Caractérisation et modélisation thermomécaniques multi-échelles des mécanismes de déformation et d'écrouissage d'aciers austénitiques à haute teneur en manganèse : application à l'effet TWIP

Sébastien Allain

▶ **To cite this version:**

Sébastien Allain. Caractérisation et modélisation thermomécaniques multi-échelles des mécanismes de déformation et d'écrouissage d'aciers austénitiques à haute teneur en manganèse : application à l'effet TWIP. Autre [cond-mat.other]. Institut National Polytechnique de Lorraine, 2004. Français. NNT : 2004INPL006N . tel-01749952

HAL Id: tel-01749952
https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01749952

Submitted on 29 Mar 2018

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

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

UNIVERSITÉ DE LORRAINE

AVERTISSEMENT

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

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

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

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

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4
Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10
http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php
http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm

1360 35 225 5 04INPL006N

INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

(TH) 2004 ALLAIN S

THÈSE

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'INPL

Discipline : Science et Ingénierie des Matériaux

Présentée par :

Sébastien ALLAIN

Caractérisation et modélisation thermomécaniques multi-échelles des mécanismes de déformation et d'écrouissage d'aciers austénitiques à haute teneur en manganèse – Application à l'effet TWIP

Service Commun de la Documentation
INPL
Nancy-Brabois

Soutenue publiquement le 9 Février 2004 à l'Ecole des Mines de Nancy devant le jury composé de :

M. **Jean-Pierre MICHEL**	Professeur, ENSMN	Président
M. **Luc RÉMY**	Directeur de Recherche CNRS, ENSMP	Rapporteur
M. **Pascal JACQUES**	Chercheur Qualifié FNRS, UCL	Rapporteur
M. **Olivier BOUAZIZ**	Docteur – Ingénieur, IRSID	Examinateur
M. **Gérard MICHOT**	Professeur, ENSMN	Directeur de thèse
M. **Jean-Philippe CHATEAU**	Maître de Conférence, ENSMN	Directeur de thèse
M. **Samuel FOREST**	Chargé de Recherche CNRS, ENSMP	Invité

Laboratoire de Physique des Matériaux, UMR CNRS 7556, École des Mines de Nancy,
Parc de Saurupt, 54042 Nancy Cedex

À la mémoire de mon arrière grand-mère,

Georgette Maffard

Remerciements

Ce travail a été réalisé au sein au sein du laboratoire de Physique des Matériaux (UMR CNRS 7556) basé à l'Ecole des Mines de Nancy et a été financé dans le cadre d'une convention CIFRE avec le LEDEPP, Groupe ARCELOR.

Je voudrais exprimer toute ma gratitude à Gérard Michot et à Jean-Philippe Chateau, mes directeurs de thèse, pour leur aide précieuse et leur disponibilité durant ces quatre années depuis le DEA et particulièrement pendant la rédaction de ce mémoire. Tous mes remerciements vont aussi à Olivier Bouaziz de l'IRSID, mon encadrant scientifique du coté industriel pour ses nombreuses idées et son dynamisme, et à Jean-Luc Christen du LEDEPP, mon parrain de thèse qui en a assuré le bon déroulement et pour la confiance qu'il m'a témoignée.

Je suis très reconnaissant envers Luc Rémy et Pascal Jacques pour l'intérêt qu'ils ont manifesté pour cette étude en acceptant d'en être rapporteurs. Je les remercie pour l'efficacité dont ils ont fait preuve et leur patience durant la rédaction du dernier chapitre. Je remercie aussi chaleureusement Jean-Pierre Michel pour ses conseils précieux en microscopie électronique et pour avoir accepté la présidence du jury. Je voudrais également témoigner de toute ma gratitude à Samuel Forest pour avoir accepté de participer au jury et pour ses idées concernant la suite de ce travail.

Je voudrais remercier aussi tous les membres du laboratoire, et particulièrement ceux de l'équipe ou qui en ont fait partie : Marc Legros pour m'avoir formé en microscopie électronique, parti depuis exercer ses talents de microscopiste en Ovalie, Sylvie Migot pour la réalisation d'une large partie de la microscopie (MET et EBSD), Pascal Martin pour ses prouesses techniques, Olivier Ferry, Daniel Perrin, Christine Bellouard pour certaines manips et Alain Jacques pour ses précieux conseils. J'ai aussi une pensée pour la famille de Jean-Pierre Feiereisen qui nous a quitté cette année, beaucoup trop tôt comme d'habitude pour les gens que l'on apprécie.

Je remercie aussi les chercheurs de l'IRSID, du LEDEPP et de l'UCL avec qui j'ai pu collaborer et qui m'ont toujours réservé bon accueil, et particulièrement Nicolas Guelton de l'IRSID qui m'a encadré durant le DEA et Valérie Guérin qui m'a fourni certains échantillons. Je voudrais aussi remercier Mohamed Cherkaoui du LPMM qui m'a fait découvrir les bases de la plasticité polycristalline et avec qui j'ai pu collaborer pour le développement du modèle autocohérent 3D.

Certaines expériences n'ont pu être réalisées directement au laboratoire. Je souhaite remercier vivement les personnes qui m'ont aidé à les mener à terme, Xavier Garat et Laurent Chapuis de L'IRSID pour les manips d'émission acoustique *in situ* et les mesures de compositions par RX, Edgar Rauch pour m'avoir accueilli au GPM2 à Grenoble pour les essais de cisaillement, Jean-François Schmitt du LEMTA et Jean-Marie Hiver pour les mesures de modules élastiques. Certains travaux ont été réalisés durant des projets d'étudiants de l'Ecole que j'ai eu le plaisir d'encadrer. Qu'ils en soient ici remerciés, et en particulier Julien Zahm qui a contribué aux analyses EBSD.

Merci à Tibo, Sandrine, Emeric, Marion, Samuel, Rafaël, Lucie, Ken, aux thésards des laboratoires et aux anciens de l'Ecole. Merci au rire de Nounou, à l'équipe de foot du LPM, aux babyfooteurs, aux adeptes du RU, aux participants du séminaire du vendredi soir qui ont égayée encore plus mon quotidien.

Enfin, rien de tout cela n'aurait été possible sans le soutien de ma famille, de mes parents et de Nathalie, auxquels j'adresse aujourd'hui une tendre pensée.

ADRESSES

IRSID, Groupe ARCELOR

Institut de Recherche SIDérurgique

Voie Romaine

BP 30320 F-57283 MAIZIERES-LES-METZ

LEDEPP, SOLLAC, groupe ARCELOR

Laboratoire d'Etudes et de DEveloppement des Produits Plats

17 Avenue des Tilleuls

BP 70011 F-57191 FLORANGE CEDEX

LPMM

Laboratoire de Physique et Mécanique des Matériaux, UMR 5010

Ile du Saulcy

F-57045 METZ CEDEX 1

LEMTA

Laboratoire d'Energétique et de Mécanique Théorique et Appliquée

2 avenue de la Forêt de Haye

B.P 160, F-54504 VANDOEUVRE-LES-NANCY

GPM2

Génie Physique et Mécanique des Matériaux

Domaine Universitaire, 101 rue de la Physique

BP 46 F-38402 SAINT MARTIN D'HERES

Sommaire

REMERCIEMENTS **1**

SOMMAIRE **5**

INTRODUCTION **11**

CONTEXTE INDUSTRIEL 11

OBJECTIFS ET PLAN DE L'ETUDE 13

I. REVUE BIBLIOGRAPHIQUE **15**

INTRODUCTION 15

I.1. TRANSFORMATIONS DE PHASES A L'ETAT SOLIDE DES ALLIAGES FE-MN-C 16

I.1.1. Alliages binaires Fe-Mn *16*

I.1.1.1. Diagramme des phases stables 16

I.1.1.2. Phases métastables 17

I.1.1.3. Définition thermochimique des températures de transformation martensitique 19

I.1.2. Alliages Fe-Mn-C *20*

I.1.2.1. Phases stables et précipitation des carbures de type M_3C 20

I.1.2.2. Influence de la teneur en carbone sur les températures de transformation $\gamma \rightarrow \epsilon$ 21

I.2. MECANISMES DE DEFORMATION DES ACIERS AUSTENITIQUES FE-MN-C 23

I.2.1. Dissociation et énergie de défaut d'empilement (EDE) *25*

I.2.2. Le maclage mécanique *27*

I.2.2.1. Phénoménologie microscopique du maclage mécanique 27

I.2.2.2. Modèles de germination 29

I.2.3. La martensite ϵ *31*

I.2.4. Interprétation phénoménologique de la transition glissement simple / maclage / martensite ϵ *32*

I.2.5. La martensite α' *34*

I.3. PREVISION DES MECANISMES DE DEFORMATION DES ALLIAGES FE-MN-C 35

I.3.1. Transition antiferromagnétique / paramagnétique de l'austénite *36*

I.3.1.1. Cas des alliages binaires Fe-Mn riches en Fe 37

I.3.1.2. Cas de l'alliage ternaire Fe-Mn-C 38

I.3.2. Enthalpie libre de transformation $\gamma \rightarrow \epsilon$ *39*

I.3.2.1. Alliage binaire Fe-Mn 39

I.3.2.2. Choix des données thermochimiques et magnétiques et paramétrage 42

I.3.2.3. Alliage ternaire Fe-Mn-C 44

I.3.3. Modélisation de l'EDE *47*

I.3.3.1. Relation entre l'EDE et la stabilité thermique de l'austénite 47

I.3.3.2. Paramètre de maille de la phase austénitique Fe-Mn-C 48

I.3.3.3. Validation du modèle : mécanismes de déformation en fonction de l'EDE 49

I.3.4. Discussion *51*

I.3.4.1. Contrainte critique de maclage 52

I.3.4.2. Températures de transformation martensitique athermique 53

I.3.4.3. Cinétiques de maclage et de transformation martensitique ϵ athermique 54
CONCLUSION 55

II. TECHNIQUES EXPERIMENTALES 57

INTRODUCTION 57
II.1. ÉLABORATION DES ALLIAGES ETUDIES 57
II.2. CARACTERISATION DES PROPRIETES MECANIQUES 60
II.2.1. Essais de traction quasistatique à différentes températures 60
II.2.1.1. Réalisation des éprouvettes 60
II.2.1.2. Dispositif de traction inversé 60
II.2.1.3. Gestion de l'extensométrie 62
II.2.1.4. Contrôle de la température 62
II.2.2. Mesures du module élastique de cisaillement par DMTA 63
II.2.3. Essais de microdureté à température ambiante 63
II.2.4. Mesures de l'émission acoustique au cours d'essais de traction 64
II.2.4.1. Principe 64
II.2.4.2. Dispositif expérimental 64
II.3. ÉTUDE DE LA MICROSTRUCTURE DE DEFORMATION 66
II.3.1. Microscopie optique 66
II.3.1.1. Polissage mécanique 66
II.3.1.2. Attaque électrolytique pour métallographie optique 67
II.3.1.3. Microscopie optique 67
II.3.2. Microscopie électronique à balayage 67
II.3.3. Microscopie électronique à transmission 67
II.4. CONTROLE DES PROPRIETES PHYSIQUES ET METALLURGIQUES DES NUANCES 68
II.4.1. Contrôle de la découpe laser 68
II.4.2. Contrôle de la taille de grain – Notion de libre parcours moyen 69
II.4.3. Contrôle de la texture 70
II.4.4. Propriétés physiques des nuances 22Mn0,6C 71
II.4.4.1. Transition magnétique de Néel 71
II.4.4.2. Modules élastiques en fonction de la température 72
CONCLUSION 73

III. INFLUENCE DE LA TEMPERATURE SUR LES PROPRIETES MECANIQUES 75

INTRODUCTION 75
III.1. COMPORTEMENT EN TRACTION SIMPLE 75
III.1.1. Post-traitement 76
III.1.2. Résultats expérimentaux 77
III.1.2.1. Courbes de traction conventionnelles et rationnelles. 77
III.1.2.2. Limite d'élasticité 78
III.1.2.3. Résistance mécanique 78
III.1.2.4. Allongement à rupture 78
III.1.2.5. Taux d'écrouissage 79

III.1.2.6. Étude des faciès de rupture 87
III.1.2.7. Synthèse 88
III.2. ÉTUDE DES MECANISMES DE DEFORMATION 89
III.2.1. Microscopie optique *89*
III.2.2. Microscopie électronique à transmission *90*
III.2.2.1. Microstructure de déformation à 77 K 91
III.2.2.2. Microstructure de déformation à 293 K 93
III.2.2.3. Microstructure de déformation à 673 K 97
III.2.2.4. Synthèse 98
III.2.3. Prévision des mécanismes de déformation *99*
III.3. DISCUSSION 100
III.3.1. Relation entre les mécanismes de déformation et les propriétés mécaniques macroscopiques *100*
III.3.1.1. Domaine I (hautes températures) 102
III.3.1.2. Domaine II (températures intermédiaires) 103
III.3.1.3. Domaine III (basses températures) 104
III.3.2. Influence du carbone en insertion *106*
III.3.2.1. Vieillissement dynamique 107
III.3.2.2. Caractérisation physique du mécanisme 109
III.3.2.3. Pseudo-maclage 113
III.3.2.4. Synthèse sur les différents rôles du carbone dans les alliages Fe-Mn-C 114
CONCLUSION 115

