement rapide à partir de la température de la mise en solution. Ces aciers ont pris une place importante dans les industries chimiques et pétrochimiques grâces à leur résistance à la corrosion [Calonne, 2001].

La connaissance de la composition et du mode d'élaboration des aciers permet d'expliquer ses propriétés mécaniques qui dépendent notamment de la structure métallurgique, de la présence ou non de précipités et de la capacité de durcissement de l'acier. Suivant le mode d'élaboration, on peut distinguer deux types d'aciers [Masson, 2003]:

- Les aciers de corroyage : les produits corroyés sont issus d'acier liquide coulé sous forme d'ébauches en lingotières ou en coulée continue. Ces ébauches sont ensuite mises en forme par laminage ou par forgeage, avant d'être le plus souvent, usinées et assemblées pour obtenir le produit final. La microstructure de cet acier dépend de la méthode de mise en forme. Par exemple, le laminage à chaud induit non seulement une texture cristallographique mais également une texture morphologique où les grains sont allongés dans la direction de laminage.
- Les aciers de moulage : les pièces sont obtenues directement par solidification du métal liquide dans des empreintes (ou moules) en matériau réfractaire ou métallique qui reproduisent le plus fidèlement possible les formes et les dimensions finales des pièces demandées par les utilisateurs. Ce mode d'élaboration est techniquement et économiquement intéressant car il élimine les coûteuses opérations d'usinage ultérieur et elle permet de conserver la peau brute de fonderie qui présente en général une microstructure fine favorable à la bonne tenue des pièces en service.

Lors de la solidification de ces aciers duplex inoxydables, il semble que la phase ferritique apparaît d'abord et que la phase austénitique germe ensuite dans la phase α [Desestret et Charles 1990]. La structure finale se compose donc d'îlots d'austénite dans

une matrice ferritique. Les fractions volumiques de ces deux phases dépendent non seulement de la composition chimique de l'acier considéré, mais aussi de ses conditions d'hypertrempe [Aubin 2001]. En effet, les aciers duplex inoxydables subissent habituellement un traitement d'hypertrempe consistant en un maintien d'environ une heure à une température comprise entre 1000 et 1150°C suivi d'un refroidissement à l'eau. Plus la température du traitement thermique est élevée, plus la teneur en ferrite est importante [Desestret et Charles 1990].

III.1.2. Les aciers Fe-Mn-Al-C non inoxydables

Les deux éléments d'addition principaux dans les aciers duplex inoxydables sont le chrome (élément alphagène) et le nickel (élément gammagène). La teneur en chrome est de 21% à 27%, en nickel de 4,5% à 8% [Desestret et Charles 1990]). Ces deux éléments sont coûteux. Il est donc avantageux de les remplacer par des éléments économiques, tels que le carbone, le manganèse et l'aluminium. L'alliage Fe-Mn-Al-C a été inventé par Hadfield (1887). Suivant le type d'application visée (c'est-à-dire les conditions de service) ainsi que les conditions de mise en œuvre, de nombreux alliages répondant à des utilisations plus spécifiques ont été développés. Par exemple, dans les alliages Fe-(25-30%) Mn-Al, le rapport entre la résistance à la corrosion et le prix est acceptable de sorte qu'ils peuvent être un bon candidat pour le remplacement des aciers inoxydables conventionnel Ni-Cr [Charles 1982 ; Chiou *et al.* 2005 ; Arnaud, 2006], notamment pour des applications où la résistance à la corrosion n'est pas critique [Chen *et al.* 1993].

Du chrome et d'autres éléments comme le nickel en petite quantité peuvent être ajoutés à ce système d'alliage pour améliorer la résistance à la corrosion [Hamada et Karjalainen 2006 ; Zhang *et al.* 2002 ; Chung et Byrne 1993]. Ce type d'alliage présente une bonne résistance à la corrosion dans de nombreux environnements par rapport à l'acier inoxydable classique tel que le 304 et 430. Il est à noter que la résistance à la corrosion des aciers Fe-Mn-Al ne dépend pas de la structure de phase mais plutôt de la composition chimique [Hamada et Karjalainen, 2006].

Malgré la très bonne résistance à la corrosion des alliages Fe-Mn-Al et une densité réduite, ils ont l'inconvénient d'une résistance mécanique faible. La faible résistance mécanique est due à l'addition de l'aluminium celle-ci supprime les transformations de phase induites par la déformation [Arnaud, 2006]. La solution abordée dans la littérature est l'adition d'autres éléments d'alliage tels que le silicium [Grässel et Frommeyer

1998], le carbone [Kim et Han 1989] ou le niobium [Kim *et al.* 1985 ; Huang *et al.* 2006b] pour augmenter les propriétés mécaniques et pour rechercher les phénomènes de transformation [Arnaud, 2006]. Cependant, l'addition des éléments interstitiels tels que le carbone ou l'azote induisent également une fragilité plus élevée dans les alliages Fe-Mn-Al [Charles, 1981 ; Arnaud, 2006].

En agissant sur les concentrations en corrélation de manganèse, d'aluminium et de carbone, des alliages à base de Fe-Mn-Al-C on obtient deux types d'aciers : (i) aciers austénitiques [Choo *et al.*1997 ; Han 2000; Cheng *et al.* 2004 ; Lee, 2005 ; Huang *et al.* 2006b], (ii) aciers duplex (un mélange de ferrite α et austénite γ avec des fractions de volume différentes α et γ) [Cheng et Lin 2002 ; Cheng *et al.* 2002, 2003]. La substitution du nickel par le manganèse et le chrome par l'aluminium, d'abord dictée par des considérations économiques, a ensuite été motivée par les propriétés remarquables des aciers Fe-Mn-C à effet TWIP discutées au chapitre I. Ceci a entraîné le développement des aciers duplex Fe-Mn-Al-C susceptibles d'avoir un effet TWIP. Cette nouvelle génération d'aciers duplex à forte teneur en manganèse et en aluminium, créée par Arcelor, a conduit au développement d'une véritable famille d'aciers austéno-ferritiques répondant à la problématique d'allègement. Ce mémoire constitue les premières publications sur ces nouveaux matériaux, et plus particulièrement quatre nuances qui sont présentées ci-dessous.

III.1.3. Les aciers duplex Fe-Mn-Al-C étudiés

III.1.3.1. Elaboration et composition chimique

Une nouvelle variété d'acier Fe-Mn-Al-C austéno-ferritique dite duplex à forte teneur en manganèse et en aluminium a donc été développée par Arcelor RESEARCH. Les quatre nuances d'aciers austéno-ferritiques étudiés ont été élaborées en coulée continue. Ces alliages ont été laminés à chaud au sein du groupe Arcelor. Le laminage à chaud a été fait à 1180 °C suivi d'un refroidissement à l'air. L'épaisseur de la tôle est environ 3 mm. Il est à noter que le laminage à chaud a été effectué sur la phase ferritique contrairement aux aciers austéno-ferritiques inoxydables classiques (à cause de forte teneur en Al 6-7%). Après laminage à chaud, les nuances subissent un traitement de recristallisation à 1000 °C pendant 10 minutes (Figure III. 1).

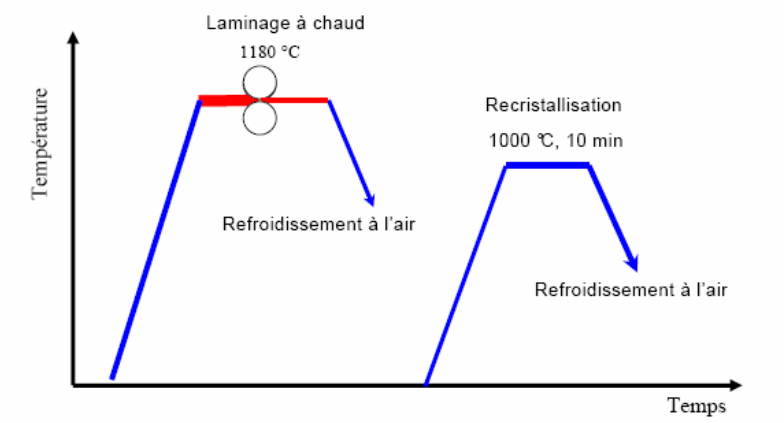


Figure III. 1: Schéma de laminage et du traitement de recristallisation.

Les quatre nuances diffèrent par leur composition chimique (Tableau III. 1) et notamment par leur taux de carbone qui conduit à différentes fractions volumiques de chacune des phases.

	Fraction volumique		Composition chimique				
	Austénite %	Ferrite %	C %	Mn %	Al %	Ti %	S %
A	27	73	0.126	15.2	7	0.095	0.008
B	48	52	0.175	15.3	6.20	0.096	0.007
C	54	46	0.218	15.2	6.20	0.100	0.008
D	64	36	0.260	15.1	6.20	0.098	0.008

Tableau III. 1: Composition chimique et la fraction volumique de chaque phase (déterminée par analyse d'image) des quatre nuances étudiées.

La teneur en carbone reste volontairement limitée pour conserver une bonne aptitude au soudage, le manganèse permet de retenir l'austénite à température ambiante et l'aluminium réduit la densité. Ainsi, l'importance du manganèse est d'amplifier la zone du domaine austénitique à haute température ainsi que de stabiliser cette phase lors d'un refroidissement rapide en diminuant la température du début de la transformation martensitique. Dans un premier temps, nous allons caractériser ces nouveaux matériaux par différentes méthodes expérimentales afin de déterminer leurs propriétés mécaniques et caractéristiques structurales.

III.1.3.2. Analyse métallographique

Préparation des échantillons

On a prélevé 6 échantillons sur chaque nuance (3 échantillons sur les cotés de la tôle et 3 échantillons au milieu de la tôle) afin d'observer dans les trois directions (direction de laminage, normale au plan de laminage, direction transversale).

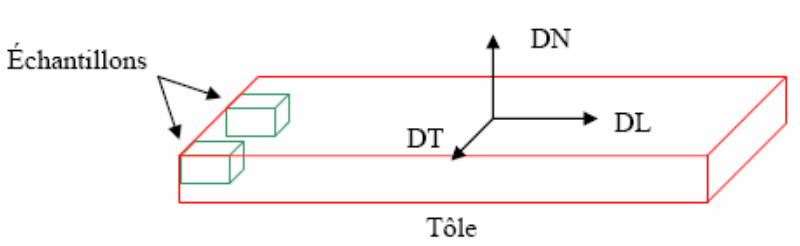


Figure III. 2 : Directions de prélèvement des échantillons

Observations sur les quatre nuances étudiées

Afin de réaliser les micrographies, un polissage mécanique a été effectué sur des disques abrasifs P320, P600, P1000 et P1200 dans cet ordre puis sur des disques avec solutions diamantées de 6µm, 3µm et 1µm. Ensuite, une attaque au Nital 3% est réalisée pendant 5 secondes. Si les deux phases ne sont pas différenciables facilement, une attaque supplémentaire de 5 secondes est réalisée et ceci autant de fois que nécessaire pour obtenir un bon contraste entre austénite et ferrite. L'observation au microscope optique a révélé une microstructure biphasée ferrite/austénite. On peut constater qu'il n'y a pas de différence entre les échantillons qui sont prélevés sur le bord de la tôle avec ceux qui sont prélevés du milieu de la tôle.

Les micrographies pour les quatre nuances dans les trois directions sont présentées sur les figures (III. 3, III. 4, III. 5 et III. 6). On peut constater que le taux d'austénite augmente de la nuance A à D. Ainsi, les ilots de l'austénite sont bien allongés dans une matrice ferritique (héritée du laminage à chaud). D'après une étude statistique sur les quatre nuances (voir Tableau III. 2), on constate que la nuance A a une taille moyenne nettement inférieure à celle des autre nuances. Ainsi, à notre connaissance, la taille des ilots de l'austénite semble bien supérieure à celle constatée dans la littérature pour des aciers duplex classiques inoxydables [par exemple : Johansson *et al.* 1999].

	Direction de laminage		Direction transversale	
Nuance	Minimum (µm)	Maximum (µm)	Minimum (µm)	Maximum (µm)
A	30	300	10	55
B	35	420	10	90
C	35	425	20	135
D	50	570	25	205

Tableau III. 2 : Taille des ilots d'austénite dans la direction de laminage et la direction transversale pour les quatre nuances.

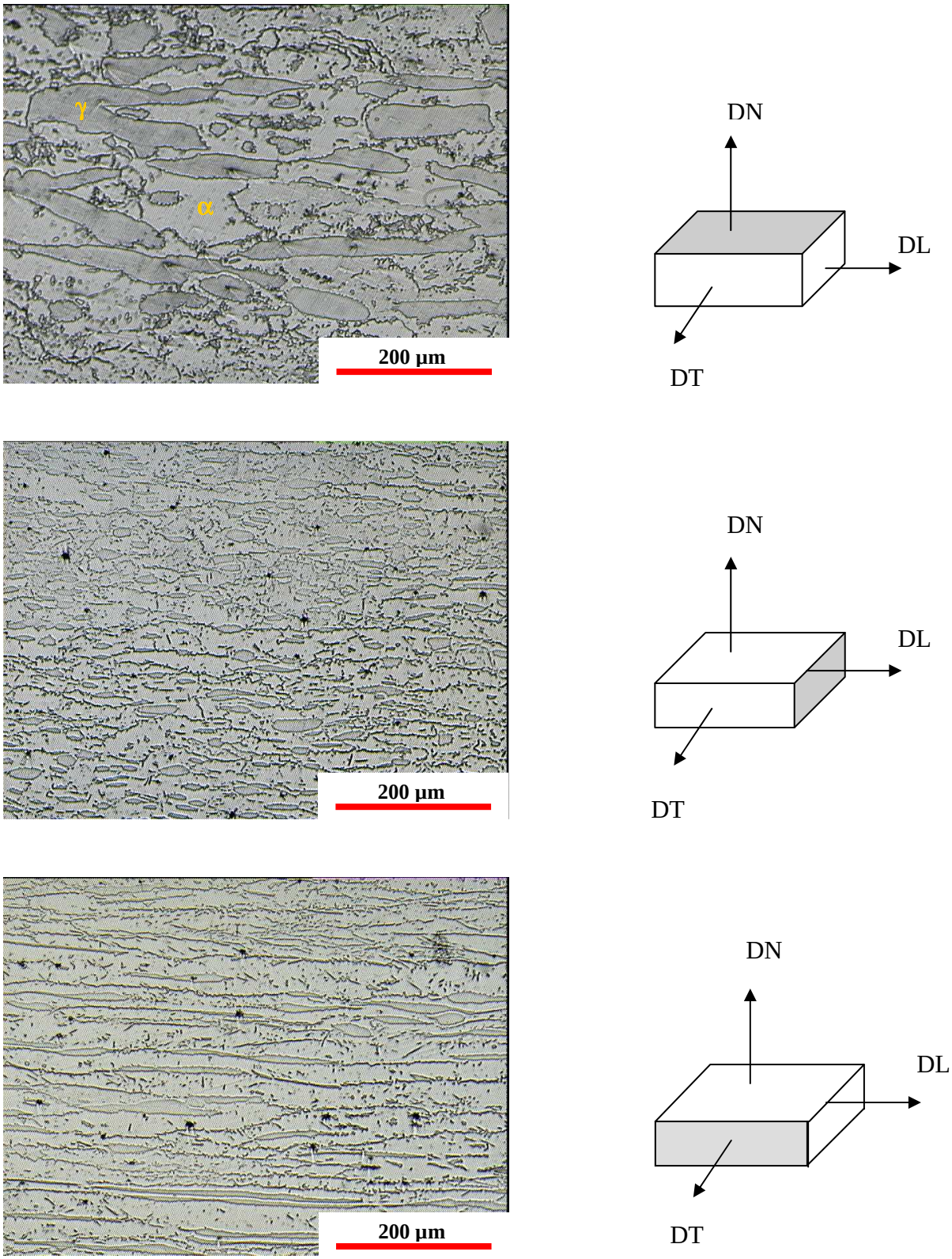


Figure III. 3 : Microstructure de la nuance A

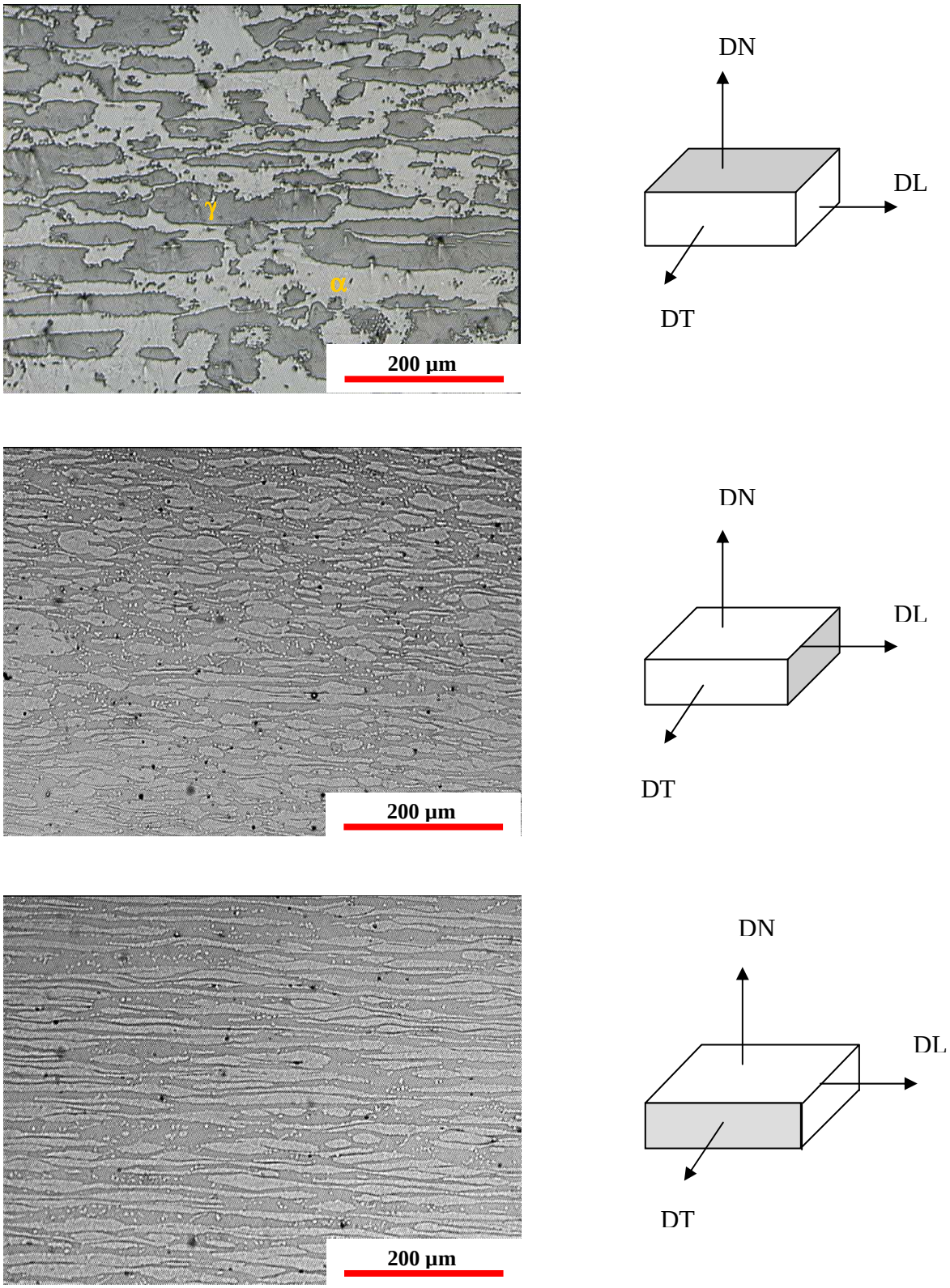
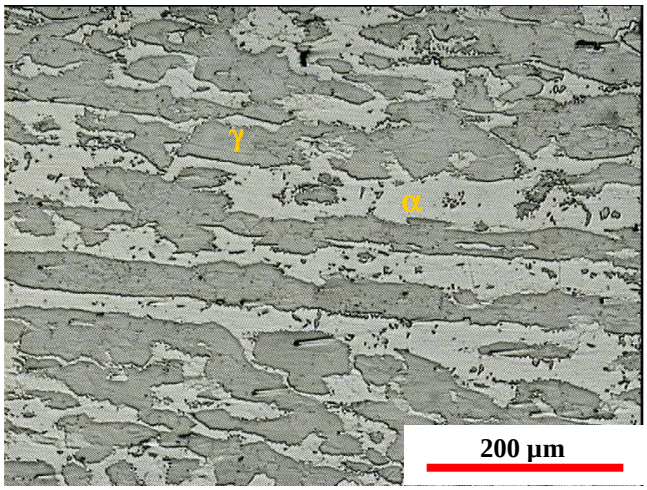
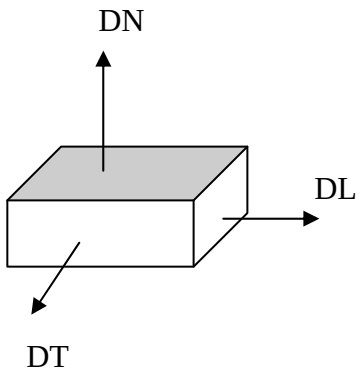
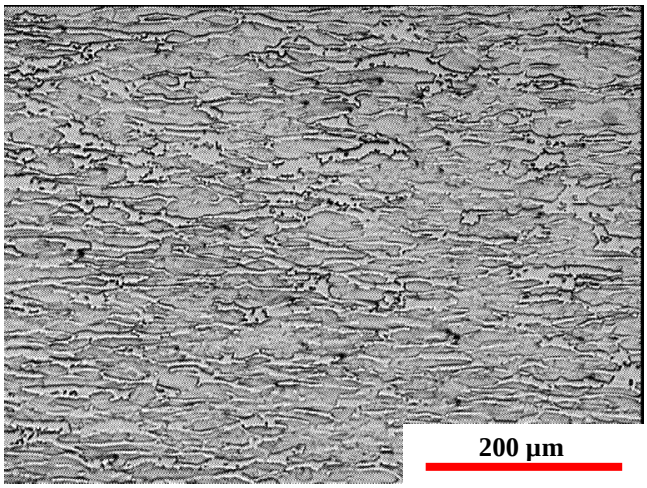
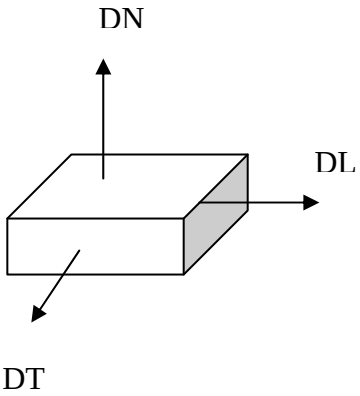


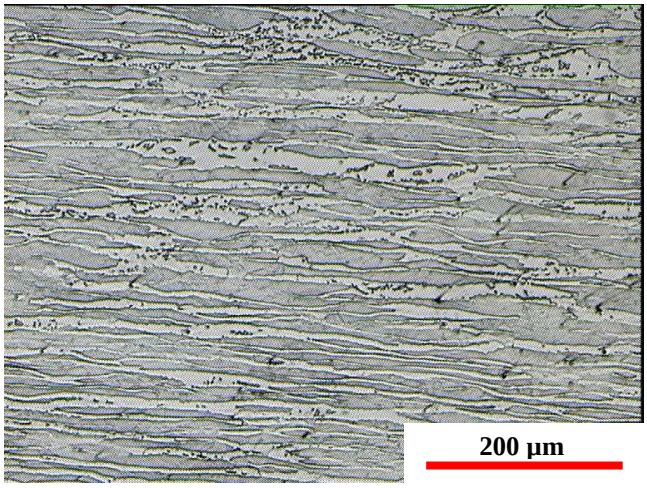
Figure III. 4: Microstructure de la nuance B











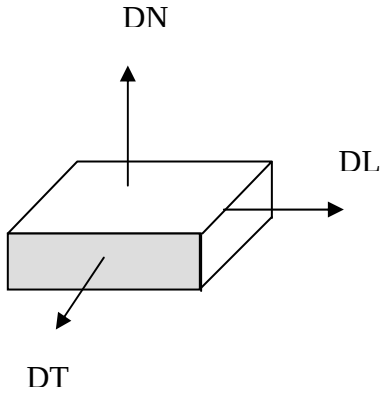


Figure III. 5: Microstructure de la nuance C

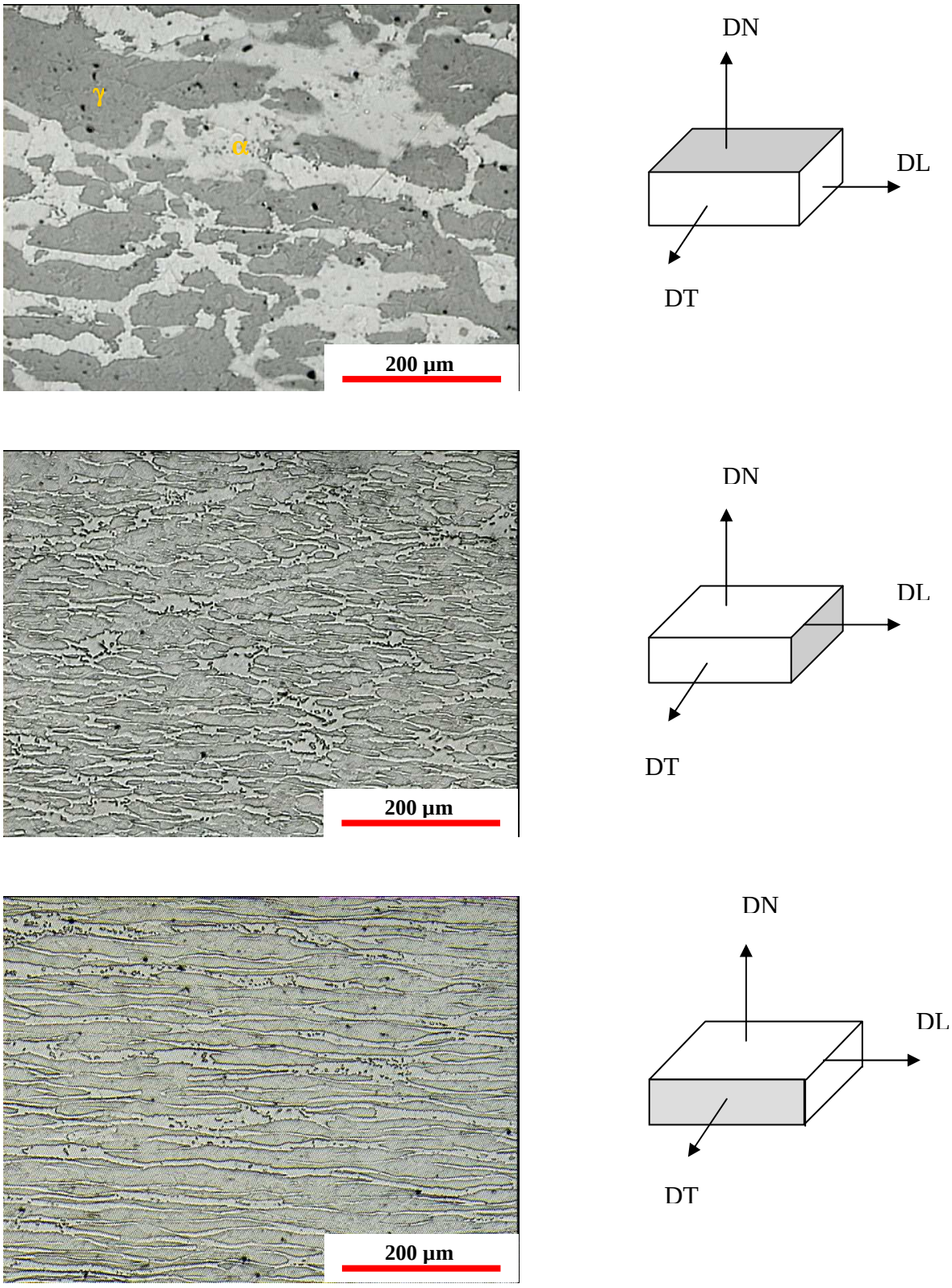


Figure III. 6: Microstructure de la nuance D

La Figure III. 7 montre les microstructures des quatre nuances prises à la même échelle.

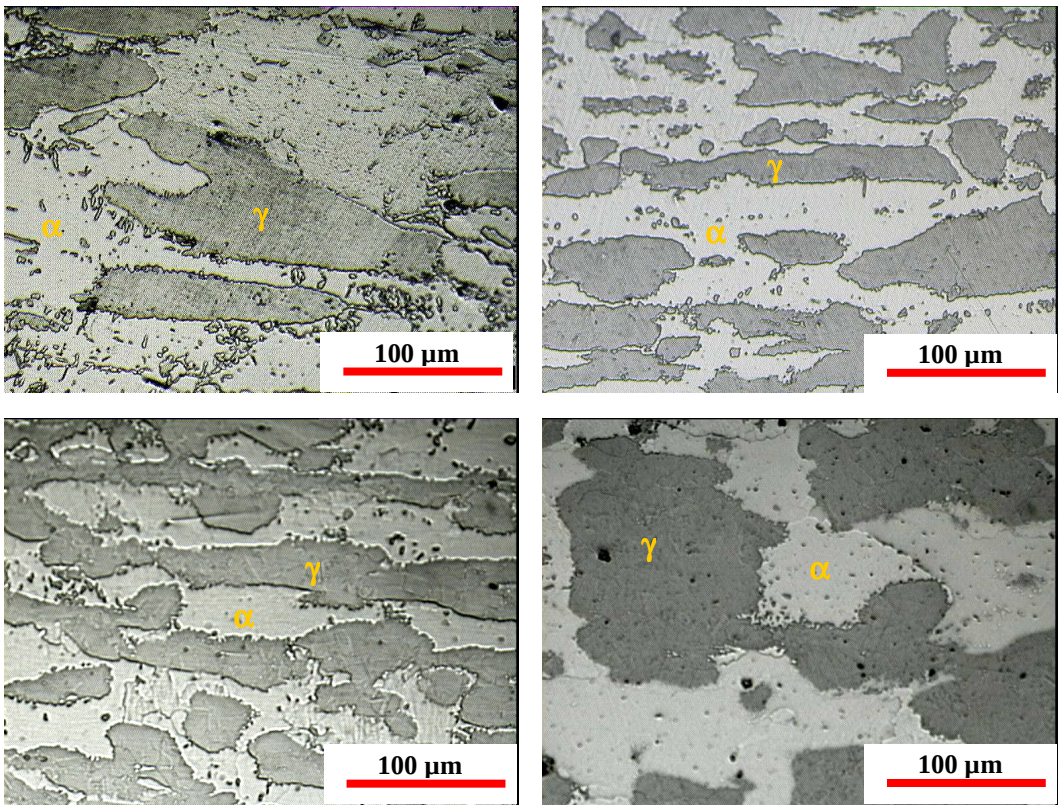


Figure III. 7: Micrographies représente la microstructure des quatre nuances de l'acier duplex.

La microscopie optique ne nous permet pas de révéler clairement les joints de grains. Nous avons fait appel pour cela à la technique de diffraction des électrons rétrodiffusés (Electron Back Scattered Diffraction (EBSD)).

III.2. Caractérisation initiale des microstructures

III.2.1. Analyse EBSD de la structure granulaire de la nuance B

L'analyse par EBSD (Electron Back Scattered Diffraction) est réalisée au sein du Laboratoire d'Etude des Texture et Applications aux Matériaux (LETAM) à Metz. La Figure III. 8 représente une cartographie EBSD (pas de 2 µm) d'un échantillon de la nuance B non déformée sur une zone large. Elle montre que les deux phases sont allongées dans la direction du laminage. L'allongement des grains de la ferrite dépasse 1 mm.

L'analyse par EBSD sur une autre zone (Figure III. 9) confirme qu'il y a des grains fortement allongés (plusieurs centaines de µm) avec des faibles désorientations

intragranulaires (<10°) dans la phase ferritique. Des grains similaires existent dans la phase austénitique bien que ceux-ci soient de taille inférieure et en plus faible proportion que ceux de la phase ferritique.

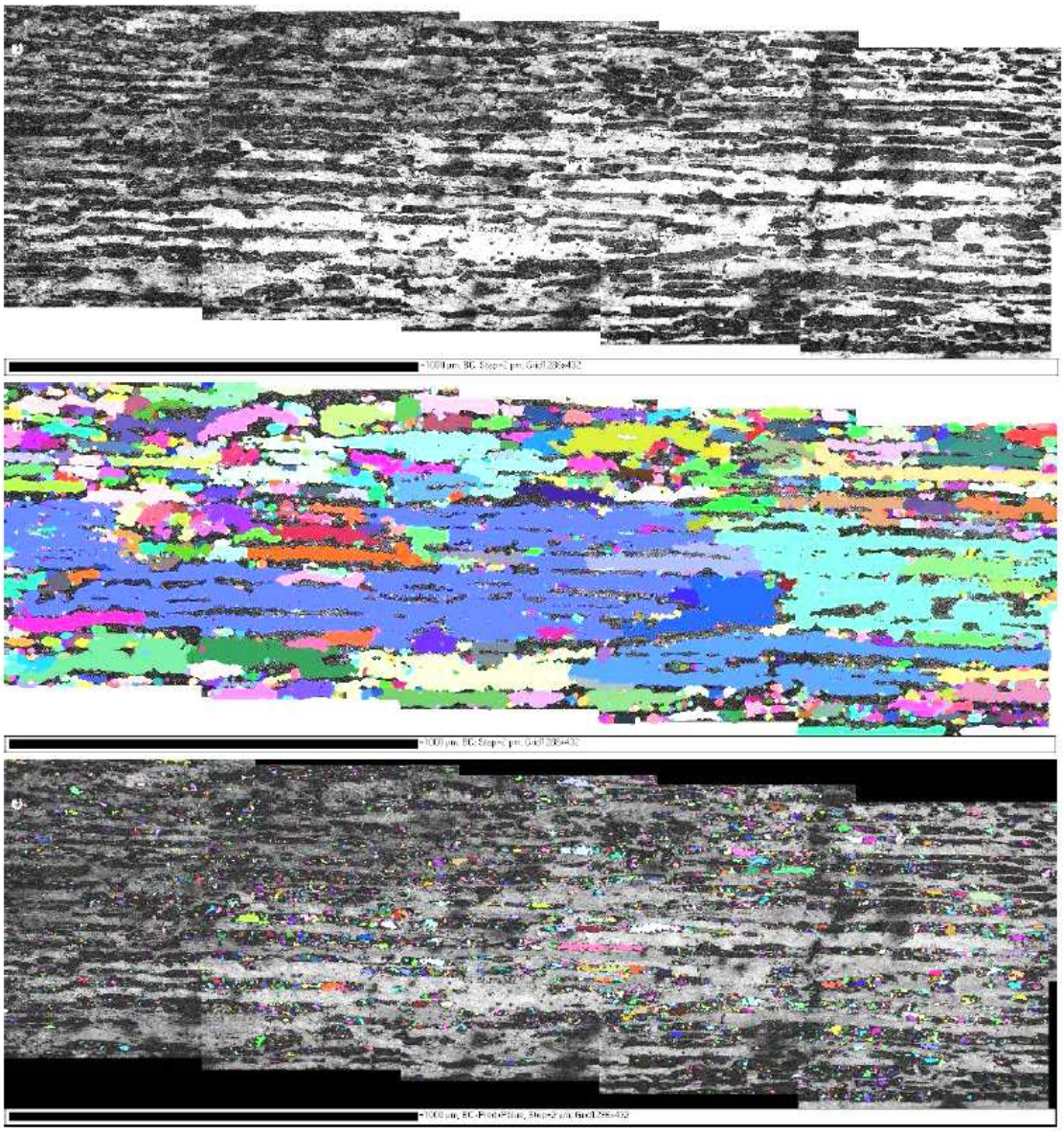


Figure III. 8: Analyse de la cartographie sur une zone large avec pas de 2µm - nuance B (48 % austénite et 52 % ferrite) (a) résultat de la cartographie en Band Contrast, (b) grains de la ferrite en couleurs aléatoires après traitement sur un critère de désorientation angulaire < à 10°. (c) grains de l'austénite en couleurs aléatoires après traitement sur un critère de désorientation angulaire < à 10°. Le taux d'indexation de la phase austénitique est faible (7.6%).

On observe par ailleurs, la présence de petits grains, de taille inférieure à 10 µm, fortement désorientés. Notons cependant que le taux d'indexation de la phase austénitique est faible et gêne une analyse plus quantitative de la distribution de taille de grains. Ce faible taux d'indexation est probablement du à la présence de nombreuses

dislocations dans les grains austénitiques. La présence des gros grains dans les deux phases et plus particulièrement dans la phase ferritique a été détectée par l'analyse de la texture cristallographique par diffraction des rayons X de l'état initial pour les quatre nuances. Les détails de cette analyse sont présentés dans le paragraphe suivant.

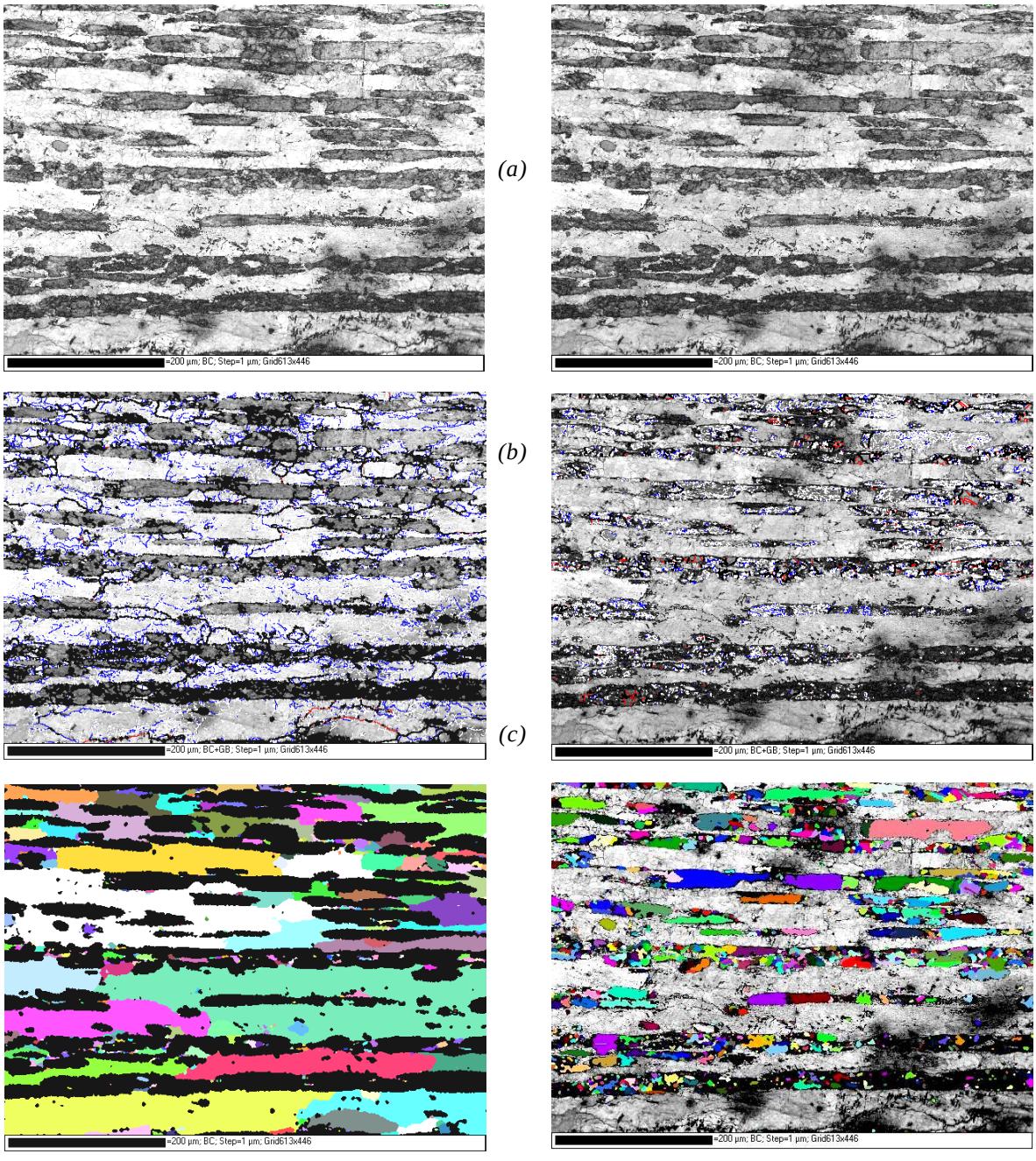


Figure III. 9: (a) Cartographie EBSD avec pas de 1µm - nuance B 48 % austénite et 52 % ferrite. (b) Visualisation des grains de ferrite/austénite : 1 couleur pour un ensemble de pixels BCC/FCC désorientés de proche en proche de moins de 10°. (c) Désorientations angulaires de la phase ferritique/austénitique (2-5° : blanc; 5-15° : bleu; 58-62° : rouge;reste : noir).