IV. MICROSTRUCTURE DE MACLAGE 119

INTRODUCTION 119
IV.1. LE MICROMACLAGE 119
IV.1.1. Dispersion des micromacles et ordre de grandeurs *120*
IV.1.1.1. Organisation des micromacles en faisceau 120
IV.1.1.2. Ordres de grandeur 122
IV.1.2. Modèle analytique de la formation d'une micromacle *123*
IV.1.2.1. Modélisation d'une micromacle isolée 124
IV.1.2.2. Formation d'une micromacle en deux étapes 126
IV.1.2.3. Conséquences dans les alliages Fe-Mn-C étudiés 128
IV.1.3. Simulation de la formation de micromacles en interactions *128*
IV.1.3.1. Simulation d'une micromacle isolée 128
IV.1.3.2. Résultats du modèle 130
IV.1.3.3. Discussion 132
IV.1.3.4. Simulation d'un faisceau de micromacles 136
IV.1.3.5. Conclusion 136
IV.2. ORGANISATION MESOSCOPIQUE DES MICROMACLES 138
IV.2.1. Évolution de la microstructure de maclage au cours de la déformation *138*
IV.2.1.1. Résultats de microscopie optique 138
IV.2.1.2. Interactions entre macles sécantes 139
IV.2.1.3. Activation séquentielle des systèmes de maclage 141
IV.2.1.4. Quantification de l'activation séquentielle 142

IV.2.1.5. Corrélation avec les mesures d'émission acoustique 143
IV.2.1.6. Origine de l'activation séquentielle : loi de Schmid 144
IV.2.1.7. Synthèse 145
IV.2.2. Évolution du libre parcours moyen dans la microstructure 146
IV.2.2.1. Interactions maclage / glissement 146
IV.2.2.2. Évolution du libre parcours moyen des dislocations 147
IV.2.2.3. Détermination indirecte de la cinétique de maclage 149
IV.2.3. Origine du gain en ductilité dû au maclage 151
IV.2.3.1. Contribution à la déformation 151
IV.2.3.2. Contribution à l'écrouissage 152
IV.2.3.3. Synthèse 156
CONCLUSION 157

V. MODELISATION MICROMECANIQUE DE L'EFFET TWIP 159

INTRODUCTION 159
V.1. MODELE DE PLASTICITE POLYCRISTALLINE PAR GLISSEMENT DES DISLOCATIONS 162
V.1.1. Modèle de plasticité intragranulaire 162
V.1.1.1. Principe 162
V.1.1.2. Loi de viscoplasticité 162
V.1.1.3. Contraintes athermiques et efficaces 164
V.1.1.4. Évolution des densités de dislocations 167
V.1.2. Transition d'échelles 169
V.1.3. Méthodes de résolution 171
V.1.4. Paramétrage 172
V.1.4.1. Activation thermique du glissement 173
V.1.4.2. Ajustement par rapport aux courbes de traction 176
V.1.4.3. Discussion 179
V.2. INTEGRATION DE L'EFFET TWIP 181
V.2.1. Contributions du maclage 182
V.2.1.1. Fractions de phase maclée 182
V.2.1.2. Contribution du maclage à la déformation 182
V.2.1.3. Réduction du libre parcours moyen des dislocations par les macles 183
V.2.2. Aspects géométriques du maclage 186
V.2.2.1. Définitions des surfaces et volumes associées aux macles 186
V.2.2.2. Variation de l'épaisseur des macles et saturation de la cinétique 187
V.2.3. Évolution de la fraction de phase maclée 187
V.2.3.1. Estimation phénoménologique du taux de germination 188
V.2.3.2. Contrainte critique de maclage mésoscopique 189
V.2.4. Résultats 192
V.2.4.1. Paramétrage 192
V.2.4.2. Résultats 192
V.2.4.3. Discussion 196
CONCLUSION 197

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES **199**

CONCLUSION 199

PERSPECTIVES 202

BIBLIOGRAPHIE **205**

ANNEXE 1 : VERIFICATION EXPERIMENTALE DE LA LOI DE SCHMID POUR LE MACLAGE **217**

INTRODUCTION 217

PROTOCOLE EXPERIMENTAL 217

RESULTATS EXPERIMENTAUX 219

EXPLOITATION STATISTIQUE 224

CONCLUSION 226

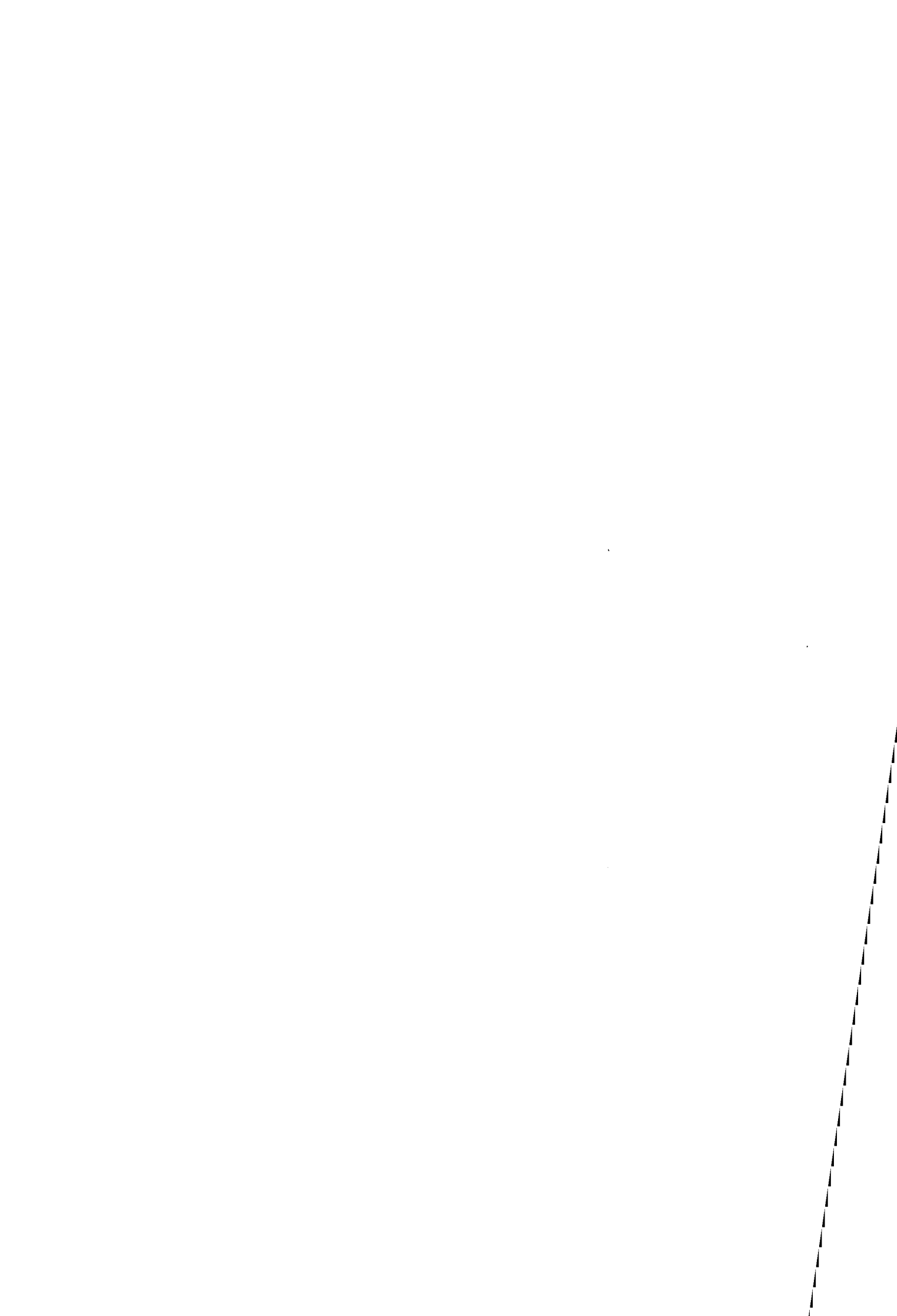
ANNEXE 2 : ESSAIS DE CISAILLEMENT PLAN SUR LA NUANCE 22MN0,6C-GG **229**

INTRODUCTION 229

PROTOCOLE EXPERIMENTAL 229

POST-TRAITEMENT DES ESSAIS 230

RESULTATS ET DISCUSSION 233



Introduction

Introduction

Contexte industriel

Dans le cadre de l'allègement des véhicules, l'industrie automobile exige de plus en plus de pouvoir disposer d'aciers à très haute résistance (Rm > 800 MPa) mais présentant une bonne aptitude à la mise en forme, en particulier par emboutissage. En effet, ces propriétés permettent de réduire les épaisseurs des produits sans que soit remise en cause la tenue mécanique de la structure. Cette recherche, menée en collaboration avec les industries sidérurgiques, a permis le développement et l'industrialisation de nouvelles gammes d'acier ces dernières décennies. Différentes sources de durcissement ont été exploitées et font encore l'objet d'études, comme par exemple :

- la réduction de la taille de grain,
- le durcissement par solution solide ou par précipitation,
- les effets composites par introduction d'une seconde phase durcissante (martensite, perlite, bainite),
- l'optimisation de la texture, en particulier pour les nuances destinées à l'emboutissage profond.

Comme le montre la figure 0, chaque mécanisme de durcissement se situe dans une gamme de ductilité et de résistance bien précise, l'amélioration d'une des propriétés se faisant au détriment de l'autre [Jacques *et al.* 02]. Cette tendance répond à un axiome connu en ingénierie des matériaux : la ductilité tend à diminuer lorsque la résistance augmente.

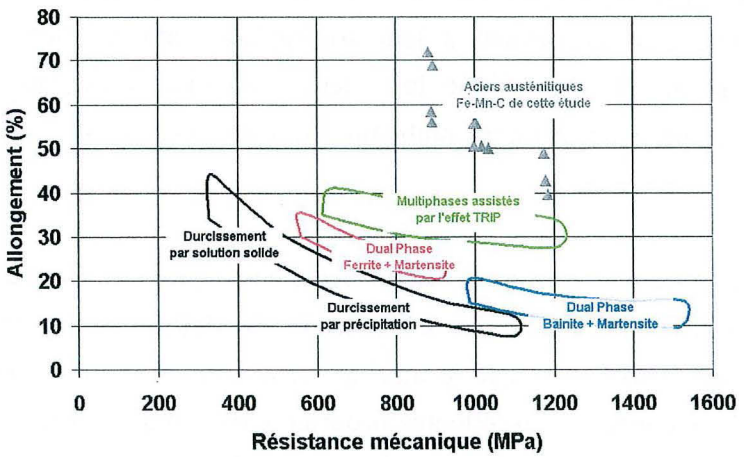


Figure 0 : Gamme de ductilité et de résistance mécanique de différentes classes d'aciers faiblement alliés d'après [Jacques et al. 02]. Les résultats expérimentaux obtenus sur les aciers austénitiques Fe-Mn-C étudiés sont reportés sur ce diagramme.

Ces dernières années ont vu le développement de nouvelles gammes d'aciers adéquats en terme de résistance et de coût. Ces aciers exploitent non seulement les sources de durcissement associées à la dynamique des dislocations, mais aussi les transformations de phase martensitique et le maclage mécanique dans un composite multiphasé. Ces aciers sont connus sous le nom d'aciers TRIP, pour TRansformation Induced Plasticity et sont d'ores et déjà en production effective.

Malgré la très bonne résistance mécanique (supérieure à 1000 MPa) de ces aciers majoritairement ferritiques, ils ont l'inconvénient de ne pouvoir présenter simultanément un allongement supérieur à 40 %. La solution abordée dans le cadre de cette étude est l'utilisation des aciers austénitiques, de structure cubique à faces centrées, qui se caractérisent par une forte capacité d'écrouissage et répondent à ce nouveau cahier des charges. Ils peuvent donc servir à la construction automobile pour la réalisation de pièces servant à l'absorption des chocs et celles nécessaires au renforcement de la structure, obtenues par emboutissage, et ce, avec une grande liberté de forme.

Les aciers austénitiques industriels sont majoritairement obtenus par l'ajout de nickel, comme les aciers inoxydables austénitiques. Dans le système Fe-C, la phase austénitique γ est une phase stable à haute température seulement. L'ajout de nickel permet de stabiliser la phase austénitique à plus basse température et d'éviter la formation de la phase ferritique. Le nickel est donc dit gammagène. L'un des inconvénients majeurs du nickel est son coût élevé et fluctuant. Il est donc avantageux de le remplacer par des éléments gammagènes économiques, tels que le carbone et le manganèse. Certains aciers austénitiques Fe-Mn-C sont connus de longue date, comme par exemple les aciers Hadfield dont le dépôt de brevet original par Sir Robert Hadfield remonte aux années 1880. Ils sont très résistants et ductiles mais la forte teneur en carbone 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.

Ces aciers austénitiques se caractérisent également par une faible énergie de défaut d'empilement (EDE), qui induit des mécanismes de déformation particuliers, en plus du glissement de dislocations, tels que le maclage et la formation de martensite ϵ ou α'. Cette caractéristique leur confère d'excellentes propriétés mécaniques, leur résistance en traction pouvant dépasser 1200 MPa, pour un allongement à rupture pouvant aller jusqu'à 70 % comme le montre la figure 0. Ces différentes raisons expliquent le regain d'intérêt au niveau de la sidérurgie mondiale, et européenne en particulier, que connaît actuellement la solution « aciers austénitiques Fe-Mn-C à haute teneur en manganèse ».

Objectifs et plan de l'étude

La difficulté rencontrée avec ces alliages Fe-Mn-C est que leurs propriétés mécaniques varient significativement en fonction de la température et de leur composition. Cette dispersion s'explique non seulement par l'activation des différents mécanismes de déformation à des températures différentes selon la composition de l'alliage mais aussi par leurs interactions plus ou moins fortes avec le glissement des dislocations dans la matrice austénitique.

L'industrialisation de ces alliages nécessite donc le développement préalable d'un certain nombre d'outils et de repères pour ajuster au mieux la composition et le traitement thermomécanique de mise en forme de l'alliage afin d'atteindre le compromis voulu entre la résistance mécanique et la ductilité. Un des objectifs de cette étude s'inscrit dans cette démarche d'« alloy design ».

Notre objectif principal est d'identifier et de caractériser finement les mécanismes d'écrouissage susceptibles de fournir les meilleures propriétés mécaniques pour une composition donnée et d'expliquer leurs contributions. Les microstructures liées à ces différents mécanismes seront caractérisées à différentes échelles. Ce résultat servira dans un second temps à développer une modélisation susceptible de pouvoir suivre l'ensemble des caractéristiques de l'alliage tout du long de son processus thermomécanique de mise en forme, comme ses propriétés mécaniques et son état microstructural. Cette modélisation devra donc non seulement décrire finement les mécanismes de plasticité par glissement mais aussi tenir compte des différentes contributions associées aux mécanismes de déformation subsidiaires.

Le chapitre I est consacré à une revue bibliographique sur les aciers Fe-Mn-C, et plus particulièrement au lien qui existe entre leurs propriétés thermochimiques et les mécanismes de déformation. Elle permet dans un premier temps d'assurer l'existence d'un domaine de composition dans lequel l'alliage est austénitique à basse température. Les différents mécanismes de déformation susceptibles de contribuer à l'écrouissage de ces alliages sont détaillés. La transition entre le maclage mécanique et la transformation martensitique ϵ peut s'interpréter en terme d'EDE. À partir de nombreuses données thermochimiques et magnétiques, un modèle de prévision de l'EDE pour une composition et une température donnée est proposé.

Le chapitre II présente les alliages étudiés et les techniques expérimentales utilisées pour caractériser leurs propriétés mécaniques et leur microstructure de déformation à différentes

températures. Nous déterminons aussi l'influence de la transition magnétique de Néel sur le module de cisaillement isotrope.

Les résultats des essais de traction réalisés sur une large gamme de température sont présentés au chapitre III. L'évolution de l'allongement à rupture et de la résistance mécanique seront interprétés en terme de taux d'écrouissage. Les mécanismes activés aux différentes températures seront identifiés et confrontés au modèle d'EDE du chapitre I. Nous discuterons leur influence sur le taux d'écrouissage. Le meilleur compromis allongement à rupture / résistance mécanique et le meilleur taux d'écrouissage sont obtenus lorsque du maclage intensif se produit à température ambiante. Ce phénomène est connu sous le nom d'effet TWIP, pour TWinning Induced Plasticity par analogie avec TRIP.

La chapitre IV est donc consacré à l'étude de la microstructure de maclage à différentes échelles. La morphologie et la topologie des micromacles sont déterminées en microscopie électronique à transmisson (MET). Un modèle analytique et une simulation à l'échelle des dislocations sont proposés pour prédire l'épaisseur de micromacles en interaction. L'évolution de la microstructure de maclage avec la déformation est caractérisée quantitativement en microscopie optique. Nous avons simulé expérimentalement le comportement que pourrait avoir l'alliage étudié à température ambiante en l'absence de maclage, par des essais de prédéformation à chaud à différents taux. L'influence des macles sur le taux d'écrouissage est discutée en terme d'activation de plusieurs systèmes de maclage en fonction de la cristallographie, qui réduisent le libre parcours moyen des dislocations.

Le chapitre V expose le modèle de l'effet TWIP développé à partir d'une synthèse de l'ensemble des résultats expérimentaux ou de simulations obtenus. La cinétique de maclage est introduite par une loi de germination prenant en compte la cission résolue sur chaque système. La microstructure obtenue est intégrée dans un modèle viscoplastique de glissement des dislocations. Les macles réduisent le libre parcours moyen des dislocations et augmentent le terme de stockage sur des obstacles. Ce modèle pourra être utilisée pour prédire les propriétés mécaniques en traction simple et l'évolution de la microstructure de déformation.

Deux études complémentaires sont présentées en annexe : l'étude par EBSD de la relation entre l'orientation des grains et les systèmes de maclage activés, et le résultat d'essais de cisaillement plan sur la nuance de référence.

Chapitre I

Revue Bibliographique

I. Revue bibliographique

Introduction

Les aciers Fe-Mn-C et leurs excellentes propriétés mécaniques sont connus de longue date en métallurgie. L'étude de leurs propriétés mécaniques a, en particulier, fait l'objet de nombreux travaux scientifiques. La volonté de cette revue bibliographique n'est donc pas d'être exhaustive. Elle s'articulera en particulier autour de deux grands axes : les diagrammes de phase à l'état solide et la description des mécanismes particuliers de déformation à l'échelle microscopique. L'originalité de ce travail est d'avoir dégagé de la littérature suffisamment de données pertinentes et convergentes pour pouvoir modéliser la relation entre la thermochimie de ces alliages et l'occurrence de leurs mécanismes de déformation sur la base d'un seul paramètre : l'énergie de défaut d'empilement (EDE). Le formalisme et les données expérimentales utilisés sont aussi issus de la littérature.

Cette revue s'attachera aussi à constituer une base de données expérimentales sur ces alliages et à proposer des modèles empiriques simples, faciles à utiliser, pour la prévision de grandeurs métallurgiques comme le paramètre de maille ou la température de Néel. L'objectif est de synthétiser dans un même document des résultats expérimentaux obtenus dans différents domaines (physique du solide, thermochimie, mécanique) et de pouvoir répondre aussi rapidement que possible à une demande industrielle.

La première partie de ce chapitre sera consacrée aux transformations de phase des alliages Fe-Mn-C à l'état solide. Cette étude menée tout d'abord sur les alliages binaires Fe-Mn est étendue aux alliages ternaires. Dans les deux cas, l'analyse des températures de transformations martensitiques permet de prévoir la structure du matériau à température ambiante après des traitements thermiques simples. Cette étude permet en particulier de définir le domaine de composition dans lequel l'alliage est austénitique à température ambiante même après trempe.

Ces aciers présentent la particularité de mettre en jeu différents mécanismes de déformation en fonction de leur composition et de la température : le glissement de dislocations, le maclage mécanique et la formation de martensite ϵ ou α'. Les mécanismes autres que le glissement seront détaillés dans une seconde partie. La transition entre ces différents mécanismes sera interprétée en terme d'EDE.

Enfin, un modèle de prévision de l'EDE et des mécanismes de déformation en fonction de la composition et de la température est proposé. Ce modèle est construit à partir d'une large

revue bibliographique sur les transformations de phase austénite → martensite à l'état solide introduites dans la première partie. La relation entre les transformations de phases d'origine thermique et athermique est discutée.

I.1. Transformations de phases à l'état solide des alliages Fe-Mn-C

I.1.1. Alliages binaires Fe-Mn

I.1.1.1. Diagramme des phases stables

Le diagramme des phases stables de l'alliage binaire est présenté sur la figure I.1 d'après [Kubaschewski 82]. Des diagrammes plus précis dans certains domaines de composition pourront être trouvés dans [Kubaschewski 82][Hansen 58][Hertz 99][Huang 89]. Le domaine austénitique (solution solide de substitution) est large aux basses températures. Les alliages binaires Fe-Mn seront austénitiques à température ambiante si la teneur en manganèse est comprise entre 28 % et 53 % en proportion massique. Un mélange ferrite α (CC) et austénite γ (CFC) sera obtenu dans le domaine [4 %, 28 %]. Les phases (α, β et δ)-Mn riches en manganèse de cristallographie plus complexe n'ont pas été étudiées. Dans la suite, seuls les composés ayant une teneur inférieure à 50 % en manganèse seront considérés.

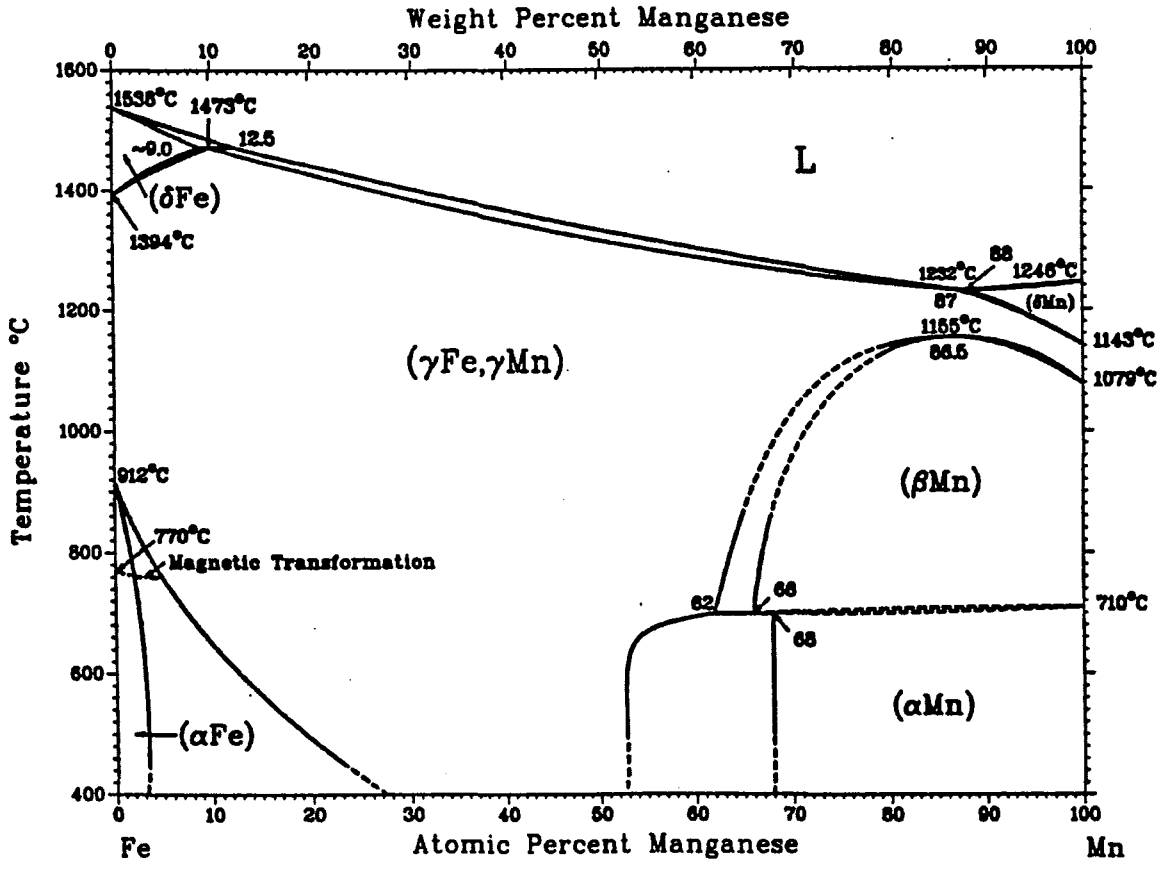


Figure I.1 : Diagramme des phases stables de l'alliage binaire Fe-Mn d'après [Kubaschewski 82].

I.1.1.2. Phases métastables

Les alliages Fe-Mn sont aussi sujets à des transformations martensitiques c'est-à-dire des transformations de phases sans diffusion ou dites displacives. Ces phases métastables apparaissent lors d'un refroidissement rapide de l'austénite au-dessous d'une température critique. Les deux phases martensitiques susceptibles d'apparaître sont la martensite α' de structure tétragonale centrée (quasiment CC) et la martensite ϵ de structure hexagonale compacte (HC). Les phases résultant de ces transformations seront dites « d'origine thermique » ou simplement « thermiques ».