III.2.2. Analyse de texture cristallographique et dosage de phases par diffraction des rayons X

Les observations précédentes ont indiqué la présence d'une forte texture morphologique (des grains sont considérablement allongés dans la direction de laminage). Dans un premier temps, les figures de pôles des quatre nuances et le dosage de phases ont été réalisés par DRX au LPMM à l'ENSAM de Metz. Ensuite, des mesures complémentaires sur la nuance B ont été menées pour réaliser des figures de pôles par DRX en incluant une oscillation de l'échantillon ainsi qu'une analyse EBSD des orientations cristalline. Ces dernières mesures ont été effectuées au LETAM. Les détails de ces mesures seront présentés dans la suite.

III.2.2.1. Appareillages utilisés et conditions expérimentales

La mesure des textures a été réalisée sur un diffractomètre à quatre cercles de type Seifert 3003PTS (Figure III. 10) qui permet quatre mouvements de rotation différents : une rotation en 2θ de 0° à 160°, une rotation en Ω, une rotation en ψ variant de –90° à 90° et une rotation en φ de 0° à 360°. Pour cette étude, nous avons utilisé un détecteur ponctuel avec des fentes longues de Sollers verticales, un monochromateur plan secondaire en graphite. Les rayons X sont produits à l'aide d'une anticathode de fer (Kα = 1,94 Å) pour une tension V = 40KV et une intensité I = 30mA.

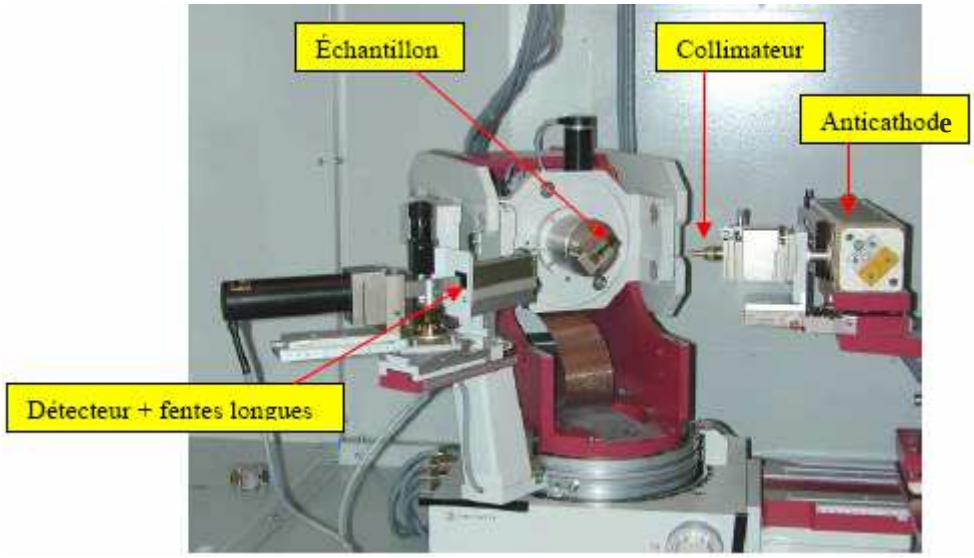


Figure III. 10: Diffractomètre Seifert XRD 3003 PTS utilisé pour le dosage de phase et l'étude de texture cristallographique

Cet appareil permet en plus de l'identification de phase, la réalisation de figures de pôles qui sont utilisées pour déterminer la texture cristallographique et le dosage de

phase dans le cas des matériaux texturés. On peut aussi effectuer des analyses de contraintes à l'échelle des phases, mais sans détecteur linéaire, le temps de manipulation, devient trop long. C'est pour cette raison que dans ce travail, on utilise pour l'analyse de contrainte dans chaque phase, un diffractomètre de type « Proto iXRD » équipé de deux détecteurs linéaires, présenté dans la section III.4.3.1.

Les mesures de texture sont réalisées sur les plans $\{110\}\alpha$, $\{200\}\alpha$ et $\{211\}\alpha$ de la ferrite et sur les plans $\{111\}\gamma$, $\{200\}\gamma$ et $\{220\}\gamma$ de l'austénite, avec des pas de mesure de (3°, 3°) correspondant à (φ,ψ) et un temps de comptage de 6 secondes.

III.2.2.2. Figures de pôles des alliages duplex

Les figures de pôle de la famille $\{111\}\gamma$ de la phase austénitique et $\{110\}\alpha$ de la phase ferritique pour les quatre nuances à l'état initial (après polissage mécanique et électrolytique) sont présentées sur la Figure III. 11. Ces figures de pôles mettent en évidence un effet de taille de grains, néanmoins moins marqué pour la nuance A, dans laquelle est mis en évidence une texture cristallographique. Les figures de pôles des nuances B, C, et D indiquent la présence des gros grains (apparition de tâches de diffraction localisées plus intenses). En effet, la taille de grain a un effet sur le nombre de grains mesurés par unité de volume. Il est nécessaire d'avoir un volume irradié de l'échantillon suffisant pour augmenter la fiabilité statistique des mesures de texture. Puisque la profondeur de la pénétration des rayons X ne peut pas être sensiblement augmentée, une augmentation de la surface irradiée de l'échantillon est nécessaire. Ceci peut être réalisé en déplaçant l'échantillon pendant la mesure tout en gardant sa position angulaire (φ,ψ) constante [Bunge et Esling 1982].

Des mesures de textures avec balayage dans le sens de laminage ont été effectuées sur la nuance B et seront présentées dans le paragraphe III.2.2.4. Cependant, la présence de gros grains dans le volume irradié n'affecte pas les mesures de fractions volumiques d'austénite et de ferrite dans les quatre nuances parce que la méthode utilisée pour déterminer le dosage de phase utilise les intensités moyennes de l'ensemble des positions (φ, ψ).

III.2.2.3. Dosage de phases

Il existe plusieurs méthodes pour la détermination des fractions volumiques des phases présentes dans un matériau biphasé :

- Analyse d'image : c'est une méthode simple. Elle ne nécessite comme équipement qu'un microscope optique. Le dosage de phase des quatre nuances des aciers duplex présenté dans le Tableau III. 1 a été déterminé par cette méthode [Yandi 2003]. Cependant cette méthode montre ses limites lorsque dans les matériaux étudiés, les phases en présence ne sont pas bien séparées. Comme le cas de la martensite créée à l'intérieur des grains austénitiques par exemple [Berrahmoune, 2006].
- Sigmamétrie : c'est une méthode basée sur la mesure de l'intensité d'aimantation à saturation Js. Celle-ci est proportionnelle à la fraction volumique de phase ferromagnétique qui, dans le cas des aciers duplex, est la phase ferritique, l'austénite étant amagnétique.
- Diffraction des rayons X, méthode que nous avons utilisée pour vérifier le dosage de phases déterminé par analyse d'image.

La méthode par DRX utilisée est décrite dans [Maeder *et al.* 1975]. Elle permet de déduire, la proportion des phases de la mesure de l'intensité des pics de diffraction de chacune des phases [Zhang 2000]. Dans notre cas, comme le matériau possède une texture cristallographique de laminage, nous avons utilisé les intensités moyennes déduites des figures de pôles des plans $\{111\}\gamma$, $\{200\}\gamma$ et $\{220\}\gamma$ de l'austénite et des plans $\{110\}\alpha$ et $\{211\}\alpha$ de la ferrite. Les valeurs de la fraction volumique obtenues par la méthode de DRX sont très proches de celles obtenues par la méthode d'analyse d'image comme illustré dans le Tableau III. 3.

	Fraction volumique de l'austénite (%)	
Nuance	**Analyse d'image [Yandi 2003]**	**DRX**
A	27	31
B	48	45
C	54	52
D	64	61

Tableau III. 3: Fractions volumiques de l'austénite pour les quatre nuances déterminées par DRX

On retrouve bien que la variation de la proportion de l'austénite conforme avec le taux du carbone (élément gammagène) qui augmente de la nuance A à D.

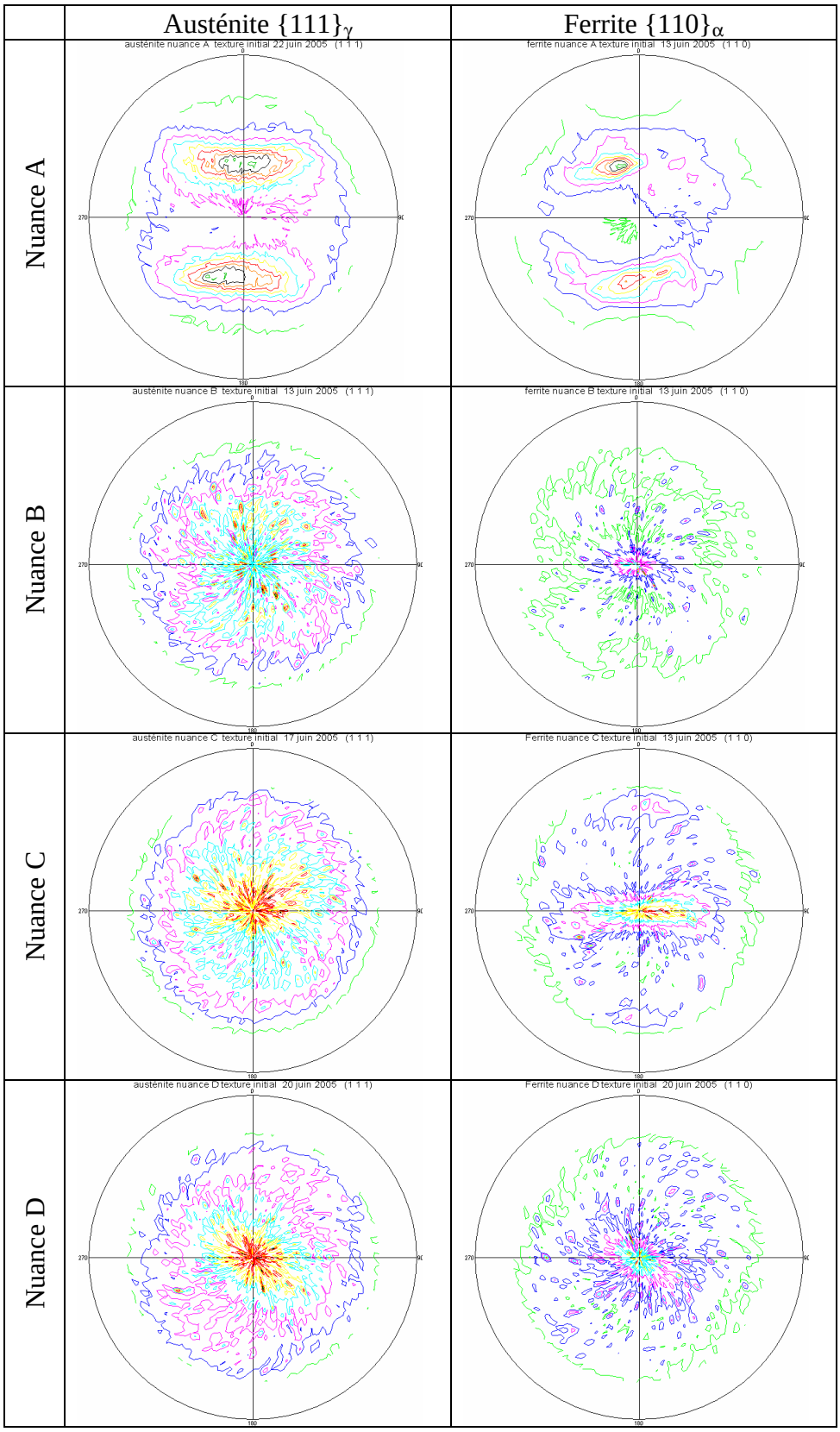


Figure III. 11: Figures de pôles {111}γ de l'austénite et {110}α de la ferrite pou r les quatre nuances à l'état initial.

III.2.2.4. Mesures des textures cristallographiques avec oscillations de l'échantillon

Les mesures de textures cristallographiques avec balayage sur un échantillon de la nuance B ont été réalisées au sein du laboratoire LETAM. La détermination des textures a été effectuée avec un diffractomètre (Siemens D5000) équipé d'un détecteur linéaire. Les figures de pôles sont réalisées sur les plans $\{110\}\alpha$ de la ferrite et sur les plans $\{111\}\gamma$ de l'austénite, en utilisant un collimateur 0.8 mm sans fentes longues de Soller et un anticathode de chrome avec des pas de mesure de (5, 5) correspondant à (φ,ψ) un temps de comptage de 5 secondes. Le temps de mesure d'une figure de pôle est environ 3 heures. Ces mesures ont été représentées sur la Figure III. 12. Le balayage a été effectué dans une seule direction (direction de laminage).

Il apparaît clairement que la mesure de texture de l'austénite devient statistiquement représentative à partir de 10 mm en balayage. En revanche, pour la ferrite, même à 15 mm de balayage, la statistique de comptage n'est pas suffisante. Par conséquent, la taille de grains de la phase ferritique est plus importante que celle de l'austénite, ce qui a déjà été vérifié par l'analyse EBSD (§ III.2.1). Une mesure fiable de la texture nécessiterait une surface d'analyse de l'ordre de 80 à 100 mm², condition rendue difficile de part la taille des échantillons.

Même si les mesures ne sont pas statistiquement représentatives, les renforcements d'intensités constatés sur les figures de pôles semblent indiquer la présence de textures classiques de laminage.

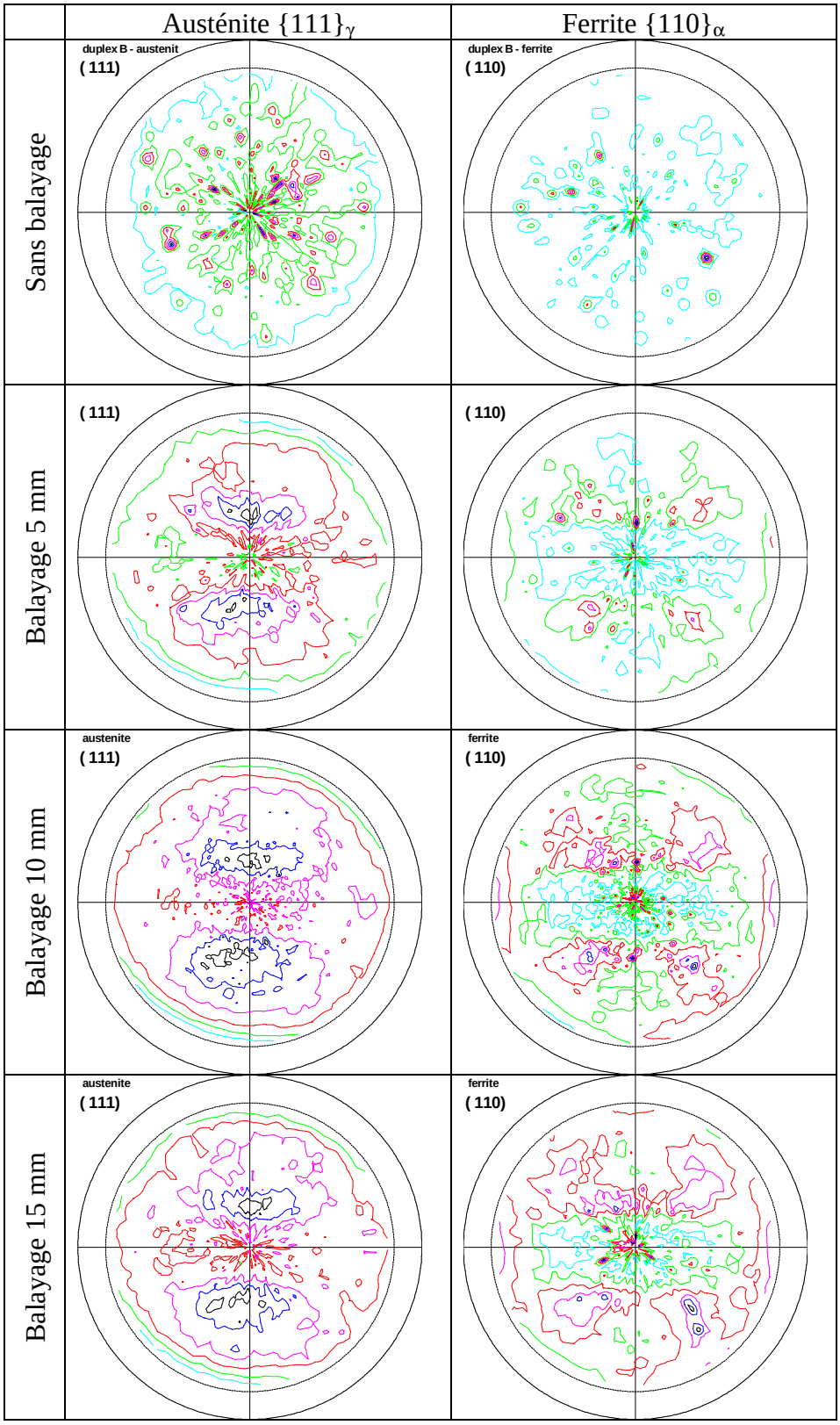


Figure III. 12: Figures de pôles {111}γ de l'austénite et {110}α de la ferrite pour la nuance B déterminées à différentes pas de balayage.

III.2.3. Analyse de texture cristallographique par EBSD

III.2.3.1. La technique EBSD

Principe de la méthode

La technique de diffraction d'électrons rétrodiffusés (Electron Back Scattered Diffraction ou EBSD) couplée à un Microscope Electronique à Balayage (MEB) permet d'obtenir des informations de nature cristallographique sur des matériaux monocristallins ou polycristallins. En chaque point de l'échantillon balayé par le faisceau d'électrons se produit le phénomène de rétrodiffusion des électrons.

Les électrons rétrodiffusés au sein de la matière, qui sont en incidence de Bragg par rapport aux plans cristallins du grain, sont diffractés. On obtient sur un écran de phosphore un diagramme de diffraction constitué de pseudo-bandes de Kikuchi. Le cliché est numérisé puis indexé automatiquement à l'aide d'un logiciel : l'orientation cristallographique du cristal au point de mesure est déterminée. Afin que les lignes de Kikuchi soient bien visibles, l'échantillon doit idéalement être poli électrolytiquement pour supprimer l'écrouissage superficiel induit par le polissage mécanique.

Dispositif expérimental

Dans la pratique, l'échantillon est placé dans un Microscope Electronique à Balayage (MEB), et est incliné de telle sorte que l'angle formé par la normale de l'échantillon et le faisceau d'électrons incidents soit de 70°. Le dispositif comprend un écran phosphorescent sur lequel les électrons rétrodiffusés forment le diagramme. Une caméra, reliée à un ordinateur, assure l'enregistrement du diagramme. Un logiciel d'indexation automatique des bandes de Kikuchi détermine la structure cristallographique et l'orientation du grain étudié, à partir d'un fichier de données cristallographiques des phases.

Une application importante de la technique EBSD est la détermination de la distribution spatiale des orientations de l'échantillon en corrélation avec la microstructure. Dans ce cas, le système EBSD est utilisé en mode 'cartographie' dans lequel le faisceau d'électrons est dirigé sur la surface à analyser suivant une grille prédéfinie. En chaque nœud de la grille, le système procède à l'acquisition et à

l'indexation du diagramme de Kikuchi. Le fichier de données contient alors pour chaque point analysé :

- les coordonnées du point,
- la nature de la phase détectée,
- l'orientation correspondante,
- l'indice de qualité (IQ) du diagramme de Kikuchi.

Dans le cadre de cette thèse, nous avons utilisé le système EBSD 'Channel – HKL Technology' dans un MEB JEOL 6005F équipé d'un canon à effet de champ, au LETAM. Ce dispositif permet dans le cas des aciers, d'atteindre une résolution spatiale en mode cartographie de 20 à 50 nm (variable en fonction de l'état métallurgique du matériau).

III.2.3.2. Micro-textures par EBSD

Les mesures de textures cristallographiques locales par EBSD sur un échantillon de la nuance B sont représentées sur la Figure III. 13 dans le repère DL/DN. La zone mesurée est d'environ 0,25 mm² et a été réalisée avec un pas de mesure de 1µm.

De la même manière que pour la DRX, les micro-textures mesurées en EBSD révèlent l'importance de la taille de grains du matériau. En effet les pics d'intensité très localisés (en rouge, I=8) sur les figures de pôles {100}/{110}/{111} sur un fond continu très important (en bleu) des phases austénitique et ferritique (Figure III. 13) est le résultat d'une taille moyenne de grains très importante, et donc d'une statistique de comptage très faible. Notons qu'il y a une légère rotation des figures de pôles.

Néanmoins, les figures de pôles de la phase ferritique (Figure III. 13a) révèlent la présence d'une fibre inhomogène {110}//DL. De même, la phase austénitique (Figure III. 13b) présente deux densités d'orientations particulières : {100}//DL et {111}//DL.

Même si les mesures par EBSD ont un caractère local, les textures déduites sont conformes à celles obtenues par DRX avec oscillations.

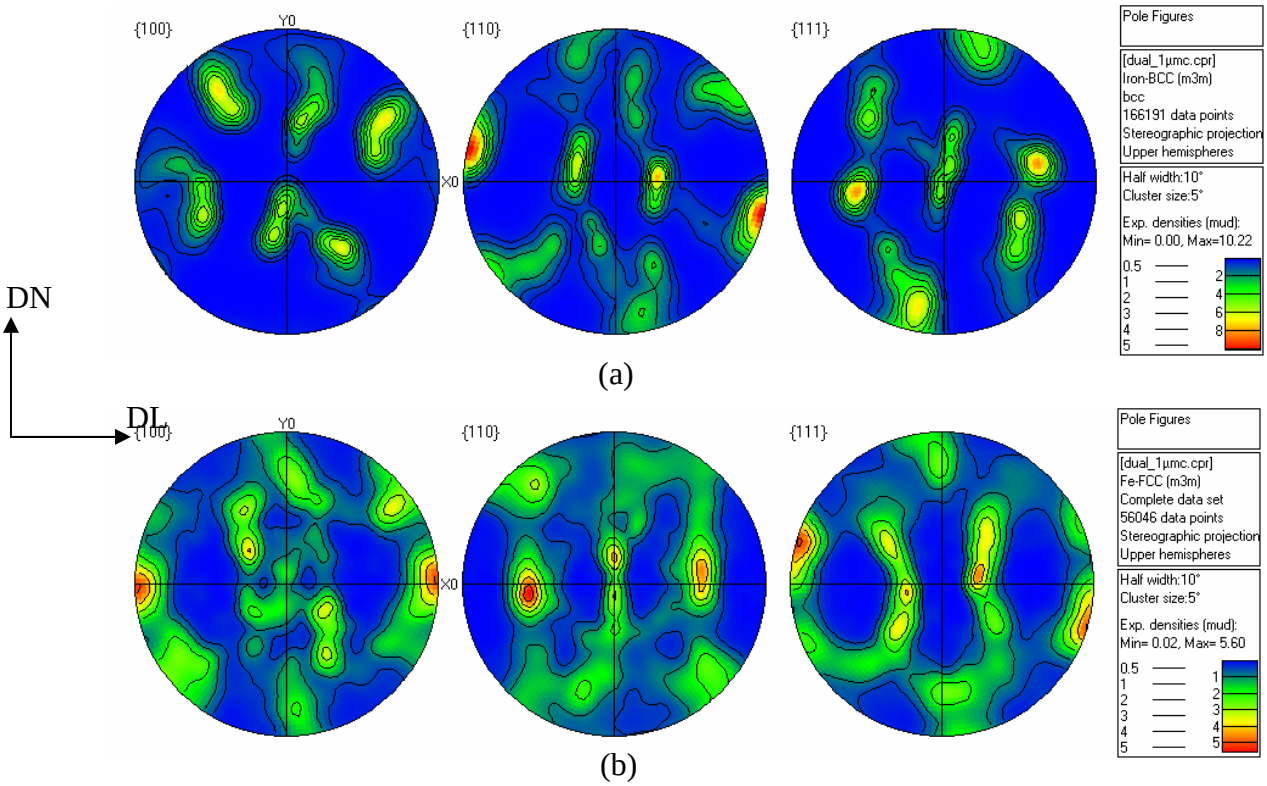


Figure III. 13: Figures de pôles {100}, {110} et {111} de la nuance B (a) pour la phase ferritique (b) pour la phase austénitique déterminées par EBSD (LETAM à Metz).

III.3. Essais de traction

Dans l'objectif de (i) déterminer les propriétés mécaniques des quatre nuances des aciers duplex et de (ii) suivre l'évolution de la microstructure au cours d'un essai de traction quasi-statique en utilisant un machine classique ainsi qu'une petite machine pour essai *in situ*. Ensuite, certains échantillons déformés seront observés au MET.

III.3.1. Equipements

III.3.1.1. Machine classique de traction

Afin de caractériser le comportement macroscopique du matériau, des essais de traction quasi-statique ont été réalisés à 7.10^{-4} s^{-1}. Les essais ont été réalisés sur une machine de traction de type MTS 100kN à déplacement de traverse mécanique équipée d'une enceinte thermique, dispositif permettant la réalisation d'essais en température. Nous avons d'abord réalisé des essais de traction à température ambiante. Ensuite, un essai de traction de la nuance C a été réalisé à une température de -50 °C.

Les mesures de déformations ont été réalisées en utilisant un extensomètre placé au centre de l'éprouvette. L'extensomètre utilisé de longueur initiale L_0=25mm donne l'allongement ΔL et l'effort est donné par la cellule de force.

Les courbes de traction uniaxiale peuvent se présenter sous deux formes, soit en valeurs nominales (ou conventionnelles), soit en valeurs rationnelles. Les valeurs nominales sont déterminées par les relations classiques :

$$\varepsilon_{nom} = \frac{\Delta L}{L_0} \quad \text{et} \quad \sigma_{nom} = \frac{F}{S_0} \tag{III. 1}$$

Ces valeurs peuvent être converties en valeurs rationnelles (ou souvent appelées vraies) par les relations suivantes :

$$\varepsilon_{vrai} = \ln\left(\frac{L}{L_0}\right) = \ln(1+\varepsilon_{nom}) \quad \text{et} \quad \sigma_{vrai} = \frac{F}{S} = \sigma_{nom} \times (1+\varepsilon_{nom}) \tag{III. 2}$$

où ε_{vrai}, σ_{vrai} sont appelées la déformation logarithmique et la contrainte de Cauchy respectivement. La détermination de la contrainte de Cauchy est basée sur l'hypothèse d'incompressibilité de la déformation plastique soit Tr(ε)=0 où Tr représente la trace du tenseur des déformations. La contrainte de Cauchy tient compte de la variation de section de l'éprouvette durant l'essai. Ces relations sont valables dans la région où la déformation est homogène dans toute la partie utile de l'éprouvette. Seules ces valeurs rationnelles permettent une comparaison avec des résultats de simulation.

Les notions d'allongement à rupture (A%) et de résistance mécanique (contrainte maximale Rm) sont définies à partir des courbes conventionnelles. La limite d'élasticité des matériaux est définie par convention dans cette étude à 0,2 % d'allongement (Rp0,2%).

III.3.1.2. Machine de traction in-situ

La machine de traction-compression in-situ Kammrath & Weiss (Figure III. 14) nous a permis de réaliser des essais de traction in-situ et d'étudier l'évolution de la microstructure et l'état de contraintes dans les deux phases pour différentes étapes de chargement. Son principal intérêt est sa taille réduite qui permet de l'utiliser in situ sur différents équipements tels que le diffractomètre ou le microscope électronique à balayage (MEB). Elle est équipée d'un capteur de force qui permet de déterminer

ensuite la contrainte nominale en cours d'essai, ainsi que d'un capteur de déplacement des mors. Celui-ci ne permet pas une détermination précise de la déformation de la zone utile de l'éprouvette, notamment lorsque l'on utilise des échantillons de forme complexe, ce qui conduira à utiliser aussi une machine de traction conventionnelle pour certains essais. Elle est capable d'exercer une force maximale de 5kN et la vitesse de sollicitation varie entre $0,2\mu m.s^{-1}$ et $100\mu m.s^{-1}$.

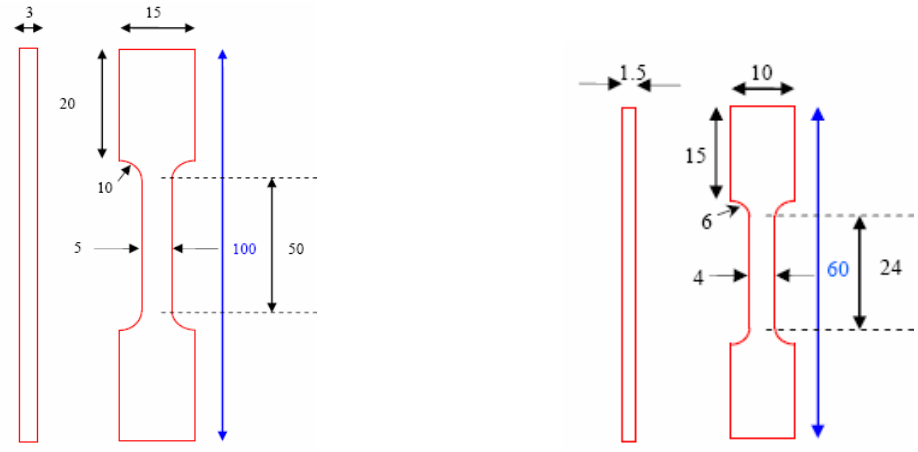


Figure III. 14 : Machine de traction permettant de réaliser des essais in-situ

La machine de traction a été utilisée in–situ dans le MEB JEOL 5800 LV de l'ENSAM de Metz pour observer la plasticité et dans un appareil de DRX pour étudier la répartition des contraintes par phase.

III.3.1.3. Réalisation des éprouvettes

Afin de ne pas modifier la microstructure et ne pas introduire des contraintes trop importantes, l'usinage des éprouvettes de traction a été réalisé par électroérosion à fil. Ensuite, les éprouvettes ont été rectifiées afin d'obtenir les dimensions finales. Les dimensions des éprouvettes de traction utilisées sont indiquées sur la Figure III. 15a (machine classique) et Figure III. 15b (machine in situ). Les éprouvettes ont été découpées dans une tôle suivant la direction de laminage DL pour les quatre nuances.



(a) **(b)**

Figure III. 15 : Dimensions (en mm) des éprouvettes utilisées (a) dans la grande machine de traction (b) dans la petite machine de traction in situ

III.3.2. Résultats des essais de traction uniaxiale

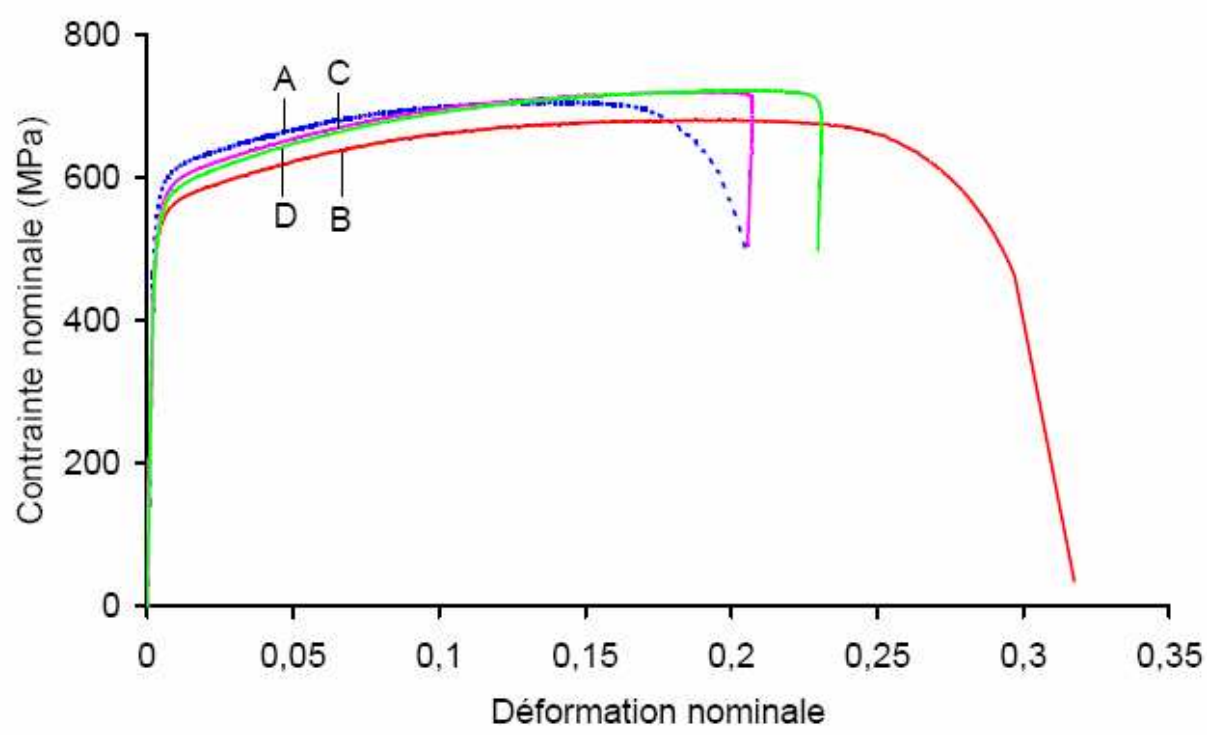
La Figure III. 16 présente les courbes de traction conventionnelles et rationnelles des quatre alliages duplex Fe-Mn-Al-C à température ambiante. Les quatre nuances présentent un comportement analogue.

Les propriétés mécaniques pour les quatre nuances obtenues à partir des courbes de traction sont données dans le Tableau III. 4. L'allongement à rupture varie entre 18 et 30 % et la résistance mécanique entre 680 et 722 MPa.

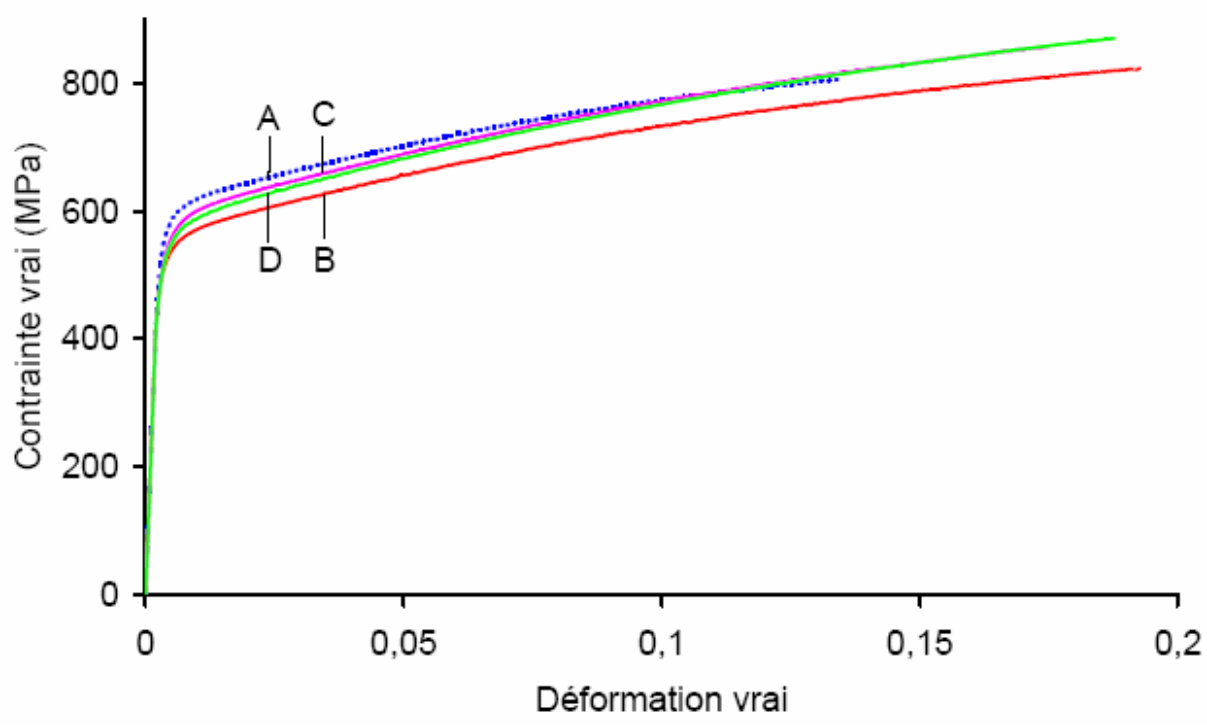
Nuance	Rp 0,2% (MPa)	Rm (MPa)	Ar (%)
A	575	706	18
B	450	680	30
C	540	720	20
D	530	722	23

Tableau III. 4 : Propriété mécanique de l'alliage duplex

L'évolution de la limite d'élasticité, de la résistance mécanique et de l'allongement en fonction de la fraction volumique de l'austénite est présentée sur la Figure III. 17. On peut constater que les propriétés mécaniques varient avec la fraction volumique de la manière suivante :



(a)



(b)

Figure III. 16 : Courbes de traction (a) nominales et (b) rationnelles des quatre nuances.

- Limite d'élasticité

La limite d'élasticité de la nuance A est clairement plus élevée que celles des autres nuances car, la teneur moyenne en carbone de l'austénite (C_γ) de la nuance A est plus élevée que celle des autres nuances comme montré dans le Tableau III. 5.

Nuance	f^γ %	C %	$C_\gamma = \frac{C\%}{f^\gamma}$
A	27	0,126	0,4666
B	48	0,175	0,3645
C	54	0,218	0,4037
D	64	0,260	0,4062

Tableau III. 5 : évolution de la teneur moyenne en carbone de l'austénite C_γ avec les nuances.

(Fraction volumique de l'austénite déterminée par l'analyse d'image)

Ainsi, la limite d'élasticité de la nuance B est la plus faible car, la teneur moyenne en carbone de l'austénite (C_γ) de la nuance B est la plus petite. Ces tendances sont confirmées par les essais de dureté (Vickers) à température ambiante réalisées par Yandi (2003) à Arcelor RESEARCH. Les duretés des nuances A, B, C et D sont respectivement de 229, 197, 195 et 189 [Yandi 2003]. La différence de limite d'élasticité entre les nuances C et D est beaucoup moins marquée car, leur teneur moyenne en carbone est très proche.

- Résistance mécanique

La résistance mécanique suit qualitativement les mêmes tendances que la limite d'élasticité exceptée pour la nuance A. La meilleure résistance mécanique est atteinte par la nuance C et D (720 MPa). La nuance B exhibait la plus faible résistance mécanique (680 MPa).