La température critique d'apparition de la martensite α' est habituellement appelée M_s pour «martensite start » et celle de la martensite ϵ, E_s pour « ϵ martensite start ». Dans le cas α', la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$' n'est totale qu'au-dessous d'une température critique appelée M_f pour « martensite finish ». De même, si l'alliage initial est sous forme martensitique, il existe une température critique appelée A_s pour « austenite start », au-dessus de laquelle commence l'austénitisation (transformation $\epsilon \rightarrow \gamma$ ou $\alpha' \rightarrow \gamma$). Ces températures de transformation dépendent très fortement de la composition de l'alliage.

La figure I.2 présente l'évolution des températures M_s et E_s en fonction de la teneur en manganèse de l'alliage d'après Rémy [Rémy 75a]. À température ambiante, la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$' se produit pour de faibles teneurs en manganèse (< 10 %), la transformation $\gamma \rightarrow \epsilon$ pour les fortes (> 15 %) [Lee *et al.* 97]. Aux teneurs intermédiaires, les deux transformations martensitiques sont susceptibles d'apparaître simultanément. La phase α' peut être issue soit directement de la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$', soit indirectement par la transformation $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha$' [Cina 58][Venables 62][Blanc 90]. Les compositions intéressantes dans le cadre de notre étude se situent donc dans les hautes teneurs en manganèse pour éviter ces transformations martensitiques lors de l'élaboration de l'alliage.

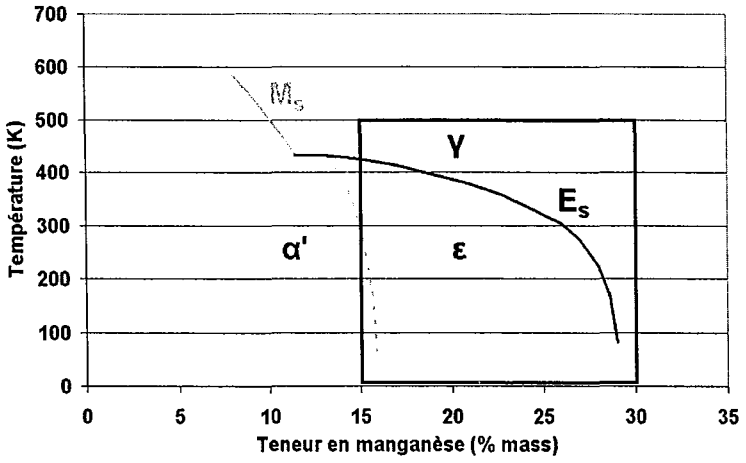


Figure I.2 : Évolution des températures de transformation E_s et M_s en fonction de la teneur massique en manganèse d'après Rémy [Rémy 75a]. La zone encadrée correspond au domaine étudié sur la figure I.3.

Pour de plus amples détails sur l'évolution des températures de transformation M_s et A_s aux faibles teneurs en manganèse (< 10 %), on se reportera à l'étude bibliographique de Marinelli *et al.* [Marinelli *et al.* 99]. Ces résultats montrent la nature gammagène du manganèse vis-à-vis de la transformation $\gamma \rightarrow \alpha'$.

Dans le cas de la transformation $\gamma \rightarrow \epsilon$, les températures de transformation des composés binaires ont aussi été très largement étudiées [Tomota *et al.* 86]. Pour des teneurs en manganèse comprises entre 15 et 25 % massiques, Cotes *et al.* et Lee [Cotes *et al.* 95][Lee & Choi 00] ont proposé les relations empiriques suivantes :

$$\left.\begin{aligned} E_s(K) &= 522 - 6\,\%X_{Mn} \\ A_s(K) &= 550 - 4{,}8\,\%X_{Mn} \end{aligned}\right\} \text{[Cotes } et\ al.\text{ 95]} \qquad \text{(I.1)}$$

$$\left.\begin{aligned} E_s(K) &= 384 + 11{,}1\,\%X_{Mn} - 0{,}53\,(\%X_{Mn})^2 \\ A_s(K) &= 552 - 5\%X_{Mn} \end{aligned}\right\} \text{[Lee \& Choi 00]} \qquad \text{(I.2)}$$

où $\%X_{Mn}$ est le pourcentage massique de manganèse dans l'alliage binaire.

Sur la figure I.3, ont été reportées les fonctions proposées par Cotes *et al.* et par Lee et Choi pour E_s et A_s ainsi que la zone de dispersion des valeurs expérimentales issues de la revue bibliographique de Cotes *et al.*. Ces résultats montrent que le manganèse stabilise aussi l'austénite vis-à-vis de la transformation $\gamma \rightarrow \epsilon$. Pour des teneurs élevées, les températures de transformation chutent. Ce changement de comportement est dû à la transition antiferromagnétique / paramagnétique de l'austénite, comme nous le verrons plus loin.

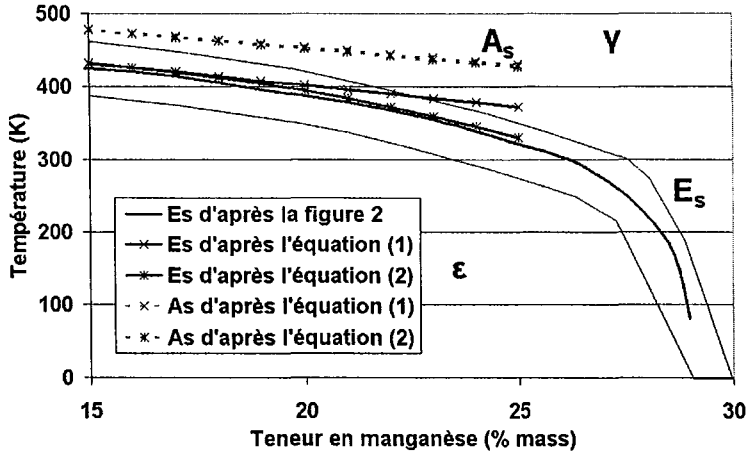


Figure I.3 : Évolution des températures de transformation E_s et A_s en fonction de la teneur massique en manganèse. Les droites représentent les évolutions prévues par les équations (I.1) et (I.2). La zone grisée représente la dispersion des résultats issus de la revue bibliographique de Cotes et al. [Cotes et al. 95]. L'évolution de E_s de la figure I.2 a été rappelée.

I.1.1.3. Définition thermochimique des températures de transformation martensitique

Les transformations de phase à l'état solide sont contrôlées par l'enthalpie libre de transformation notée $\Delta G^{\gamma \rightarrow \epsilon}$, dans le cas de la transformation $\gamma \rightarrow \epsilon$. Elle dépend de la température et de la composition de l'alliage et correspond à la différence d'enthalpie libre entre les deux phases à une température donnée. Les deux phases γ ou ϵ présentant une transition antiferro- / paramagnétique, une contribution magnétique doit être ajoutée au terme chimique. Cette contribution devient significative quand l'austénite est dans l'état antiferromagnétique et explique la rapide décroissance de E_s au-dessus de 23 % de manganèse (cf. figure I.3). Une quantification précise de ces contributions sera proposée dans la seconde partie de ce chapitre.

Pour une composition donnée, $\Delta G^{\gamma \rightarrow \epsilon}$ décroît quand la température baisse. Cependant, la transformation $\gamma \rightarrow \epsilon$ n'est pas spontanée à la température où $\Delta G^{\gamma \rightarrow \epsilon}$ devient négative. Elle requiert un incrément de force motrice appelé résistance à la transformation ΔG_{Es}* [Cotes *et al.* 98]. Pour une composition d'alliage donnée, la température de début de transformation martensitique E_s est la température à laquelle $\Delta G^{\gamma \rightarrow \epsilon} = \Delta G_{Es}$*. ΔG_{Es}* est négatif, de l'ordre d'une centaine de J.mol^{-1} [Miodownik 98]. La transformation $\epsilon \rightarrow \gamma$ nécessite aussi un incrément de force motrice ΔG_{As}* qui permet de définir la température A_s quand $\Delta G^{\gamma \rightarrow \epsilon} = \Delta G_{As}$* > 0.

Dans le cas de cette transformation martensitique, il est généralement admis que $\Delta G^{\gamma \to \epsilon} = 0$ pour une température notée T_0 qui peut être déterminée expérimentalement [Lee & Choi 00][Cotes *et al.* 95][Miodownik 98][Ishida & Nishizawa 74] :

$$T_0 = \frac{E_s + A_s}{2} \tag{I.3}$$

Ce résultat suppose que $\Delta G^{\gamma \to \epsilon}$ varie quasiment linéairement dans le domaine de température $[E_s, A_s]$. Les résistances à la transformation dépendent de la teneur en manganèse et de la microstructure austénitique initiale. Il est généralement admis que $\Delta G_{Es}^* \approx -100$ J.mol^{-1} et $\Delta G_{As}^* \approx +100$ J.mol^{-1} [Miodownik 98][Cotes *et al.* 98].

La résistance aux transformations martensitiques est due à la création des interfaces austénite / martensite, aux contraintes internes qui se développent autour de la nouvelle phase en raison des différences de paramètres de maille et à des différences de modules élastiques entre les phases mère et fille [Lee & Choi 00][Jiang *et al.* 98][Takaki *et al.* 93][Jun & Choi 98]. Ce champ de contrainte a été calculé par exemple par Olson et Cohen dans le cas de la transformation martensitique ϵ [Olson & Cohen 75a][Olson & Cohen 75b]. Dans la suite, seules les contributions d'origine chimique ou magnétique seront intégrées dans le calcul de l'enthalpie de transformation. Les termes d'interface ou d'origine mécanique seront traités séparément.

I.1.2. Alliages Fe-Mn-C

I.1.2.1. Phases stables et précipitation des carbures de type M_3C

D'une manière générale, l'ajout d'une faible quantité de carbone modifie peu le diagramme des phases stables précédent [Raynor & Rivlin 88][Hocheid & Poupeau 78][Brewer *et al.* 73]. Néanmoins, la faible solubilité du carbone en insertion provoque la précipitation de carbures pour de plus fortes teneurs en carbone. La figure I.4 présente par exemple les coupes isothermes du diagramme des phases stables à 600°C et à 700°C pour le système Fe-Mn-C d'après [Raynor & Rivlin 88].

Les trois phases importantes du diagramme sont l'austénite γ, la ferrite α et les carbures de type M_3C, où M est soit le fer soit le manganèse. Le domaine d'existence de l'austénite monophasée est relativement réduit et correspond aux fortes teneurs en manganèse et aux faibles teneurs en carbone. Aucun diagramme de stabilité pour l'alliage ternaire à plus basse température n'a pu être trouvé dans la littérature. Cependant, l'expérience a montré que l'on peut obtenir un alliage monophasé austénitique à température ambiante pour des teneurs en

manganèse supérieures à 20 % et des teneurs en carbone inférieures à 1 %. Pour plus de détails sur les autres types de carbures obtenus dans ces alliages, le lecteur pourra se reporter aux études de Hillert et Waldenström sur les précipitations à haute température [Hillert & Waldenström 77], de Ono *et al.* sur les phases eutectiques aux températures intermédiaires [Ono *et al.* 98], de Zuidema *et al.* sur les aciers Hadfield [Zuidema *et al.* 87] et sur les diagrammes ternaires de Hocheid & Poupeau [Hocheid & Poupeau 78].

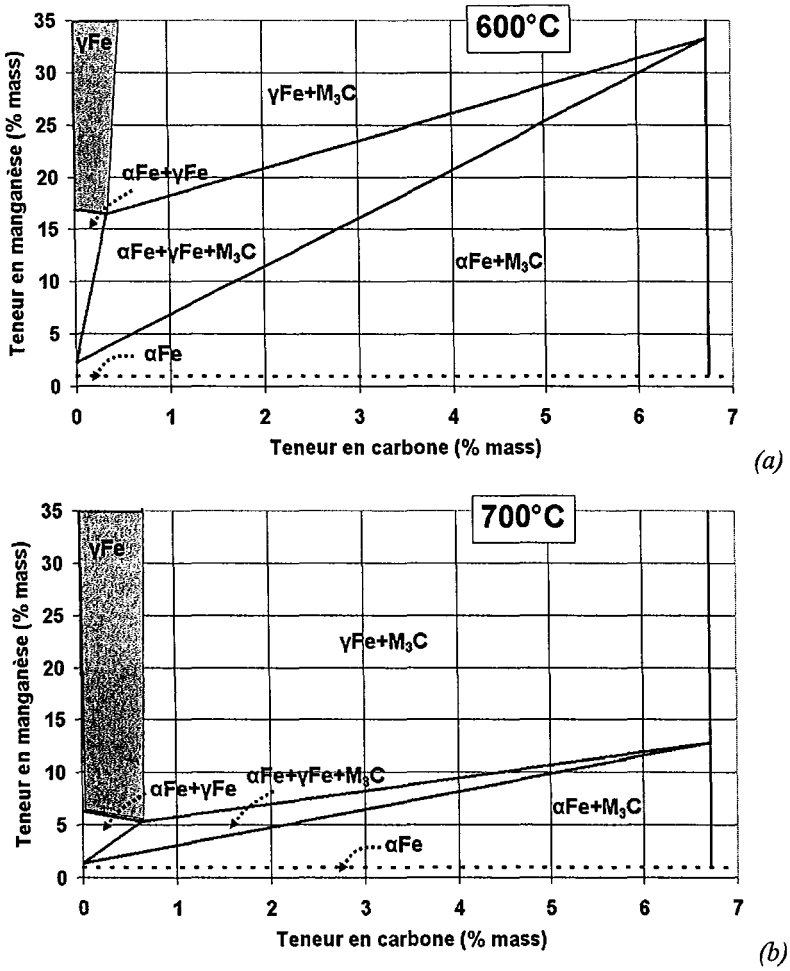


Figure I.4 : Coupes du diagramme de phases stables des alliages ternaires Fe-Mn-C riches en fer à 600°C et 700°C d'après [Raynor & Rivlin 88]. Les composés M_3C sont des carbures Fe_3C ou Mn_3C.

I.1.2.2. Influence de la teneur en carbone sur les températures de transformation γ → ϵ

Dans le domaine de composition étudié (teneur en carbone inférieure à 1 % massique), l'austénite est aussi sujette aux transformations martensitiques α' et ϵ. Peu de données sont cependant disponibles dans la littérature concernant la transformation martensitique ϵ des alliages ternaires Fe-Mn-C. Ces données sont synthétisées sur la figure I.5. Les températures E_s issues de différentes études [Ishida & Nishizawa 74][Schumann 72][Rémy 75b][Baik *et al.*

97][Jun & Choi 98][Lee *et al.* 96] ont été placées sur un diagramme température - teneur en manganèse pour différentes teneurs en carbone. L'évolution de la température E_s de la figure I.2 pour l'alliage binaire a été rappelée.

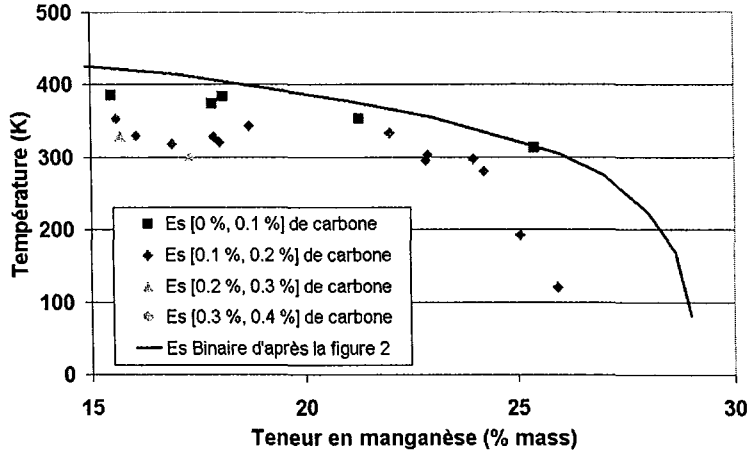


Figure I.5 : Températures de transformation Es des alliages Fe-Mn-C en fonction de la teneur en manganèse pour différentes teneurs en carbone. Les points correspondent aux différents résultats expérimentaux d'après [Ishida & Nishizawa 74][Schumann 72][Rémy 75 p 63][Baik et al. 97][Jun & Choi 98][Lee et al. 96]. L'évolution de la température Es de la figure I.2 pour l'alliage binaire a été rappelée.

De manière générale, dans la gamme de composition étudiée, les températures de transition E_s diminuent avec la teneur en manganèse et en carbone. Le carbone en insertion est donc gammagène vis-à-vis de la transformation $\gamma \rightarrow \epsilon$.

La figure I.6 présente une reproduction du diagramme expérimental proposé par Schumann pour le système Fe-Mn-C [Schumann 72]. Il localise les domaines d'apparition des deux types de martensite obtenus par trempe à température ambiante en fonction des teneurs massiques en manganèse et en carbone. Les deux types de martensite peuvent apparaître conjointement. Les transformations martensitiques étudiées ne sont pas totales comme le montre la présence d'austénite résiduelle. Ce diagramme nous permet en particulier d'identifier le domaine dans lequel une structure purement austénitique sans carbure pourra être obtenue après recuit et trempe (domaine grisé).

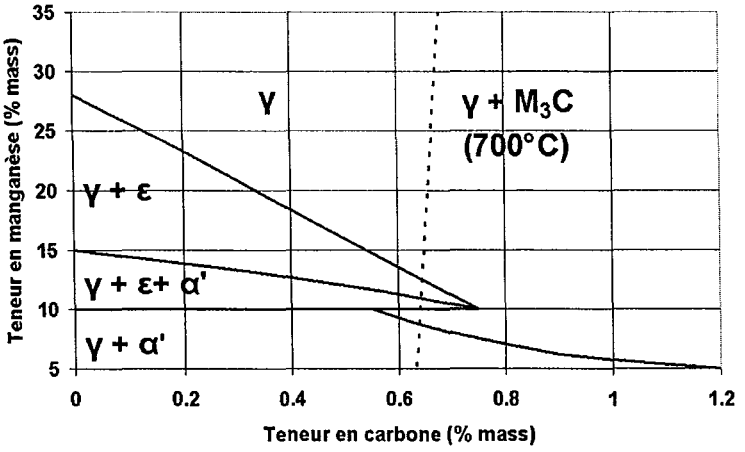


Figure I.6 : Phases présentes après trempe à température ambiante en fonction de la composition massique en carbone et en manganèse d'après Schumann [Schumann 72]. L'alliage est dans l'état austénitique à une température supérieure à 950°C avant trempe. Le domaine de composition recherché apparaît en grisé.

Ces études des diagrammes de phases stables et métastables d'origine thermique ont montré qu'il est possible d'obtenir un acier Fe-Mn-C austénitique monophasé à température ambiante (cf. figure I.6) même après trempe. Cet alliage devra nécessairement avoir une forte teneur en manganèse et une teneur limitée en carbone pour obtenir une solution solide sans précipitation de carbures ni produit de transformations martensitiques. Les alliages Fe-Mn-C sont donc une solution envisageable pour la production d'aciers austénitiques.

De surcroît, des études ont montré que ces alliages ont des propriétés mécaniques exceptionnelles liées aux possibilités d'activer des mécanismes de déformation autres que le glissement des dislocations.

I.2. Mécanismes de déformation des aciers austénitiques Fe-Mn-C

Les mécanismes de déformation dans les matériaux métalliques CFC sont généralement liés aux déplacements de dislocations. Dans le cas des alliages Fe-Mn-C austénitiques, d'autres mécanismes de déformation ont pu être observés comme pour les aciers inoxydables austénitiques [Lecroisey & Pineau 72], de type 316L [Blanc 90] ou 304 [Venables 62] par exemple. Ces mécanismes subsidiaires entrent en compétition avec le glissement des dislocations dans la matrice austénitique résiduelle et induisent des caractéristiques mécaniques intéressantes. Ce sont :

- le maclage mécanique,
- la transformation martensitique ϵ athermique,
- la transformation martensitique α' athermique.

Ces deux derniers mécanismes ne doivent pas être confondus avec les transformations martensitiques thermiques même si les produits de transformation sont de même nature. Ces transformations sont induites par la contrainte et influent sur le comportement plastique de l'alliage. C'est pour cette raison qu'elles sont connues sous l'acronyme anglais TRIP pour « TRansformation Induced Plasticity » même s'il serait plus juste de parler de « stress induced transformation » [Jacques *et al.* 02]. Par analogie, le maclage mécanique et ses effets sont désignés par le terme TWIP pour « TWinning Induced Plasticity » [Vercammen *et al.* 02][Grässel *et al.* 00]. Comme dans le cas des transformations d'origine thermique, les transformations athermiques induites mécaniquement et le maclage mécanique peuvent apparaître conjointement au cours de la déformation [Schumann 72][Rémy 75c].
Schumann a localisé les domaines de composition en manganèse et en carbone pour lesquels les différents mécanismes sont activés à température ambiante. Les résultats de son étude expérimentale et bibliographique sont présentés sur la figure I.7. Le domaine d'activation du maclage mécanique n'apparaît pas clairement dans les travaux originaux de Schumann car le produit de transformation est identique à la phase austénitique, donc plus difficile à mesurer, mais se situe près de la frontière $\gamma / \gamma + \epsilon$.

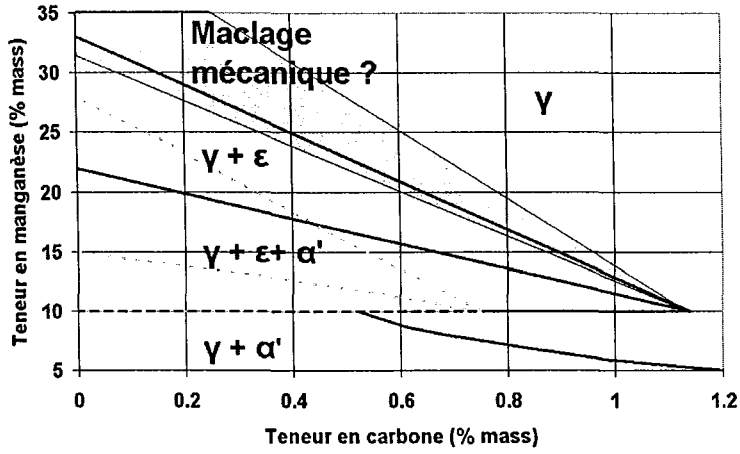


Figure I.7 : Phases présentes après trempe puis déformation à température ambiante en fonction de la composition massique en carbone et en manganèse d'après Schumann [Schumann 72]. L'alliage est dans l'état austénitique avant trempe à une température supérieure à 950°C. Les domaines de transformation thermique de la figure I.6 ont été rappelés en pointillés.

Les domaines de transformations martensitiques athermiques α' ou ϵ sont proches des domaines correspondants d'origine thermique. Les transformations de phases athermiques s'interprètent donc comme des transformations thermiques dont la force motrice de transformation a été accrue grâce à l'état de contrainte ou de déformation. Le domaine de maclage mécanique assure la transition entre le glissement simple dans l'austénite et la transformation martensitique ϵ.

Cette partie est consacrée à l'étude de la cristallographie et à la description à l'échelle microscopique de ces mécanismes de déformation. Les différents mécanismes de germination de la littérature seront en particulier discutés pour le maclage mécanique. Le paramètre pertinent pour comprendre l'apparition et la transition entre ces mécanismes est l'EDE, faible dans ces alliages, qui sera définie dans un premier temps.

I.2.1. Dissociation et énergie de défaut d'empilement (EDE)

Les dislocations parfaites dans une structure CFC ont un vecteur de Burgers de type $a/2<110>$ où a est le paramètres de maille de l'austénite et glissent dans les plans denses de type {111}. Afin de minimiser leur énergie de ligne, ces dislocations parfaites sont susceptibles de se dissocier en deux dislocations partielles de Shockley, de vecteurs de Burgers plus faibles. Considérons par exemple une dislocation parfaite de vecteur de Burgers 1/2[011] de plan de glissement $(1\bar{1}1)$. Cette dislocation peut se dissocier dans son plan en deux partielles glissiles selon la réaction suivante :

$$\frac{1}{2}[011]_{(1\bar{1}1)} \rightarrow \frac{1}{6}[121]_{(1\bar{1}1)} + \frac{1}{6}[\bar{1}12]_{(1\bar{1}1)} \qquad \text{(I.4)}$$

Cette réaction est favorable énergétiquement selon le critère de Frank et explique la force de répulsion élastique entre les deux partielles. Cependant, le vecteur de Burgers des partielles n'étant pas un vecteur du réseau CFC, le passage de l'une d'entre elles ne reconstitue pas le cristal parfait mais laisse un défaut plan, appelé défaut d'empilement. Le passage de la seconde « guérit » ce défaut, de telle sorte que la dissociation crée un ruban de défaut entre les partielles. La création de ce défaut est énergétiquement défavorable et provoque donc une force de rappel sur les dislocations partielles. Cette force par unité de longueur de dislocation est constante et vaut Γ, l'EDE, énergie par unité de surface de défaut [Weertman & Weertman 70].

La force élastique de répulsion entre les deux partielles varie comme l'inverse de leur distance. Il existe donc une distance d'équilibre entre les partielles, appelée distance de dissociation, à laquelle la force de répulsion élastique est compensée par la force de rappel due à l'énergie du défaut. Le mécanisme de dissociation est représenté schématiquement sur la figure I.8. Ce schéma permet de définir aussi la notion de partielles de tête et de queue vis-à-vis du sens de déplacement de la dislocation parfaite initiale.