- Allongement à rupture

Le meilleur allongement à rupture est atteint par la nuance B (30%). La nuance A a un faible allongement à rupture (18%). La variation de la valeur de l'allongement à rupture d'une nuance à l'autre n'est pas comprise.

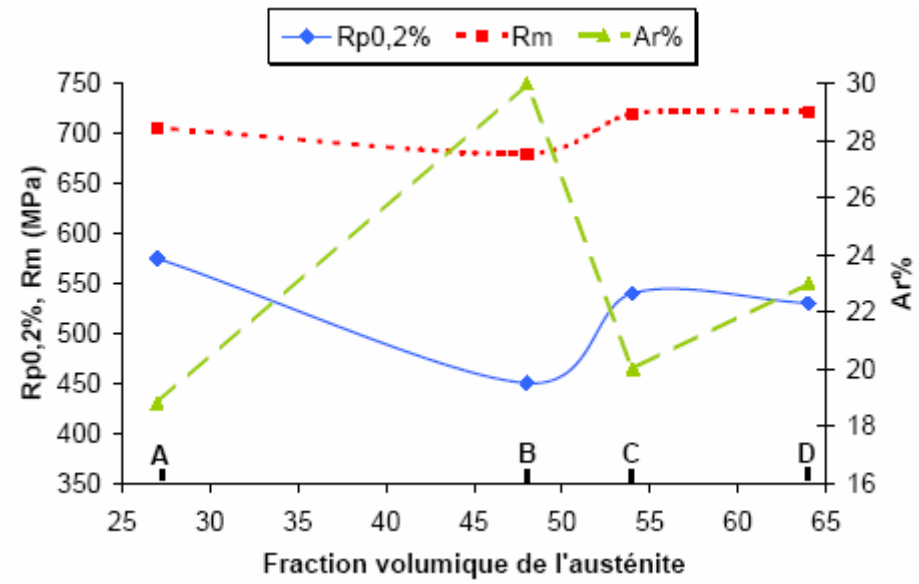


Figure III. 17 : Variations des propriétés mécaniques avec la fraction de l'austénite.

Finalement, on peut constater que lorsque la fraction volumique de l'austénite est comprise entre 55%-65%, la limite d'élasticité, la résistance mécanique et l'allongement à rupture varient très peu. Quand la fraction volumique de l'austénite possède une valeur près de 50%, on obtient un meilleur compromis entre la résistance mécanique et l'allongement à rupture.

III.3.3. Résultats des essais de traction uniaxiale in-situ

Les résultats présentés précédemment ont permis de caractériser rhéologiquement les aciers Fe-Mn-Al-C. L'essai in-situ permettra de se pencher sur l'aspect microstructure. Dans un premier temps, notre choix s'est porté sur la nuance B afin d'étudier l'évolution de la microstructure au cours d'un essai de traction in-situ dans le MEB. L'éprouvette de traction in-situ de la nuance B a subi un polissage mécanique suivi d'un polissage électrolytique. Ensuite l'éprouvette fait l'objet d'une attaque chimique afin de distinguer les deux phases. L'essai in-situ nous a permis d'obtenir la courbe contrainte-déformation présentée par la Figure III. 18. Au fur et à mesure de l'augmentation du chargement macroscopique, des micrographies d'une même zone sont prises afin d'observer l'évolution de la microstructure (Figure III. 19).

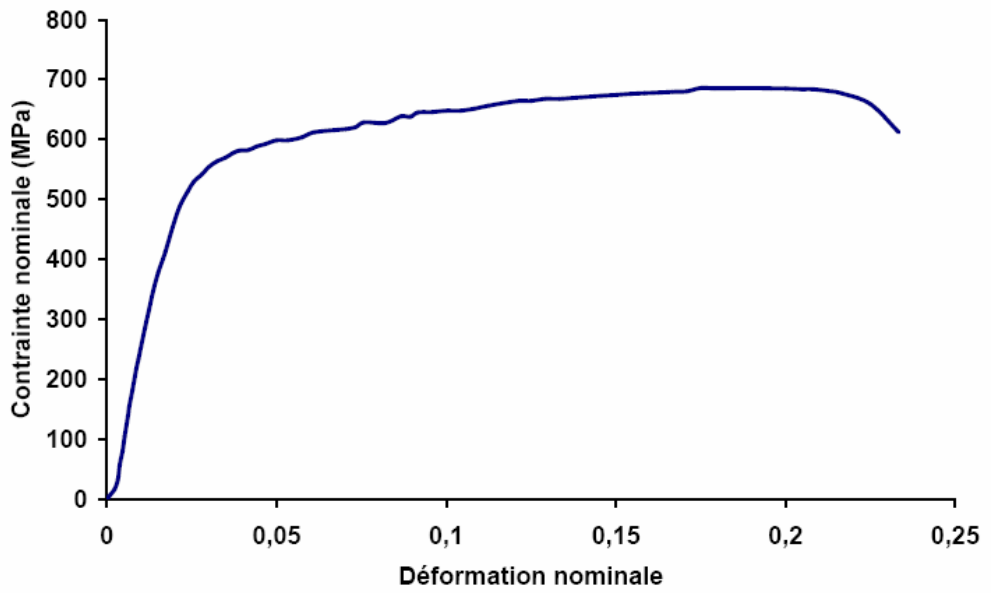


Figure III. 18 : Courbe contrainte déformation d'un essai de traction in-situ (Nuance B).
(la déformation est déterminée par le déplacement de traverse).

Selon les micrographies présentées dans la Figure III. 19, pour des valeurs de déformation inférieure à 5%, on constate que des lignes de glissement apparaissent d'abord dans la phase ferritique. Pour des valeurs de déformation plus élevées, plus de 5%, les lignes de glissement se généralisent dans les deux phases.

Lors de cet essai, nous ne sommes pas capables de confirmer la présence ou non des macles mécaniques dans la phase austénitique, phase susceptible de se déformer par maclage. Il est important de remarquer que les plans de glissement et les plans de maclage sont identiques pour la structure CFC, ce sont les plans {111}. Ainsi les lignes de glissement et les macles apparaîtront dans les mêmes directions. On rappelle que les systèmes de maclage dans les CFC sont du type {111} <112>, tandis que les systèmes de glissement sont du type {111} <110>.

Comme les macles mécaniques peuvent être confondues avec les lignes de glissement, il est important d'effectuer un polissage mécanique qui élimine les lignes de glissement qui ne présentent pas de désorientation cristallographique. Il est également important de réaliser un polissage électrolytique afin d'éliminer les macles de déformation qui peuvent être induites par le polissage mécanique. Nous avons donc effectué un polissage mécanique suivi d'un polissage électrolytique sur la surface de l'éprouvette B après rupture. Après une attaque chimique, des observations par

microscope optique ont été réalisées afin de révéler les macles dans la phase austénitique.

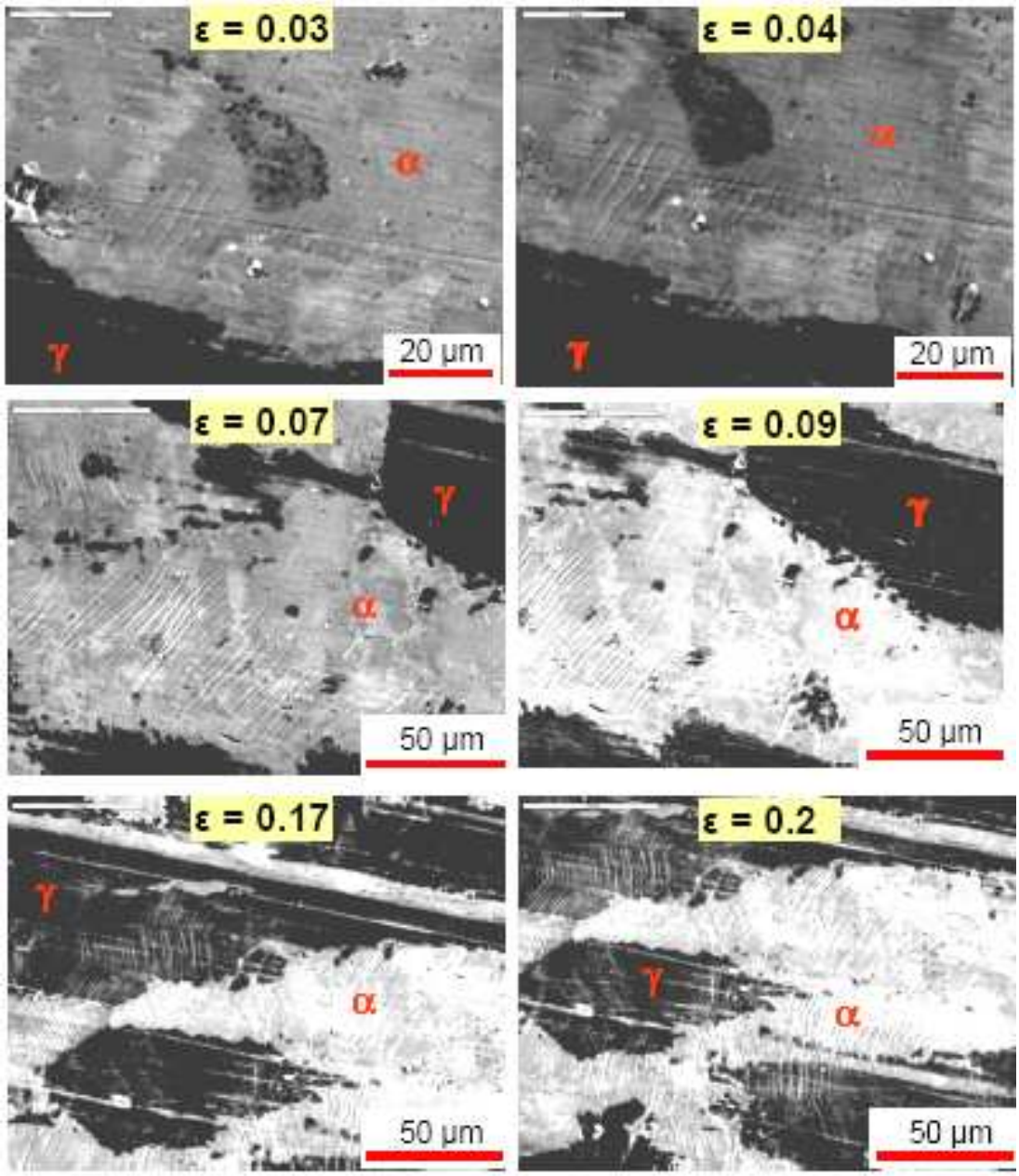


Figure III. 19 : évolution de la microstructure à différents stades de déformation

La Figure III. 20 montre les micrographies de la surface de l'éprouvette B après rupture. Selon ces micrographies, On peut constater que :

- les macles sont très rares dans la phase austénitique,
- un seul système de maclage se produit dans les rares grains de l'austénite qui sont maclés. Les macles sont bloquées aux joints de grains.

Ce résultat nous a surpris, puisque ces alliages ont été conçus pour bénéficier de l'effet TWIP. Pour confirmer un tel résultat, nous avons effectué une analyse par Microscopie Electronique à Transmission (MET) sur un échantillon de l'éprouvette B déformée jusqu'à rupture.

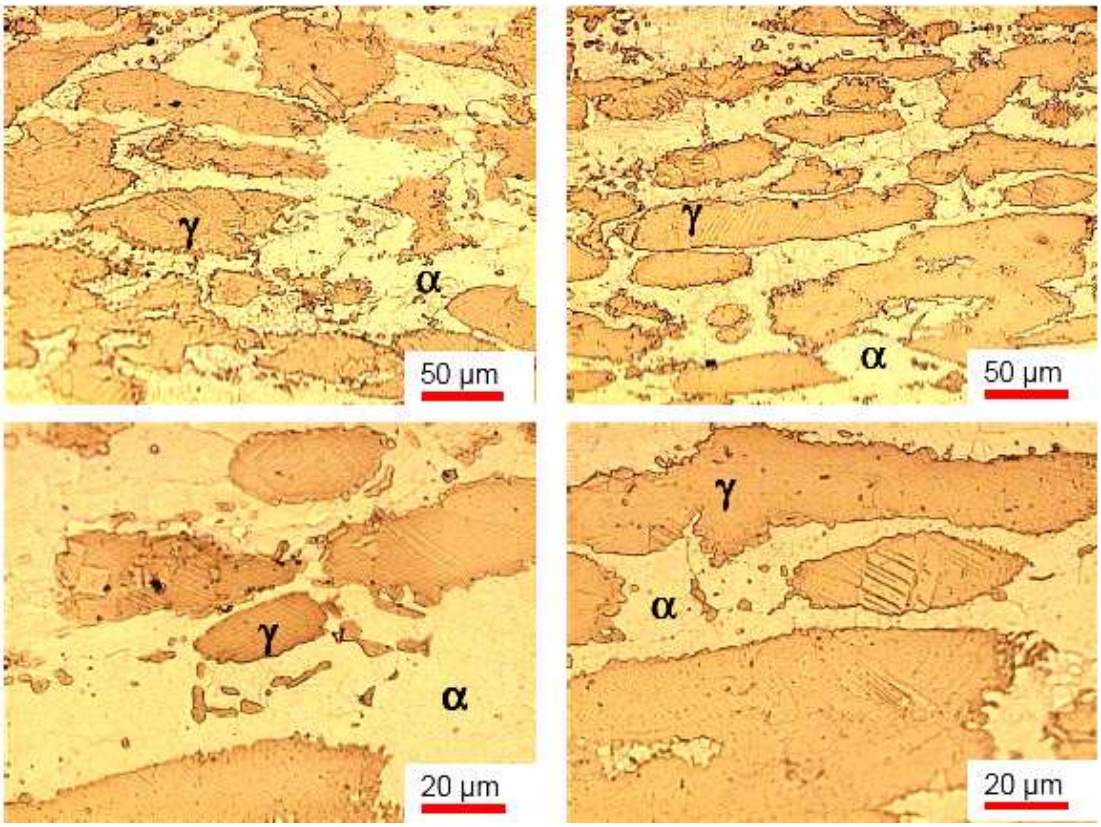


Figure III. 20 : microstructure de la nuance B après rupture (petite éprouvette)

III.3.4. Observation par microscopie électronique à transmission

L'étude par microscopie électronique à transmission a été réalisée au sein du Laboratoire de Physique des Matériaux (LPM) à Nancy par Mme Sylvie MIGOT.

III.3.4.1. Préparation des lames minces

Un échantillon de l'éprouvette de la nuance B déformée jusqu'à rupture à 19,8 % a été découpé, parallèlement à la surface d'observation au MEB, à la scie à fil diamanté pour obtenir des lames carrées de 2,5mm x 2,5mm et d'épaisseur 300 µm. Ensuite, il a été aminci mécaniquement au tripode jusqu'à 50 µm d'épaisseur.

Enfin, la lame a été terminée par bombardement d'ions argon à 4 kV jusqu'au perçage puis à 3 kV pour étendre la taille de la zone mince et enlever la surface écrouie

par l'étape précédente. La lame mince a été observée avec un microscope électronique à transmission sous 200 kV. Les résultats de cette observation pour les deux phases sont présentés ci-dessous.

III.3.4.2. Observation dans la phase ferritique

Il a été observé qu'il existe des grains de taille inférieure à 10 µm (Figure III. 21). Il y a aussi des zones composées de sous-joints (Figure III. 22).

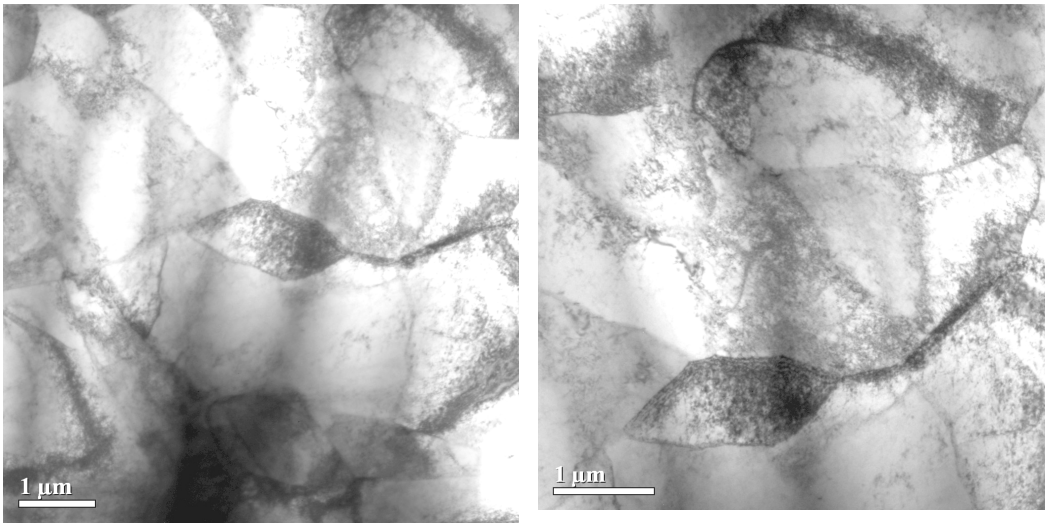


Figure III. 21 : Vue d'ensemble des grains de ferrite en Fond Clair (FC).

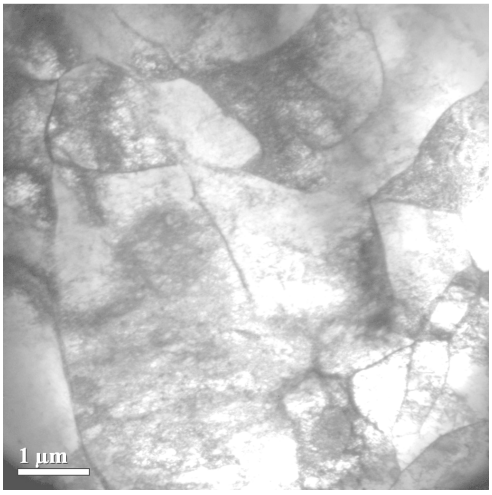


Figure III. 22: Sous-joints de ferrite en FC

L'observation de grains de ferrite a été possible malgré le magnétisme de cette phase, cependant une étude détaillée en tiltant sur un grain n'est guère facile à cause de

l'instabilité du faisceau d'électrons. La Figure III. 23 montre un grain contenant de nombreuses dislocations bien organisées.

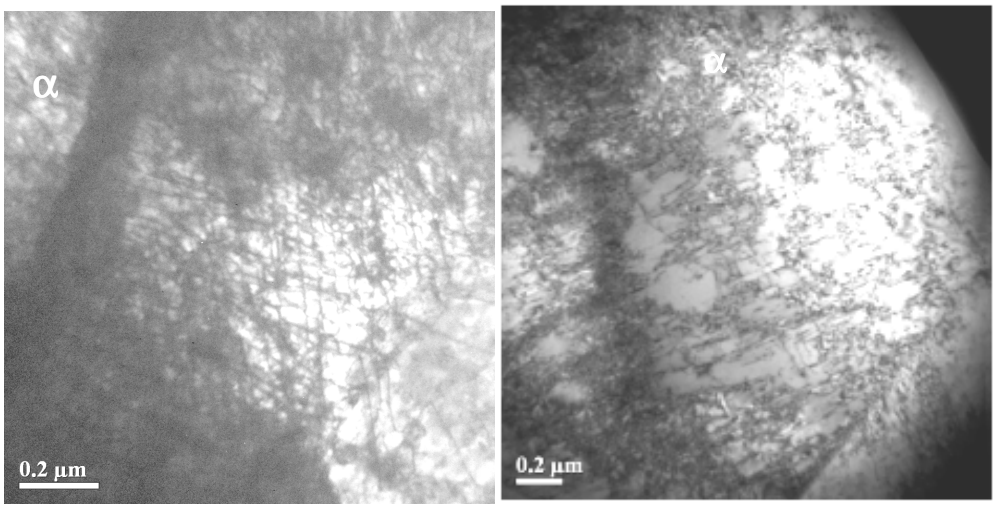


Figure III. 23: Dislocations dans la ferrite en Fond Clair.

III.3.4.3. Observation dans la phase austénitique

Nous avons observé des grains de taille comprise entre 1 et 5 µm (Figure III. 24). Comme dans la ferrite, nous observons également beaucoup de dislocations mais pas de macle mécanique (sauf, peut être, celles de la Figure III. 25 qui ont été, dans tous les cas, les seules observées). Par contre, nous observons des macles de recuit (Figure III. 26).

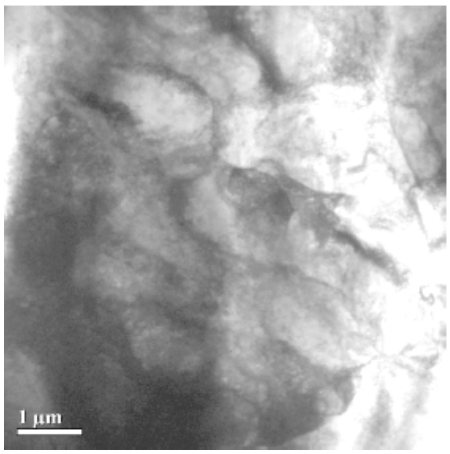


Figure III. 24: Vue d'ensemble des grains de l'austénite en Fond Clair (FC) multiondes.

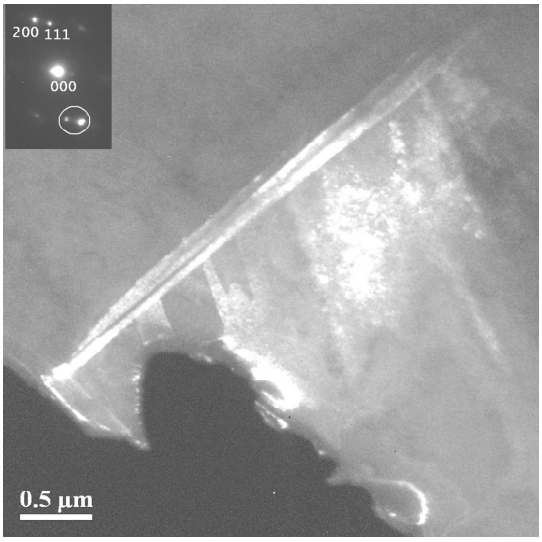


Figure III. 25: une seule macle mécanique dans l'austénite.

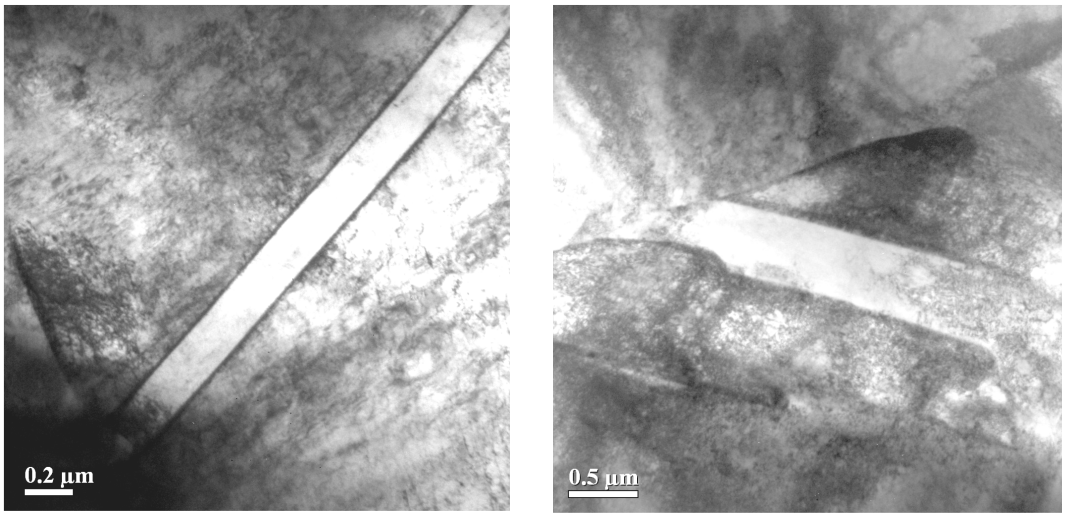


Figure III. 26: macles de recuit en FC dans l'austénite.

En conclusion, l'observation au MET de l'échantillon d'une éprouvette de la nuance B déformé de 19,8 % montre une déformation par glissement des dislocations aussi bien dans la ferrite que dans l'austénite. La densité de dislocations est importante dans les deux phases, cependant elle semble bien supérieure à la frontière entre l'austénite et la ferrite puisque nous observons des parois de dislocations dans la ferrite. Nous n'avons pas observé de macle mécanique caractéristique de l'effet TWIP. Les seules ayant été observées (sans certitude qu'elles soient réellement mécaniques) sont celles de la Figure III. 25.

III.4. Analyse de contraintes par DRX

Après les études de microstructure et essais rhéologiques macroscopiques, on va déterminer les contraintes à une échelle inférieure, et ceci par diffraction. On présentera dans un premier temps la méthodologie puis on l'utilisera pour analyser les contraintes résiduelles d'élaboration et ensuite dans le cadre d'un essai mécanique in situ.

III.4.1. Les contraintes résiduelles : définition, origine et échelles d'analyse

Les contraintes résiduelles sont habituellement définies comme celles existant dans une pièce au repos, en l'absence de charges appliquées. Elles expriment l'état mécanique interne lié à la présence des discontinuités structurales du matériau. Ces contraintes peuvent être de compression et elles sont alors affectés d'un signe (-) ou de traction avec un signe (+).

L'origine des contraintes résiduelles est liée au fait que ce matériau fait partie d'un produit ou demi-produit élaboré suivant différents processus, puis soumis à diverses sollicitations. Par exemple, les contraintes résiduelles après laminage à chaud ont pour origine les effets thermiques liés aux vitesses de refroidissement différentes entre cœur et surface des pièces (coefficients de dilatation, transformation structurales…), et qui apparaissent après la mise en forme. D'une manière générale, indépendamment de la forme initiale du produit et du type de sollicitation, les contraintes résiduelles sont le résultat de l'incompatibilité des déformations apparaissant dans le volume du matériau et résultant des déformations plastiques initiales hétérogènes.

Une classification des contraintes résiduelles en trois ordres liés à l'échelle à laquelle on considère le matériau a été proposée par Macherauch *et al.* (1973, 1981) (Figure III. 27) il y a quelques années. Depuis, cette définition est reprise et explicitée dans de nombreux articles [par exemple : Maeder et Lebrun 1987 ; Johansson *et al.* 1999].

- Les contraintes résiduelles du 1er ordre (σ^I, macroscopique) sont homogènes sur un très grand nombre de domaines du matériau. Ces domaines sont relativement importants s'étendant sur plusieurs grains. Elles induisent un déplacement du pic de diffraction,

- Les contraintes résiduelles du 2ème ordre (σ^{II}, mésoscopique) sont homogènes sur de petits domaines du matériau (un grain ou une phase). Ces contraintes proviennent de la différence d'orientation cristalline entre les grains (ou phases) voisins. Elles induisent un déplacement et un élargissement du pic de diffraction,
- Les contraintes résiduelles du 3ème ordre (σ^{III}, microscopique) sont hétérogènes même dans des zones s'étendant sur quelques distances interatomiques. L'état de contrainte local est lié aux perturbations causées par les défauts du réseau cristallin (inclusion, dislocation, joint de grain). Elles induisent un élargissement du pic de diffraction.

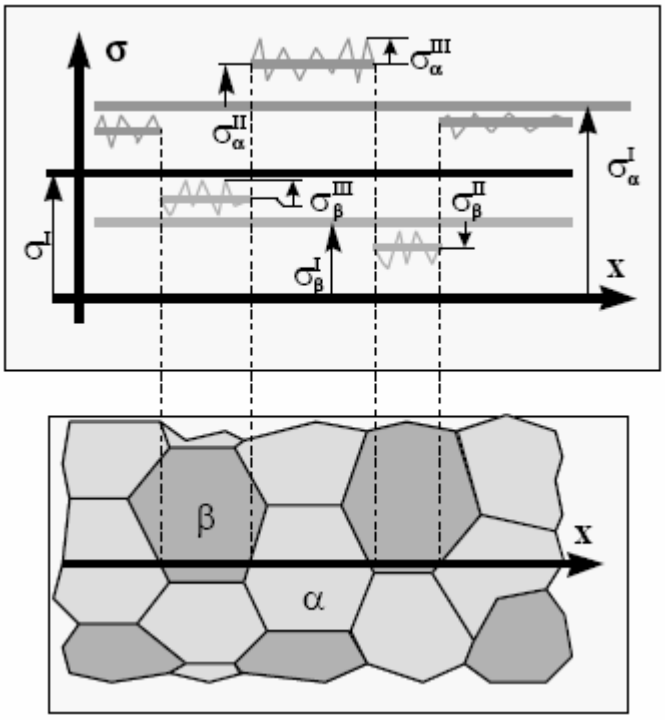


Figure III. 27: Représentation schématique des différents ordres des contraintes dans un matériau biphasé.

Dans notre cas, l'acier étudié est biphasé (austéno-ferritique), on introduit alors une autre échelle « pseudo-macroscopique » où les contraintes sont considérées à l'échelle de la phase i, σ_i^I. Ainsi, la contrainte macroscopique dans le domaine considéré sera égale à :

$$\Sigma = f_\alpha \sigma_\alpha^I + f_\gamma \sigma_\gamma^I \qquad \text{(III. 3)}$$

$$f_\alpha + f_\gamma = 1 \qquad \text{(III. 4)}$$

où f_α et f_γ sont respectivement les fractions volumiques de l'austénite et de la ferrite.

Dans la suite, nous allons brièvement rappeler les principes de la technique de la diffraction des rayons X pour la détermination des contraintes macroscopiques et/ou pseudo macroscopique dans chaque phase.

III.4.2. Détermination des contraintes par diffraction des rayons X.

III.4.2.1. Principe de la diffraction des rayons X

La Diffraction des Rayons X (DRX) est aujourd'hui un outil d'analyse très performant, utilisé pour identifier la nature et la structure des matériaux cristallins (de même que leur texture cristallographique et leur écrouissage), dont les atomes s'organisent en plans réticulaires qui sont désignés par leurs coordonnées (hkl) dans un système de repérage de l'espace. L'une des caractéristiques de la DRX est qu'il s'agit d'une technique non destructive ne prenant en compte que les couches superficielles. La pénétration du faisceau est de l'ordre de quelques microns à quelques dizaines de microns pour les matériaux industriels polycristallins dans les conditions de laboratoire. La surface irradiée est souvent de l'ordre du mm². La technique de DRX est donc particulièrement intéressante pour l'investigation structurale des matériaux polycristallins. Cette technique est l'unique méthode qui permet la détermination des contraintes dans chaque phase de matériaux multiphasés.

Lorsqu'un faisceau de rayons X monochromatiques (de longueur d'onde λ) interagit avec un matériau métallique, une partie du faisceau est diffusée par les atomes du cristal, c'est-à-dire réémise sous forme d'un rayonnement X de même longueur d'onde. Pour que l'intensité du rayonnement X réémis soit observable, il faut que les rayonnements diffusés par les différents atomes du cristal soient en phase et forment ainsi un faisceau diffracté. Cette condition de diffraction est connue sous le nom de loi de Bragg qui s'exprime sous la forme:

$$2d_{hkl}\sin\theta = \lambda \qquad \text{(III. 5)}$$

d_{hkl} est la distance entre deux plans réticulaires consécutifs, θ: est l'angle de diffraction, λ est la longueur d'onde des rayons X.

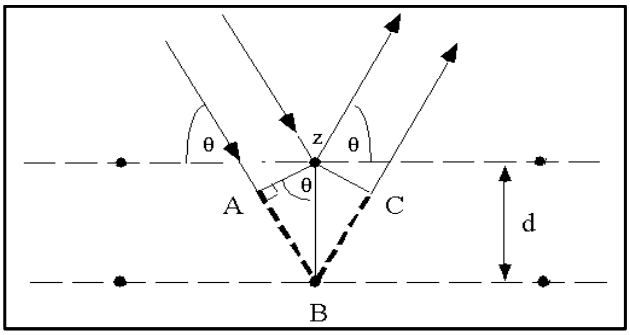


Figure III. 28: Principe de la diffraction des rayons X

III.4.2.2. Mesure d'une déformation par DRX

La méthode de détermination des contraintes résiduelles par diffraction est basée sur la mesure de la variation des distances interréticulaires d_{hkl} d'une famille de plans {hkl}. En effet, dans un cristal soumis à des contraintes, les distances interréticulaires sont différentes de celles qui existent dans le cristal non contraint.

Le principe de l'évaluation des contraintes consiste donc à utiliser la distance interréticulaire d_{hkl} comme jauge de déformation. Cette méthode est donc appliquée seulement pour les matériaux cristallins. La distance interréticulaire d_{hkl} est mesurable par diffraction des rayons X grâce à la loi de Bragg. En fait, la différenciation de la loi de Bragg nous permet d'accéder à la déformation moyenne $\varepsilon_{\varphi\psi}$ sur le volume diffractant par la relation suivante :

$$\varepsilon_{\varphi\psi} = \frac{d_{\varphi\psi} - d_0}{d_0} \approx -\frac{1}{2}\ cot g\theta_0\ \Delta 2\theta \qquad \text{(III. 6)}$$

d_0 est la distance interréticulaire correspondant à l'état sans contraintes. $\Delta 2\theta$ est la variation de position du pic par rapport à une position de référence $2\theta_0$.

La déformation mesurée par la variation de position de l'angle de diffraction θ est donc une déformation élastique dans la direction de la normale aux plans diffractants. La relation III. 6 montre l'intérêt pratique de travailler avec les angles de Bragg les plus élevés : cela permet d'augmenter la sensibilité des mesures, car les déplacements Δ2θ des pics sont d'autant plus importants que les angles θ sont élevés. A partir de la mesure de la déformation moyenne par DRX, on pourra déterminer la contrainte par la méthode de $sin^2\psi$.

III.4.2.3. Méthode des sin² ψ

La méthode classique d'analyse des contraintes par diffraction des rayons X, dite loi de sin²ψ, relie la déformation moyenne sur le volume diffractant suivant une direction des φψ (Figure III. 29) à la variable sin²ψ.

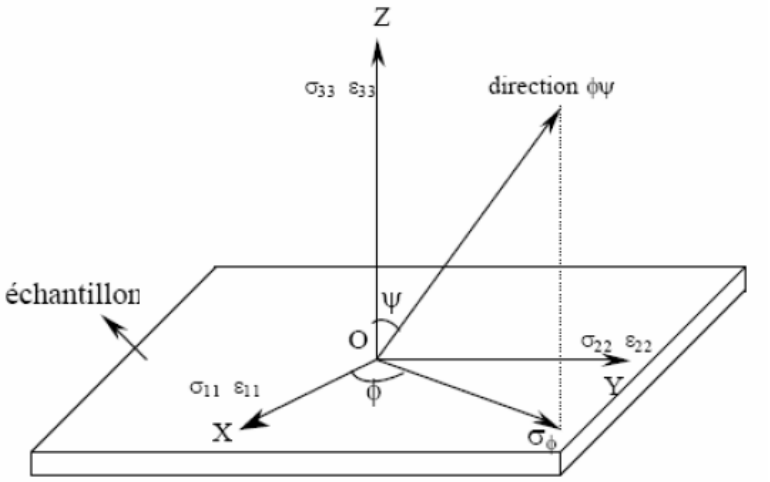


Figure III. 29: Définition de la direction de mesure en fonction des angles φ et ψ

Les déformations sont mesurées en déterminant le déplacement des pics de diffraction. Le développement analytique ci-dessous suppose dans un premier temps que les hypothèses suivantes sont respectées [Barral *et al.* 1987] :

- les cristaux composant le matériau étudié ont un comportement élastique linéaire et isotrope,
- les grains sont de petites tailles et orientés de manière aléatoire (pas de texture cristallographique),
- l'état de contrainte et de déformation est homogène dans le volume irradié par les rayons X (il n'existe pas de gradient de contrainte).

Avec ces hypothèses, on peut alors établir la relation suivante :

$$\varepsilon_{\varphi\psi} = \frac{1}{2} S_2 \left(\sigma_\varphi^I - \sigma_{33}^I \right) sin^2\psi + S_1 \left(\sigma_{11}^I + \sigma_{22}^I + \sigma_{33}^I \right) + \frac{1}{2} S_2 \tau_\varphi \, sin^2\psi + \frac{1}{2} S_2 \sigma_{33}^I$$

$$avec \begin{cases} \sigma_\varphi^I = \sigma_{11}^I cos^2\varphi + \sigma_{12}^I \, sin\, 2\varphi + \sigma_{22}^I \, sin^2\varphi \\ \tau_\varphi = \sigma_{13}^I cos\,\varphi + \sigma_{23}^I \, sin\,\varphi \end{cases} \qquad \text{(III. 7)}$$

Où σ_{φ}^{I} est la contrainte moyenne dans la phase suivant la direction de mesure φ. S_1 et S_2 sont les constantes d'élasticité radiocristallographiques, données pour un matériau élastique, homogène et isotrope, par les relations suivantes.

$$S_2 = \frac{2(1+\upsilon)}{E} \quad et \quad S_1 = \frac{-\upsilon}{E} \qquad \text{(III. 8)}$$

La courbe $\varepsilon_{\varphi\psi} = f(sin^2\psi)$ est une ellipse dont la pente et son ouverture sont respectivement proportionnelles à $\left(\sigma_{\varphi}^{I} - \sigma_{33}^{I}\right)$ et τ_{φ}.

A cause de la faible pénétration des rayons X, nous pouvons considérer que l'état de contrainte en surface est un état de contraintes planes ($\sigma_{13}^{I} = \sigma_{23}^{I} = \sigma_{33}^{I} = \tilde{0}$). La relation (III.10) devient donc :

$$\varepsilon_{\varphi\psi} = \frac{1}{2} S_2 \sigma_{\varphi}^{I} sin^2\psi + S_1\left(\sigma_{11}^{I} + \sigma_{22}^{I}\right) \qquad \text{(III. 9)}$$

La formule (III. 9) est la loi de $sin^2\psi$. Elle est la relation fondamentale pour déterminer les contraintes résiduelles en utilisant la technique de diffraction des rayons X. La déformation moyenne $\varepsilon_{\varphi\psi}$ varie donc linéairement en fonction de sin²ψ, et ce dans le cas de matériaux isotropes. La valeur de la contrainte moyenne σ_{φ}^{I} est déduite à partir de la pente de cette droite, et ce en supposant que la composante σ_{33}^{I} est nulle (du fait de la faible profondeur des rayons X dans la matière).

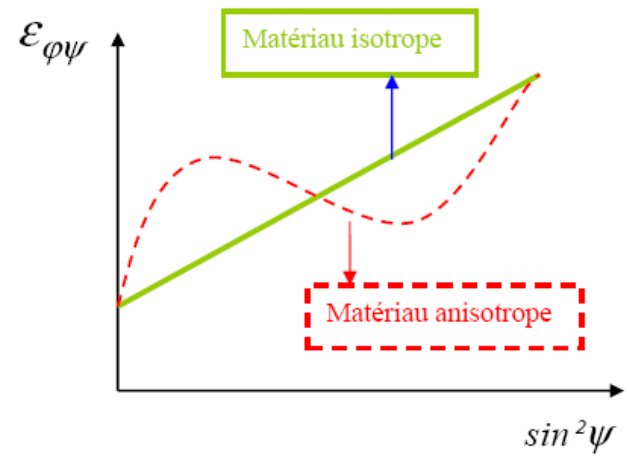


Figure III. 30: Méthode des sin² ψ

Cependant, pour les matériaux anisotropes (particulièrement les matériaux fortement texturés ou ayant subi de fortes déformations), la linéarité de la courbe $\varepsilon_{\varphi\psi} = f(sin^2\psi)$ n'est plus respectée : une ondulation assez marquée (Figure III. 30) traduit, dans ce cas, l'anisotropie élastique et plastique des grains, conduisant à l'hétérogénéité des déformations par orientation cristallographique [Inal *et al.* 1999].