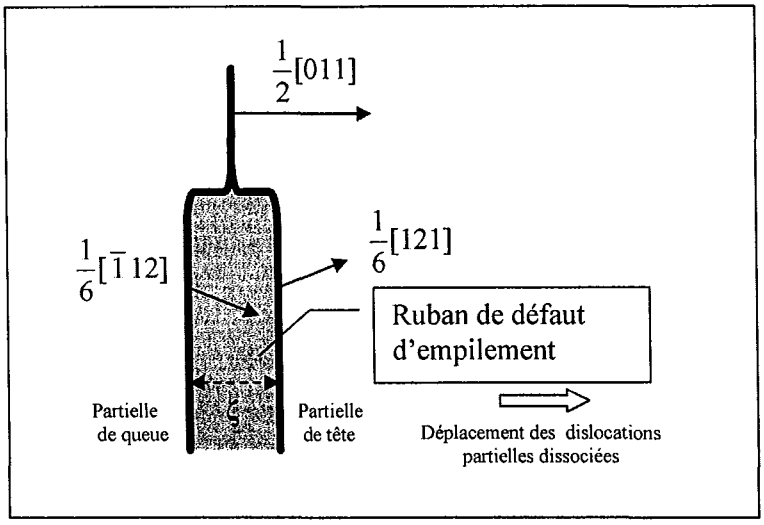


Figure I.8 : Représentation schématique de la dissociation d'une dislocation parfaite de type coin en deux dislocations partielles bordant un défaut d'empilement. Définition de la partielle de tête et de queue.

La distance de dissociation ζ est inversement proportionnelle à l'EDE et vaut environ [Friedel 64][Byun 03] :

$$\zeta \approx \frac{\mu (b_{112})^2}{4\pi \Gamma} \tag{I.5}$$

Où μ est le module isotrope de cisaillement du matériau et b_{112} la norme du vecteur de Burgers des partielles de Shockley. On appellera EDE normalisée le ratio :

$$\Gamma^* = \frac{\Gamma}{\mu b_{112}} \tag{I.6}$$

qui représente l'inverse de la distance de dissociation exprimée en nombre de b_{112}. Plus ce paramètre est faible, plus la dissociation est stable. En particulier, lorsque Γ^* est élevée, le glissement dévié qui nécessite une recombinaison des partielles en parfaite est favorisé. Lorsque Γ^* est faible, comme dans le cas des alliages de l'étude, le glissement est majoritairement planaire.

La nature d'un défaut d'empilement dépend du nombre de plans atomiques translatés durant le passage d'une des dislocations partielles. Les défauts dits intrinsèques ne déplacent qu'un seul plan alors que les défauts extrinsèques en déplacent deux. L'origine de ces deux types de défaut vient du choix de la partielle de tête. À titre d'exemple, dans le réseau CFC, la structure peut s'interpréter comme un empilement compact de trois familles de plans denses, A, B et C. Avant déformation, l'empilement CFC correspond à l'enchaînement ABCABC... La figure I.9 présente les modifications de cet empilement produit dans les cas intrinsèque et

extrinsèque respectivement. Les plans en position de fautes sont indiqués en gras [Olson & Cohen 76a].

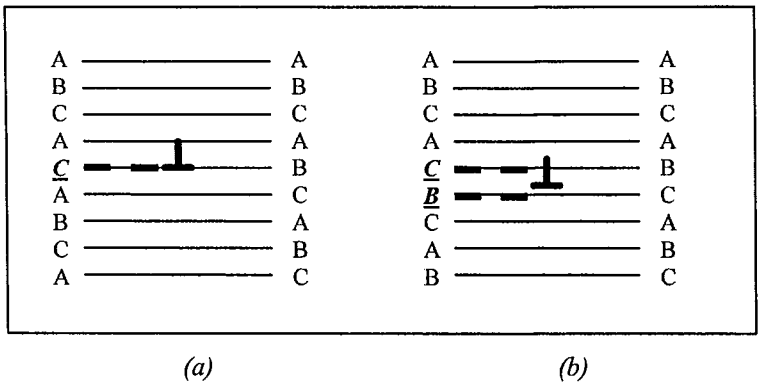


Figure I.9 : Représentation schématique du réarrangement des plans compacts après le passage de dislocations partielles traînant une faute (a) intrinsèque et (b) extrinsèque.

La stabilité de la dissociation des dislocations parfaites en partielles est à l'origine de l'existence des différents modes de déformations des alliages Fe-Mn-C.

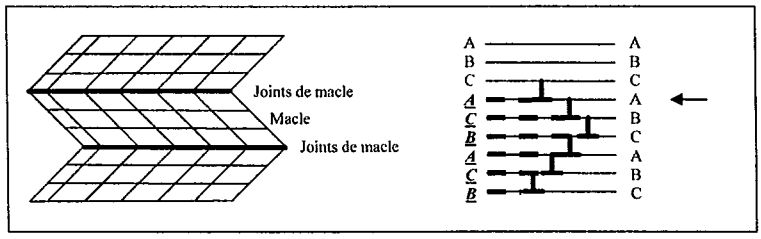
I.2.2. Le maclage mécanique

I.2.2.1. Phénoménologie microscopique du maclage mécanique

Le maclage mécanique apparaît dans la plupart des matériaux (CC, CFC, HC, minéraux [Turner 64]) sous certaines conditions de déformations. Ce mécanisme ne joue souvent qu'un rôle mineur dans les matériaux ductiles, mais se révèle être indispensable dans les matériaux dans lesquels le nombre de système de glissement est limité [Fischer *et al.* 03]. Il compense le manque de systèmes de glissement indépendants pour accommoder la déformation dans les agrégats polycristallins comme les structures hexagonales [Rosenbaum 64] ou les alliages ordonnés par exemple [Jin & Bieler 95][Farenc *et al.* 93]. Le maclage mécanique joue cependant un rôle important dans certains matériaux ayant de plus nombreuses symétries (CFC) comme dans les aciers Hadfield [Karaman *et al.* 01], les alliages Cu-Al [Mori & Fujita 80], Co-Ni [Rémy 78] ou les aciers inoxydables austénitiques [Lecroisey & Pineau 72]. Une revue bibliographique très complète a été proposée par Christian et Mahajan [2] dans laquelle le lecteur pourra trouver de nombreux détails et commentaires sur le maclage mécanique dans différentes cristallographies et en particulier dans les alliages CFC.

Une macle mécanique est un défaut d'empilement cristallin dû à l'accommodation du réseau à la déformation macroscopique (cisaillement pur [Fischer *et al.* 03]). Une macle mécanique correspond à une lamelle de structure CFC, dont les interfaces cohérentes, appelées joints de

macles, sont des plans de symétrie (réflexion) du réseau cristallographique. La figure I.10 représente de façon très schématique une telle symétrie dans un arrangement périodique.



(a) (b)

Figure I.10 : (a) représentation schématique d'une macle dans un arrangement périodique. Les joints de macles sont des plans de symétrie. (b) Représentation schématique du réarrangement des plans compacts autour d'une macle mécanique créée par le déplacement de dislocations partielles intrinsèques tous les plans atomiques. La flèche indique la position du joint de macle plan miroir pour le réseau CFC.

La formation d'une macle correspond au passage des dislocations partielles de Shockley identiques tous les plans compacts adjacents sur toute l'épaisseur de la macle. La figure I.10(b) montre l'ordre des plans denses après le passage de dislocations partielles de Shockley intrinsèques tous les plans. Ce mécanisme engendre la présence d'un plan de symétrie de type {111} indiqué par le flèche : le joint de macle. Les macles mécaniques sont dites cohérentes car les joints de macles assurent une continuité parfaite entre les structures cristallographiques de l'austénite et de la macle sans dislocation résiduelle à l'interface.

Les éléments cristallographiques du maclage dans un réseau CFC sont, selon les conventions habituelles [Rémy 75d][Bataronov *et al.* 95][Edington 75a] :

- K_1 le plan de maclage de type {111} correspondant au plan de glissement des partielles de Shockley,
- η_1 la direction de cisaillement de type <112> correspondant à la direction des vecteurs de Burgers des dislocations partielles,
- K_2 le plan non distordu au cours du cisaillement, de type {111},
- η_2 l'intersection des plans K_2 et K_1 de type <112>.

Le glissement produit par une macle parfaite d'origine intrinsèque dans la direction η_1 est donc égale à $\gamma_0 = b_{112} / d_{111}$ avec d_{111} la distance réticulaire entre deux plans denses {111}. Dans le cas extrinsèque, le glissement est égal à $\gamma_0 / 2$ [Coupeau *et al.* 99].

Les macles mécaniques apparaissent au cours de la déformation de l'alliage. Elles ne doivent pas être confondues avec les macles de recuit qui apparaissent lors de la recristallisation des alliages CFC. Lors de ce processus thermique, les macles se créent pour reconstituer les grains et diminuer les contraintes internes. Les macles de recuit se distinguent des macles mécaniques car :

- leur morphologie est différente car généralement elles sont très épaisses et considérées comme des grains à part entière [ASTM 88],
- elles n'induisent aucun cisaillement. En effet, la somme des vecteurs de Burgers des dislocations partielles créant la macle est nulle, car ces dislocations n'ont pas le même vecteur de Burgers. La minimisation de l'énergie impose qu'une telle macle soit formée par le passage des trois types de dislocations partielles du plan de maclage alternativement [Müllner & Romanov 94],
- elles ne sont pas systématiquement cohérentes (joint de grains de type Σ3) [Randle 01].

Concernant le processus de maclage mécanique dans les structures CFC, il ressort de la littérature que :

- la propagation des macles est extrêmement rapide, de l'ordre de grandeur de la vitesse du son dans le matériau [Lubenets *et al.* 85][Rémy 75d]. L'étape de germination est donc le processus limitant,
- la germination des macles est hétérogène à partir d'une configuration particulière de dislocations [Rémy 75d][Venables 64][Christian & Mahajan 95a],
- les macles présentent une morphologie en lamelles convexes (lentilles) coplanaires aux plans {111} [Hull 64][Mitchell & Hirth 91][Jin & Bieler 95]. Cette géométrie sera discutée au chapitre IV,
- elles nécessitent l'interaction avec les systèmes de glissements [Christian 69][Coujou *et al.* 91][Franciosi *et al.* 93].

I.2.2.2. Modèles de germination

Le problème est d'expliquer comment des dislocations partielles peuvent être émises tous les plans denses atomiques avec une grande régularité ; et ce, selon un processus permettant une grande mobilité des dislocations partielles. De plus, le mécanisme doit expliquer comment les partielles de queue (ou les dislocations résiduelles) restent bloquées afin d'étendre les premiers défauts d'empilement.

De nombreux mécanismes ont été proposés dans la littérature pour les matériaux CFC mais aucun ne semble faire l'unanimité dans la mesure où ils ont été observés sur des matériaux différents et dans des conditions différentes [Coujou *et al.* 91]. Ces mécanismes peuvent être classés en trois catégories :

i.) les modèles polaires

Dans ce cas envisagé la première fois par Venables dans les CFC [Venables 74][Venables 64] et par d'autres auteurs [Song & Gray 95][Weertman & Weertman 70][Azzaz *et al.* 96], la

macle est produite par une seule et unique dislocation partielle tournant autour d'une dislocation vis de la forêt selon un mécanisme analogue à celui du pôle pour une source de dislocations. À chaque tour, la partielle change de plan à cause du caractère vis du pôle. La macle ainsi créée est parfaite, sans faute d'empilement et produit un glissement égal à γ_0. Les principales critiques faites à ces modèles sont qu'ils nécessitent une configuration trop particulière de dislocations, des dissociations de dislocations énergétiquement défavorables pour certains et, surtout, qu'ils n'expliquent pas la rapidité du développement des macles [Cohen & Weertman 63a][Cohen & Weertman 63b][Venables 63].

ii.) les modèles nécessitant des déviations

Cohen et Weertman [Cohen & Weertman 63a][Venables 64] ont envisagé la dissociation possible de parfaites arrivant sur une barrière de Lomer-Cottrell en une dislocation de Frank sessile et une dislocation partielle de Shockley, par exemple selon la relation suivante :

$$\frac{1}{2}[101]_{(1\bar{1}\bar{1})} \rightarrow \frac{1}{3}[1\bar{1}1]_{sessile} + \frac{1}{6}[121]_{(1\bar{1}1)} \qquad (I.7)$$

Le plan de maclage est alors le plan conjugué du plan de glissement de la dislocation parfaite initiale. Une dislocation de Franck sessile est créée pour chaque dislocation partielle de Shockley émise.