III.4.2.4. Méthodologie d'étude de contraintes dans un matériau biphasé

Un matériau biphasé est constitué de deux phases de propriétés mécaniques et physiques généralement distinctes, la détermination des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X nécessite la connaissance des constituants de ce matériau. Les étapes à suivre sont les suivantes :

- détermination des pics suffisamment intenses correspondant à des plans cristallins de forte multiplicité qui diffractent aux angles de Bragg les plus élevés possibles,
- choix d'une longueur d'onde afin que les pics de diffraction soient à des angles de Bragg les plus élevés possibles,
- vérification que les pics obtenus pour une phase ne se superposent pas pour une longueur d'onde donnée, à des pics de l'autre phase,

Les problèmes rencontrés sont nombreux :

- la proportion volumique d'une des phases est parfois faible,
- fluorescence d'une des deux phases sous l'effet de la longueur d'onde choisie.

Plusieurs travaux ont été réalisés pour déterminer les contraintes résiduelles par diffraction des rayons X dans les aciers austéno-ferritique duplex. On peut citer les travaux de Johansson et Odén (2000, 2001) et Johansson *et al.* (1999) portant sur l'évolution des contraintes résiduelles et celles se développant au cours du chargement dans un acier duplex inoxydable. Les auteurs montrent que dans la direction de laminage, avant le chargement, les contraintes résiduelles dans l'austénite sont positives (en traction) alors qu'elles sont négatives dans la ferrite (en compression). Ils attribuent cet état de contraintes à la différence du coefficient de la dilatation thermique entre les deux phases. Ils ont montré aussi qu'au cours du chargement les contraintes dans la phase austénitique restent plus élevées que celles de la phase ferritique (Figure III. 31).

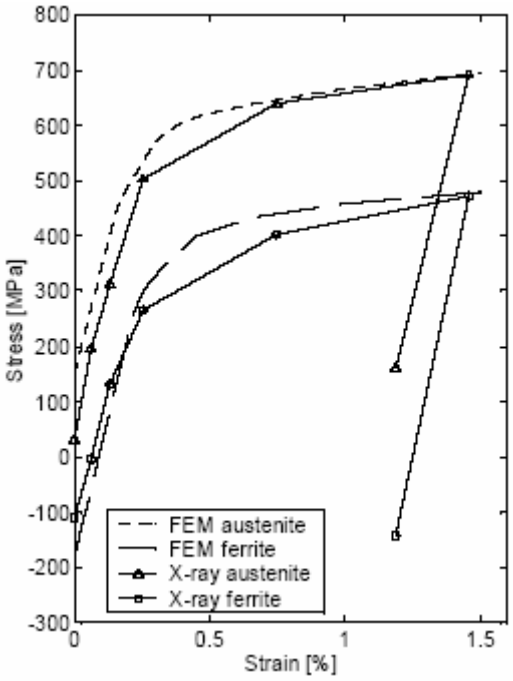


Figure III. 31 : Evolution des contraintes internes dans la phase austénitique et ferritique au cours du chargement en traction in situ [Johansson et Odén 2001].

Johansson et Odén (2000) confirment que la réponse du matériau à un chargement cyclique est principalement contrôlée par les propriétés plastiques de la phase austénitique. Johansson *et al.* (1999) ont également prouvé que les contraintes résiduelles peuvent changer pendant la déformation due aux propriétés élastiques et plastiques différentes dans les deux phases.

Inal (1996) a étudié la distribution des contraintes résiduelles dans chaque phase d'un duplex inoxydable après plastification (différents taux de déformation) et décharge. Il a amélioré le traitement des mesures expérimentales par la prise en compte de l'anisotropie élastique, lié à la texture cristallographique présente dans chaque phase du matériau. Il a également étudié l'effet de l'anisotropie plastique à l'aide d'un modèle autocohérent polycristallin. Cela lui a permis de calculer la distribution anisotrope (d'origine plastique) des déformations intergranulaires pour l'introduire dans le traitement des courbes $\varepsilon_{\varphi\psi}=f(\sin^2\psi)$ mesurées. Baczmanski *et al.* (2003) ont également étudié l'anisotropie des contraintes résiduelles dans un acier duplex inoxydable à l'aide des courbes expérimentales des $\sin^2\psi$. Cependant, à notre connaissance, il n'existe pas de travaux portant sur l'évolution de l'état de contraintes dans les aciers austéno-ferritique duplex non-inoxydables, et ce au cours d'un chargement mécanique (essai in-situ).

III.4.3. Contraintes résiduelles d'élaboration

III.4.3.1. Appareillages utilisés et conditions expérimentales

Les analyses des contraintes ont été effectuées, en utilisant un appareillage de type Proto iXRD système. C'est un appareil portatif qui peut être utilisé sur site et pour des pièces massives. Il est équipé d'une table de déplacements (x, y, φ), d'une tête goniométrique avec deux détecteurs linéaires à fibres optiques, d'un générateur de rayons X et d'un logiciel de contraintes « XRDWin » pour le traitement des données. Les temps de mesures avec cet appareil sont beaucoup moins importants que dans le cas du Seifert et une analyse de contrainte dure en moyenne moins d'une heure. Les contraintes ont été déterminées dans la direction longitudinale (associée à l'angle φ=0° correspondant à la direction du laminage de la tôle initiale) et la direction transversale (associée à l'angle φ=90°).

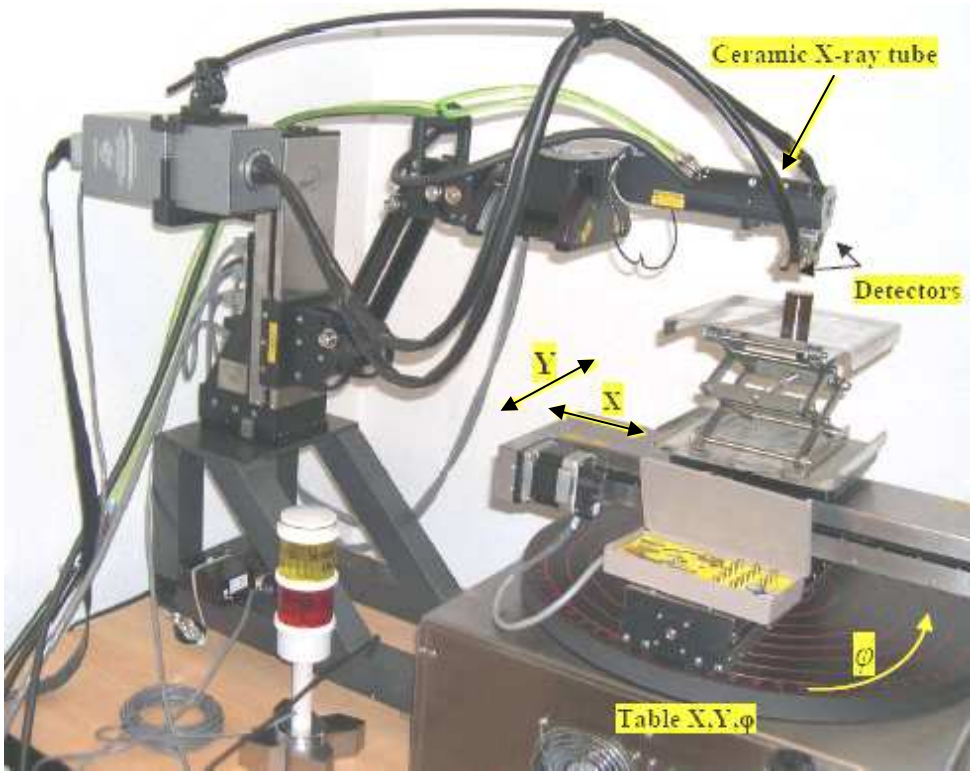


Figure III. 32: Proto iXRD system utilisé pour déterminer les contraintes résiduelles.

- Conditions de diffraction

Austénite : rayonnement Kα du manganèse (λ = 2,102Å) sous 20KV, et 4mA , avec un filtre de chrome placé sur le côté du détecteur, plans cristallographiques utilisés {311}, 2θ = 152,09°

Ferrite : rayonnement Kα du chrome (λ = 2,29 Å) sous 20KV, et 4mA avec un filtre de vanadium placé sur le côté du détecteur, plans cristallographiques utilisés {211}, 2θ = 146,00°

Montage d'acquisition : oméga

Collimateur de diamètre 2 mm

- Conditions d'acquisition

Angles ψ : Utilisation de 14 angles ψ variant de $-53.95 \leq \psi \leq 53.95$ pour la ferrite et $-57 \leq \psi \leq 57$ pour l'austénite

Temps d'acquisition : 20 secondes par pic de diffraction pour la phase ferritique et 50 secondes pour la phase austénitique

- Vérification de l'appareillage

Les résultats obtenus ont été corrigés à l'aide d'une poudre sans contraintes (poudre de fer pour la phase ferritique et poudre de 316L pour la phase austénitique). L'analyse sur poudre a été répétée à chaque changement de tube.

- Conditions de traitement des raies

La position des pics de diffraction est déterminée à l'aide d'algorithmes numériques. On fait correspondre au pic, soustrait du bruit de fond, une courbe de Gauss. Le niveau de la corde située à 30 % de la hauteur nette de la raie de diffraction permet ainsi de définir la position angulaire en 2θ.

- Calcul des contraintes

La méthode d'évaluation a été basée sur un traitement elliptique (méthode des $\sin^2 \psi$). Les constantes d'élasticité radiocristallographiques utilisées dans le calcul :

Ferrite : ½ S2 {211} = 5.92 x 10-6 MPa^{-1} ; S1 {211} = - 1.28 x 10-6 MPa^{-1}

Austénite : ½ S2 {311} = 7.18 x 10-6 MPa^{-1} ; S1 {311} = - 1.2 x 10-6 MPa^{-1}

- Détermination des incertitudes

Pour les contraintes, les écarts à la linéarité apparaissant dans les tableaux de mesures représentent un test de la validité de l'application de la méthode, avec un

intervalle de confiance au sens de Student de 95%. Les incertitudes de mesures sont égales à une fois l'écart type.

III.4.3.2. Distribution des contraintes par phase

Pour chaque nuance, la surface de l'échantillon a été préparée par polissage mécanique à l'aide de papier abrasif SIC 380/600/1000/1200 et à l'alumine 6/3/1 µm suivi par polissage électrolytique pour enlever toutes contraintes surfacique engendrées par le polissage mécanique. La contrainte longitudinale σ_1 et la contrainte transversale σ_2 dans les deux phases ont été déterminées à différentes profondeurs (chaque 15 µm) jusqu'à ce que la valeur mesurée n'évolue plus afin de s'affranchir de l'état de surface du matériau (éviter le gradient des contraintes engendré lors de l'élaboration).

La profondeur correspondante (appelée d_m) et la contrainte longitudinale σ_1 et la contrainte transversale σ_2 pour les quatre nuances sont classées dans le Tableau III. 6. Les valeurs de contraintes résiduelles déterminées pour les deux phases respectent bien la loi de mélange [Inal 1996 ; Pesci *et al.* 2002] puisque la contrainte macroscopique Σ_1 est proche de zéro. On peut cependant souligner que pour la nuance A, la loi des mélanges est moins bien respectée

$$\Sigma_I = f^{\alpha}\sigma_I^{\alpha} + f^{\gamma}\sigma_I^{\gamma} \qquad \text{(III. 10)}$$

où f^{α} et f^{γ} sont la fraction volumique de la ferrite et de l'austénite respectivement.

	f^{γ} (%)	d_m (µm)	**Contrainte longitudinal (MPa)**			**Contrainte transverse (MPa)**		
			σ_1^{α}	σ_1^{γ}	Σ_1	σ_2^{α}	σ_2^{γ}	Σ_2
A	31	135	-55 ± 20	410 ± 20	90	-50 ± 15	225 ± 5	32
B	45	90	-250 ± 30	290 ± 10	-7	-150 ± 35	205 ± 15	10
C	52	75	-325 ± 20	205 ± 10	-50	-235 ± 20	125 ± 15	-50
D	61	30	-350 ± 30	195 ± 10	-18	-245 ± 25	105 ± 15	-32

Tableau III. 6 : Contraintes résiduelles longitudinale et transversale pour les quatre nuances dans l'austénite et la ferrite à la profondeur d_m ainsi que la contrainte macroscopique calculée par l'équation (III. 10).

Nous constatons que la profondeur (dm) varie en fonction de la fraction volumique de l'austénite. Elle augmente quand la fraction volumique de l'austénite diminue (voir le Tableau III. 6). Par ailleurs, la valeur élevée de dm indique la présence d'un gradient de contraintes résiduelles dans l'épaisseur. Le gradient de contraintes résiduelles est lié aux contraintes thermiques provoquées par le processus de refroidissement lors de l'élaboration. Les contraintes résiduelles dans la phase austénitique diminuent quand sa fraction volumique augmente. De plus, la ferrite est dans un état de compression tandis que l'austénite est dans un état de traction (voir le Tableau III. 6).

Cette distribution de contrainte résiduelle a été trouvée par différents auteurs sur des aciers inoxydables austéno-ferritiques duplex [Johansson et Odén 2000]. Dans notre cas, la distribution des contraintes résiduelles résulte essentiellement de la différence du coefficient de dilatation thermique entre les phases (le coefficient de dilatation thermique de l'austénite est plus élevé que celui de la ferrite) [Johansson *et al.* 1999], conduisant à la génération des contraintes thermiques pendant le refroidissement à partir d'une température élevée (dernière étape du processus d'élaboration).

Comme expliqué précédemment, la phase austénitique est formée à partir de la phase ferritique. Cette transformation a lieu à une température élevée de l'ordre de 1250 °C, déterminée à l'aide d'essais de dilatométrie sur la nuance A (voir l'annexe II). Cela est confirmé par le diagramme de phases des alliages Fe-Mn-Al à composition fixe de 4% en aluminium [Cheng *et al*. 2002 ; Liu *et al*. 1996] présenté dans la Figure III. 33, qui montre que, pour 15% de Mn, la transformation se produit à température supérieure à 1100 °C. L'austénite ainsi créée conserve sa fraction volumique jusqu'à la température ambiante. La dernière étape d'élaboration de notre acier étant une recristallisation à 1000 °C, une contribution éventuelle de la variation du volume spécifique entre les deux phases sur les contraintes internes ne peut être envisagée.

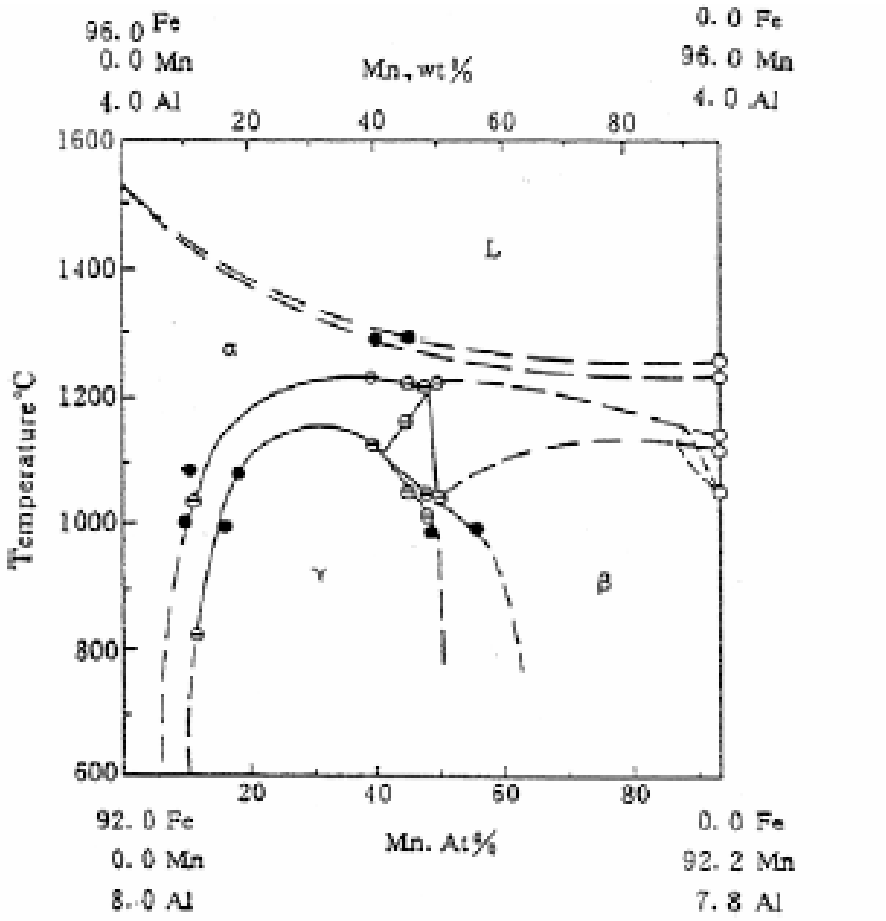


Figure III. 33 : Diagramme de phase de l'alliage Fe-Mn-Al à une composition fixe de 4%Al [Cheng et al 2002 ; Liu et al. 1996].

Bien que le tenseur de dilatation thermique soit isotrope dans un cristal de structure cubique, on peut remarquer que la valeur absolue de la contrainte résiduelle dans la direction longitudinale est plus élevée que celle dans la direction transversale. Actuellement, ceci n'est pas expliqué mais pourrait provenir de l'anisotropie plastique de la déformation (en relation avec la texture cristallographique) au cours du laminage à chaud avant le refroidissement [Johansson *et al.* 1999].

III.4.3.3. Prévision des contraintes internes dans les deux phases

Les contraintes internes d'origine thermique dans les deux phases, résultant de la différence de coefficient de dilatation thermique lors du refroidissement à partir d'une température élevée, ont été calculées à l'aide d'un modèle théorique basé sur les travaux d'Eshelby (1957) et Mori-Tanaka (1973) concernant la description de l'interaction entre l'inclusion ellipsoïdale et la matrice qui l'entoure [Harjo *et al.* 1999]. Nous avons considéré que l'austénite est une inclusion sphérique dans un milieu homogène

isotrope : la ferrite. Pour simplifier les calculs, nous supposons que les deux phases ont le même module de cisaillement. Les contraintes dans les deux phases sont alors données par les relations suivantes :

$$\sigma^{\gamma} = -f_{\alpha} 2\mu(1-\beta)(\alpha_{\gamma} - \alpha_{\alpha})\Delta T \qquad \text{(III.11)}$$

$$\sigma^{\alpha} = f_{\gamma} 2\mu(1-\beta)(\alpha_{\gamma} - \alpha_{\alpha})\Delta T \qquad \text{(III.12)}$$

où f_{α}, f_{γ} est la fraction volumique de la ferrite et de l'austénite respectivement. α_{γ}, α_{α} sont, respectivement, les coefficients de dilatation thermique de l'austénite et la ferrite ΔT est la différence de la température. β est un facteur dépendant de la géométrie de l'inclusion (austénite) et des constantes élastiques de la matrice (ferrite) et l'inclusion. Pour une inclusion sphérique :

$$\beta = \frac{7-5\nu}{15(1-\nu)} \qquad \text{(III.13)}$$

où ν est coefficient de Poisson.

Les différents paramètres, tous tirés de la littérature (voir par exemple [Harjo *et al.* 1999 ; Johansson *et al.* 1999]), utilisés dans le calcul des contraintes résiduelles sont donnés dans le Tableau III. 7.

ν	μ (MPa)	β	α_{α} (K^{-1})	α_{γ} (K^{-1})	ΔT (K)
0,3	80000	0,52	12×10^{-6}	18×10^{-6}	1000

Tableau III. 7 : Ensemble des paramètres utilisé pour calculer les contraintes [Harjo et al. 1999 ; Johansson et al. 1999].

Les valeurs des contraintes résiduelles calculées sont données dans le Tableau III. 8. Remarquons qu'à haute température, le comportement visqueux du matériau permet une relaxation des contraintes. Les contraintes réelles résiduelles sont donc moins élevées que celles prédisent par le modèle qui suppose un comportement purement élastique.

	f_γ (%)	σ^α (MPa)	σ^γ (MPa)
A	31	-140	315
B	45	-205	250
C	52	-240	220
D	61	-280	180

Tableau III. 8 : Contraintes résiduelles longitudinale calculées pour les quatre nuances dans l'austénite et la ferrite.

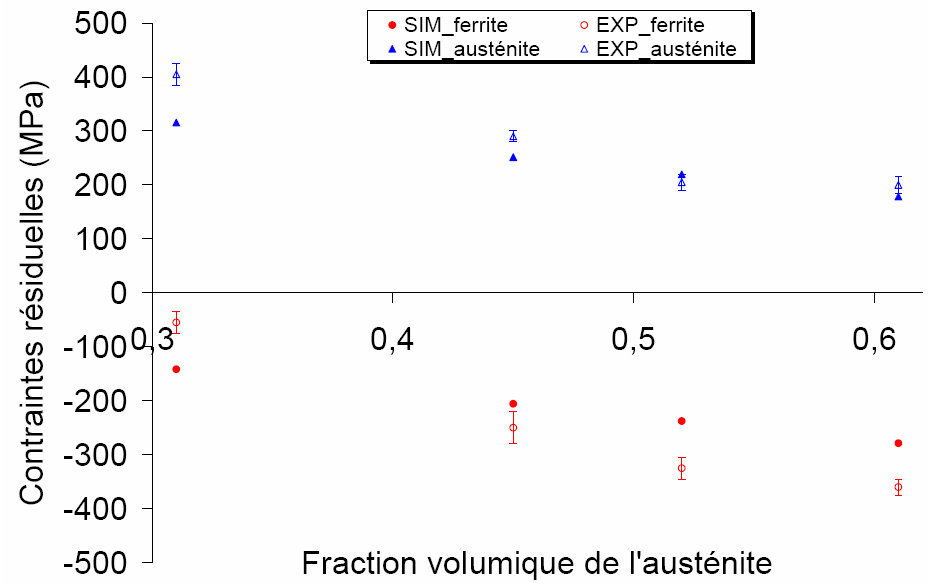


Figure III. 34 : Valeurs des contraintes calculées et mesurées pour les deux phases dans les quatre nuances

La confrontation des valeurs des contraintes calculées et mesurées pour les deux phases dans les quatre nuances est présentée sur la Figure III. 34. On constate que les valeurs des contraintes calculées sont assez proches de celles mesurées. Ceci confirme l'hypothèse que les contraintes résiduelles sont essentiellement d'origine thermique.

III.4.4. Evolution des contraintes internes lors de la sollicitation

Afin d'étudier le comportement de chaque phase des duplex, une première série d'expériences sur la nuance B a été effectuée afin de déterminer l'évolution de la contrainte interne longitudinale dans les deux phases pendant un essai de traction in situ dans le goniomètre de diffraction. Une autre série de mesures a ensuite été menée sur la nuance C. Ce choix est justifié par le fait que les nuances B et C contiennent environ 50% de chaque phase. De plus, les intensités des pics sont suffisamment élevées dans les deux phases.

III.4.4.1. Essai de traction in situ couplé avec la DRX

Procédures expérimentales

L'intérêt de ce type d'essai est de déterminer l'évolution de l'état de contrainte internes dans chaque phase, au cours d'un essai de traction in situ, dans le domaine élastique, pendant la transition d'élastique-plastique et également dans le domaine plastique. Pour cela, les contraintes internes ont été déterminées à différentes étapes du chargement jusqu'à l'apparition de la striction, puis après décharge.

La machine de traction in-situ a été installée dans le Proto iXRD système en montage ω comme illustré sur la Figure III. 35. Cette configuration nous permet de travailles sur une plage angulaire ψ ±41° pour la ferrite et ψ ±36° pour l'austénite avec des oscillations en ψ de ±5°. La diffraction se fait sur les plans {211} de la ferrite et {311} de l'austénite. Le comportement global du matériau a été obtenu grâce à l'instrumentation de la micromachine. L'état de contrainte longitudinale dans chaque phase a été déterminé par la méthode des $\sin^2\psi$. Les constantes élastiques radiocristallographiques isotropes ont été utilisées pour le traitement des mesures, bien que le matériau présente une texture à l'état initial pour avoir une première estimation. Dans notre cas la mesure est faite selon l'axe $\varphi = 0$ (direction longitudinale) qui est aussi l'axe de traction.

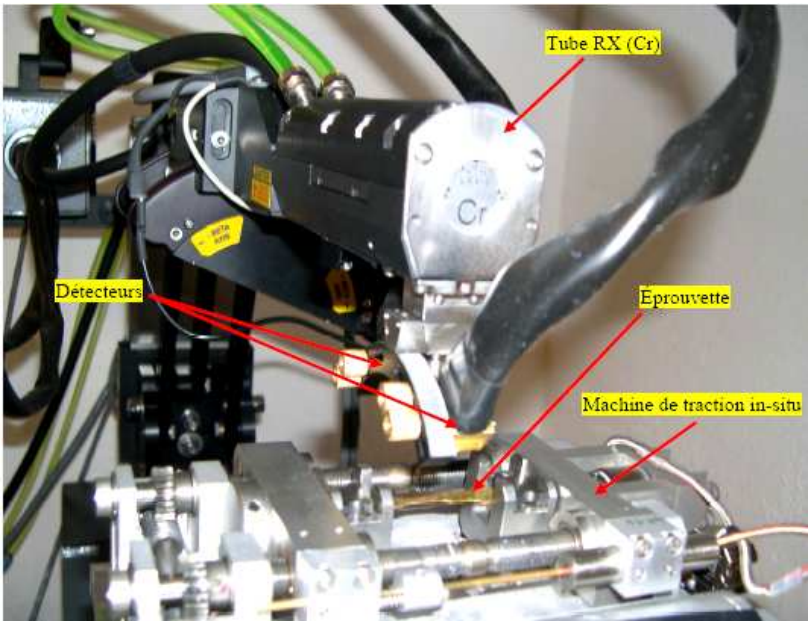


Figure III. 35: Machine de traction couplée avec le Proto iXRD système dans un montage de ψ modifié.

Les mesures $\varepsilon_{\varphi\psi}$ sont reportées dans un graphique d'abscisse $sin^2\psi$, et permettent de déterminer la contrainte selon la direction φ comme étant proportionnelle à la pente de la droite approchant l'ensemble des mesures. A chaque point de mesure en charge, le chargement est interrompu, et il se produit une légère décharge due à la machine de traction (rattrapage des jeux internes). Cette décharge est d'autant plus importante que le chargement augmente.

Contrainte internes dans la nuance B

Le premier essai de traction in-situ a été effectué sur une éprouvette de la nuance B. Cet éprouvette a subi un polissage mécanique (papier abrasif 1200 jusqu'à polissage de finition 1µm) afin d'effacer la couche superficielle écrouie résultant de la rectification (opération réalisée à la fin d'usinage d'éprouvette). Pour cette éprouvette, le polissage mécanique a été volontairement très sévère afin de réduire l'épaisseur de l'éprouvette (lors d'un essai préliminaire, une éprouvette de presque 1 mm d'épaisseur avait glissé dans les mors). La réduction d'épaisseur par polissage prolongé facilite le serrage de l'éprouvette dans les petits mors de machine in situ lors du chargement, mais introduit un gradient de contrainte. Ce gradient de contrainte a été éliminé par un polissage électrolytique au bain acéto-perchlorique sur une seule face de l'éprouvette. Par conséquence, l'épaisseur de l'éprouvette, qui était initialement à 1.5 mm, est réduite à 0,69 mm.

L'évolution de l'état de contrainte de chaque phase a été déterminée dans le domaine d'élasticité, pendant la transition élastique-plastique et également dans le domaine d'écrouissage (voir la Figure III. 36) tandis que la contrainte moyenne est calculée en utilisant la loi des mélanges. Les résultats expérimentaux de cet essai sont présentés sur la Figure III. 36.

Comme prévu, la contrainte longitudinale initiale dans l'austénite est positive et d'environ 300 MPa. Cependant, la contrainte longitudinale initiale dans la ferrite est proche de zéro tandis que la valeur de -250 MPa est normalement prévue d'après l'analyse des contraintes résiduelles (Tableau III. 6). C'est ainsi que la contrainte moyenne initiale n'est pas égale à zéro. L'éprouvette est très mince (0.69 mm) et a probablement subi des contraintes additionnelles quand elle a été montée et serrée dans les mors de la machine in situ. En conséquence, seul, le niveau de contrainte relatif entre

les deux phases est significatif, notamment dans le domaine d'élasticité. De plus, les mesures révèlent une ondulation pour la courbe $\varepsilon_{\phi\psi}$ vs $\sin^2\psi$ conduisant à des incertitudes sur la détermination des contraintes. Ces incertitudes sont, par ailleurs, plus importantes dans la ferrite en raison de la faible statistique liée à la présence de gros grains dans cette phase comme déjà observé par EBSD.

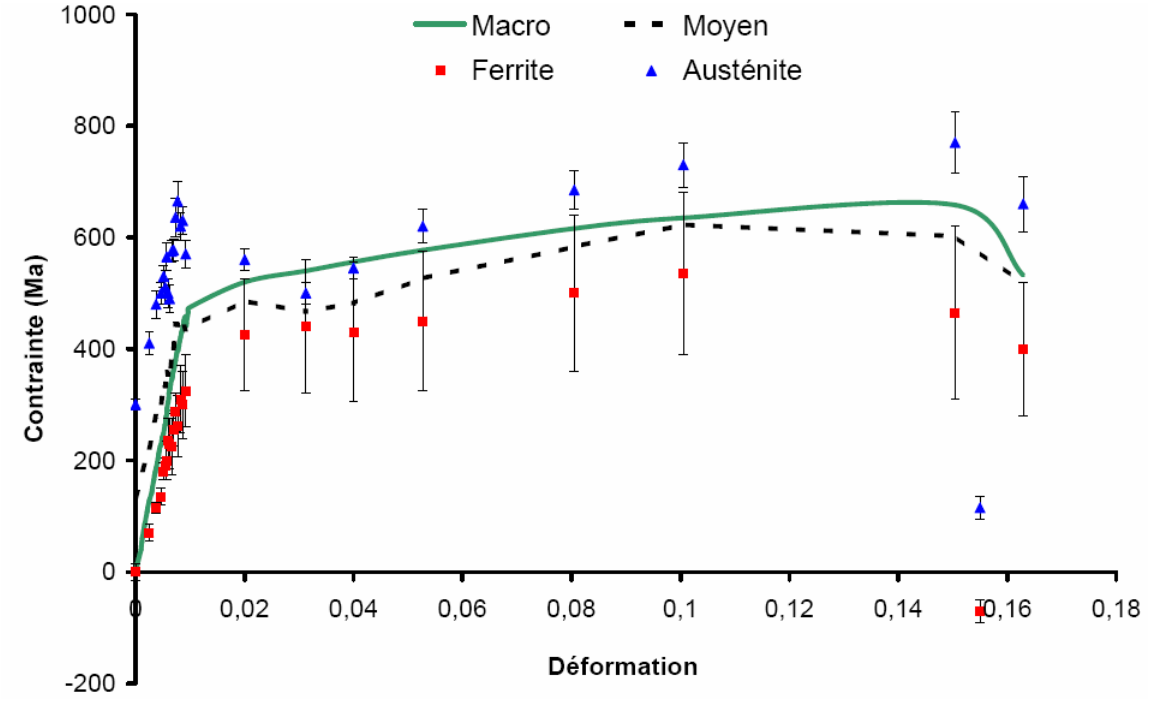


Figure III. 36: Contraintes internes longitudinales dans chaque phase de la nuance B, moyenne des contraintes internes et contrainte macroscopique en fonction de la déformation macroscopique.

Cela dit, il apparaît clairement, tout au long de l'essai que la contrainte dans l'austénite est supérieure à la contrainte macroscopique appliquée, elle-même supérieure à la contrainte dans la ferrite. De plus, la contrainte moyenne déduite des mesures dans chaque phase est assez proche de la contrainte appliquée. Après décharge, la contrainte dans l'austénite est bien en traction tandis que la ferrite est en compression.

Le régime d'élasticité apparaît clairement pour les deux phases où la contrainte longitudinale (σ_1) augmente bien linéairement avec la contrainte macroscopique appliquée. La contrainte dans la phase austénitique est plus élevée que celle dans la ferrite. Quand l'écoulement plastique se produit dans les deux phases, il y a une redistribution des contraintes internes. La différence de la contrainte entre l'austénite et la ferrite diminue jusqu'à une déformation macroscopique de 0.05. À une contrainte

macroscopique plus élevée, la différence de contrainte entre les deux phases est environ 250 MPa.

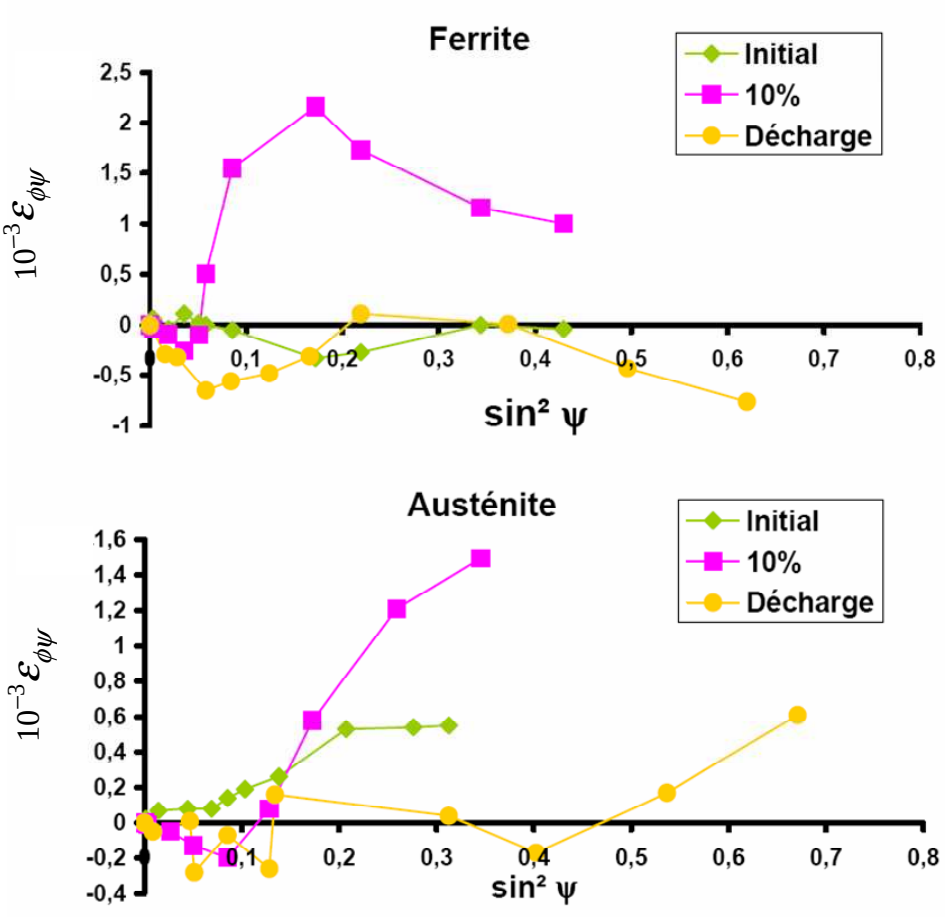


Figure III. 37: Courbe $\varepsilon_{\phi\psi} = f(\sin^2\psi)$ *à l'état initial et 10% de la déformation appliquée pour la nuance B. En fait, ce sont les courbes* $\varepsilon_{\phi\psi} - \varepsilon_{\phi 0} = f(\sin^2\psi)$ *qui sont présentées.*

Afin d'analyser l'hétérogénéité de contrainte dans chaque phase du matériau, la courbe $\varepsilon_{\phi\psi} = f(\sin^2\psi)$ est tracée sur la Figure III. 37 pour $\varphi = 0°$ (direction de traction). À l'état initial et pour les deux phases, les courbes montrent des faibles ondulations. Comme prévu, la pente moyenne obtenue est proche de zéro pour la ferrite tandis qu'elle est positive pour l'austénite qui est dans un état de traction comme déjà discuté. À une déformation macroscopique appliquée de 10%, des fortes ondulations apparaissent révélant une nette hétérogénéité des déformations dans les deux phases. Cette hétérogénéité de déformations élastiques dans chaque phase provient de l'anisotropie élastique et plastique des grains [Inal *et al.* 2004]. Pour la phase ferritique, cette forme d'ondulation, associée à une distribution intraphase des contraintes

(contraintes par orientations cristallines), est caractéristique d'une ferrite déformée plastiquement [Inal *et al.* 2004 ; Pesci 2004].

Pour améliorer la détermination des contraintes par diffraction dans le cas d'une présence d'une forte ondulation, il est nécessaire de mesurer les déformations $\varepsilon_{\phi\psi}$ pour des angles ψ élevés. Cela permet de prendre en compte toute l'ondulation afin de réaliser une régression plus optimale [Pesci 2004].

Contrainte internes dans la nuance C

Une deuxième série d'expériences a été menée sur une éprouvette de traction in situ (1.5 × 3.98 ×24 mm) à l'état brut de la nuance C (sans polissage mécanique ni électrolytique). Afin d'augmenter la plage d'angle ψ, l'analyse de contraintes a été effectuée en utilisant l'appareillage de type Proto iXRD système avec le montage dit 'ψ modifié'. Le dispositif d'essai de traction et les deux détecteurs dans le montage ψ permettent de balayer une plus grande plage d'angles ψ (cela permettra de faire moins d'erreurs sur la contrainte moyenne) par rapport à celle du montage ω qui a été utilisé dans l'essai précédent. Les mesures ont été effectuées en utilisant 14 angles de ψ variant de – 20° à + 55°. Le temps d'acquisition par pic de diffraction est 20 secondes pour la phase ferritique et 50 secondes pour la phase austénitique. La contrainte moyenne des deux phases est calculée en utilisant la loi des mélanges (Eq. III.10) mentionnée auparavant.

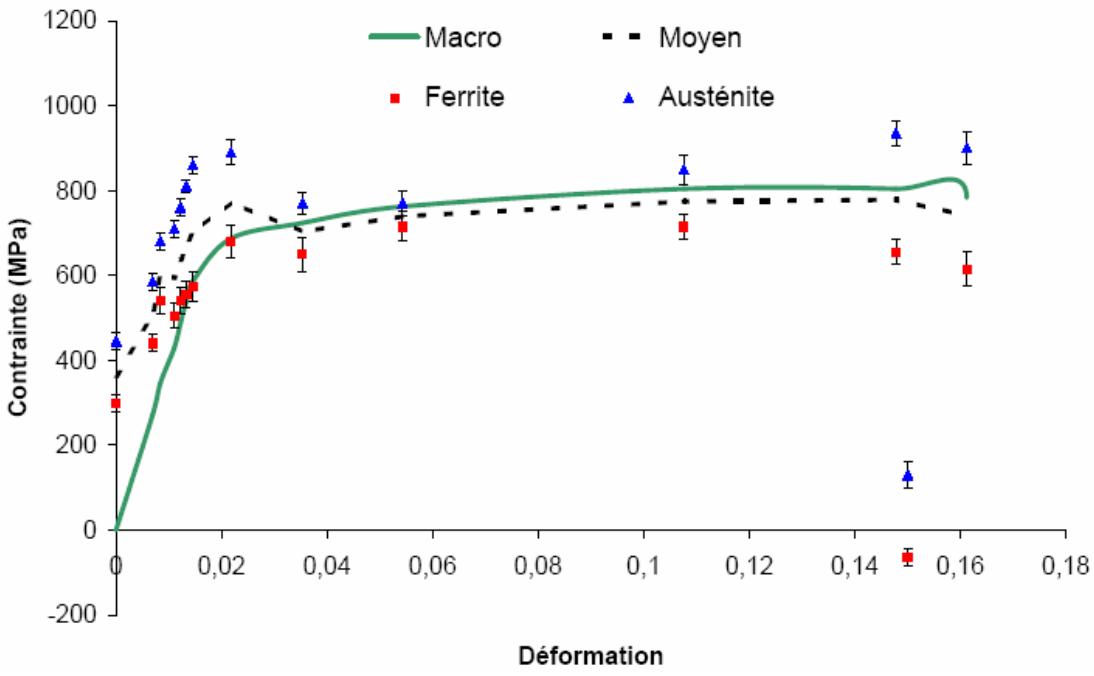
La surface de l'éprouvette n'ayant pas été traitée (mécaniquement et électrolytiquement), la présence du gradient de contraintes résiduelles initiales dans l'épaisseur affecte les valeurs de contrainte déterminées dans la partie élastique et la partie de la transition élastique-plastique (Figure III. 38a). En revanche, l'effet de ce gradient de contraintes initiales diminue avec l'augmentation de la déformation plastique appliquée en traction, qui est, en effet, une sollicitation homogène dans l'épaisseur. On peut considérer qu'à 0.055 de déformation plastique macroscopique (la courbe de la contrainte moyenne calculée par la loi de mélange rejoint la courbe de contrainte macroscopique appliquée), les contraintes initiales n'ont déjà plus d'effet (Figure III. 38a).

L'analyse des contraintes résiduelles (présentée dans le Tableau III. 6) nous donne une idée sur l'ordre de grandeur de la contrainte longitudinale pour les deux phases à l'état initial (-325 MPa pour la ferrite, 205 MPa pour l'austénite) (au cœur de l'éprouvette). Ces valeurs ne correspondent pas aux contraintes initiales dans les phases déterminées lors du premier point de mesure de l'essai in situ (Figure III. 38a). Cet écart est lié au gradient de contraintes résiduelles sur la surface de l'éprouvette. Pour enlever artificiellement l'effet de cette fine couche superficielle, nous faisons correspondre la contrainte appliquée (représentative de l'ensemble de l'épaisseur) avec la contrainte moyenne issue de la diffraction, et ceci jusqu'à une déformation macroscopique de 0,055. On peut alors déterminer les nouvelles valeurs de contraintes internes dans le domaine élastique et la transition élasto-plastique nécessaires pour obtenir cette correspondance. La Figure III. 38b montre les courbes de contraintes corrigées en fonction de la déformation macroscopique.

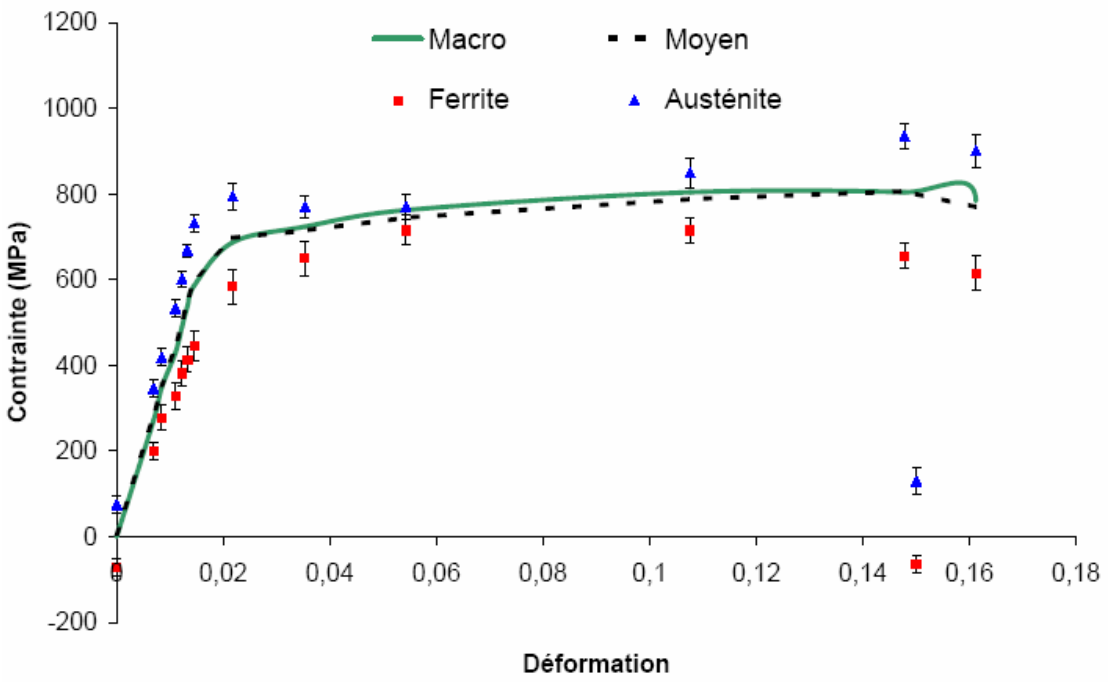
Dans le régime élastique, on observe que la contrainte σ_1 augmente linéairement avec la contrainte macroscopique appliquée. La contrainte dans la phase austénitique est plus élevée que la contrainte macroscopique, qui est également plus élevée que celle de la ferrite. Puis, dès que le matériau entre dans le domaine plastique, des contraintes dues à l'incompatibilité des déformations entre les deux phases apparaissent. La différence de contrainte entre l'austénite et la ferrite diminue. Par exemple, pour une déformation macroscopique de 11%, la contrainte dans l'austénite est de l'ordre de 850 MPa alors que la contrainte dans la ferrite est d'environ 715 MPa. La moyenne des contraintes par phase est bien égale à la contrainte macroscopique appliquée. Après 11% de déformation macroscopique, la ferrite a une tendance à s'adoucir alors que l'austénite continue à durcir. A 15% de déformation, la contrainte est de l'ordre de 935 MPa pour l'austénite et 655 MPa pour la ferrite.

Cette évolution des contraintes internes déterminées par DRX indique une plus forte contrainte d'écoulement dans la phase austénitique. Cela est conforme aux observations faites lors de l'essai in situ dans le MEB (pour la nuance B), montrant que les premières lignes de glissement apparaissent dans les grains ferritiques. Jusqu'à une déformation de 0,02, les contraintes dans la phase austénitique continue d'augmenter car la phase ferritique accommode plastiquement la déformation macroscopique. Ensuite, pour des déformations comprises entre 0,02 à 0,04, la contrainte dans la phase

austénitique se stabilise (entrée en plasticité, transfert de charge vers la ferrite). A partir de 0,05 de déformation, la plasticité de l'austénite devient plus importante, les contraintes dans les deux phases sont alors plus proches.



(a)



(b)

Figure III. 38: Contrainte interne longitudinale dans chaque phase de la nuance C en fonction de la déformation appliquée. (a) avant la correction, (b) après la correction.

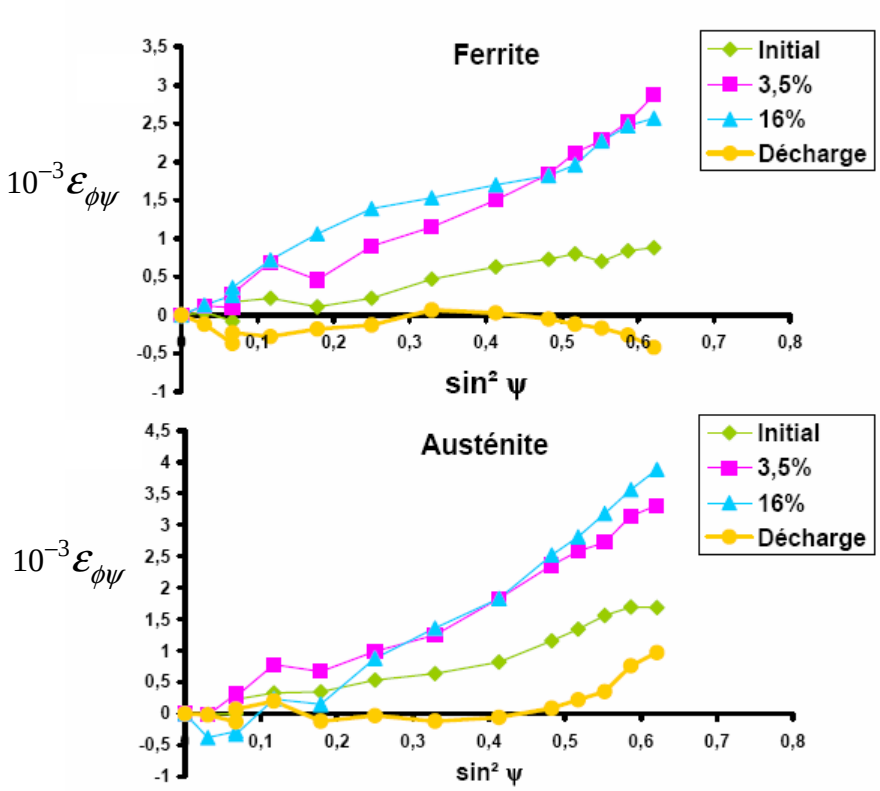


Figure III. 39: Courbes $\varepsilon_{\varphi\psi} = f(\sin^2\psi)$ *pour les familles de plans* $\{311\}_\gamma$ *et* $\{211\}_\alpha$ *) lors d'un essai de traction in situ obtenues à l'état initial, 3,5%, et 16% de déformation appliquée et à la décharge.*

Afin de vérifier la fiabilité des mesures, la courbe $\varepsilon_{\varphi\psi} = f(\sin^2\psi)$ a été tracée à l'état initial, en charge et à la décharge (Figure III. 39). Si ce n'est pour une déformation macroscopique de 16% et à la décharge, où commence à apparaître une ondulation, les mesures permettent une relativement bonne détermination des contraintes, d'autant plus que la plage angulaire en ψ est importante.

Nous avons réalisé un deuxième essai de traction in situ sur la nuance C mais cette fois avec un polissage mécanique (papier abrasif 1200 jusqu'à polissage de finition 1µm) afin d'effacer la couche superficielle écrouie résultant de la rectification. Ensuite un polissage électrolytique au bain acéto-perchlorique a été effectué. L'épaisseur finale de cette éprouvette, après polissage électrolytique, est environ 1,38 mm. Une mesure a été effectuée en incluant des oscillations de l'échantillon en x et y de ± 2 mm. Malheureusement, la mesure du déplacement macroscopique s'est avérée fausse. Cela dit, pour ce qui concerne les niveaux de contraintes déterminées par diffraction, ils sont tout à fait cohérents avec ceux du premier essai (voir annexe I).

III.4.5. Conclusion sur les mesures

Les mesures expérimentales envisagées au cours de cette thèse ont permis de mettre en évidence l'évolution de l'état des contraintes internes dans chaque phase pour les deux nuances B et C au cours d'un essai de traction in situ couplé avec DRX. Ces mesures expérimentales n'ont pas été faciles à mettre en œuvre à cause des difficultés expérimentales rencontrées liées aux possibilités expérimentales de la mise en œuvre de la technique et à la nature hétérogène des matériaux analysés. La principale difficulté expérimentale vient de la dispersion de taille de grains (présence de petits grains de taille inférieure à 5 µm et de gros grains de taille supérieure à 0.5 mm). Cette difficulté peut être résolue expérimentalement par l'augmentation du volume irradié en effectuant des oscillations en x, y et ψ à l'échantillon. Une autre difficulté expérimentale est liée à la machine in-situ qui ne permet pas d'obtenir des informations fiables et précises sur le comportement (l'accès à la déformation n'est pas direct). En fait la déformation est déterminée à partir du déplacement de la traverse donc sans extensomètre et intègre donc la déformation, bien que faible, de la machine.

Il y a aussi une difficulté expérimentale liée au dispositif Proto-machine in-situ. En fait, d'après de nombreux auteurs, la détermination de la contrainte avec des angles ψ élevés est plus précise. L'appareil de la diffraction des rayons X utilisé dans cette étude, proto iXRD système, nous permet de travailler avec deux montages : montage en ω et montage en ψ modifié. Le dispositif d'essai de traction et les deux détecteurs dans le montage ψ permettent de balayer une plus grande plage d'angles ψ [– 20° à + 55°] par rapport à celle du montage ω (ψ ±41° pour la ferrite et ψ ±36° pour l'austénite).

Dans la configuration actuelle, les valeurs de ψ atteintes restent toutefois modestes. Il est indispensable de mettre en œuvre un dispositif qui permet de travailler avec une plage de ψ encore plus élevée pour améliorer la précision des résultats. Car les matériaux étudiés présentent de nombreuses particularités, outre un gradient de contrainte dans l'épaisseur et en surface, ils sont fortement texturés, il possèdent des gros et petits grains et des effets d'anisotropie élastique et plastique. Par conséquent, il faudrait d'autres expériences pour mieux connaître les propriétés de ces matériaux.

Malgré tout, les résultats sont tout à faits cohérents et acceptables dans les conditions expérimentales actuelles. Ces mesures constituent des indications pertinentes

pour la construction d'un modèle de type autocohérent qui pourra être validé à plusieurs échelles. Avec cet essai, on doit pouvoir étudier le comportement mécanique de la phase γ et de la phase α dans la nuance C du duplex et étudier la différence par rapport aux autres microstructures duplex avec différentes fractions volumiques de l'austénite.

III.5. Modélisation semi-phénoménologique des aciers duplex

Nous proposons maintenant de modéliser le comportement des duplex à l'aide d'une démarche micromécanique par changement d'échelle afin de mettre en évidence l'influence de la fraction volumique de chacune des deux phases sur le comportement du matériau et de comparer les contraintes par phase avec les analyses de contraintes par diffraction.

III.5.1. Présentation du modèle

Afin de déterminer le comportement des duplex, une approche micro–macro a été utilisée basée sur le modèle ISOW [Bouaziz *et al.* 2002] à deux phases pour un essai de traction uniaxiale quasi statique.

III.5.1.1. Modèle ISOW

On considère dans cette modélisation que les deux phases sont soumises au même travail élémentaire ce qui s'exprime par :

$$\sigma_\alpha d\varepsilon_\alpha = \sigma_\gamma d\varepsilon_\gamma = cste \tag{III.14}$$

Cette équation implique que la phase la plus molle va se déformer de façon plus importante que la phase la plus dure. Cette relation peut également se mettre sous la forme suivante:

$$d\varepsilon_\alpha = \frac{\sigma_\gamma}{\sigma_\alpha} d\varepsilon_\gamma \tag{III.15}$$

La loi des mélanges pour les déformations pour un biphasé s'écrit :

$$E = f_\gamma \varepsilon_\gamma + f_\alpha \varepsilon_\alpha \tag{III.16}$$

E est la déformation macroscopique, f_γ et f_α représentent les fractions volumiques de l'austénite et la ferrite respectivement.

Sachant que $f_\alpha + f_\gamma = 1$ et en différenciant la dernière équation, on obtient :

$$dE = (1 - f_\alpha) d\varepsilon_\gamma + f_\alpha d\varepsilon_\alpha \quad \text{(III.17)}$$

En introduisant l'équation (III. 16) dans l'équation (III. 17), la variation de déformation dans l'austénite est reliée à l'incrément de déformation macroscopique par :

$$d\varepsilon_\gamma = \frac{dE}{(1 - f_\alpha) + f_\alpha \frac{\sigma_\gamma}{\sigma_\alpha}} \quad \text{(III.18)}$$

La simulation est « pilotée » par la déformation macroscopique donc dE est imposée. Dès lors, on peut calculer ε_γ au pas n+1 connaissant ε_γ au pas n et en choisissant une résolution explicite. Il faut également connaître les contraintes au pas n. Connaissant ε_γ on en déduit ε_α. Ensuite les contraintes sont réactualisées grâce à la loi de comportement présentée dans la section suivante. Puis, la contrainte macroscopique est déterminée par la loi des mélanges ($\Sigma = (1 - f_2)\sigma_1 + f_2\sigma_2$).

III.5.1.2. Loi de comportement

Une loi phénoménologique élasto-plastique de type Ludwik [Ludwik, 1909] pour décrire le comportement de chacune des phases i en traction uniaxiale a été choisie :

$$\text{Si } \sigma^i \le \sigma_y^i \text{ alors } \sigma^i = E\ \varepsilon^i \text{ sinon } \sigma^i = \sigma_y^i + K^i \left(\varepsilon^i_{plastique}\right)^{n^i} \quad \text{(III. 19)}$$

où σ_y^i est la limite élastique en MPa, K^i est la coefficient de Ludwik qui représente la valeur de l'accroissement de contrainte en MPa et n^i est constante caractérisant l'écrouissage.

III.5.1.3. Stratégie d'identification

Pour procéder à l'identification des paramètres, la démarche suivante a été adoptée. Dans un premier temps, seule la courbe donnant la réponse macroscopique en traction expérimentale, obtenue sur une machine conventionnelle, a été utilisée pour l'identification comme c'est le cas usuellement. L'objectif est de minimiser le nombre de paramètres à identifier en utilisant des arguments physiques. Ainsi, la limite élastique

des deux phases est déterminée en considérant la composition chimique des deux phases [Irvine *et al.*1969 ; Pickering 1976, 1978; Bouaziz, 2005, 2006]:

$$\sigma_y^{\gamma} = 65 + 354(\frac{C\%}{f^{\gamma}}) + 12 \times Al\% \qquad \text{(III.20)}$$

$$\sigma_y^{\alpha} = 60 + (1000 \times Mn\%)^{0,54} + 45 \times Al\% \qquad \text{(III.21)}$$

Ces lois empiriques issues de nombreux essais de traction effectués sur des ferrites et austénites alliées montrent que (1) la limite élastique de l'austénite dépend essentiellement de sa teneur en carbone et en aluminium (2) celle de la ferrite dépend principalement de sa teneur en manganèse et en aluminium.

Ainsi, les valeurs de limite élastique associées à la composition chimique des 4 duplex étudiés ont pu être estimées et sont données dans le Tableau III. 9.

	A	**B**	**C**	**D**
σ_y^{γ} (MPa)	270	268	282	283
σ_y^{α} (MPa)	556	520	520	520

Tableau III. 9 : Valeurs des limites élastiques des deux phases pour les quatre nuances. Ces valeurs sont calculées à partir des relations empiriques [Irvine et al.*1969 ; Pickering 1976 ;* Bouaziz*, 2005, 2006].*

On constate que la limite élastique de la ferrite est presque deux fois supérieure à celle de l'austénite dans les quatre nuances. La forte valeur de la limite élastique de la ferrite est due à la forte teneur en manganèse qui entre en ligne de compte dans la loi empirique qui a été utilisée pour la déterminer. Cette forte valeur de limite élastique provient probablement de la présence d'une forte friction de réseau puisqu'on constate que la limite élastique est sensible à la température comme illustré sur la Figure III. 40.

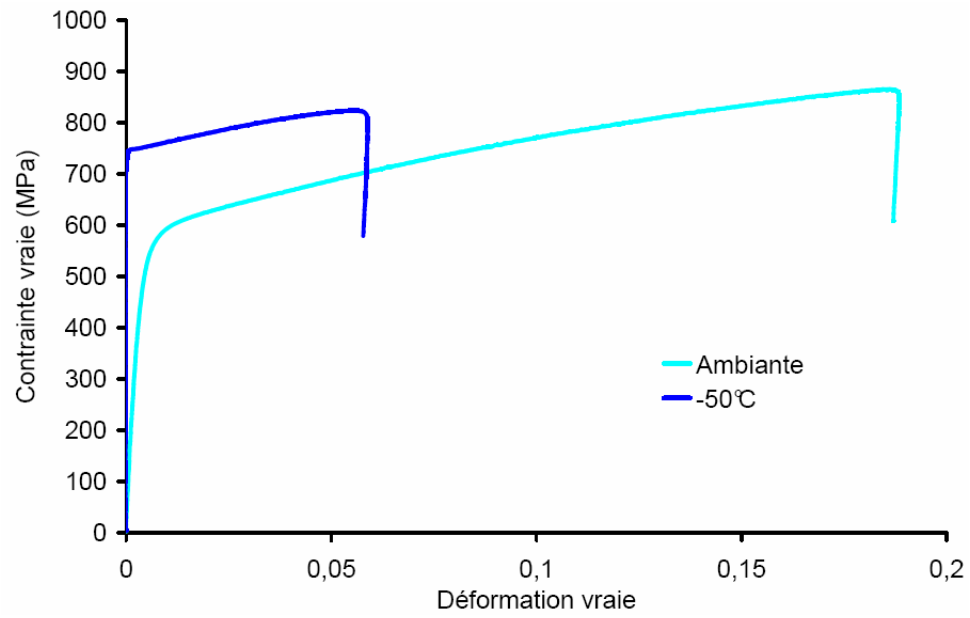


Figure III. 40 : Essai de traction uniaxiale sur la nuance C à deux températures.

En ce qui concerne les paramètres d'écrouissage, on constate expérimentalement que le taux d'écrouissage de la ferrite dépend peu de sa composition chimique. Les valeurs utilisées K^{α} et n^{α} pour la ferrite dans notre modélisation sont donc identiques pour les 4 nuances et correspondent à celles classiquement identifiées [voir par exemple : Morrison 1966]. Elles sont données dans le Tableau III. 10. Le comportement de la phase ferritique est ainsi entièrement déterminé. Seuls les paramètres K^{γ} et n^{γ} de la loi d'écrouissage isotrope pour l'austénite restent à identifier par comparaisons successives entre résultats calculés et expérimentaux. Cette identification a été effectuée de manière séparée sur les 4 nuances duplex.

	A	**B**	**C**	**D**
K^{α} (MPa)	350	350	350	350
n^{α}	0 ,3	0 ,3	0 ,3	0 ,3
K^{γ} (MPa)	1350	1350	1350	1200
n^{γ}	0 ,38	0,44	0,38	0,39

Tableau III. 10 : Valeurs des paramètres identifiés des deux phases pour les quatre nuances.

Les paramètres identifiés varient peu d'une nuance à l'autre et il est alors possible de déterminer un comportement moyen de l'austénite (Figure III. 41).

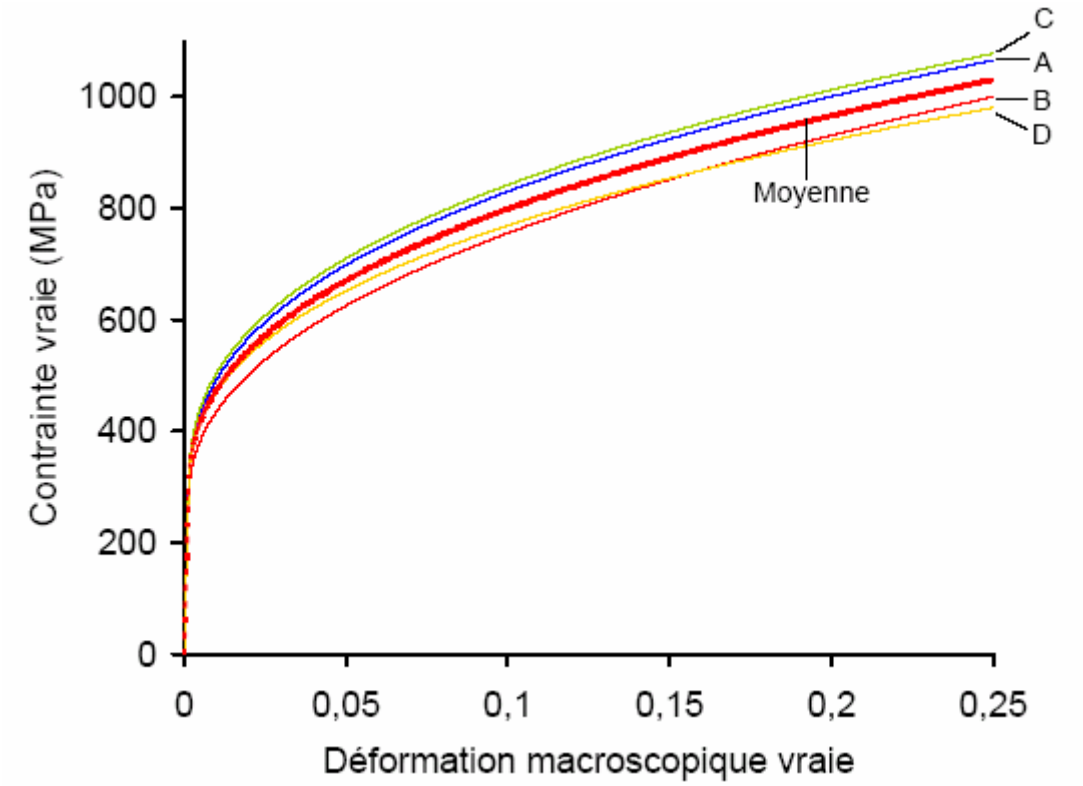


Figure III. 41 : Courbes représentant le comportement de l'austénite simulé dans chacune des nuances ainsi que celle obtenue avec le comportement moyen

Les valeurs moyennes obtenus sont : $\sigma_y^\gamma = 275.75$ MPa, K=1312.5 MPa et n=0.3975. Grâce aux valeurs moyennes, les courbes simulées restent proches des courbes expérimentales pour chacune des nuances et un écart maximale de 30 MPa est observée pour les nuances A, B et C (Figure III. 42) alors que pour la nuance D le résultat est moins bon (50 MPa).

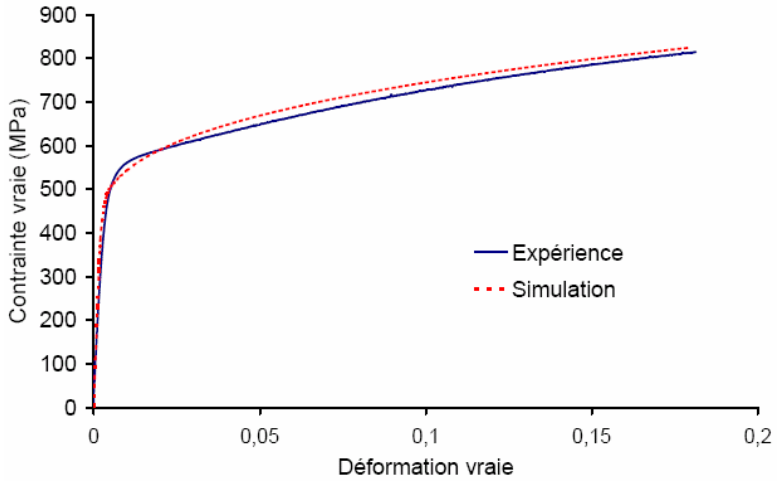


Figure III. 42: Comparaison courbe expérimentale et simulation avec les valeurs moyennes pour la nuance C

III.5.2. Confrontation avec la diffraction

Les courbes d'évolution des contraintes internes dans chaque phase, issues du modèle, en fonction de la déformation longitudinale macroscopique sont comparées avec celles obtenues expérimentalement lors de l'essai in-situ (Figure III. 43). Le niveau de contrainte dans la phase ferritique et son évolution avec la déformation longitudinale macroscopique sont proches de ceux prédits par le calcul. En revanche, des écarts importants existent dans le cas de l'austénite. En effet, l'identification fournit un niveau de contrainte trop faible jusqu'à une déformation de 5% (début de la plasticité). De ce fait, les deux courbes de niveau de contrainte dans chacune des phases en fonction de la déformation macroscopique simulées se coupent au point correspondant à une déformation de 3% et une contrainte de 636 MPa.

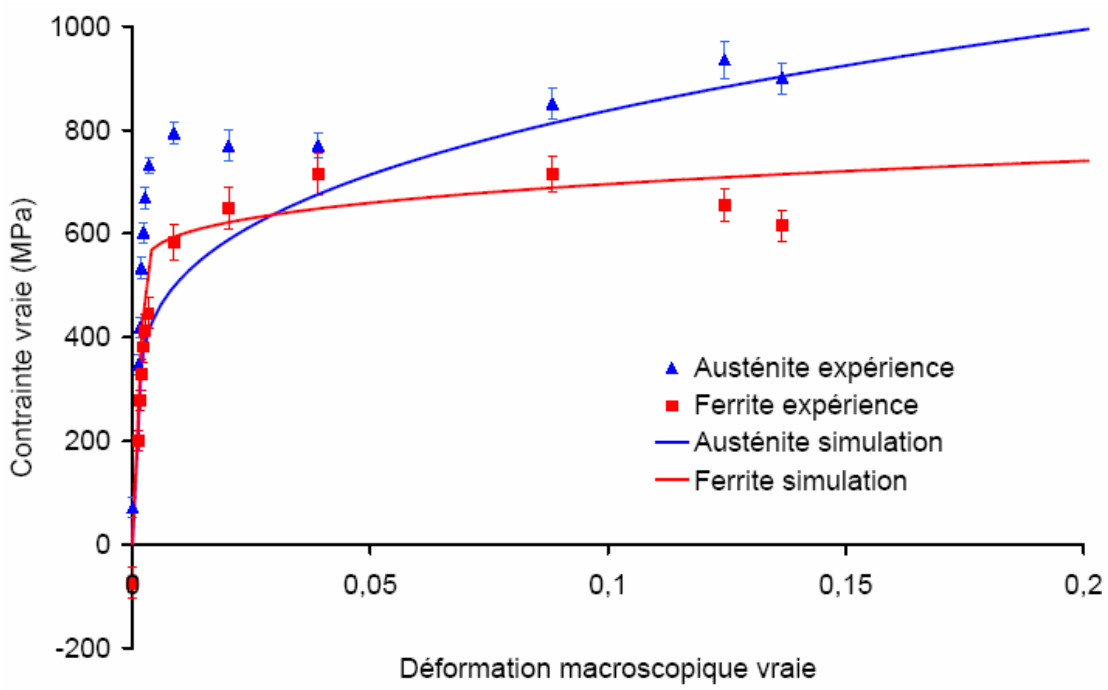


Figure III. 43 : Evolution des contraintes internes dans chaque phase données par le modèle en comparaison avec les mesures de contraintes internes effectuées dans les deux phases lors d'un essai in-situ sur la nuance C.

Les résultats précédents indiquent que la contrainte d'écoulement au début de la plasticité de la phase austénitique est mal représentée. La modélisation, ne prenant pas en compte les contraintes résiduelles, assimile cette contrainte à la limite d'élasticité de l'austénite. Comme discuté précédemment (voir la section III.4.3.3 ci-dessus), les contraintes résiduelles dans les 4 nuances duplex sont en grande partie d'origine

thermique. Ces contraintes sont donc de nature sphérique et n'ont pas d'influence sur le comportement plastique. Elle ne peut donc pas expliquer l'écart relatif entre la contrainte d'écoulement prédite au début de plasticité de l'austénite et celle mesurée expérimentalement.

Deux raisons peuvent alors être évoquées pour expliquer l'écart entre l'expérience et la modélisation : (i) une mauvaise estimation de σ_y^γ (on rappelle que celle-ci a été déterminée à l'aide d'une loi empirique intégrant l'effet des éléments d'alliage Eq. III.20, III. 21), (ii) la non prise en compte de la présence des sous joints de grains et de nombreuses dislocations à l'état initial générés par une recristallisation incomplète, (phénomène observé par l'analyse EBSD - voir le paragraphe III.2.1), conduisant également à des contraintes résiduelles. Ces deux hypothèses, conduisant toutes deux à une augmentation de la contrainte d'écoulement en traction au début de la plasticité dans la phase austénitique, sont intégrées successivement dans la modélisation.

La première hypothèse nous a conduit à réajuster la valeur de la limite d'élasticité de l'austénite conduisant à une nouvelle identification du paramètre (K^γ). Le paramètre n^γ de la loi de Ludwik n'a pas été modifié (n^γ=0,38). Le nouveau jeu de paramètres est : σ_y^γ=550MPa, K^γ=820MPa. Les résultats ainsi obtenus sont présentés sur la Figure III. 44.

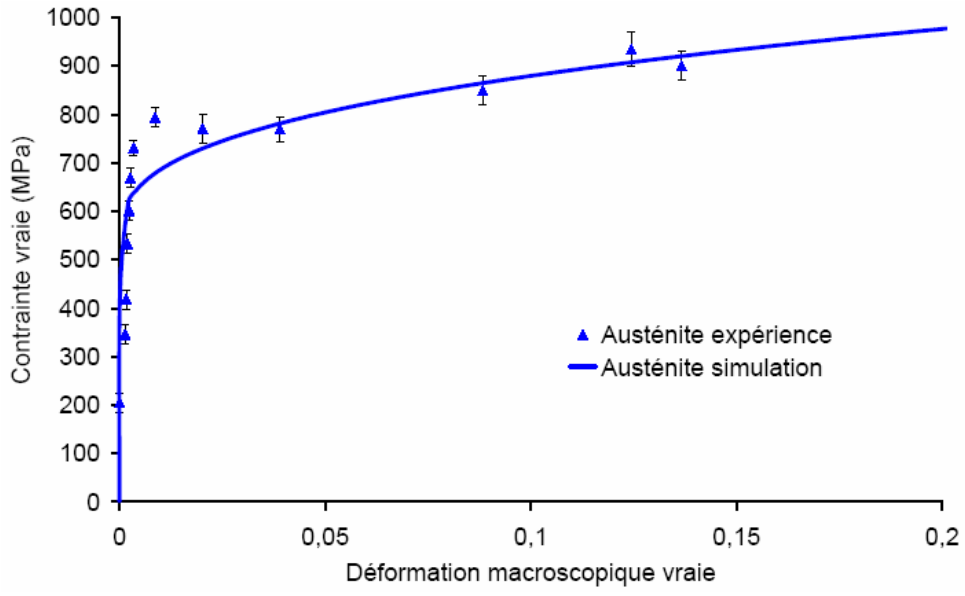


Figure III. 44 : Niveau de contraintes dans l'austénite avec les paramètres réidentifiés

Des micrographies par EBSD et MET montrent la présence de grains de taille inférieure à 10µm et la présence de nombreuses dislocations à l'état initial dans l'austénite. Ces observations pourraient expliquer une forte valeur de la limite élastique de l'austénite. La loi empirique donnant la limite élastique en fonction des éléments d'alliage influents étant issue d'essais expérimentaux sur des aciers austénitiques recuits et présentant des tailles moyennes de grain supérieures ou égales à 10 µm n'intègre pas ces observations. De plus, une limite d'élasticité de l'austénite supérieure à celle de la ferrite pourrait s'expliquer par l'effet du carbone. En fait, l'effet du carbone serait comparable à celui de l'azote dans les duplex inoxydables (Uranus 45 N) où l'azote va préférentiellement dans la structure CFC (par exemple : Inal *et al.* 1999, Hauk et Stuitje, 1985a,b, Johansson *et al.* 1999,). Celle-ci subit donc un durcissement par solution solide plus important. Le carbone et l'azote sont les éléments qui contribuent le plus fortement à l'augmentation de la limité d'élasticité (Gérard *et al.* 1994). De plus, on sait très bien que le carbone a une plus grande solubilité dans l'austénite (0,77 au lieu de 0,02 % en masse dans la ferrite, à l'équilibre thermodynamique). Il est possible que la loi empirique utilisée ne prédise pas suffisamment l'effet de carbone dans ce type d'alliage. Par ailleurs, les quelques mesures de nanoindentation [Grandgirard 2003] réalisées sur nos aciers montrent clairement que l'austénite est plus dure que la ferrite.

La deuxième hypothèse, concernant la présence de contraintes résiduelles intragranulaires au sein même d'une phase créées par la recristallisation incomplète faite après le laminage à chaud, nécessite d'introduire une composante σ_R à notre modélisation. La loi de comportement en traction uniaxiale de chacune des phases s'écrit alors :

$$\sigma^i = \underbrace{\underbrace{\sigma_y^i}_{\text{composition chimique}} + \underbrace{\sigma_R^i}_{\substack{\text{Dislocations, sous joint de grains} \\ \text{effet Hall-petch}}}}_{\text{Limite d'élasticitée}} + K^i \left(\varepsilon_{plastique}^i\right)^{n^i} \qquad \text{(III.22)}$$

Il est donc nécessaire d'identifier le nouveau paramètre σ_R. Pour cela, la courbe d'essai de traction in-situ est utilisée et on procède à une identification par méthode inverse pour le comportement de chacune des phases, les valeurs des paramètres σ_y^γ, K^γ et n^γ sont donc inchangées. Les résultats sont présentés sur la Figure III. 45.

La composante pour la ferrite est σ_R^{α}=0 MPa et pour l'austénite σ_R^{γ}=260 MPa. Ces valeurs indiquent l'absence dans la phase ferritique et la présence dans la phase austénitique de contraintes résiduelles intragranulaires. Ce résultat traduit le fait que la ferrite, étant la phase stable à haute température, elle devrait être mieux restaurée. De plus, il apparaît qu'à haute température l'austénite est plus dure que la ferrite. Alors, on peut penser que l'incompatibilité thermique entre les deux phases durant le refroidissement va concentrer la contrainte résiduelle dans l'austénite. Toutefois, des essais expérimentaux in situ avec d'autres trajets de chargement ou des essais de type Baushinger couplés à l'analyse de contraintes seraient nécessaires pour approfondir cette hypothèse.

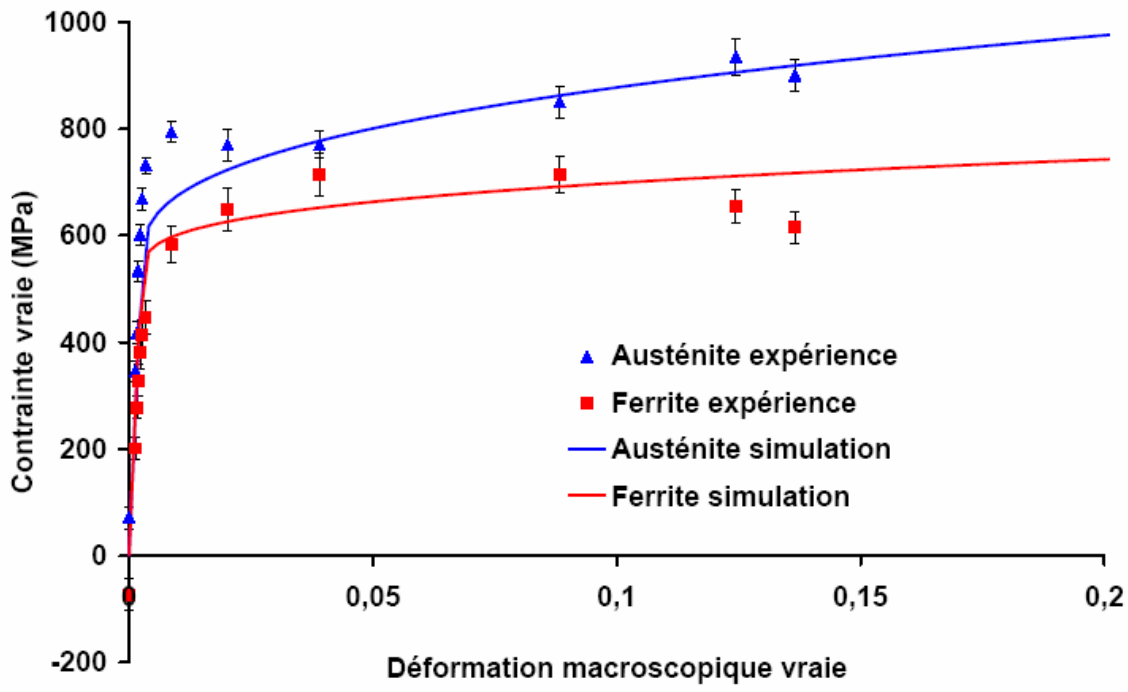


Figure III. 45 : Identification de l'écrouissage cinématique pour la nuance C en essai in-situ

Les différentes modélisations proposées montrent que, même si le comportement macroscopique est simulé de façon correcte, la distribution des contraintes par phase n'est pas forcément convenablement évaluée. Ceci montre la difficulté de l'identification de paramètres par méthode inverse puisque deux (et même des) jeux de paramètres différents peuvent conduire à deux comportements macroscopiques identiques et des comportements microscopiques distincts. Il est donc important de vérifier la pertinence d'un modèle en confrontant les résultats calculés à des résultats expérimentaux sur plusieurs échelles.