Dans le modèle de Fujita *et al.* [Mori & Fujita 80][Fujita & Ueda 72][Christian & Mahajan 95b] ou dans le calcul de Vandershaeve et Escaig [Vanderschaeve & Escaig 85], la dissociation des partielles du plan conjugué à la macle produit une dislocation partielle de Shockley (émise) et une dislocation stair-rod (résiduelle et sessile). Pour chaque dislocation partielle de Shockley émise, une dislocation stair-rod est créée et sert de point d'ancrage du défaut.

$$\frac{1}{6}[112]_{(1\bar{1}1)} \rightarrow \frac{1}{6}[0\bar{1}1]_{sessile} + \frac{1}{6}[121]_{(1\bar{1}1)} \qquad (I.8)$$

Ces modèles nécessitent des concentrations de contraintes produites par des empilements de dislocations, favorisant la dissociation dans le plan de maclage.

iii.) les modèles basés sur la création d'embryons de macles à partir de défauts extrinsèques

Mahajan et Chin [Christian & Mahajan 95b][Mahajan & Chin 73], ont proposé la dissociation de deux parfaites sur des plans adjacents en 3 dislocations partielles pour la formation d'une macle. Par exemple dans le plan $(1\bar{1}1)$:

$$\frac{1}{2}[011]_{(1\bar{1}1)}+\frac{1}{2}[\bar{1}01]_{(1\bar{1}1)}\rightarrow 3\times\frac{1}{6}[\bar{1}12]_{(1\bar{1}1)} \quad (I.9)$$

Les modèles de Grilhé et de ses collaborateurs [Tranchant *et al.* 87][Vergnol & Grilhé 84], de Karaman [Karaman *et al.* 01] font intervenir des interactions entre des partielles dissociées de deux plans de glissement afin d'obtenir la première faute de nature extrinsèque. Ce dernier type de modèle n'explique généralement que la formation du premier ruban de défaut, précurseurs de la future macle. Un modèle d'épaississement par déviation ou selon un mécanisme polaire doit leur être adjoint [Rémy 75e][Azzaz *et al.* 96]. Ces mécanismes ont été déduits d'observations microscopiques sur des monocristaux en traction ou en compression pour expliquer l'observation de fautes extrinsèques. Ces modèles rendent compte cependant de la nécessité d'interactions entre plusieurs systèmes de glissement.

De ce point de vue, la nature des fautes d'empilement à l'origine des macles dépend des matériaux et des orientations étudiées [Azzaz *et al.* 96][Tranchant *et al.* 83][Karaman *et al.* 01] et ne semble donc pas faire l'unanimité. À l'instar de Lecroisey et Pineau [Lecroisey & Pineau 72] ou Müllner et Solenthaler [Müllner & Solenthaler 97], nous étudierons dans la suite l'épaississement de micromacles uniquement d'origine intrinsèque, pour plusieurs raisons :

- l'EDE extrinsèque est supérieure à l'énergie de défaut intrinsèque. La relation proposée par Lecroisey est :

$$\Gamma_e - \Gamma_i = \xi\,\Gamma_i \quad (I.10)$$

  avec Γ_e et Γ_i les EDE extrinsèques et intrinsèques respectivement et ξ un paramètre du matériau environ égal à 0,5,
- les matériaux étudiés sont dans des conditions proches de celles décrites par Coujou pour l'activation des processus par déviation de type intrinsèque [Coujou *et al.* 91], à savoir une activation de différents systèmes de glissement et une très faible énergie de défaut,
- les défauts de nature extrinsèque ne sont pas nécessaires aux développements des macles [Azzaz *et al.* 96].

I.2.3. La martensite ϵ

La martensite ϵ thermique ou athermique est une phase hexagonale compacte dont les paramètres de maille à température ambiante sont a = 0,2538 nm et c = 0,4080 nm [Sipos *et*

al. 75]. Les relations de désorientation de la martensite ϵ dans les alliages Fe-Mn sont d'après Rémy [Rémy 75f][Blanc 90] :

$$(111)_\gamma // (0001)_\epsilon \text{ et } [1\bar{1}0]_\gamma // [\bar{1}2\bar{1}0]_\epsilon \qquad \text{(I.11)}$$

Cette relation implique que le plan compact de la martensite ϵ corresponde à un des plans compacts de l'austénite. L'empilement ABCABC de l'austénite devient donc un empilement ACACAC dans la martensite ϵ.

Dans le cas athermique, la transformation en martensite ϵ de l'austénite s'explique par le passage tous les deux plans atomiques d'une dislocation partielle de Shockley intrinsèque [Lecroisey & Pineau 72][Blanc 90][Olson & Cohen 76a], au lieu de tous les plans strictement pour une macle parfaite. Ce mécanisme est représenté sur la figure I.11. La flèche indique la position de l'interface cohérente.

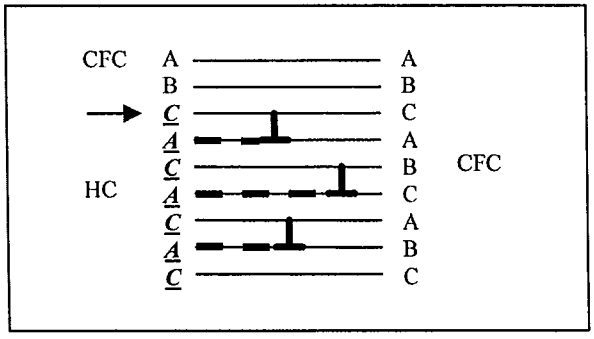


Figure I.11 : Représentation schématique du réarrangement des plans compacts autour d'une lamelle de martensite ϵ créée par le déplacement de dislocations partielles intrinsèques tous les deux plans atomiques. La flèche indique la position de l'interface cohérente.

La martensite ϵ apparaît sous la forme de fines plaquettes. Sa morphologie est donc similaire à celle des macles. Les mécanismes de germination de cette phase généralement invoqués sont également très similaires à ceux utilisés dans le cas du maclage mécanique [Fujita & Ueda 72][Rémy 78][Mahajan *et al.* 77].

I.2.4. Interprétation phénoménologique de la transition glissement simple / maclage / martensite ϵ

Le maclage et la transformation martensitique ϵ sont des processus très proches qui peuvent apparaître simultanément [Schumann 72][Rémy 75c]. Le paramètre pertinent [Blanc 90][Allain *et al.* 04a] pour expliquer la transition entre le glissement simple, puis le maclage et enfin la transformation martensitique est l'EDE.

Pour une énergie de défaut élevée, la dissociation des dislocations parfaites en partielles de Shockley est fortement improbable. Le matériau se déforme simplement par glissement des dislocations parfaites non dissociées et par glissement dévié, comme dans le cas de l'aluminium ($\Gamma \approx 150$ mJ.m^{-2}). Si l'EDE diminue, la déformation est assurée par le glissement planaire de dislocations parfaites dissociées. Le glissement dévié est improbable. Si l'EDE diminue encore, au-dessous d'une certaine valeur, la dissociation sera très favorisée et des macles pourront germer. Le maclage mécanique sera activé en compétition avec le glissement des dislocations dissociées. Lors de la formation d'une macle, la probabilité de manquer l'émission d'une des dislocations partielles sur un plan augmente si l'EDE diminue car le coût énergétique de cette « faute » devient de plus en plus faible. La multiplication des fautes dans le mécanisme de formation des macles entraîne la mise en ordre des fautes pour des raisons énergétiques et donc la création de martensite ϵ pour de très faible EDE (cf. figure I.12).

Cette transition progressive permet d'expliquer de nombreux résultats expérimentaux [Blanc 90] :

- les morphologies similaires en plaquettes des macles et de la martensite ϵ,
- la coexistence sur les cartes de Schumann des deux mécanismes,
- l'observation de lamelles mixtes contenant à la fois des macles et des plaquettes de martensite ϵ [Rémy 75c].

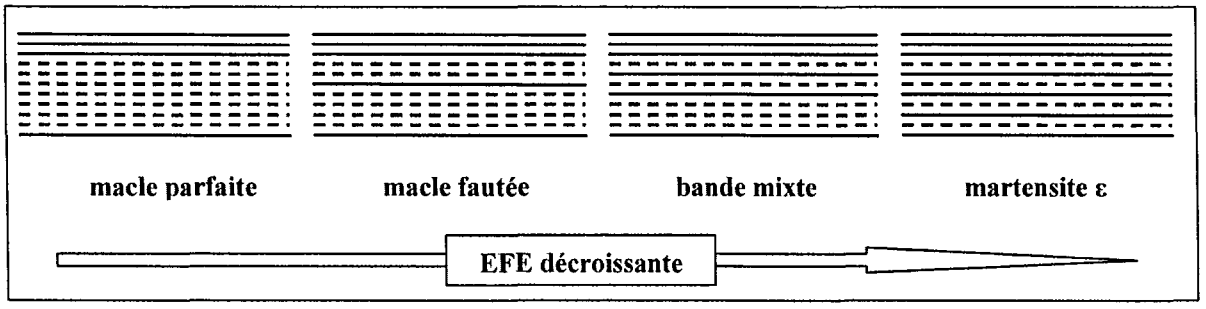


Figure I.12 : Illustration schématique de l'influence de l'EDE sur la probabilité de créer des fautes pendant le processus de maclage. La martensite ϵ est obtenue si l'EDE est très faible.

Pour une composition donnée, l'EDE évolue en fonction de la température T selon la relation suivante [Rémy 75g] :

$$\frac{d\Gamma}{dT} = -\frac{8}{\sqrt{3}} \frac{1}{a^2 \mathcal{N}} \Delta S^{\gamma \rightarrow \epsilon} \qquad \text{(I.12)}$$

où a est le paramètre de maille, $\mathcal{N}$ le nombre d'Avogadro et $\Delta S^{\gamma\rightarrow\epsilon}$ l'entropie de transformation $\gamma\rightarrow\epsilon$. Dans le cas de l'alliage ternaire Fe-Mn-C, au-dessus de E_s, $\Delta S^{\gamma\rightarrow\epsilon}$ est négative, donc l'EDE augmente avec la température.

Ainsi pour une composition d'alliage donnée et pour une température décroissante, les mécanismes activés seront dans l'ordre :

- le glissement de dislocations parfaites,
- le glissement de dislocations dissociées,
- le maclage mécanique et le glissement de dislocations dissociées,
- le maclage mécanique, la transformation martensitique ϵ et le glissement de dislocations dissociées,
- la transformation martensitique ϵ et le glissement de dislocations dissociées.

L'existence de cette transition implique donc que la germination de macles s'effectue selon un mécanisme compatible avec la transformation martensitique, c'est pourquoi les mécanismes polaires simples ne conviennent pas dans ce type de matériau.

I.2.5. La martensite α'

Les aciers Fe-Mn-C peuvent aussi subir une transformation martensitiques α' induite par la déformation plastique. La martensite α' est de structure tétragonale centrée (I4/mmm), quasiment CC. Dans les aciers inoxydables austénitiques, la relation de désorientation cristallographique généralement observée est du type [Blanc 90] :

$$\left(1\bar{1}\,1\right)_{\gamma}//\left(0\bar{1}\,1\right)_{\alpha'} \quad \text{et} \quad \left[011\right]_{\gamma}//\left[111\right]_{\alpha'} \tag{I.13}$$

À température ambiante, le paramètre de maille varie avec la teneur en carbone de 0,287 nm à 0,300 nm. Les domaines de composition étudiés n'ont pas permis d'observer cette transformation martensitique (cf. figures I.6 et I.7). De plus amples détails pourront être trouvés dans différents travaux sur les aciers inoxydables austénitiques [Lecroisey & Pineau 72][Abrassart 73], les aciers Fe-Mn-C [Schuman 72][Tomota *et al.* 86], ou dans les actes de la conférence récente sur les aciers TRIP [3].

La martensite α' athermique apparaît soit directement à partir de la phase γ soit selon la réaction $\gamma\rightarrow\epsilon\rightarrow\alpha'$. Cette nouvelle phase apparaît sous formes de lattes aux intersections de bandes de cisaillement intense, de maclage ou de martensite ϵ [Venables 62][Olson & Cohen 75][Stringfellow *et al.* 92][Blanc 90][Tomita & Iwamoto 95].

En conclusion, dans la mesure où le maclage mécanique et la transformation martensitique ϵ athermiques sont produits par le déplacement collectif de dislocations partielles de Shockley traînant des fautes d'empilement, l'EDE est le critère pertinent pour expliquer l'apparition des modes des déformations autres que le glissement dans les aciers Fe-Mn-C. Il est donc nécessaire de connaître l'EDE pour prévoir ces différents mécanismes.

I.3. Prévision des mécanismes de déformation des alliages Fe-Mn-C

Comme le montre l'équation (I.12), l'EDE dépend de la composition de l'alliage [Miodownik 98] et de la température [Rémy 75g]. Toutefois, nous regrettons l'absence dans la littérature de mesures expérimentales précises dans le cas des alliages Fe-Mn-C, hormis les mesures contestées de Volosevich [Lee & Choi 00]. Ces mesures sont délicates et font appel à des techniques de microscopie électronique lourdes (méthode des nœuds triples par exemple). Les modèles de Miowonik [Miodownik 98], de Huang [Huang 89], de Rémy [Rémy 75h] ou celui de Lin [Li & Hsu 97] n'intègrent pas les contributions du carbone et se limitent au alliages Fe-Mn et Fe-Mn-Si. Le modèle le plus complet sur l'alliage ternaire est proposé par Lee [Lee & Choi 00] mais ne prend pas en compte directement de contributions magnétiques. C'est pourquoi une modélisation a été développée en utilisant les nombreuses données thermochimiques de la littérature.

Un premier modèle purement chimique a été mis au point, mais ne reproduisait pas de façon satisfaisante certaines caractéristiques attendues, telles que la saturation aux basses températures comme mesurée par Rémy sur une nuance Fe20Mn5Cr0.5C [Rémy 75i], ni l'évolution des températures de transformation E_s aux fortes teneurs en manganèse comme le montre la figure I.3. Cette anomalie est expliquée dans la littérature par l'existence d'une transition antiferro- / paramagnétique de l'austénite. Cette transition d'état magnétique a lieu pour une nuance à une température donnée, appelée température de Néel T_N. Les alliages Fe-Mn-C ont la particularité d'avoir une température de Néel supérieure à la température ambiante pour une grande gamme de composition chimique. C'est pourquoi nous avons adjoint un terme supplémentaire d'origine magnétique au modèle purement chimique.