Conclusion

Afin d'étudier le comportement mécanique des aciers duplex Fe-Mn-Al-C, plusieurs campagnes de mesure ont été menées. Cette caractérisation comprend d'une part les aspects métallurgiques et structuraux, c'est-à-dire l'étude de la microstructure de déformation, l'identification des phases existantes et la texture. D'autre part, il est nécessaire de déterminer l'état mécanique de chaque phase, celui-ci conditionne le comportement mécanique global de la pièce étudiée.

La technique de diffraction des rayons X est utilisée pour caractériser les aciers duplex. Cette méthode permet de déterminer le dosage de phases et la texture et l'évolution de l'état de contraintes dans chaque phase, au cours d'un essai de traction in situ, dans le domaine élastique, pendant la transition d'élastique-plastique et dans le domaine plastique. Les contraintes internes dans chaque phase ont été déterminées par DRX en utilisant la méthode classique de $\sin^2\psi$. La mesure indique que la ferrite est en compression et l'austénite est en traction à l'état initial. L'évolution des contraintes internes dans les deux phases pour les nuances B et C pendant un essai de traction in situ a été présentée.

Le comportement mécanique d'aciers duplex est modélisé par une approche micro–macro basée sur le modèle ISOW. Les résultats expérimentaux obtenus ont été utilisés pour l'identification des paramètres de la loi de comportement aussi bien à l'échelle macroscopique qu'à l'échelle microscopique de l'hétérogénéité considérée. Ces mesures constituent de vraies indications pour la construction d'un modèle d'homogénéisation qui pourrait être validé sur plusieurs échelles. De plus, il a été observé que deux jeux de paramètres différents donnent les mêmes résultats macroscopiques mais des résultats microscopiques différents. Ceci met donc en évidence un problème rencontré fréquemment lors d'identification par méthode inverse : la non unicité des combinaisons de paramètres des modèles. Ce problème peut être résolu en se basant sur des mesures à différentes échelles comme dans l'étude avec des essais in-situ sous D.R.X. mais aussi en considérant d'autres trajets (compression par exemple) et des trajets complexes (essai Bauschinger par exemple) qui permettent également de caractériser l'état au repos du matériau (contraintes résiduelles dues au mode d'obtention).

Chapitre IV

Traitement thermique pour activer le maclage

IV. Traitements thermiques pour activer le maclage

Introduction

Il semble tout à fait clair que la compétition entre différents mécanismes de déformation (maclage mécanique, glissement, transformation martensitique ε ou α') au sein de la même microstructure améliore de façon importante les propriétés de résistance et de ductilité d'aciers à base de Fe-Mn.

Les propriétés mécaniques des aciers duplex Fe-Mn-Al-C, étudiées au chapitre précédent, n'ont pas atteint des valeurs comparables à celles montrées par les aciers austénitiques Fe-Mn-C à effet TWIP à l'exception de la limite d'élasticité qui est évidement plus élevée dans le duplex. Il a été observé que l'austénite dans les quatre nuances des aciers duplex ne présente pas de maclage mécanique au cours de la déformation. Par conséquence, le glissement est le seul mécanisme de déformation. De plus, l'écrouissage de ces aciers est très semblable à celui d'un matériau à haute énergie de faute d'empilement. En fait, la présence de l'aluminium augmente l'EFE dans le duplex conduisant à l'inhibition du maclage.

Ce chapitre a pour objectif de tenter d'améliorer les propriétés des aciers duplex par un traitement thermique dans l'idée de diminuer la valeur de l'EFE afin de favoriser le maclage mécanique.

IV.1. Principe et rôle du traitement thermique

Le traitement thermique d'une pièce consiste à lui faire subir des transformations de structure grâce à des cycles prédéterminés de chauffage et de refroidissement afin d'en améliorer les caractéristiques mécaniques : dureté, ductilité, limite d'élasticité, etc. Le rôle du traitement thermique consiste aussi à modifier la structure des matériaux pour leur conférer des propriétés particulières adaptées à une meilleure utilisation sous forme de pièce finie, ou à une mise en œuvre dans les meilleures conditions, sous forme de demi-produit ou d'ébauche.

Le traitement thermique peut répondre, d'une part aux exigences particulières des divers procédés d'usinage et de mise en forme qui nécessite un traitement

d'adoucissement (par exemple recuit et revenu) pour ramener les caractéristiques de résistances à des valeurs minimales. D'autre part, il peut aussi répondre aux exigences de l'industrie mécanique qui demandent le plus souvent que les aciers mis en service soit à la fois résistants et ductiles pour assurer la sécurité du fonctionnement en service. Ce résultat est généralement obtenu en faisant subir aux aciers un traitement thermique de durcissement par trempe et revenu.

Le traitement thermique peut contribuer aussi à l'allègement des pièces mécaniques en améliorant la limite élastique en retardant le glissement des dislocations aux gammes de températures inférieures à $0.5T_f$ (T_f : température de fusion de l'alliage). Différents sources de durcissement sont envisageables pour remonter la limite d'élasticité comme par exemple :

- durcissement dû aux dislocations,
- durcissement par les joints de grain (relation de HALL-PETCH),
- durcissement par les atomes en solution solide ou par précipitation,
- durcissement par l'introduction d'une seconde phase (martensite, perlite, bainite).

L'activation du maclage mécanique (effet TWIP) au cours de la déformation peut également contribuer à l'allègement des pièces en augmentant la résistance mécanique et la ductilité. Dans ce contexte, on va utiliser le traitement thermique afin de tenter d'activer le maclage au cours de la déformation.

IV.2. Résultats avant traitement thermique

Comme nous l'avons montré dans le chapitre précédent, les différents essais de traction réalisés n'ont pas permis d'activer le maclage. En effet si l'on compare le comportement des aciers duplex à celui d'un acier 100% austénitique avec et sans effet TWIP [Allain 2002], il se rapproche du comportement sans effet TWIP (Figure IV. 1).

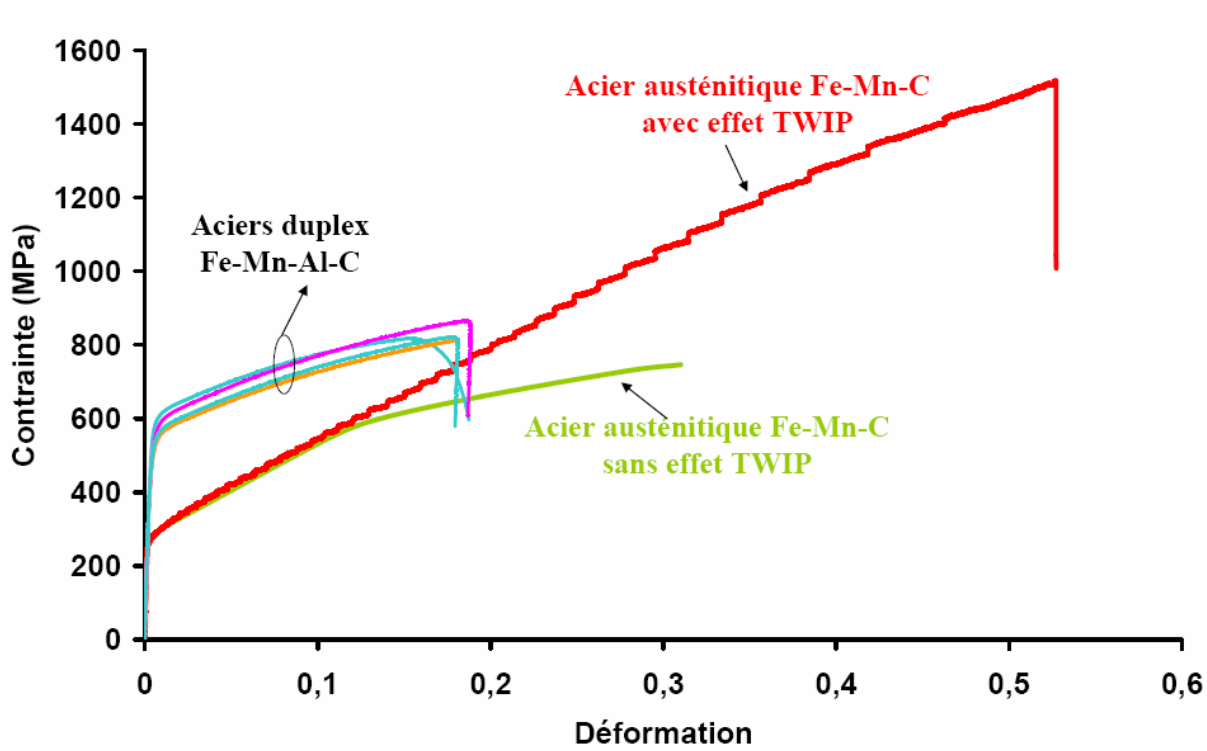


Figure IV. 1 : Comparaison du comportement d'aciers duplex à celui d'un acier 100% austénitique avec et sans effet TWIP [Allain 2002]

Afin de pouvoir observer des macles il est nécessaire de déformer de manière plus importante le matériau. Pour ce faire, une presse a été utilisée et l'échantillon a été compressé d'une épaisseur de 2,5mm à 1,5mm soit une déformation de 40%.

La direction de compression est la direction normale de l'éprouvette (DN). Ainsi, l'échantillon a été allongé dans le sens de laminage (DL) et dans le sens transverse (DT) comme le montre la Figure IV. 2.

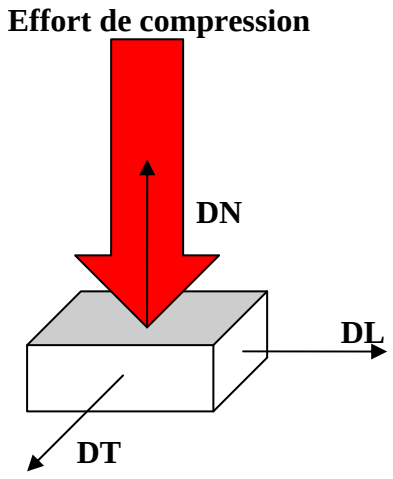
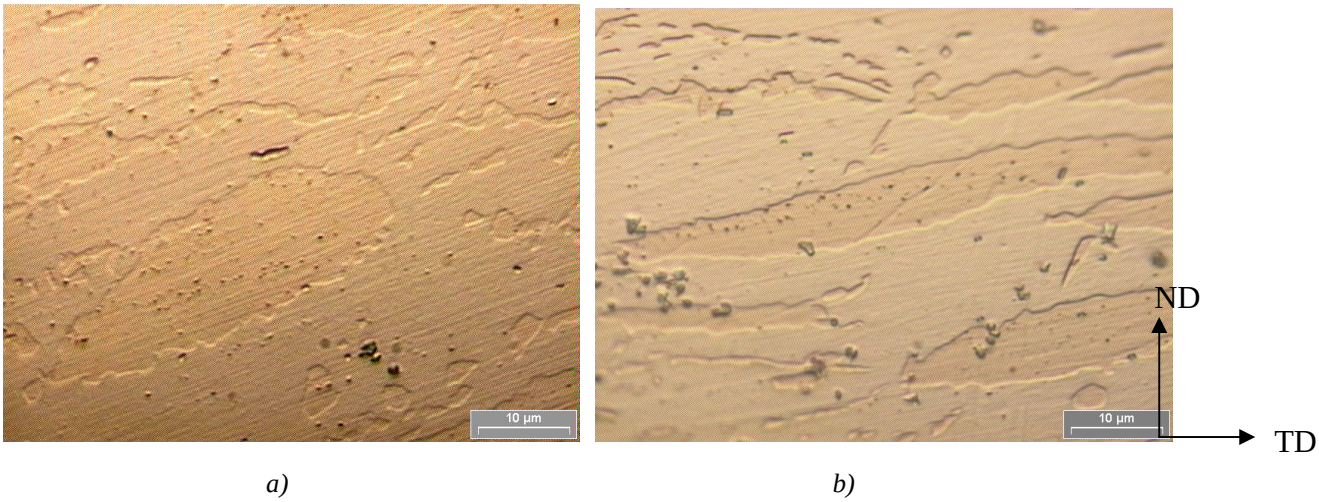


Figure IV. 2 : Obtention d'un échantillon fortement déformé par compression

La Figure IV. 3 montre les micrographies réalisées sur des échantillons de nuance A, sans traitement thermique, déformées lors d'essai de traction et par compression pour atteindre des déformations plus importantes. Dans ces deux cas là, la présence de macle n'a pu être observée.



a) *b)*

Figure IV. 3 : Nuance A sans traitement thermique : a) traction uniaxiale , b) compression à 40%

Deux autres moyens d'observation ont été utilisées : le M.E.T. (Microscope Electronique à Transmission) par le L.P.M. (Laboratoire de Physique des Matériaux) de Nancy, l'EBSD (Electron Back Scattering Diffraction) par le L.E.T.A.M. (Laboratoire d'Etude des Textures et Applications aux Matériaux). Ils ont confirmé l'absence de macles mécaniques.

IV.3. Résultats après traitements thermiques

Afin de favoriser le maclage dans la nuance A, un premier traitement thermique a été envisagé. Il a été choisi de maintenir le matériau pendant cinq heures et trente minutes à une température de 550°C afin de précipiter le carbone de l'austénite et ainsi diminuer l'énergie de faute d'empilement pour activer le maclage. Ce traitement n'étant pas concluant, un maintien pendant vingt-quatre heures a été effectué à la même température.

IV.3.1. Modification de la microstructure

Après ces traitements thermiques il apparaît intéressant d'observer la microstructure du matériau pour vérifier si effectivement elle a été modifiée (Figure IV. 4 et Figure IV. 5).

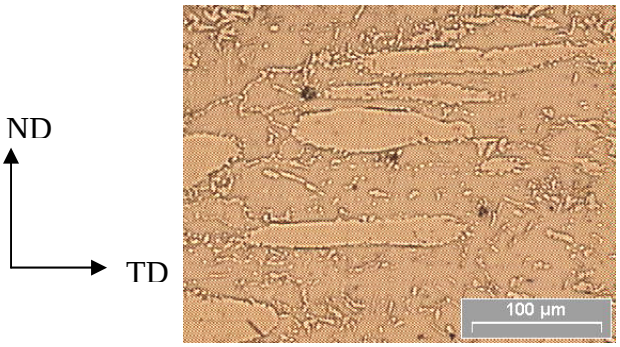


Figure IV. 4 : Nuance A avant traitement thermique

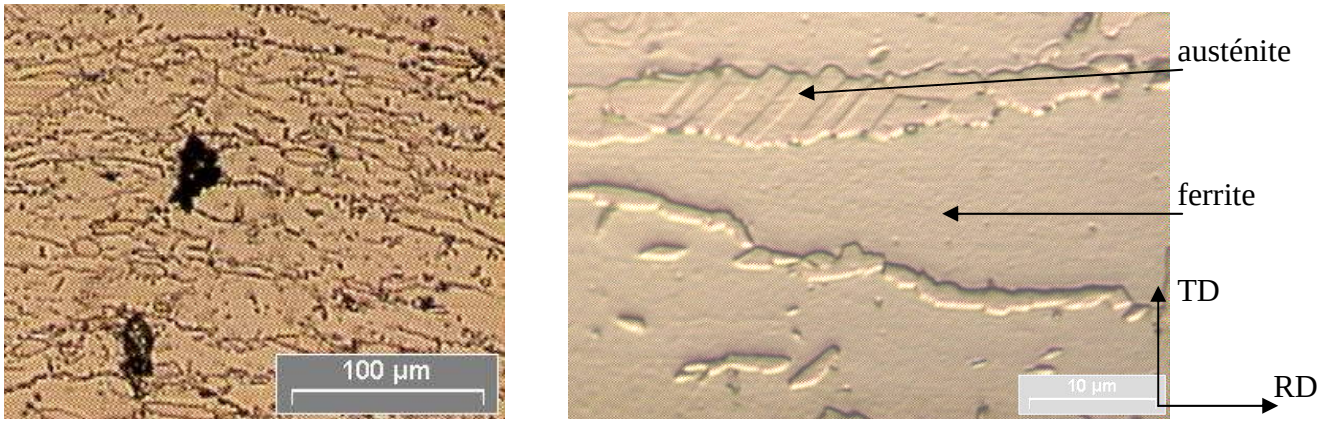


Figure IV. 5 : Nuance A après traitement thermique

Le traitement thermique a bien changé la microstructure puisque l'on peut observer des précipités de carbone aux joints de grains plus nombreux et plus volumineux après le traitement thermique.

De plus, des macles thermiques ont été créées et il pourra être délicat de différencier macle thermique et macle mécanique bien que ces dernières soient plus fines que les premières.

IV.3.2. Essai de traction uniaxiale

Un essai de traction a été réalisé sur la nuance A avant et après traitement A 550°C pendant 5h30 et 24h. Les trois essais ont été réalisés en quasi-statique, à un taux de déformation de $7.10^{-4}s^{-1}$. Les résultats de ces essais sont présentés Figure IV. 6, « TT » signifie Traitement Thermique.

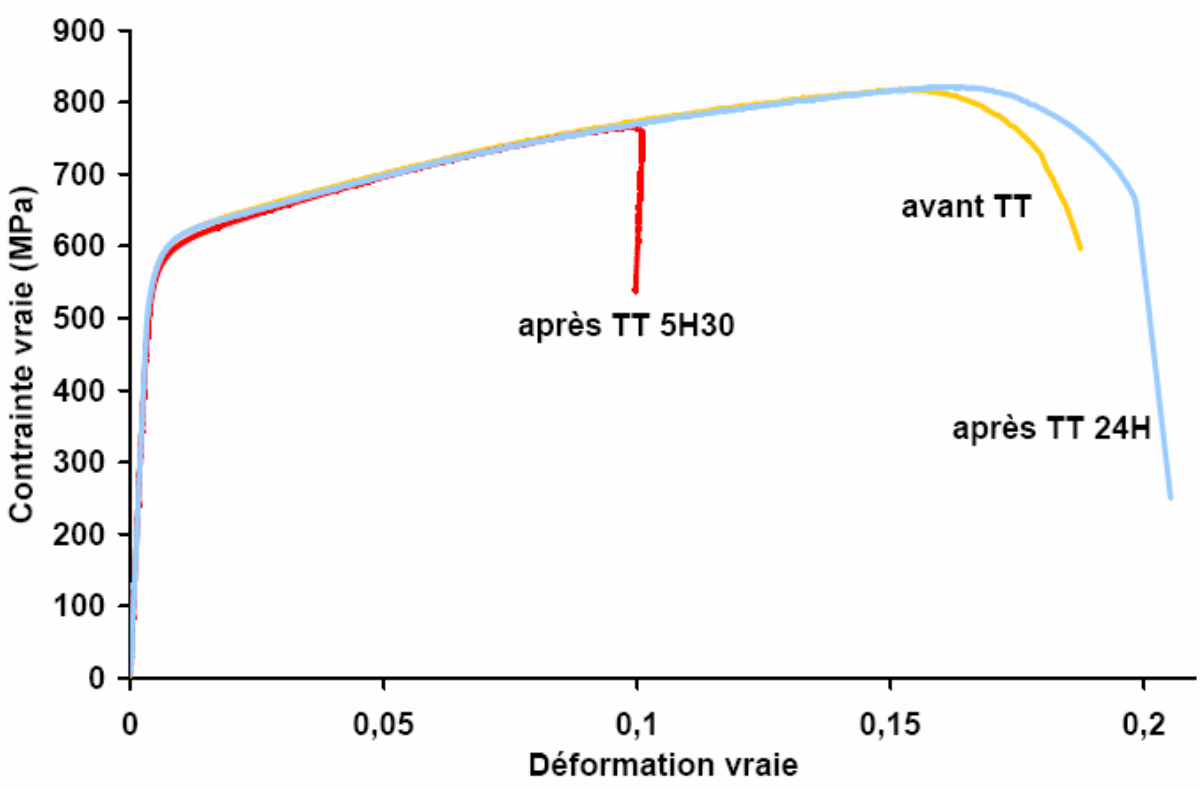
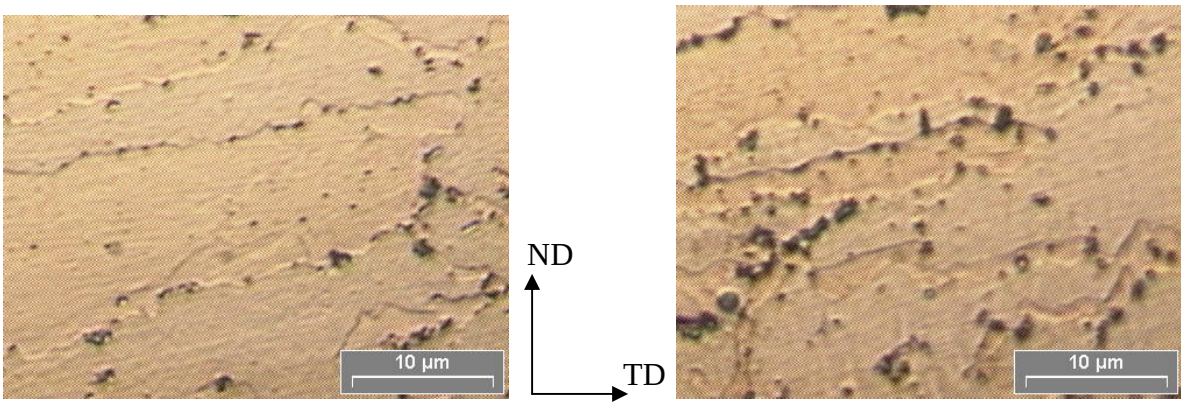


Figure IV. 6 : Essais de traction uniaxiale pour la nuance A avant et après les traitements thermiques

L'éprouvette ayant subit le traitement thermique de 24h a cassé pour une déformation relativement proche de celle n'ayant pas subi de traitement thermique. La précipitation du carbone n'a donc pas conduit à une fragilisation du matériau. La rupture précoce de l'éprouvette ayant subi le traitement thermique de 5h30 vient d'un usinage non parfait de l'éprouvette et n'est donc pas significative du comportement du matériau. Les trois courbes représentant le comportement macroscopique avant et après les traitements thermiques possèdent la même pente d'écrouissage. Il semblerait donc qu'il n'y ait pas eu de maclage (Figure IV. 7) lors de l'essai comme observé sur l'éprouvette sans traitement thermique (Figure IV. 3 a). Les micrographies ont été réalisées sur la tranche de l'éprouvette et confirment l'absence de macles mécaniques dans les échantillons déformés.

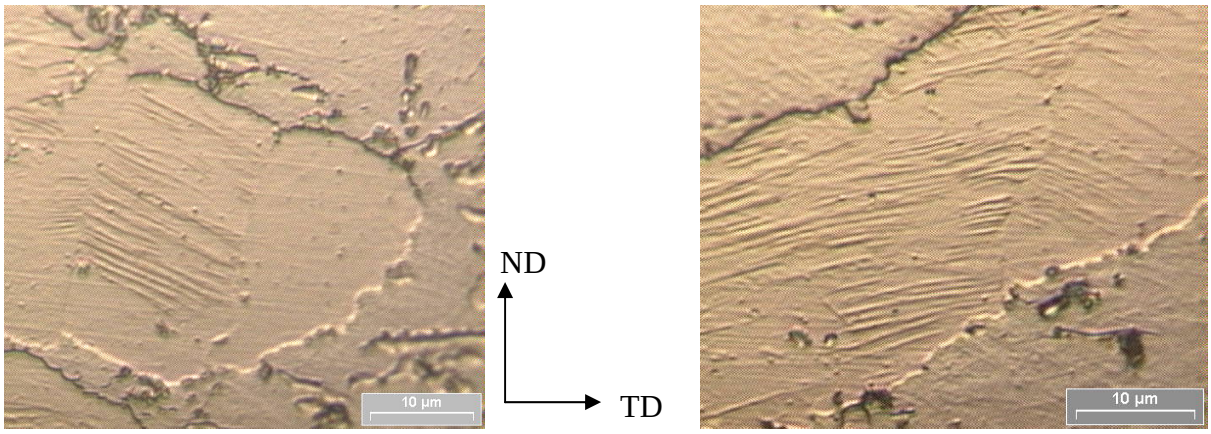


a) *b)*

Figure IV. 7 : Nuance A après traitement thermique déformée en traction uniaxiale: a) 5h30, b) 24h.

IV.3.3. Echantillons fortement déformés par compression

Afin de favoriser le maclage, des échantillons de la nuance A ont été déformés à des valeurs de déformation supérieures à celles obtenues en traction uniaxiale, par compression à 40%. La Figure IV.8 montre les micrographies des éprouvettes après 40% de déformation.



a) *b)*

Figure IV. 8 : Nuance A après les traitements thermiques et déformée à 40% : a) 5h30, b) 24h

On observe quelques macles dans les grains austénitiques alors que le même échantillon sans traitement thermique n'en possède pas pour la même déformation (Figure IV. 3b) Cependant, les macles ne sont pas en quantité très importante. De plus, on peut observer que les macles, en grande majorité, sont parallèles indiquant qu'un seul système de macle a été activé.

IV.3.4. Détermination des contraintes internes par DRX

Afin de caractériser l'influence du traitement thermique sur l'état interne du matériau, les contraintes résiduelles ont été déterminées par DRX avant et après le traitement thermique de 24h à 550°C. Ces contraintes sont déterminées pour chacune des phases, dans la direction de laminage (DL) et dans la direction transverse (DT). Les résultats sont présentés dans le Tableau IV. 1 suivant :

		Avant traitement thermique	**Après traitement thermique**
Ferrite	**DL**	-15 ± 30	-30 ± 30
	DT	-120 ± 20	-200 ± 20
Austénite	**DL**	-180 ± 20	-180 ± 20
	DT	-140 ± 20	-280 ± 20

Tableau IV. 1: Contraintes résiduelles avant et après traitement thermique de 24h.

Ainsi, il apparaît que le traitement thermique ne modifie pas significativement les contraintes internes résiduelles dans la direction de laminage alors que la compression est amplifiée dans la direction transverse.

Il est à noter qu'au cours du traitement thermique un dépôt d'oxyde a eu lieu sur toute la surface de l'éprouvette. Une première mesure a été effectuée mais du fait de ce dépôt, les rayons X diffractaient difficilement et les pics obtenus n'étaient pas net rendant la détermination des contraintes difficiles. De ce fait, un polissage électrolytique sur une zone ciblée (la même que celle avant traitement thermique) a été effectué afin d'enlever ce dépôt sur une épaisseur de quelques microns permettant la détermination de contraintes.

Conclusions

Il a donc été observé que la nuance A ne se déforme pas par maclage que ce soit lors d'un essai de traction ou dans un essai où l'échantillon est déformé de manière plus importante. C'est pourquoi, un traitement thermique a été envisagé afin de précipiter le carbone et ainsi diminuer l'énergie de faute d'empilement. Des micrographies ont permis de montrer que le traitement a bien favorisé la création de précipités de carbone mais lors de la déformation des macles n'ont été observées que pour une déformation de 40% pour un essai de compression. L'essai de traction n'a pas été concluant quand à

l'augmentation de l'écrouissage du matériau ce qui semble logique puisque aucune macle n'apparaît et donc que le mode de déformation est le même que pour un échantillon non traité.

Les deux traitements thermiques envisagés n'ont donc pas fourni des résultats concluant quand à leur efficacité. Il semblerait que l'aluminium soit un élément qui inhibe le maclage et donc sa teneur de 6%-7% est un facteur limitant pour le maclage. Il apparaît donc intéressant de diminuer la teneur en aluminium ou alors d'arriver à le piéger au sein de la ferrite et de limiter sa présence dans l'austénite.

Conclusion générale et perspectives

Conclusion générale et perspectives

Conclusion

Dans ce mémoire, le travail a porté sur l'étude du comportement des aciers à effet TWIP. L'étude bibliographique présentée dans le chapitre I, nous a permis de définir le maclage mécanique (origine de l'effet TWIP) et d'identifier les différents facteurs responsables de ce phénomène et plus particulièrement l'énergie de faute d'empilement. En fait, comme nous l'avons rappelé dans l'étude bibliographique, l'activation des mécanismes de déformation dépend au premier ordre de la valeur de l'énergie de faute d'empilement. Si l'EFE est élevée, les alliages se déforment par glissement cristallographique. Lorsqu'elle diminue et s'approche d'une valeur critique qui dépend du matériau (18 $mJ.m^{-2}$ pour les aciers austénitiques Fe-Mn-C) sous une contrainte d'écoulement suffisante, le maclage mécanique entre en compétition avec le glissement. Pour des faibles valeurs de l'EFE, de la martensite ε et/ou α' est susceptible d'apparaître au cours de la déformation.

Ce travail repose sur deux axes principaux : la modélisation polycristalline et l'analyse expérimentale afin de caractériser et modéliser deux types d'aciers : les aciers 100% austénitiques Fe-Mn-C et les aciers duplex Fe-Mn-Al-C. L'analyse expérimentale concerne les aciers duplex Fe-Mn-Al-C, nouveaux aciers élaborés par Arcelor. Les aciers 100% austénitiques Fe-Mn-C ont été l'objet d'une étude expérimentale multiéchelle très complète de la thèse d'Allain (2002). La modélisation concerne les deux types d'aciers : (1) les aciers austénitiques Fe-Mn-C à effet TWIP où l'effort de modélisation s'est porté sur la prise en compte de la nature élastoviscoplastique de la déformation et la description de l'écrouissage en lien avec l'évolution de la microstructure et (2) les aciers duplex Fe-Mn-Al-C, où le mécanisme de déformation s'est révélé être uniquement le glissement cristallographique et pour lesquels une première approche phénoménologique a été développée afin de déterminer les propriétés locales des phases.

Plus précisément dans le cas de la modélisation du comportement des aciers austénitiques Fe-Mn-C à effet TWIP, trois types de déformation ont été associés : la déformation élastique de nature instantanée, la déformation viscoplastique liée au

glissement cristallographique et la déformation plastique liée au maclage. Ce choix est justifié par le souci de mieux comprendre à terme le rôle de la température sur l'activation du maclage dans les métaux présentant du glissement thermiquement activé. En première approximation, pour vérifier la cohérence des équations constitutives et de transition d'échelle établies dans le cas d'un comportement élastique-viscoplastique de type Maxwell, la déformation de maclage a été décrite à l'aide d'un formalisme viscoplastique. Le glissement cristallographique et le maclage sont décrits à l'aide de la théorie de la plasticité cristalline, en introduisant comme variables internes, les densités de dislocations et les fractions volumiques de macles. L'introduction de ces variables physiques permet d'intégrer l'organisation spatiale et anisotrope des macles et l'effet de ces dernières sur le libre parcours moyen des dislocations. Les interactions macles/macles ont également été prises en compte à l'aide d'une relation phénoménologique proposé par Kalidindi (2001).

Les paramètres du modèle ont été identifiés à l'aide de plusieurs résultats illustrant l'état mécanique en lien avec l'état microstructural du matériau. Cette stratégie d'identification, tout en ne permettant pas d'assurer l'unicité du jeu de paramètres identifiés, améliore nettement sa fiabilité.

Ainsi, les résultats du modèle établi ont montré que la déformation de maclage, lors d'une sollicitation en traction uniaxiale, induit :

- une augmentation brutale de la vitesse de déformation viscoplastique et une chute de la vitesse de contrainte conduisant à un adoucissement du comportement local,
- à une réduction du libre parcours moyen des dislocations dès l'activation du premier système de maclage conduisant à un durcissement du comportement local,
- à un durcissement lié aux interactions entre macles lorsqu'un deuxième système de maclage apparaît.

On peut déduire de ces résultats que l'effet de durcissement (effet Hall-Petch dynamique), recherché dans les aciers TWIP, résulte d'un équilibre dynamique entre les trois phénomènes cités plus hauts.

La seconde partie de ce travail a été consacrée à l'analyse expérimentale du comportement mécanique d'aciers duplex Fe-Mn-Al-C. Ces nouveaux aciers ont été caractérisés expérimentalement par différentes méthodes expérimentales appropriées (microscope optique, microscope électronique à balayage, microscope électronique à transmission, EBSD et la diffraction des rayons X).

Une attention particulière a été portée sur l'analyse de contraintes par DRX afin de déterminer le comportement de chaque phase du duplex. La diffraction des rayons X et la méthode classique de $\sin^2\psi$ nous ont permis de faire une analyse de contraintes internes dans les deux phases. Les mesures indiquent que la ferrite est en compression et l'austénite est en traction à l'état initial. Ces contraintes résiduelles, d'origine thermique en lien avec la différence de coefficient de dilatation des deux phases, apparaissent lors du dernier traitement thermique du cycle d'élaboration de ces aciers. L'évolution des contraintes internes dans les deux phases pour la nuance B et C pendant un essai de traction in situ couplé avec DRX a été présentée. Nous avons montré que la contrainte de l'austénite reste au-dessus de celle de la ferrite tout au long de la déformation. Ce résultat est confirmé par l'analyse des contraintes résiduelles après décharge où l'austénite se trouve dans un état de traction suivant la direction de sollicitation alors que la ferrite est dans un état de compression.

Nous avons modélisé le comportement d'aciers duplex en utilisant une approche micro–macro basée sur le modèle ISOW à deux phases dans le cas d'un essai de traction uniaxiale. Les résultats expérimentaux obtenus ont été utilisés pour l'identification des paramètres de la loi de comportement aussi bien à l'échelle macroscopique qu'à l'échelle microscopique de l'hétérogénéité considérée. Ces mesures constituent de vraies indications pour la construction d'un modèle d'homogénéisation qui pourrait être validé sur plusieurs échelles.

L'étude expérimentale présentée dans le chapitre III nous a indiqué que les aciers duplex Fe-Mn-Al-C ne présentent pas d'effet TWIP. De ce fait, le chapitre IV présente les essais de traitement thermique envisagés afin de diminuer le taux du carbone dans l'austénite pour diminuer l'EFE, condition nécessaire pour activer le maclage mécanique.

Perspectives

Cette étude a posé les bases pour introduire la microstructure de maclage et ses effets dans des modèles élastoviscoplastiques. Elle a mené à la conception d'un outil numérique de type micro-macro pour la simulation du comportement des aciers à effet TWIP. Cet outil a permis d'apporter des éléments nouveaux tels que l'influence de l'évolution de la contrainte critique du maclage et les interactions entre les systèmes de maclage et de glissement sur la réponse mécanique en traction. D'autres trajets de chargement plus proches des conditions de sollicitations industrielles pourront faire l'objet d'une validation du modèle actuel. Un travail concernant la prévision du comportement des aciers TWIP au cours de différents trajets de chargement (cisaillement simple, réversible, changement de trajet) est actuellement en cours. Par ailleurs, la prise en compte du rôle de la température dans le glissement cristallographique et dans le maclage dans le modèle doit permettre une analyse du rôle de cette température (voire de la vitesse de déformation) sur la compétition entre glissement cristallographique et maclage. Ce travail a été initié dans la thèse mais il reste à être développé. En particulier, la modélisation de l'activation et de la cinétique de maclage doit être affinée mais ce travail ne pourra se faire qu'en approfondissant les investigations expérimentales et en particulier l'obtention de mesures quantitatives sur la fraction de macles. Notons également que le modèle proposé est formulé en petites déformations ; il ne prend donc pas en compte les effets propres aux grandes déformations qu'il sera nécessaire d'intégrer dans une étude future, notamment lorsque les niveaux de contrainte et déformation deviennent élevés.

Enfin, d'un point de vue industriel, le développement d'un tel outil numérique permettra de déterminer les paramètres qui influent véritablement sur la réponse mécanique du polycristal en vue de développer à plus long terme une loi de comportement « simplifiée » qui pourra être implantée dans un code de calcul par éléments finis afin d'effectuer des simulations de mise en forme (de façon comparable aux travaux menés dans la thèse de Kubler (2003) pour les aciers à effet TRIP).

En ce qui concerne l'étude des aciers duplex, sur le plan expérimental, afin de mieux comprendre les interactions mécaniques entre les deux phases, des mesures complémentaires sur les nuances étudiées sont nécessaires dans les mêmes conditions de sollicitations mais également pour d'autres trajets de chargement monotones

(compression in situ) et complexes (essai Bauschinger in situ par exemple). Des essais de nanoindentation donneraient également des informations complémentaires sur les propriétés des deux phases et notamment leur limite élastique. Des essais in situ dans le MEB pourraient également être envisagés, et ceci à plusieurs températures (possible avec la petite machine de traction disponible au LPMM). Le laboratoire dispose également d'une petite machine d'emboutissage pour le MEB et la DRX. De plus, certains grains de ces aciers ont une taille compatible avec l'analyse de contrainte grain à grain (méthode diffractométrique utilisée dans la thèse de Kaouache (2006)).

Le comportement mécanique d'aciers duplex est modélisé par une approche micro–macro basée sur le modèle ISOW à deux phases dans le cas de traction. L'extension de la modélisation actuelle vers une modélisation polycristalline plus complexe semble nécessaire afin de mieux prendre en compte le comportement de chaque phase ainsi que le rôle des contraintes inter mais aussi intraphases sur la réponse du polycristal sous différents trajets de chargements.

Références bibliographiques

Références

A

[Allain *et al.* 2002] : Allain S., Chateau J.P., Bouaziz O., Steel Res. 73 (2002) 299–302.

[Allain 2002] : Allain, S. (2002), Ph.D thesis, INPL, Ecole des Mines de Nancy, France.

[Allain *et al.* 2004a]: Allain S., Chateau J. -P. and Bouaziz O., A physical model of the twinning-induced plasticity effect in a high manganese austenitic steel, Mat. Sci. and Engineering A, (2004a),V387-389, P.P 143-147.

[Allain *et al.* 2004b]: Allain S., Chateau J. P., Dahmoun D., and Bouaziz O., Modelling of mechanical twinning in a high manganese content austenitic steel, Mat. Sci. and Engineering A, (2004b),V387-389, P.P 272-276.

[Allain *et al.* 2004c]: Allain S., Chateau J. -P., Bouaziz O., Migot S. and Guelton N., Correlations between the calculated stacking fault energy and the plasticity mechanisms in Fe–Mn–C alloys, Materials Science and Engineering A, Volumes 387-389, 15 December 2004, Pages 158-162.

[Asgari *et al.* 1997]: Asgari, S, El-Danaf, E., Kalidindi, S.R., Doherty, R.D., 1997. Strain harening regimes and micro-structural evolution diring large strain compression of low stacking fault energy FCC alloys that form deformation twins, Metall. Mater. Trans, 28, 1781.

[Armstrong 1968]: Armstrong, R. W., 1968. Wedge Dislocation as the Elastic Counterpart of a Crystal Deformation Twin. Science., 162, p. 799.

[Armstrong et Worthington 1973] : Armstrong, R. W. and Worthington, P. J., in Metallurgical Effects at High Strain Rates, ed. R. W. Rohde, B. M. Butcher, J. R. Holland and C. H. Karnes. Plenum Press, New York, 1973, pp. 401–414.

[Asaro et Needleman, 1985] : Asaro, R. J., and Needleman, A., 1985. Texture development and strain hardening in rate dependent polycrystals. Acta Metall., 33, pp 923-953.

[Arnaud 2006] : Arnaud P., On the interactions between strain-induced phase transformations and mechanical properties in Mn-Si-Al steels and Ni-Cr austenitic stainless steels, thèse de doctorat, 2006, université catholique de Louvain .

[Aubin 2001] : Aubin V., Plasticité cyclique d'un acier inoxydable sous chargement biaxial non-proportionnel, thèse de doctorat, Université de Sciences et Technologie de Lille, P23, 2001

B

[Baczmanski *et al.* 2003] : Baczmanski A.; Braham C.; Seiler W., Anisotropy of Microstresses in Duplex Stainless Steel Studied by Diffraction and Self Consistent Modelling, The Journal of Neutron Research, Volume 11, Number 4, December 2003, pp. 295-299(5).

[Barral *et al.* 1987] : M. Barral, J.L. Lebrun, J.M. Sprauel, G. Maeder, « X-ray macrostress determination on textured materials ; use of the ODF for calculating X-ray compliances », Metal. Trans. A, 18A, (1987), pp.1229-1241.

[Barnett *et al.* 2004]: Barnett M.R., Keshavarz Z., Beer A.G., and Atwell D., Influence of grain size on the compressive deformation of wrought Mg-3Al-1Zn. Acta Materialia, 52: 5093-5103, 2004.

[Berbenni *et al.* 2994] : Berbenni S., Favier V., Lemoine X.and Berveiller M., 2004. Micromechanical modelling of the elastic-viscoplastic behaviour of polycrystalline steels having different microstructures. Materials Science and Engineering A, v. 372, Issues 1-2, pp 128-136.

[Berrahmoune 2006] : M. R. Berrahmoune, Transformation martensitique et rupture différée dans l'acier austénitique instable 301LN, Thèse de doctorat, ENSAM de Metz, 2006.

[Berveiller et Zaoui 1979] : Berveiller, M., and Zaoui, A., 1979. An Extension of the Self-Consistent Scheme to Plasticity Flowing Polycrystals. J. Mech. Phys. Solids, 26, p. 325.

[Blanc 1990] : Blanc G., Mécanismes de déformation des aciers inoxydables austénitiques, dans : Les Aciers Inoxydables, Lacombe P., Barroux B. & Beranger G. (Eds.) publié par les Éditions de Physique, Les Ulis, France, (1990) p 611-630.

[Brenner *et al.* 2002] : Brenner R., Masson R., Castelnau O., Zaoui A., 2002. A quasi-elastic" affine formulation for the homogenised behaviour of nonlinear viscoelastic polycrystals and composites. Eur. J. Mech. A/Solids, 21, pp. 943--960.

[Bouaziz et Guelton 2001] : Bouaziz O., Guelton N., Mater. Sci. Eng. A 319–321 (2001) 246–249.

[Bouaziz *et al.* 2002] : O. Bouaziz, P. Buessler, Rev. Metall. 1 (2002) 71–77.

[Bouaziz 2005] : Bouaziz O., Habilitation report, Université Paul Verlan, Metz, France, 2005.

[Bouaziz 2006] : Bouaziz O., Maugis P. and Embury J.D., Bainite tip radius prediction by analogy with indentation, Scripta Materialia, Volume 54, Issue 8, April 2006, Pages 1527-1529.

[Byun *et al.* 2004] : Byun T.S., Hashimoto N., Farell K., Temperature dependence of strain hardening and plastic instability behaviours in austenitic stainless steels, Acta Materiala (2004).

[Bunge et Esling 1982] : Bunge and C. Esling, Quantitative texture analysis, (1982), Deutsche Gesellschaft fr Metallkunde.

[Bunge 1968] : Bunge, H. J., 1968. Phys. Status Solidi, 26, pp. 167–172.

C

[Cahn 1992] : Cahn, J.W., 1992. The thermochemical implications of deformation twinning and martensite transformations. Progr. Mater. Sci. 36, 149–166.

[Calonne 2001] : Calonne V., "Propagation de fissure par fatigue dans les aciers austéno-ferritiques moulés : influence de la microstructure, du vieillissement et de la température d'essai", Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris, 2001.

[Champier et Saada 1968] : Champier G. and Saada G., 1968. Déformation Plastique des Métaux et Alliages, published by Masson, Paris, France.

[Charles 1982] : Charles J., Recherche de nouvelles nuances d'aciers austénitiques riches en manganèse et exempts de nickel pour des applications en cryogénie, PhD Thesis, UCL, 1982.

[Cheng et Lin 2002] : Wei-Chun Cheng , Hsin-Yu Lin, The precipitation of FCC phase from BCC matrix in an Fe–Mn–Al alloy, Materials Science and Engineering A323 (2002) 462–466

[Cheng *et al.* 2002] : Wei-Chun Cheng, Hsin-Yu Lin, Chia-Fu Liu, Observing the massive transformation in an Fe–Mn–Al alloy, Materials Science and Engineering A335 (2002) 82–88.

[Cheng *et al.* 2003]: Wei-Chun Cheng , Chia-Fu Liu, Yi-Fan Lai The role carbon plays in the martensitic phase transformation of an Fe–Mn–Al alloy, Scripta Materialia 48 (2003) 295–300.

[Cheng *et al.* 2004]: Wei-Chun Cheng, Jyh-Hong Jaw, Chaur-Jeng Wang, A study of aluminum nitride in a Fe–Mn–Al–C alloy, Scripta Materialia 51 (2004) 279–283.

[Chen *et al.* 1999] : S. Chen, C. Y. Chung, C. Yan and T. Y. Hsu (Xu Zuyao), Mater. Sci. Eng. A, Vol. 264, 1999, p. 262.

[Chen *et al.* 1993] : F. C. Chen, C. P. Chou, P. Li and S. L. Chu, Mater. Sci. Eng. A, Vol. 160, 1993, p. 261.

[Cherkaoui 2003]: Cherkaoui M., 2003. Constitutive equations for twinning and slip in low stacking fault energy metals a crystal plasticity-type model for moderate strains. Philosophical Magazine, V 83, pp 3945-3958.

[Cherkaoui *et al.* 1998] : Cherkaoui M., Berveiller M. and Sabar H., 1998. Micromechanical modeling of martensitic transformation induced plasticity (TRIP) in austenitic single crystals. International Journal of Plasticity, Volume 14, Issue 7, 1998, pp 597-626.

[Cherkaoui *et al.* 2000]: Cherkaoui M., Berveiller M. and Lemoine X., 2000. Couplings between plasticity and martensitic phase transformation: overall behavior of polycrystalline TRIP steels. International Journal of Plasticity, v16, Issues 10-11, pp 1215-1241.

[Chin 1975] : Chin, G.Y., 1975. Development of deformation textures. In: Argon, A.S. (Ed.), Constitutive Equations in Plasticity. pp. 431–477.

[Chiou *et al.* 2005]: Su-Tang Chiou, Wei-Chun Cheng, Woei-Shyan Lee, Strain rate effects on the mechanical properties of a Fe–Mn–Al alloy under dynamic impact deformations, Materials Science and Engineering A 392 (2005) 156–162.

[Choi *et al.* 1999]: Choi H.C., Ha T.K., Shin H.C. & Chang Y.W., Scripta Metallurgica, 40 (1999) p 1171-1177

[Choo *et al.* 1997] : Choo W. K., Kim J. H. , Yoon J. C., Microsructural change in austenitic Fe-30%Mn-7.8%Al-1.3%C initiated by spinodal de composition and influence on mechanical properties, Acta)natw. Vol. 45, No. 12, pp. 4877-4885, 1997

[Christian et Mahajan 1995]: Christian J.W. & Mahajan S., 1995. Deformation twinning. Progress in Materials Science, 39, pp 1-157.

[Christian 1969] : Christian J.W., The nucleation of mechanical twins and of martensite, dans : Physics of Strength and Plasticity, Argon S. (Ed.), publié par the MIT Press, London, England, (1969) p 85-95.

[Chun *et al.* 1969] : Chun J.S., Byrne J.G., and Bornemann A., Inhibition of deformation twinning by precipitates in a magnesium-zinc alloy. Philosophical Magazine, 20: 291-300, 1969.

[Chung et Byrne 1993]: Chung M. C., Byrne J. G, Annealing of a cold-worked duplex Fe-Mn-Al-C alloy, Mater. sci. eng. A Struct. mater. prop. microstruct. Proces. 1993, vol. 160, no1, pp. 91-100

[Chumlyakov *et al.* 1993] : Chumlyakov Y.I.,.Kireeva I.V, Korotaev A.D., Aparova L. S., phys. Metals Metalloger. V75, P218 1993.

[Cotes *et al.* 2004] : Cotes S., Fernández Guillermet A. and Sade M., Metal. and Mater. Trans. A, 2004, Vol. 35A, p. 83.

[Cotes *et al.* 1995] : : Cotes S., Sade M. & Fernàndez Guillermet A., Metallurgical and Materials Transactions A, 26 (1995) p 1957-1969.

[Cugy *et al.* 2005] : Cugy P., Hildenbrand A., Bouzekri M., Cornette D., A super-high strength Fe-Mn-C austenitic steel with excellent formability · for automobile applications, Arcelor Research SA, Maizières-lès-Metz, France.

D

[Dai *et al.* 2003] : Q. X. Dai, X. N. Cheng, X.M. Luo and Y. T. Zhao, Materials Characterization, Vol. 49, 2003, p. 367.

[Desestret et Charles 1990] : Desestret A. et Charles J., "Aciers inoxydables austéno-ferritiques", Les aciers inoxydables, Editions de physique, p. 631-677, 1990.

[Doquet 1993] : Doquet V., 1993. Twinning and multiaxial cyclic plasticity of a low stacking-fault-energy f.c.c. alloy. Acta metall. Mater,vol. (41- 8), pp. 2451-2459.

E

[El-Danaf *et al.* 1998] : El-Danaf, E., Kalidindi, S.R., Doherty, R.D., 1998, Influence of grain size and stacking fault energy on deformation twinning in FCC metals, Metall. Mater. Trans, 30A, 1223.

[El-Danaf *et al.* 2001] : El-Danaf, E., Kalidindi, S.R., Doherty, R.D., 2001, Int. J. Plast., 17, 1245.

[Eshelby 1957]: Eshelby J.D., 1957. The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion, and. related problems. Proc. R. Soc. London A241, pp. 376-396.

[Essmann et Mughrabi 1979]: Essmann U., Mughrabi H., 1979. Annihilation of dislocations during tensile and cyclic deformation and limits of dislocation densities. Philosophical Magazine A, 40 , PP. 731-756.

[Estrin et Mecking 1984]: Estrin Y. And Mecking H., 1984. A Unified Phenomenological Description of Work Hardening and Creep Based on One-Parameter Models. Acta Metallurgica, (32-1), pp 57–70.

F

[Favier *et al.* 2003]: Favier, V., Sabar, H., Berveiller, M., Berbenni, S., 2003. New self-consistent approach for inelastic materials based on translated fields. Journal de Physique IV 105, pp. 231-238.

[Fischer et Berveiller 1997] : Fischer F.D., Berveiller M., 1997. Mechanics of Solids with Phase Change, Springer-Verlag, Wien–New York.

[Fischer *et al.* 2003]: Fischer F.D., Schaden T., Appel F. and Clemens H., 2003. Mechanical twins, their development and growthEuropean Journal in Mechanics. 22 pp 709-726.

[Franciosi *et al.* 1993]: Franciosi P., Tranchant F. & Vergnol J., Acta Metallurgica et Materialia, 41 (1993) p 1543-1550.

[Franciosi 1985]: Franciosi P., 1985. The concepts of latent hardening and strain hardening in metallic single crystals. Acta Metallurgica, V33, Issue 9, pp. 1601-1612.

[Fréchard 2003] : Fréchard S., 2003. Ph.D thesis, Comportement dynamique et évolution microstructurale d'aciers inoxydables austénitiques alliés à l'azote. Institut National Polytechnique de Lorraine, Nancy, France

G

[Grandgirard 2003] : Grandgirard Bastien, Behavior of industrial TRIP steels, Projet de fin d’études, Arcelor, 2003.

[Gérard *et al.* 1994] : B. Gérard, H. Guy ; S. Germain, livre de l’acier, 1994, P84.

[Grässel *et al.* 2000] : Grässel O., Krüger L., Frommeyer G., Meyer L.W., High strenght Fe-Mn-(Al,Si) TRIP/TWIP steels development-propoperties-application, Internalionnal Journal of plasticity (2000).

[Grässel et Frommeyer 1998]: Grässel O. and Frommeyer G., Materials Science & Technology, 1998, Vol. 14, p. 1213.

H

[Hadfield 1887]: Hadfield R. A., US Patent 422,403 (1887).

[Harjo *et al.* 1999] : Harjo S., Tomota Y., Ono M., Measurements of thermal residual elastic strains in ferrite-austenite Fe-Cr-Ni alloys by neutron and X-ray diffractions, Acta mater. Vol. 47, No. 1, pp. 353-362, 1999

[Hamada et Karjalainen 2006] : A.S. Hamada and L.P. Karjalainen, Nitric Acid Resistance of New Type Fe-Mn-Al Stainless Steels, Canadian Metallurgical Quarterly V45, 2006, pp 41-48.

[Han *et al.* 1991]: Han J. M., Lim C. Y. and Kim Y. G., 1991. The role of deformation twinning on mechanical properties of an austenitic Fe-30Mn-1.2Al-0.3C alloys. Acta Metall., 39, p 2169.

[Han 2000]: Kwan Hee Han, The microstructures and mechanical properties of an austenitic Nb-bearing Fe–Mn–Al–C alloy processed by controlled rolling, Materials Science and Engineering A279 (2000) 1–9.

[Harren 1991]: Harren, S.V., 1991. Rate dependent finite elastoplastic deformation of polycrystals I: a self-consistent framework, II : a comparison of the selfconsistent and the Taylor models. J. Mech. Phys. Solids 39, pp. 345-383.

[Hauk et Stuitje 1985a] : Hauk, V.; Stuitje, P., X-ray studies of phase-specific residual stresses of heterogeneous materials after plastic deformations, part I, Z. Metallkd.,1985, 76, 445-451.

[Hauk et Stuitje 1985b] : Hauk, V., Stuitje, P., Studies of phase-specific residual stresses with x-rays on heterogeneous alloys after plastic deformation, part II, Z. Metallkd.,1985, 76, 471-474.

[Hershey 1954]: Hershey, A., 1954. The Elasticity of an Isotropic Aggregate of Anisotropic Cubic Crystals. ASME J. Appl. Mech., 21, p. 236.

[Hill 1965]: Hill, R., 1965. Continuum Micro-mechanical Elastoplastic Polycrystals. J. Mech. Phys. Solids, 13, p. 89.

[Hong et Han 1995] : Hong S.H. and Han Y.S., 1995. Effect of Solution Treatment on the Stress-Rupture Property of MA ODS Ni-base Superalloy. Scripta Metallurgica et Materialia, 32, pp. 1489-1494.

[Hosford 1993]: Hosford, W. F., 1993, The Mechanics of Crystals and Textured Polycrystals (New York: Oxford university press), P. 163.

[Huang *et al.* 2006a] : Huang C.X., Wang K., Wu S.D., Zhang Z.F., Li G.Y., Li S.X., Deformation twinning in polycrystalline copper at room temperature and low strain rate, Acta Materialia 54 (2006) 655–665.

[Huang *et al.* 2006b]: B.X. Huang, X.D. Wang, Y.H. Rong, L. Wang, L. Jin, Mechanical behavior and martensitic transformation of an Fe–Mn–Si–Al–Nb alloy, Materials Science and Engineering A 438–440 (2006) 306–311.

[Hull 1961]: Hull D., Effect of grain size and temperature on slip, twinning and fracture in 3% silicon iron. Acta Metall, 9: 191-204, 1961.

[Hutchinson 1976]: Hutchinson, J. W., 1976. Bounds and Self-Consistent Estimate for Creep of Polycrystalline Materials. Proc. R. Soc. London, Ser. A, A348, p. 101.

I

[Inal 1996] : Karim Inal (1996), thèse de doctorat, universite de paris sud U.F.R scientifique d'Orsay, France.

[Inal *et al.* 1999]: Inal, K.; Gergaud, P.; Francois, M.; Lebrun, J.L., Stress analysis in a duplex steel. X-ray diffraction methodologies of macro and pseudo-macro stress analysis in a textured duplex stainless steel, Scand. J. Metall.,1999, 28, 139.

[Inal *et al.* 2004]: K. Inal, J.L. Lebrun and M. Belassel, Mettal. and Mater. Transa. A, Vol. 35A, (2004) p. 2361.

[Irvine *et al.*1969] : Irvine *et al.* J. Iron Steel Inst., 207, 1017, (1969) dans [Marshal 1984]

J

[Jun et choi 1998] : Jun J. H. and Choi C. S., Variation of stacking fault energy with austenite grain size and its effect on the MS temperature of γ→ε martensitic transformation in Fe–Mn alloy, Materials Science and Engineering A, Volume 257, Issue 2,1998.

[Johansson *et al.* 1999] : Johansson J., Oden M., Zeng X. H., Evolution of the residual stress state in a duplex stainless steel during loading, Acta Materialia, V 47, N. 9, 1999, P. 2669-2684.

[Johansson et Odén 2000] : Johansson J.; Odén M., Load Sharing between Austenite and Ferrite in a Duplex Stainless Steel during Cyclic Loading, Metallurgical and Materials Transactions A, V 31, N 6, 2000, pp. 1557-1570(14).

[Johansson et Odén 2001] : Johansson J. and M. Odén, Influence of texture and anisotropy on microstresses and flow behaviour in a duplex stainless steel during loading. Advances in X-ray Analysis, 2001,Vol.44

K

[Kaouache 2006] : Kaouache Belkhiri, Analyse multiéchelles de la transformation martensitique induite par contrainte dans les alliages à mémoire de forme: corrélation contraintes-microstructure, thèse, ENSAM, 2006.

[Karaman *et al.* 1998]: Karaman, I.; Sehitoglu, H. & Gall, K. (1998) On the deformation mechanisms in single crystal Hadfield manganese steels. Scripta Materialia. 38 (6), pp.1009-1015.

[Karaman *et al.* 2000a] : Karaman, I., Sehitoglu, H., Gall, K., Chumlyakov, Y. I., and Maier, H. J., 2000a, Deformation of single crystal Hadfield steel by twinning and slipActa Mater. 48, p 1345.

[Karaman *et al.* 2000b] : Karaman, I., Sehitoglu, H., Beaudoin, A. J., Chumlyakov, Y. I., Maier, H. J., Tome, C. N., 2000b. Modeling the deformation bejavior og hadfield stell single and polycrystals due to twinning and slip; Acta Mater., 48, 2031-2047.

[Karaman *et al.* 2001] : Karaman I., Sehitoglu H. Chumlyakov Y.I., Maier H.J. & Kireeva I.V., Scripta Materialia, 44 (2001) p 337-343.

[Kalidindi 2001]: Kalidindi S.R., Modelling anisotropic strain hardening and deformation textures in low stacking fault energy fcc metals, Int. J. of Plasticity, 17, (2001), pp. 837-860.

[Kalidindi 1998a]: Kalidindi, S. R., 1998a. Incorporation of deformation twinning in crystal plasticity models. J. Mech. Phys. Solids, 46, 267-290.

[Kalidindi 1998b] : Kalidindi S.R., 1998b. Modeling the strain hardening response of low SFE FCC alloys, Int. J. Plasticity. 14, 1265–1277.

[Kaschner *et al.* 2006]: Kaschner G.C., Tomé C.N., Beyerlein I.J., Vogel S.C., Brown D.W., McCabe R.J., Role of twinning in the hardening response of zirconium during temperature reloads, Acta Materialia 54 (2006) 2887–2896.

[Kim *et al.* 1985]: Kim Y. G., Park Y. S., and Han J. K., Metall. Trans., 1985, Vol. 16A, p. 1689.

[Kim e*t* Han 1989]: Kim Y. G., Han J. M. and Lee J. S., Mater. Sci. Eng. A, 1989, Vol. 114, p. 51.

[Koike 2005]: Koike J., Enhanced deformation mechanisms by anisotropic plasticity in polycrystalline Mg alloys at room temperature. Metallurgical and Materials Transactions A, 36: 1689-1696, 2005.

[Kocks *et al.* 1975]: Kocks, U.F., Argon, A.S., Ashby, M.F., 1975. Thermodynamics and Kinetics of Slip. Prog. Mater. Sci. 19, Pergamon, Oxford.

[Kocks 1985]: Kocks U.F., 1985. Polyslip in Polycrystals. Acta Metall. 6, pp. 85-94

[Kocks et Mecking 2003]: Kocks U.F; and Mecking H., 2003. Physics and phenomenology of strain hatdening: the FCC case. Prog. Mater. Sci. 48, pp. 171-273.

[Kouddane 1993]: Kouddane, R., Molinari, A., Canova, G.R. 1993. Self-consistent modelling of heterogeneous viscoelastic and elastoplastic materials, in : Large plastic deformations, Fundamentals and application to metal forming, MECAMAT'91, Teodosiu, C., Raphanel, J-.L., Sidoroff, F. (eds.), Balkema, Rotterdam, 129-141.

[Kröner 1985] : Kröner, E., 1958. Berechnung der Elastischen Konstanten des Vielkristalls aus den Konstanten des Einkristalls.

[Kröner 1961] : Kröner, E., 1961. Zur Plastichen Verformung des Vielkristalls. Acta Metall., 9, p. 155.

[Kröner 1972]: Kröner, E., 1972. Statistical Continuum Mechanics. CISM Courses and Lectures No. 92. Springer, Berlin (p.90).

[Kröner 1989]: Kröner E., 1989. in: G.J. Weng, M. Taya, M. Abe (eds.), Micromechanics and Inhomogeneity. Springer, Berlin, pp. 197-211.

[Kunin 1981]: Kunin I.A., 1981. Algebra of Tensor Operators and Its Applications to Elasticity. Int. J. Engng. Sci. 19 (12), pp. 1551-1561.

[Kunin 1983] : Kunin,I.A., 1983. Elastic Media with Microstructure II: Three-Dimensional Models, Springer, Berlin.

[Kubler 2003] : Kubler Régis, Comportement local des aciers TRIP : influence du chargement thermomécanique, thèse, LPMM, ENSAM, 2003

L

[Lahaie *et al.* 1992] : Lahaie D., Embury J.D., Chadwick M.M., et Gray G. T. III., A note on the deformation of fine grained magnesium alloys. Scripta Mealtall Mater, 27: 139-142, 1992.

[Laws et Mclaughlin 1978] : Laws, N., Mclaughlin, R. 1978. Self-consistent estimates for the viscoelastic creep compliances of composite materials. Proc. Roy. Soc. London A 359, pp. 251-273.

[Lebensohn et Tomé 1993]: Lebensohn R.A. and Tomé C.N., Acta Metallurgica et Materialia, 41 (1993) p 2611-2624.

[Lecroisey et Pineau 1972]: Lecroisey F. and A. Pineau, Martensitic transformation induced by plastic deformation in the Fe–Ni–Cr–C system., Metall Trans, 1972, 3, pp. 387-396.

[Lee 2005]: Jyh-Wei Lee, Microstructures and mechanical properties evaluation of hard chromized austenitic Fe–Mn–Al alloys, Applied Surface Science 244 (2005) 248–251.

[Lee et Choi 2000] : Lee Y.K. & Choi C.S., Metallurgical and Materials Transactions A, 31 (2000) p 355-360.

[Leffers, 1996]: Leffers, T., 1996. The brass-type texture once again. In Proceedings of ICOTOM11, International Academic Publishers, v. 1, p. 299.

[Lim et Kim 1991]: Lim C.Y. & Kim Y.G., 1991. A flow equation and its application to the austenitic high manganese steels. Materials Science and Engineering A, 141, pp. 67-72.

[Lipinski et Berveiller 1989]: Lipinski, P., Berveiller, M., 1989. Elastoplasticity of microinhomogeneous metals at large strains. Int. J. Plasticity. 5, 149-172.

[Liu *et al.* 1996]: Liu X.J., Hao S.M., Xu L.Y., Guo Y.F., Chen H., Metall. Trans. A 27 (1996) 2429.

[Lubenets *et al.* 1985]: Lubenets S.V., Starsev V.I. & Fomenko L.S., 1985. Dynamics of Twinning in Metals and Alloys. Physic State solidi, 95, pp. 11-55.

[Ludwik 1909] : Ludwik P. Elemente der Technologischen Mechanik. p. 32.Springer-Verlag OHG. Berlin (I 909).;1909.

M

[Macherauch *et al.* 1981]: E. Macherauch, H. Wohlfahrt and U. Wolfstieg, H.T.M, vol.2 (1981).

[Macherauch *et al.* 1973] : E. Macherauch, H. Wholfhart, U. Wolstieg, Härterei-Tech. Mitt., 28, (1973), pp. 693-716.

[Maeder *et al.* 1975] : Maeder G, Ramon Y, Thorel G, Barralis J. Mem Sci Rev Met 1975 P397.

[Maeder et lebrun 1987] : G. Maeder, J.L. lebrun et J.M. Sprauel, "Matériaux – Mise en forme pièces formées, 1987, Ile d'Oléron.

[Mahajan et chin 1973] : Mahajan, S. and Chin, G. Y., Formation of deformation twins in f.c.c. crystals
Acta Metallurgica, Volume 21, Issue 10, October 1973, Pages 1353-1363.

[Mahajan et chin 1973a] : Mahajan S.; Pande C.S.; Twin-slip, twin-twin and slip-twin interactions in Co-8 wt.% Fe alloy single crystals, Acta Metallurgica, Volume 21, Issue 2, February 1973, Pages 173-179.

[Mahajan *et al.* 1997] : Mahajan S.; Pande C.S.; Imam M.A.; Rath B.B. 1997, Formation of annealing twins in f.c.c. crystals Acta Materialia, V. 45, N. 6, pp. 2633-2638.

[Mahajan et Williams 1973]: Mahajan, S. and Williams, D. F., Int. Metal. Rev., 1973, 18, 43.

[Masson 2003] : Masson Jean-Marcel, Tech. ing., Matér. Mét, 2003, vol. MC3, noM3620, pp. 1-8

[Masson et Zaoui 1999] : Masson,R. and Zaoui, A., 1999. Self-consistent estimates for the rate-dependent elastoplastic behaviour of polycrystalline materials. J. Mech. Phys. Solids 47, pp. 1543–1568.

[Marshal 1984]: Marshal P., Austenitic Stainless Steels ''Microstructure and Mechanical Properties, Elsevier Applied Science Publishers LTD 1984.

[Marcinkowski *et* Lipsitt 1962]: Marcinkowski M.J. and Lipsitt H.A., The plastic deformation of chromium at low temperatures. Acta Metall, 10: 95-111, 1962.

[Marketz *et al.* 2003] : W. T. Marketz, F. D. Fischer, F. Kauffmann, G. Dehm, T. Bidlingmaier, A. Wanner and H. Clemens, On the role of twinning during room temperature deformation of γ-TiAl based alloys Materials Science and Engineering A, Volumes 329-331, June 2002, Pages 177-183.

[Meyers *et al.* 1995]: Meyers M.A., Andrade U.R., and Chokshi A.H., The effect of grain-size on the high-strain, high-strain-rate behavior of copper. Metallurgical and Materials Transactions. A, Physical Metallurgy and Materials Science, 26A: 2881-2893, 1995.

[Meyers *et al.* 2001]: Meyers M.A., Vöhringer O. & Lubarda V.A., The onset of twinning in Metals : a constitutive description, Acta Materialia, 49 (2001) p 4025-4039.

[Miura *et al.* 1968]: Miura, S., Takamura, J. and Narita, N., Trans. Japan Inst. Metals, 1968, 9, 555.

[Molinari *et al.* 1987]: Molinari, A., Canova, G.R., Ahzi, S., 1987. A self-consistent approach of the large deformation polycrystal viscoplasticity. Acta Metall. Mater. 35, pp. 2983-2994.

[Morrison 1966]: Morrison W.B., Effect of grain size on the stress-strain relationship in low-carbon steel, Trans. ASM, 1966, vol. 59, pp. 824–46.

[Mulford et Kocks 1979]: Mulford R.A. and Kocks U.F., New observations on the mechanisms of dynamic strain aging and of jerky flow, Acta Metall. 27 (1979) 1125-1134.

N

[Nemat et Obata 1986]: Nemat-Nasser, S., Obata, M. 1986. Rate dependent, finite elastoplastic deformation of polycrystals. Proc. Roy. Soc. London A 407, 343- 375.

[Nakatsu *et al.* 1996] : H. Nakatsu, T. Miyata and S. Takaki, J. Japan Inst. Metals, 1996, Vol. 60 No. 10, p. 936.

O

[Olson et Cohen 1975]: Olson G.B., Cohen M., Metallurgical Transaction, Vol6A, (1975), pp 791-795.

P

[Paquin *et al.* 1999] : Paquin, A., Sabar, H., Berveiller, 1999. M. Integral formulation and self-consistent modelling of elastoviscoplastic behaviour of heterogeneous materials. Arch. Appl. Mechanics 69, pp. 14-35.

[Paquin *et al.* 2001] : Paquin A., Berbenni S., Favier V., Lemoine X. and Berveiller M., 2001. Micromechanical modelling of the elastic–viscoplastic behaviour of polycrystalline steels. Int J Plasticity, v. 17, Issue 9, pp. 1267-1302.

[Parisot *et al.* 2000]: Parisot R., Forest S., Gourgures A. F. and Pineau A., 2000. Modelling the mechanical behaviour of a multicrystalline zinc coating on a galvanized steel sheet, Comp Mater Sci 19, pp. 189–204.

[Pesci 2004] : Pesci, R. Thèse, Mécanique et matériaux, Arts et Métiers [ENSAM] : 2004.

[Pesci *et al.* 2002] : R. Pesci, K. Inal, M. Berveiller, J.-L. Lebrun, Proceedings of the ECRS6, Trans Tech Publications, Coimbra,Portugal, 2002, pp. 641–646.

[Pickering 1976]: Pickering, F. B. (1976). Int. Met. Rev., 21, 227-77. dans [Marshal 1984]

[Pickering 1978]: Pickering, F. B., Physical Metallurgy and the Design of Steels, Applied Science Publishers London, 1978.

[Philibert *et al.* 1998]: Jean Philibert, Alain Vignes, Yves Bréchet, Pierre Combrade, Métallurgie, du minerai au matéria, 1998, P 47.

[Proust *et al.* 2007]: Proust G., Tomé C.N., Kaschner G.C., Modeling texture, twinning and hardening evolution during deformation of hexagonal materials, Acta Materialia 55 (2007) 2137–2148.

R

[Rémy 1975] : Rémy L., 1975. Maclage et transformation martensitique CFC →HC induite par déformation plastique dans les alliages austénitiques à basse énergie de défaut d'empilement des systèmes Co-Ni – Cr-Mo—Fe-Mn-Cr-C. Ph.D, Université d'Orsay, Paris.

[Rémy 1978]: Rémy L., 1978. Kinetics of f.c.c. deformation twinning and its relationship to stress-strain behaviour. Acta Metall 26, pp. 443–451.

[Rémy 1977]: Rémy L., Metallurgical Transactions A, 8 (1977) p 253-258

[Reed-Hill 1963]: Reed-Hill, R. E., Hirth, J. P. and Rogers. H. C., Deformation Twinning Vol. 25 of Metallurgical Society Conferences. The Metallurgical Society, Gordon & Breach, New York, 1963.

[Reed-Hill 1973] : Reed-Hill R.E., Chapter 11 Role of deformation twinning in determining the mechanical properties of metals, in The Inhomogeneity of Plastic Deformation. American Society for Metals: Metals Park, Ohio, U.S.A. 285-311, 1973.

[Reuss 1929]: Reuss, A., 1929. Calculation of the flow limits of mixed crystals on the basis of the plasticity of monocrystals. Z. angnew. Math Mech 19, pp. 49-58.

[Richman 1994] : R.H. Richman, The diversity of twinning in body-centered cubic structures, in Deformation Twinning, R.E. Reed-Hill, J.P. Hirth, *et al.* Editors. Gordon and Breach Science Publisher, 1964.

[Rohatgi *et al.* 2001]: Rohatgi, A.; Vecchio, K.S. & Gray III, G.T. (2001) The influence of stacking fault energy on the mechanical behavior of Cu and Cu-Al alloys: deformation twinning, work hardening, and dynamic recovery. Metallurgical and Materials Transactions A. 32A, 135{145.

S

[Srinivasa *et al.* 1998]: Srinivasa, A.R., Rajagopal, K.R., Armstrong, R.W., 1998. A phenomenological model of twinning based on dual reference structures. Acta Mater. 46, 1235–1248.

[Schlögl et Fischer 1996] : Schlögl S. M. and Fischer F. D.,, Micromechanical modelling of TiAl intermetallics, Computational Materials Science, Volume 7, Issues 1-2, December 1996, Pages 34-39.

[Schlögl et Fischer 1997]: Schlögl S. M. and Fischer F. D., The role of slip and twinning in the deformation behaviour of polysynthethically twinned crystals of TiAl: a micromechanical model. Philosophical Magazine A, 1997, Vol. 75, No. 3, 621-636.

[Staroselsky et Anand 1998]: Staroselsky, A., and Anand, L., 1998, Inelastic deformation of polycrystalline face centered cubic materials slip and twinning, Journal of the mechanics and physics of solids, 1998, vol. 46, no4, pp. 671-696.

[Song et Gray 1995]: Song S.G. and Gray G.T. III, Influence of temperature and strain-rate on slip and twinning behavior of Zr. Metallurgical and Materials Transactions. A, Physical Metallurgy and Materials Science, 26A: 2665-2675, 1995.

[Sabar *et* al. 2002]: Sabar H., Berveiller M., Favier V., Berbenni S., 2002. New A new Class of Micro-Macro Models for elastic-viscoplastic heterogeneous Materials, International Journal of Solids and Structures 39, pp. 3257–3276.

[Singh *et al.* 1987]: Singh, R.P., 1987, PhD thesis, Departement of Materials Engineering, Drexel university.

[Suquet 1985]: Suquet, P., 1985. Elements of homogeneization for inelastic solid mechanics. In : Homogeneization Techniques for composite media, Sanchez-Palencia, E. and Zaoui, A. (eds.), Springer Verlag, Berlin, Germany, 193-278.

T

[Tabourot *et al.* 1997]: Tabourot L. Fivel M., Rauch E. 1997. Generalised constitutive laws for fcc single crystals. Mater. sci, A234-236, p. 639.

[Taylor 1938]: Taylor, G., 1938. Plastic strain in metals. J. Inst. Met, 62, pp. 307-324.

[Tomota 1991]: Tomota Y., ISIJ International, 1991, Vol. 77 No. 3, p. 315.

[Tome *et al.* 1991]: Tome N. C., Lebensohn, R. A., and Kocks, U. F., 1991. Model for texture development dominated by deformation twinning. Acta Metall., 39, p. 2667.

[Tome *et al.* 2001]: Tomé C.N., Maudlin P.J. Lebensohn, R.A. and Kaschner G.C., 2001. Mechanical response of zirconium. Part I: Derivation of a polycrystal constitutive law and finite element analysis. Acta Materialia 49, pp 3085-3096.

[Tsakiris *et* Edmonds, 1999]: Tsakiris V., Edmonds D.V, Martensite and deformation twinning in austenitic steels, Material Science and Engineering (1999).

V

[Vercammen 2004]: Vercammen S., Processing and tensile behaviour of TWIP steels : microstructural and textural analysis, PhD Thesis, KUL, 2004.

[Van Houtte 1978]: Van Houtte,1978. Simulation of the rolling and shear texture of brass by the Taylor theory adapted for mechanical twinning. Acta Metall., 26, pp. 591-604.

[Venables 1961]: Venables J.A., Deformation twinning in face-centred cubic metals. Philosophical Magazine, 6: 379-396, 1961.

[Venables 1962] : Venables J.A., Philosophical Magazine A, 7 (1962) p 35-44.

[Venables 1963] : Venables J. A., Deformation Twinning (edited by R. E. Reed-Hill, J. P. Hirth and H. C. Rogers) p. 77. Gordon and Breach, New York (1963).

[Venables 1964]: Venables J.A., Deformation twinning in fcc metals, in Deformation Twinning, R.E. Reed-Hill, J.P. Hirth, *et al.* Editors. Gordon and Breach Science Publishers. 77-116, 1964.

[Vöhringer, 1970]: Vöhringer, O., Z. Metall., 1970, 67, 518.

W

[Wang *et al.* 2003]: Wang YM, Jiao T, Ma E. Dynamic processes for nanostructure development in Cu after severe cryogenic rolling deformation. Mater Trans 2003;44(10):1926–34.

[Weng 1981]: Weng, G.J. 1981. Self-consistent determination of time-dependent behaviour of metals. ASME J. Appl. Mech. 48, pp. 41-46.

Y

[Yang *et al.* 2006]: Yang P., Xie Q., Meng L., Ding H. and Tang Z., 2006. Dependence of deformation twinning on grain orientation in a high manganese steel. Scripta Materialia 55, pp. 629-631.

[Yandi 2003] : Zhang Yandi, Rapport de stage de fin d'étude 2003, Arcelor

Z

[Zhang 2000] : M. X. Zhang, Materials characterization, Vol 40, p. 39-49, 2000

[Zhang *et al.* 2002] : Zhang Y. S., Lu X., Tian X. and Qin Z., Mater. Sci. Eng. A, 2002, Vol. 334, p. 19.

Annexe I

Essai de traction in situ couplé avec DRX (nuance C)

Annexe I : Essai de traction in situ couplé avec DRX (nuance C)

Afin d'assurer les résultats présentés dans le chapitre III (section III.4.4.1), nous avons réalisé un deuxième essai de traction in situ sur la nuance C mais cette fois avec un polissage mécanique (papier abrasif 1200 jusqu'à polissage de finition 1µm) afin d'effacer la couche superficielle écrouie résultant de la rectification. Ensuite un polissage électrolytique au D11 a été effectué. L'épaisseur finale de cette éprouvette, après polissage électrolytique, est devenue 1 ,38 mm. Une mesure a été effectuée en incluant des oscillations de l'échantillon en x et y de ± 2 mm. On observe les mêmes états de contraintes. Il n'y a donc pas de problèmes de taille de grains. L'analyse de contrainte à l'état initial est environ -50 MPa dans la phase ferritique et +160 MPa dans la phase austénitique.

Nous avons utilisé les mêmes conditions expérimentales décrites dans la section III.4.3.1 ci-dessus. Les mesures ont été effectuées en utilisant 18 angles de ψ variant de – 44° à + 44° pour la phase ferritique et de -47° à + 47° pour la phase austénitique. Les oscillations autour de chaque position ψ sont choisies égales à ± 2°. Le temps d'acquisition est 20 secondes par pic de diffraction pour les deux phases.

Les contraintes internes ont été analysées pour chaque point de chargement dans les deux phases, en deux zones de l'éprouvette et dans la direction de traction.

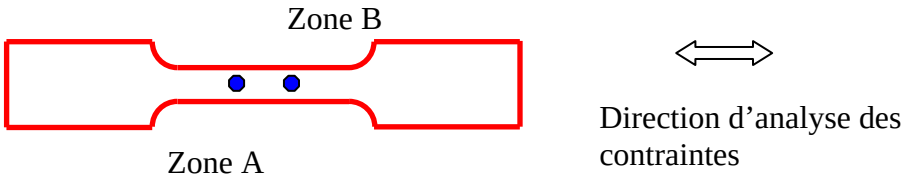


Figure A1. 1: Zones analysées de l'éprouvette

Les résultats de cette analyse sont présents sur la figure A1.1. Notons que les barres d'erreur des contraintes par phases ne sont pas représentées pour ne pas alourdir le graphique.

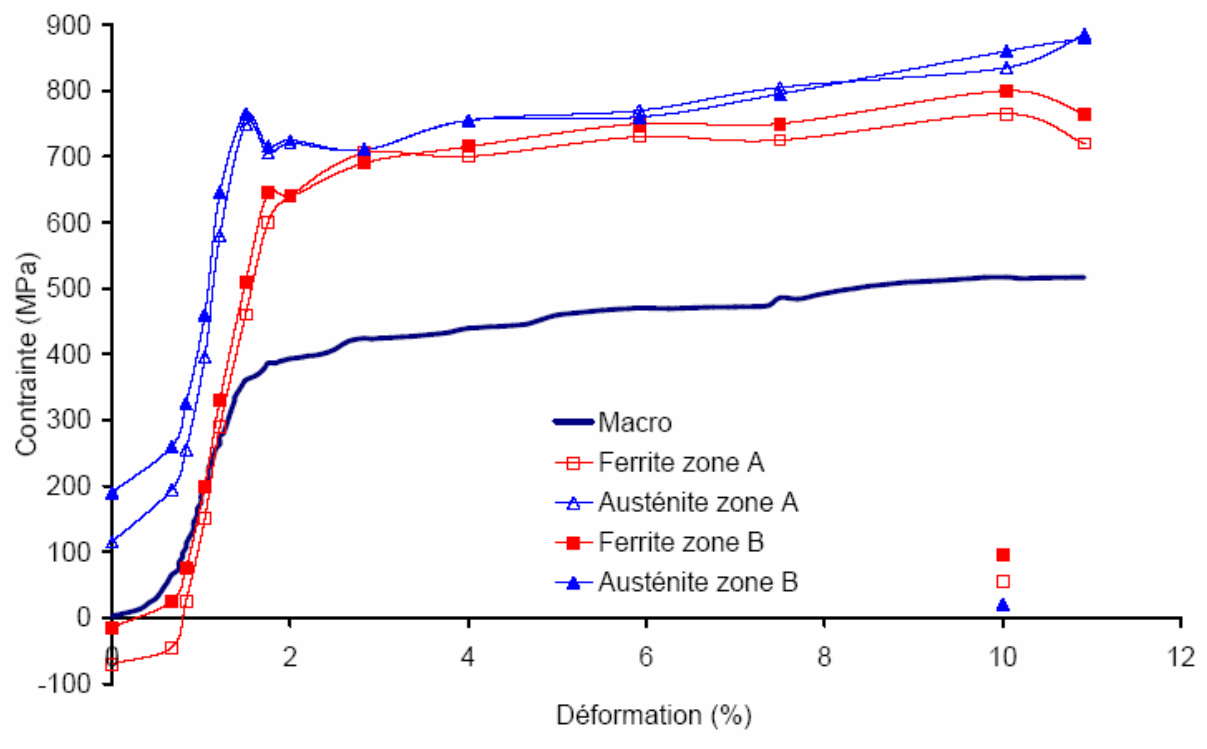


Figure A1.2: Contrainte interne longitudinal pour chaque phase en fonction de la déformation appliquée dans deux zones de l'éprouvette.

D'après la figure A1.2, on peut remarquer que les contraintes macroscopiques (ordre 1, volumiques) de l'éprouvette de traction sont très inférieures aux contraintes par phases (ordre 2, surfaciques). Cela montre une forte hétérogénéité dans l'épaisseur des contraintes d'ordre 2. On remarque que les contraintes au sein de la phase austénitique sont toujours égales ou supérieures aux contraintes de la phase ferritique. Les pentes élastiques des deux phases sont similaires. La phase austénitique semble se plastifier avant la phase ferritique. Après la décharge (environ 10% de déformation), les deux phases sont légèrement en traction :

- entre 0 et 50 MPa pour la phase austénitique
- entre 50 et 100 MPa pour la phase ferritique

Malgré les différentes conditions expérimentales entre les deux dernières analyses, les difficultés expérimentales rencontrées, on trouve que les niveaux de contraintes internes dans les deux phases et leurs évolutions au cours de la déformation pour la nuance C sont les mêmes.

Annexe II :

Mesures dilatométrique

Annexe II : Mesures dilatométrique

Introduction

Pour effectuer des mesures de dilatométrie, un échantillon a été usiné. Tout d'abord, un barreau d'environ 12mm de longueur est découpé à la tronçonneuse sur un morceau d'éprouvette vierge de tout essai mécanique. Ensuite, grâce à la microtronçonneuse, ce barreau est coupé en deux afin d'en obtenir deux de 2,5mm environ de largeur et d'épaisseur. Ensuite, par utilisation de papier abrasif, deux cônes, pour la mise en position de l'échantillon, sont usinés à chacune des extrémités du barreau en inclinant ce dernier par rapport au disque P80 et en le faisant tourner sur son axe. La géométrie ainsi obtenue est présentée figure A2.1:

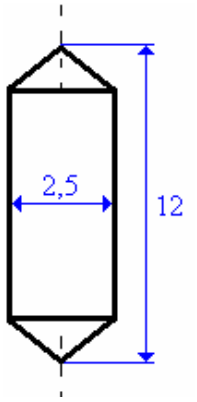


Figure A2. 1: Géométrie des éprouvettes utilisées en dilatométrie, démentions en mm.

Enfin, deux faces sont polies afin de souder les fils qui le relient au thermocouple qui permet de mesurer la température à la surface de l'échantillon.

Le chargement thermique est toujours du même type (figure A2.2) : un chauffage régulier jusqu'à une température de 1300°C, un maintien à 1300°C pendant trente minutes et ensuite un refroidissement à la même vitesse que le chauffage. C'est cette vitesse qui varie d'un essai à l'autre.

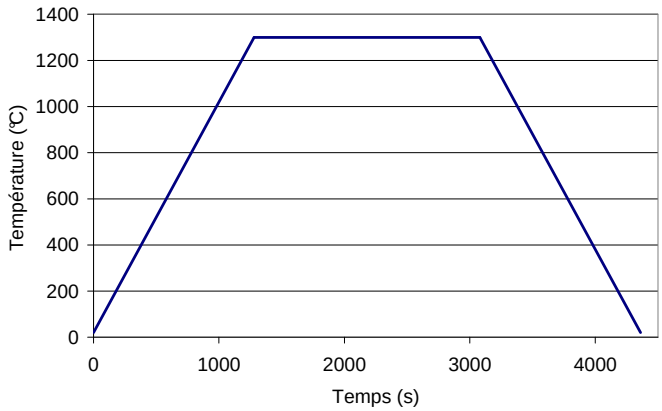


Figure A2.2 : Chargement thermique pour l'essai 1 de dilatométrie, 1°C/s

Résultats

Afin de mieux comprendre l'influence d'un traitement thermique et les changements de structures cristallines sous l'effet de la température, des essais de dilatométrie ont été effectués : l'allongement d'un échantillon est mesurée ainsi que la température à la surface de cet échantillon par un thermocouple.

Trois essais ont été effectués : le premier à une vitesse de chauffage et de refroidissement de 1°C/s, le deuxième à 10°C/s et le troisième à 0.1°C/s. Afin de situer la température de transformation de phase, il est nécessaire de tracer l'allongement de l'échantillon en fonction de la température comme proposé figure A2.3.

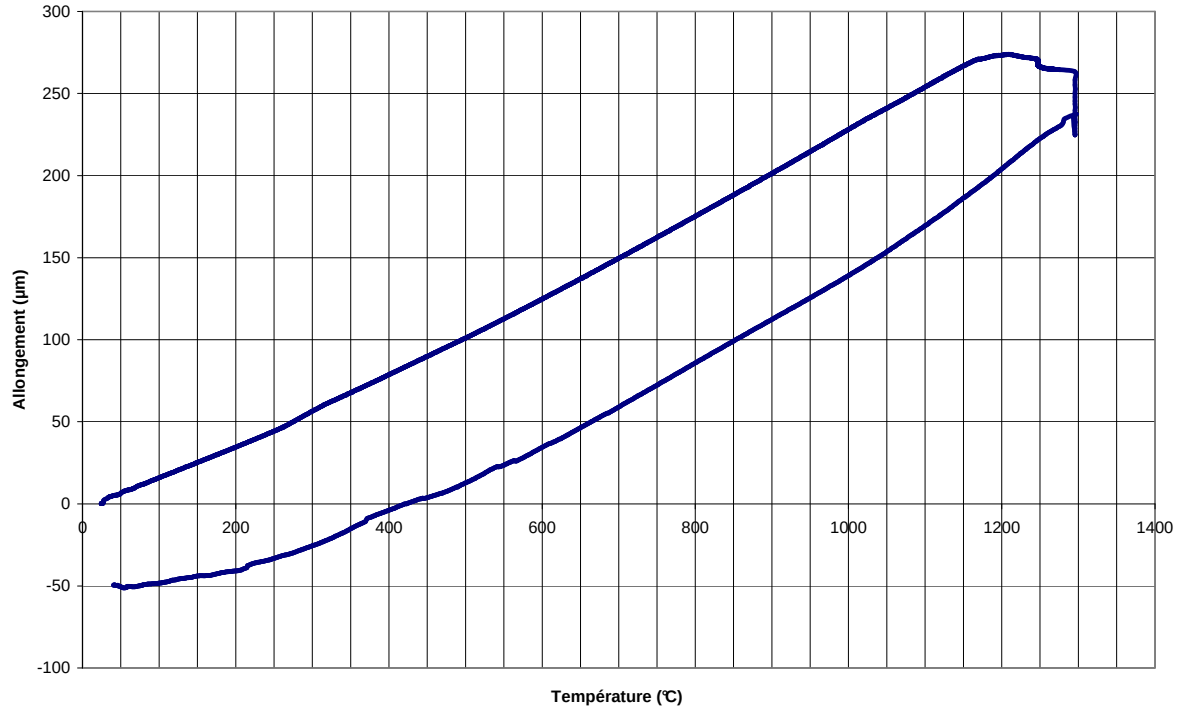


Figure A2.3: Résultats de l'essai de dilatométrie à 1°C/s, allongement en fonction de la température

Une légère inflexion de la courbe est observable pour une vitesse de 1°C/s et 0,1°C/s alors que ce n'est pas le cas pour 10°C/s. Une cassure apparaît aux alentours de 1250°C au chauffage ce qui correspond à la transformation de phase.

La partie verticale correspond au maintien à chaud et plus particulièrement au fluage comme la figure A2.4 le met en évidence en représentant l'allongement en fonction du temps. Le léger pic au niveau du refroidissement (environ 3200s) peut être du à l'injection du gaz pour le refroidissement. En effet, ce dernier est introduit sous pression et la position de l'échantillon n'est pas forcément très stable : cône mal usiné qui introduit une mise en position instable.

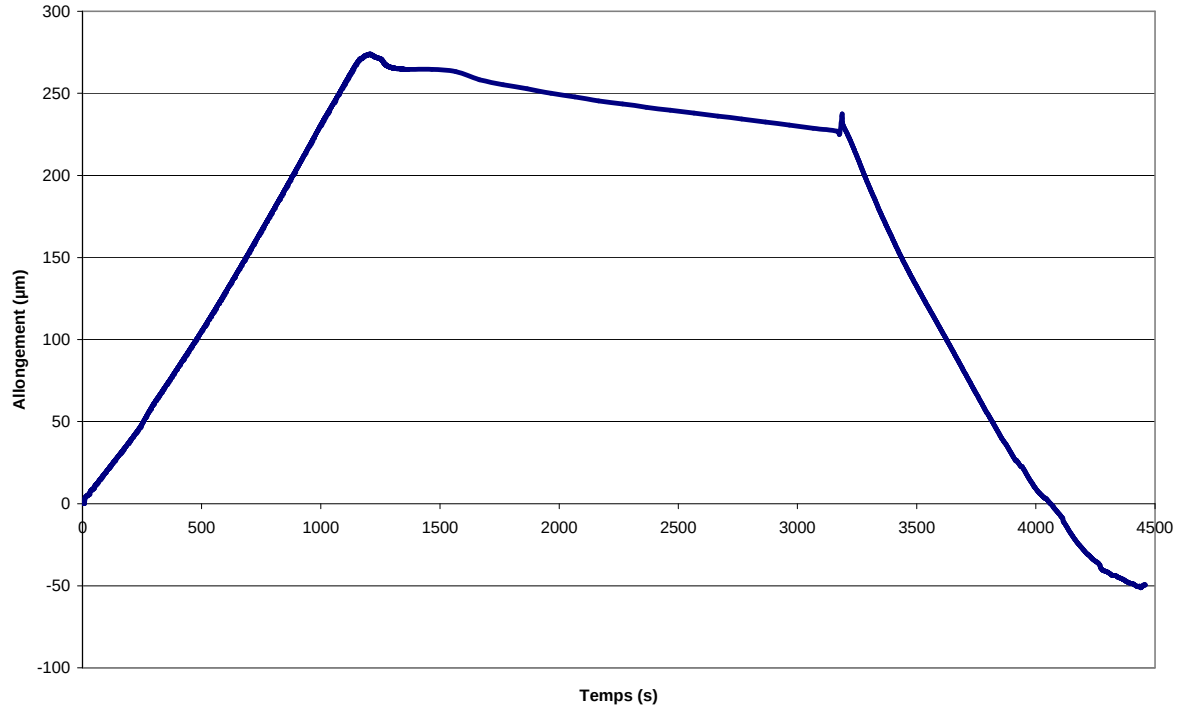


Figure A2.4: Résultats de l'essai de dilatométrie à 1°C/s, allongement en fonction du temps

La vitesse de chargement thermique a une influence sur la réponse du matériau notamment sur la zone de haute température. Ceci est observable figure A2.5

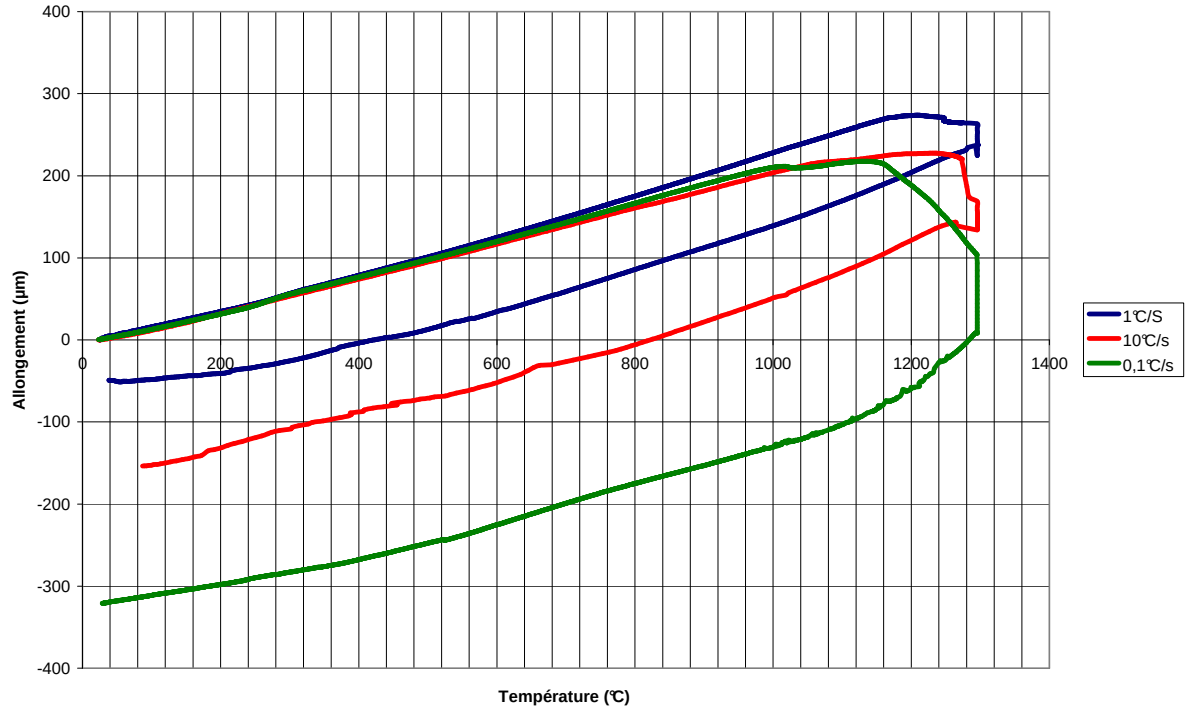


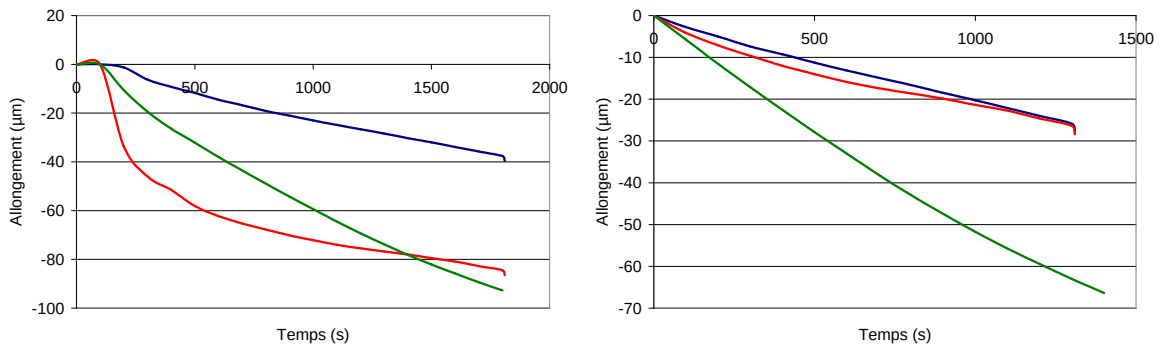
Figure A2.5: Essais de dilatométrie à différentes vitesses de chauffage

Les courbes correspondantes à des vitesses de chauffage de 1°C/s et 10°C/s sont relativement proches alors que celle correspondant à 0,1°C/s est assez éloignée des deux autres. Il est à noter, que la fiabilité des mesures est relativement mise en cause dans la mesure où des points qui semblaient erronés et ont été supprimés. En effet, il semble qu'il y ait eu des erreurs dans les mesures car dans un premier temps, des températures négatives ont été mesurées et ensuite la monotonie des courbes notamment l'évolution de la température en fonction du temps n'était pas respectée. De plus, la courbe correspondant à 0,1°C/s se situe entre celle correspondant à 1°C/s et celle correspondant à 10°C/s alors qu'il pourrait paraître plus logique que ce soit celle de 1°C/s qui soit au milieu des deux autres puisqu'elle correspond à la vitesse intermédiaire.

Enfin, l'aire délimitée par la courbe correspondant à 0,1°C/s n'a pas du tout la même physionomie que celles délimitées par chacune des deux autres courbes (1°C/s et 10°C/s) ce qui peut paraître là encore assez étonnant.

Les résultats de l'essai à 0,1°C/s nécessitent donc d'être pris avec précaution ou alors cela signifie qu'il y a un mécanisme de transformation de phase totalement différents des deux autres cas ce qui n'est sans doute pas le cas.

Par contre le fluage est toujours présent pour chacun des essais dans la partie de maintien à 1300°C. Cependant, il est a noté que le comportement au début de cette zone n'est pas exactement le même, un grand saut peut-être observé pour l'essai à 10°C/s (Figure A4a) qui est peut-être du à la fin de transformation de phase alors qu'ensuite les pentes sont comparables (figure A2.6b). Pour chacune des figures, afin de les comparer, le « zéro » des temps et de l'allongement a été modifié pour que chacune des courbes aient pour premier point l'origine du repère et ainsi la comparaison est facilitée.



a) *b)*

Figure A2.6: Fluage à différentes vitesses de chauffage : bleu 1°C/s, rouge 10°C/s, vert 0,1°C/s

Comme pour la figure A2.5, l'essai correspondant à une vitesse de chauffage de 0,1°C/s n'est pas comparable à ses homologues à 1°C/s et 10°C/s. De plus, la pente n'est pas la même (figure A2.6b) alors que dans ce cas, le fluage devrait être le même pour chacun des trois essais. Ceci montre encore une fois que les résultats de l'essai à 0,1°C/s semblent erronés et doivent être pris avec précaution.

En conclusion, il apparaît que pour notre traitement thermique de recuit à 550°C, la structure cristalline n'est pas modifiée (pas de création de phase) et donc que les proportions de chacune des phases est conservée. L'aspect principal qui est modifié est la précipitation des carbones de l'austénite qui permet de diminuer l'énergie de faute d'empilement.

Annexe III :

Influence des paramètres d’entrée de la loi de l’écrouissage liée au maclage sur différentes courbes à différentes échelles

ANNEXE III : Influence des paramètres d'entrée liée au maclage sur différentes courbes à différentes échelles

Dans cette annexe, on étudie l'influence des paramètres d'entrée liée au maclage (paramètres d'écrouissage (α h_{cp}^{tw}, h_{ncp}^{tw}) (cf. Eq II. 23 ; paragraphe II. 1.6.4, chapitre II) et les paramètres microstructuraux (2re) (c.f Eq II. 19, paragraphe II. 1.6.2, chapitre II)) en utilisant le jeu de paramètres de référence identifié pour les aciers austénitiques à effet TWIP (cf. tableau Tableau II. 2, paragraphe II. 2.2., chapitre II). Ainsi, on fait varier chaque paramètre dans une fenêtre admissible en maintenant les autres fixes et égales aux valeurs données dans le tableau II. 3.

Influence des paramètres microstructuraux (2re)

Tout d'abord, selon la figure A3.1, une augmentation du paramètre 2re :

- conduit à une augmentation de la contrainte d'écoulement
- favorise l'apparition de plus de deux systèmes de maclage
- augmente la valeur de la fraction volumique de maclage
- provoque une chute très important du LPM
- conduit à une augmentation du taux de l'écrouissage
- conduit à une augmentation des deux termes coplanaire et non coplanaire de la loi d'écrouissage liés au maclage

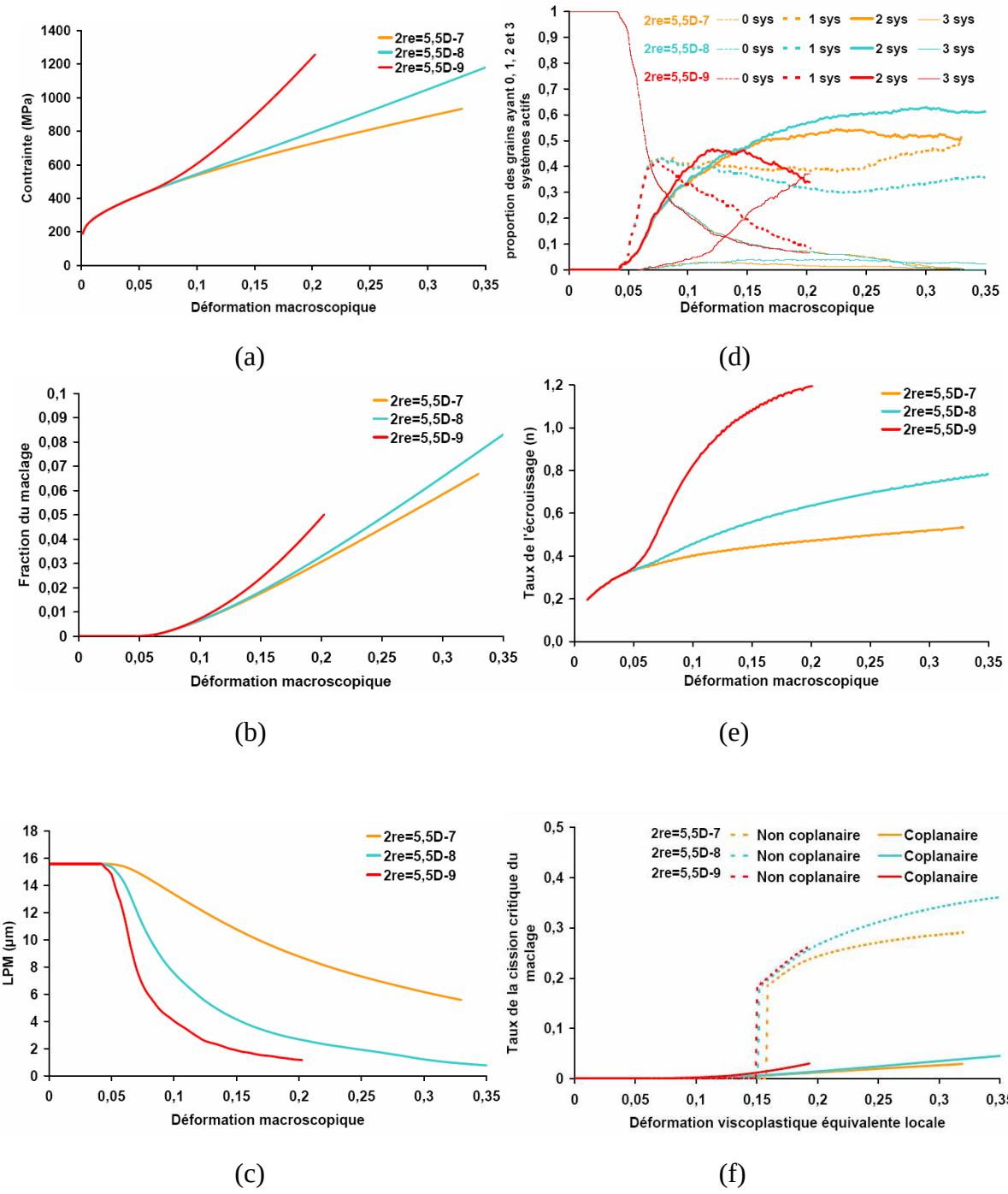


Figure A3. 1 : Effet de la variation du paramètre microstructural 2re sur différentes courbes (a) contrainte-déformation macroscopique, (b) fraction-déformation macroscopique, (c) LPM-déformation macroscopique, (d) proportion de grains ayant 0, 1 et 2 systèmes de maclage-déformation macroscopique, (e) taux d'écrouissage-déformation macroscopique, (f) taux de cission critique-déformation viscoplastique équivalente locale

Influence des paramètres d'écrouissage

Effet de α

Selon la figure A3.2, une augmentation du paramètre α :

- ne produit pas d'effet visible sur les courbes contrainte-déformation. Mais il a été vérifié que l'augmentation de la valeur de α conduit à une légère augmentation de la contrainte d'écoulement.
- favorise l'apparition de plus de deux systèmes de maclage
- augmente de la valeur de la fraction volumique de maclage
- provoque une chute du LPM
- augmente le taux de l'écrouissage
- diminue de façon importante le terme non coplanaire et provoque une très légère augmentation du terme coplanaire.

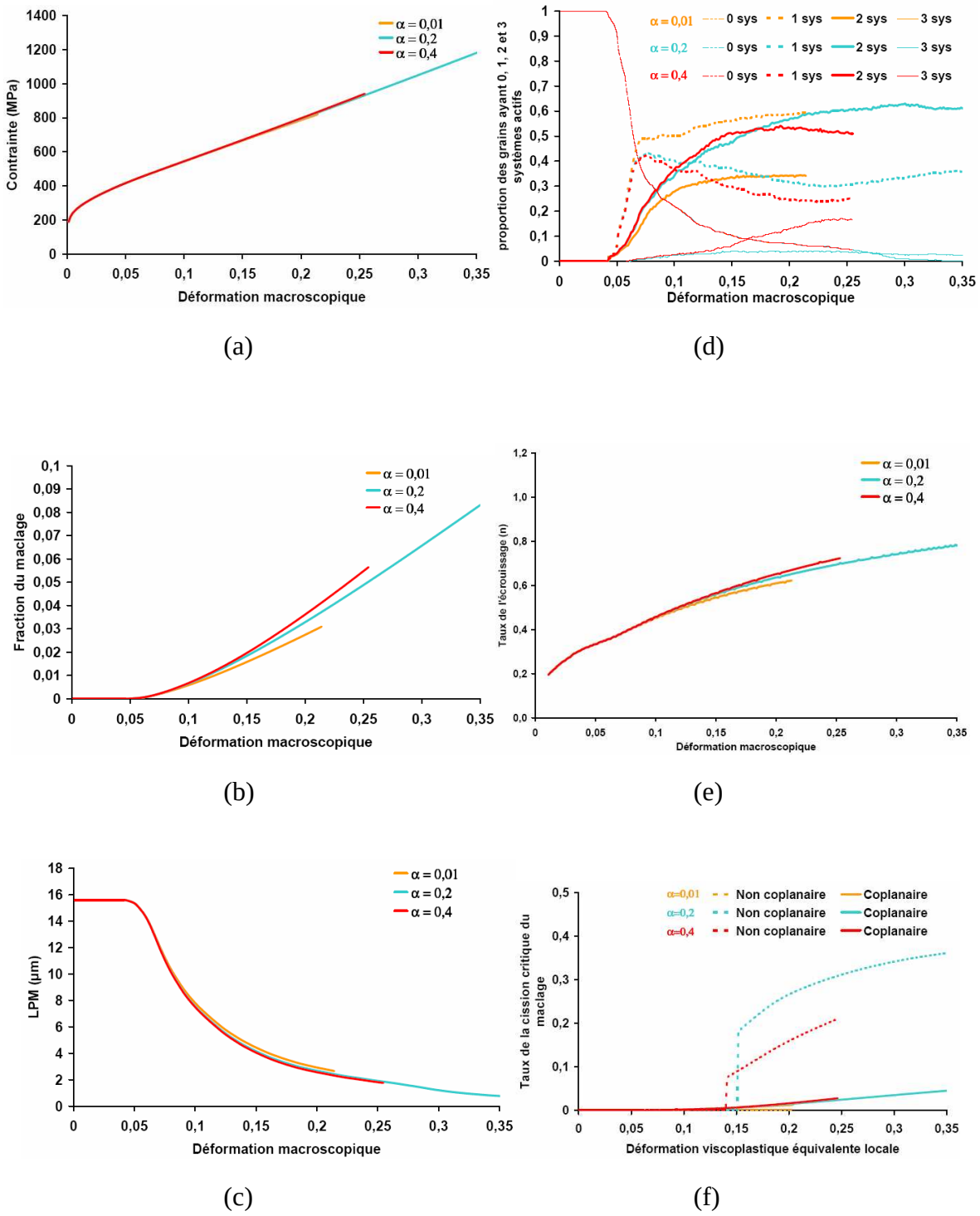


Figure A3. 2 : Effet de la variation du paramètre d'écrouissage α sur différentes courbes (a) contrainte-déformation macroscopique, (b) fraction-déformation macroscopique, (c) LPM-déformation macroscopique, (d) proportion de grains ayant 0, 1 et 2 systèmes de maclage-déformation macroscopique, (e) taux d'écrouissage-déformation macroscopique, (f) taux de cission critique-déformation viscoplastique équivalente locale

Effet de h_{cp}^{tw}

Selon la figure A3.3, une augmentation du paramètre h_{cp}^{tw} :

- ne produit pas d'effet visible sur les courbes contrainte-déformation.
- ne produit pas d'effet significatif sur l'apparition des deux systèmes de maclage
- induit une très léger diminution de la valeur de la fraction volumique de maclage
- ne produit pas d'effet visible sur LPM
- provoque une très légère diminution du taux de l'écrouissage

Pour des valeurs très élevés de h_{cp}^{tw} (supérieur à 3,9D+4), nous avons remarqué le phénomène detwinning, effet très important sur toutes les courbes étudiées.

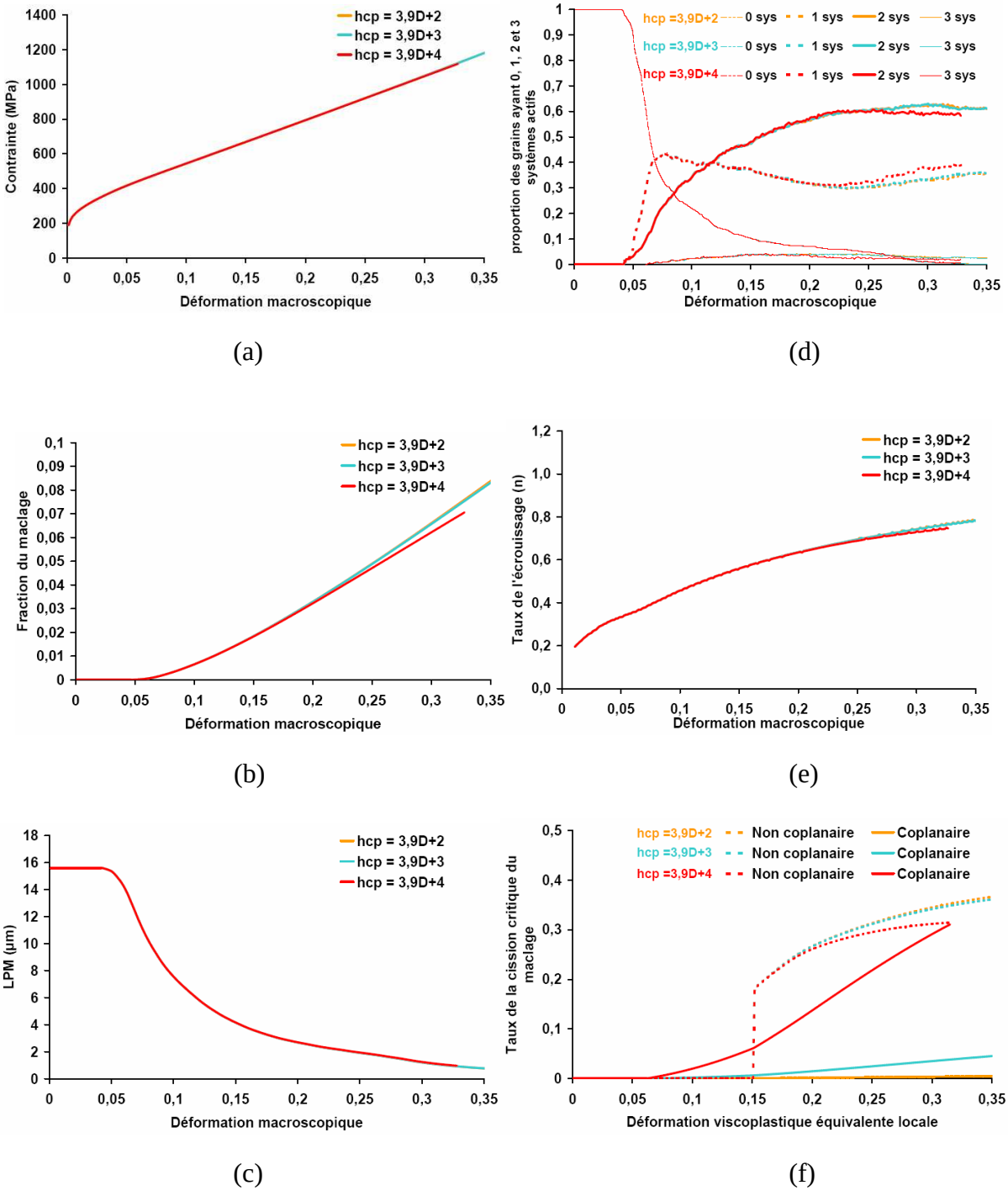


Figure A3. 3 : Effet de la variation du paramètre d'écrouissage h_{cp}^{tw} sur différentes courbes (a) contrainte-déformation macroscopique, (b) fraction-déformation macroscopique, (c) LPM-déformation macroscopique, (d) proportion de grains ayant 0, 1 et 2 systèmes de maclage-déformation macroscopique, (e) taux d'écrouissage-déformation macroscopique, (f) taux de cission critique-déformation viscoplastique équivalente locale

Effet de h_{ncp}^{tw}

Selon la figure A3.4, une augmentation du paramètre h_{ncp}^{tw} :

- Diminue la contrainte d'écoulement
- lorsque h_{ncp}^{tw} est très grand, il y a l'activation d'un seul système de maclage dans la majorité des grains. Pour une valeur très petite, il y a l'apparition de plus de deux systèmes de maclage actifs
- diminue la valeur de la fraction volumique de maclage
- provoque une chute moins importante du LPM
- diminue le taux d'écrouissage

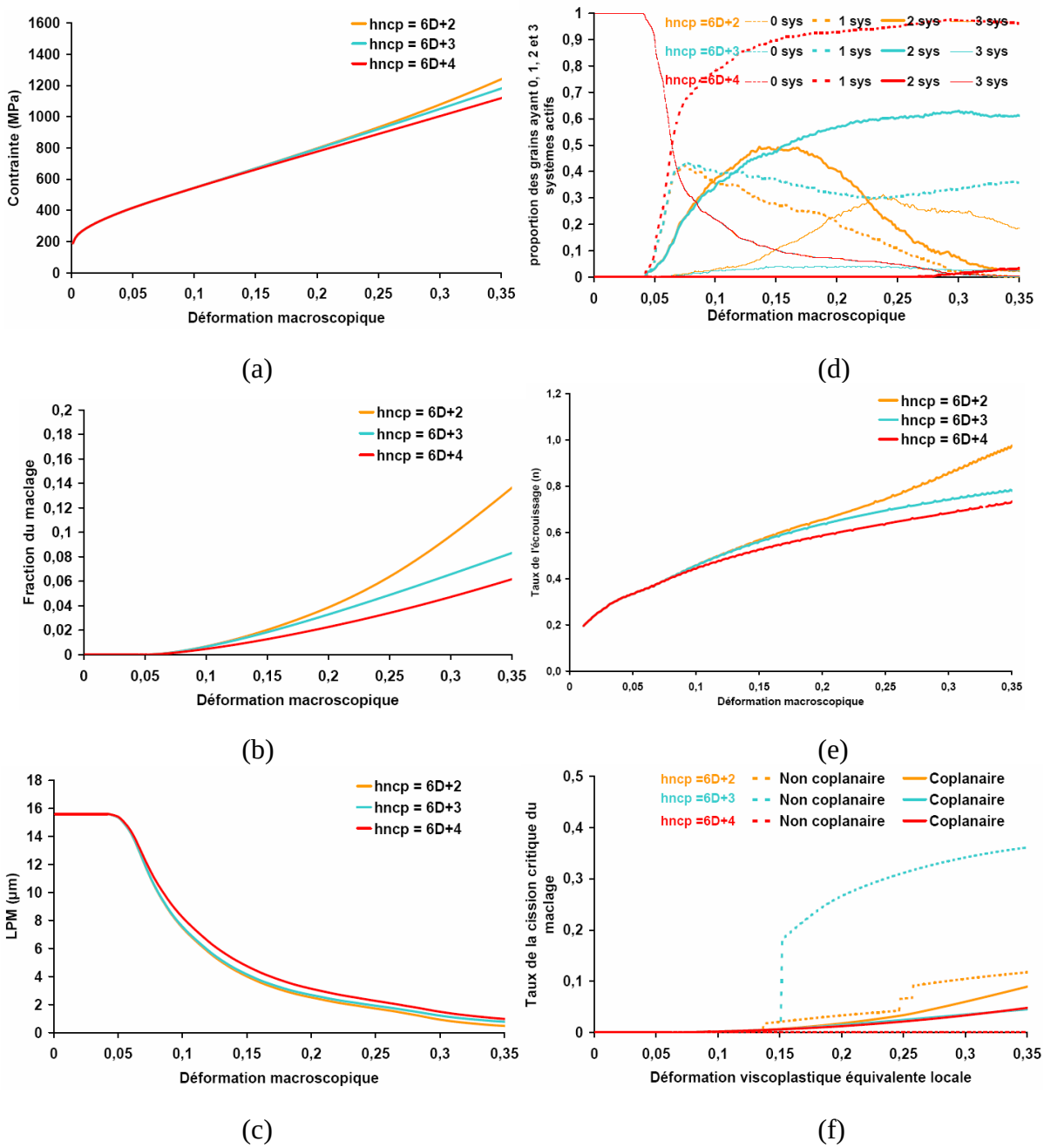


Figure A3. 4 : Effet de la variation du paramètre d'écrouissage h_{ncp}^{tw} *sur différentes courbes (a) contrainte-déformation macroscopique, (b) fraction-déformation macroscopique, (c) LPM-déformation macroscopique, (d) proportion de grains ayant 0, 1 et 2 systèmes de maclage-déformation macroscopique, (e) taux d'écrouissage-déformation macroscopique, (f) taux de cission critique-déformation viscoplastique équivalente locale.*