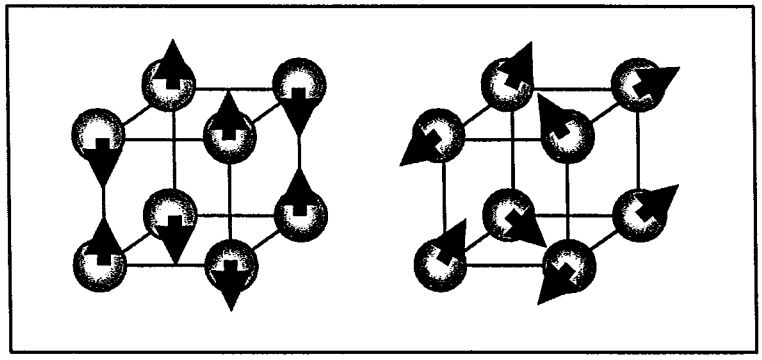
Après une brève présentation de la transition magnétique de Néel, une formule empirique de prévision de la température de Néel T_N sera proposée dans le système Fe-Mn-C, basée sur une étude bibliographique. La prévision des mécanismes de déformation nécessite la connaissance de l'EDE, comme l'a montré la partie précédente. D'un point de vue thermochimique, elle dépend linéairement de l'enthalpie libre de transformation $\gamma \rightarrow \epsilon$. L'enjeu consiste donc à évaluer cette enthalpie. À partir des données thermochimiques de la littérature, et à partir de corrélations obtenues sur les températures de transformation E_s, une modélisation

thermochimique complète intégrant des termes d'origine magnétique a été développée et paramétrée. Le dernier paramètre manquant pour faire correspondre l'EDE et les mécanismes de déformation est l'énergie d'interface γ / ϵ. Elle a été déterminée en utilisant les résultats de la littérature sur l'occurrence de ces mécanismes.

Le modèle final a permis de reproduire la majorité des résultats expérimentaux de la littérature concernant à la fois la thermochimie des alliages Fe-Mn-C et l'apparition de leurs mécanismes de déformation.

I.3.1. Transition antiferromagnétique / paramagnétique de l'austénite

L'état antiferromagnétique de l'austénite correspond à une aimantation spontanée nulle, avec un réseau d'atome présentant des spins proches voisins qui se compensent exactement. Les atomes plus proches voisins ont donc des spins antiparallèles à cause d'une énergie d'échange négative. C'est un état magnétique ordonné de basse température ($T < T_N$). Par contre, l'état paramagnétique de haute température ($T > T_N$) correspond à un état désordonné des spins en l'absence de champ magnétique appliqué. Schématiquement sur un réseau cubique simple, on peut représenter l'orientation des spins dans les deux états de la manière suivante :



(a) *(b)*

Figure I.13 : Orientation schématique des spins des atomes d'un réseau cubique (a) dans un état ordonné antiferromagnétique de basse température selon des directions [001] et (b) dans un état désordonné de haute température

La susceptibilité magnétique de l'alliage diminue après être passée par un maximum à T_N. L'existence de ce maximum permet d'ailleurs de reconnaître un matériau antiferromagnétique (cf. § II.4.4.1., page 71). Pour plus de détails, on se reportera à des ouvrages spécialisés de physique du solide tels que [Brousseau 92].

I.3.1.1. Cas des alliages binaires Fe-Mn riches en Fe

Une synthèse des résultats expérimentaux et théoriques a déjà été réalisée par Rémy [Rémy 75j]. Dans le cas des alliages binaires Fe-Mn riches en Fe (0 à 30 % de Mn), les spins sont alignés selon les directions <001> de la maille, antiparallèles deux par deux. Pour des teneurs plus élevées, les spins s'orientent suivant des directions <111>.

Plusieurs modèles empiriques de prévision de la température de Néel sont proposés dans la littérature :

$$T_N = 251 + 6{,}81 x_{Mn} \text{ d'après [Zhang } et\ al. \text{ 02]} \quad \text{(I.14)}$$

$$T_N = 110(1 - x_{Mn}) + 540 x_{Mn} + 900 x_{Mn}(1 - x_{Mn}) \text{ d'après [Miodownik 98]} \quad \text{(I.15)}$$

$$T_N = 67(1 - x_{Mn}) + 540 x_{Mn} + (761 + 689(1 - 2x_{Mn}))x_{Mn}(1 - x_{Mn}) \text{ d'après [Huang 89]} \quad \text{(I.16)}$$

avec T_N en K et x_{Mn} la fraction atomique de manganèse. Ces modèles montrent que la température de transition augmente avec la teneur en manganèse. Cette température passe expérimentalement par un maximum (500 K) pour 50 % de manganèse.

Un formalisme empirique a été envisagé dans le cadre de cette étude pour tenir compte au mieux des résultats expérimentaux sur l'alliage ternaire. Le paramétrage de la fonction a été obtenu par la méthode des moindres carrés à partir des résultats expérimentaux de la revue bibliographique de Rémy [Rémy 75j] :

$$T_N = 669{,}27(1 - exp(-5{,}46 x_{Mn})) - 109 \text{ d'après cette étude} \quad \text{(I.17)}$$

Notre modèle, par la suite appelé empirique, est valable dans le domaine 15 % at $< x_{Mn} <$ 45 % at. Les résultats des différents modèles sont représentés sur la figure I.14 ainsi que les résultats expérimentaux sur lesquels ont été calés les paramètres de notre modèle empirique.

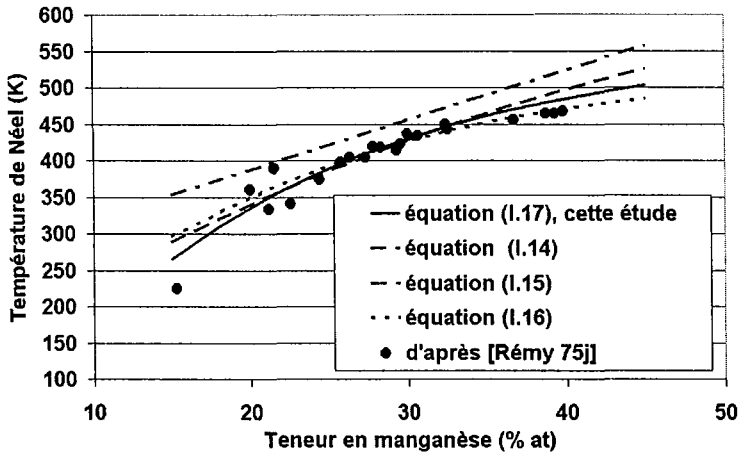


Figure I.14 : évolution de la température de Néel en fonction du pourcentage atomique en manganèse selon l'équation (I.17) et différents auteurs [Zhang et al. 02][Miodownik 98][Huang 89]. Les résultats expérimentaux sont représentés par des points [Rémy 75j].

I.3.1.2. Cas de l'alliage ternaire Fe-Mn-C

Les résultats expérimentaux ont montré que l'adjonction de carbone en insertion diminue la température de Néel de l'alliage à composition équivalente en manganèse, et que l'effet du carbone augmente avec la diminution de la teneur en manganèse. La formulation empirique précédente a été modifiée afin de tenir compte de cet effet et les nouveaux paramètres ont été identifiés à partir de résultats expérimentaux précédents et de ceux de Zhang *et al.* [Zhang *et al.* 02]. La fonction obtenue s'écrit :

$$T_N = 669{,}27\left(1 - exp\left(-5{,}46x_{Mn}\right)\right) - 2408x_C\left(1 - x_{Mn} - x_C\right) - 109 \text{ d'après cette étude} \quad \text{(I.18)}$$

avec x_C la fraction atomique de carbone. La figure I.15 représente l'évolution prévue de T_N en fonction de la teneur atomique en manganèse pour différentes teneurs atomiques en carbone, respectivement 0 % (binaire), 1 %, 2,7 % et 5 %. La teneur de 2,7 % correspond à l'alliage de notre étude (22 % Mn, 0,6 % C en masse) sur lequel nous avons effectué la mesure de susceptibilité magnétique.

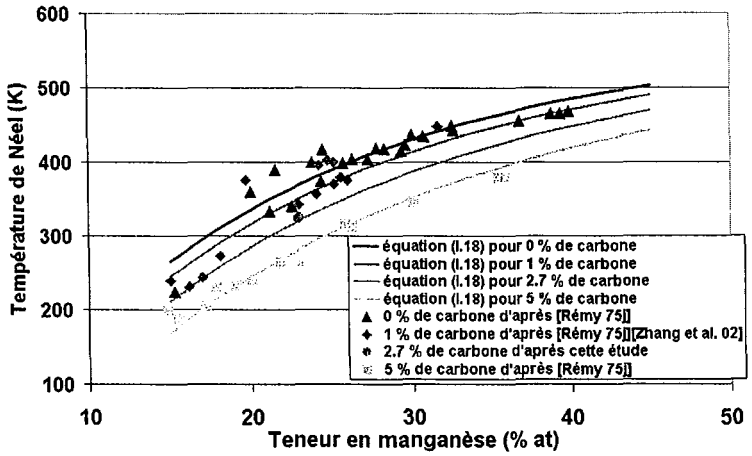


Figure I.15 : (a) évolution de la température de Néel en fonction de la teneur en manganèse (% at) pour différentes teneurs en carbone (% at). Les points représentent les mesures expérimentales disponibles dans la littérature [Rémy 75j][Zhang et al. 02], et les courbes la relation (I.18).

Compte tenu des différents résultats expérimentaux disponibles sur des nuances Fe-Mn-C-Al-Si-Cr, nous avons étendu le champ d'application de notre loi empirique en ajoutant les contributions des éléments possibles d'alliages Al, Si et Cr [Chen *et al.* 99][Wu & Hsu 00]. Les nouveaux paramètres de la fonction ont été calés par la méthode des moindres carrés sur l'ensemble des résultats expérimentaux (94 valeurs) sans modifier les termes valables pour l'alliage ternaire. Finalement, l'évolution de T_N (K) en fonction des teneurs atomiques des différents éléments d'alliage peut s'écrire :

$$T_N = 669{,}27\left(1-\exp\left(-5{,}46x_{Mn}\right)\right) - 2408x_C\left(1-x_{Mn}-x_C\right) - 1300x_{Si} - 621x_{Al} - 256x_{Cr} - 109 \quad \text{(I.19)}$$

Le coefficient de corrélation de Pearson entre les valeurs modélisées et les valeurs expérimentales est de 0,96, proche de 1. La validité de cette loi est réduite aux domaines suivants (composition des alliages expérimentaux de la littérature) : $15\ \% < x_{Mn} < 40\ \%$, $x_C < 5\ \%$, $x_{Si} < 12\ \%$, $x_{Al} < 10\ \%$, $x_{Cr} < 7.5\ \%$.

I.3.2. Enthalpie libre de transformation γ → ϵ

I.3.2.1. Alliage binaire Fe-Mn

L'enthalpie libre d'une phase ϕ (dans ce cas soit γ, soit ϵ) s'exprime selon la loi des solutions régulières [Baruj *et al.* 96] :

$$G^{\varphi} = x_{Fe}{}^{0}G^{\varphi}_{Fe} + x_{Mn}{}^{0}G^{\varphi}_{Mn} + RT\left(x_{Fe}ln\left(x_{Fe}\right) + x_{Mn}ln\left(x_{Mn}\right)\right) + {}^{E}G^{\varphi}_{m} + G^{\varphi}_{mg} \quad \text{(I.20)}$$

avec x_i et ${}^0G_i^\varphi$ la fraction molaire et l'enthalpie libre molaire du corps pur i dans les conditions standards, T la température, R la constante des gaz parfaits, ${}^EG_m^\varphi$ l'enthalpie libre molaire de mélange en excès, et G_{mg}^φ l'enthalpie libre molaire d'origine magnétique.

La composition étant conservée durant la transformation martensitique, l'enthalpie libre de transformation s'écrit comme la différence entre les enthalpies libres de deux phases :

$$\Delta G^{\gamma\to\epsilon} = x_{Fe}\left({}^0G_{Fe}^{\epsilon} - {}^0G_{Fe}^{\gamma}\right) + x_{Mn}\left({}^0G_{Mn}^{\epsilon} - {}^0G_{Mn}^{\gamma}\right) + \left({}^EG_m^{\epsilon} - {}^EG_m^{\gamma}\right) + \left(G_{mg}^{\epsilon} - G_{mg}^{\gamma}\right) \qquad \text{(I.21)}$$

Pour simplifier les notations, l'équation (I.21) peut s'écrire sous la forme suivante :

$$\Delta G^{\gamma\to\epsilon} = x_{Fe}\Delta G_{Fe}^{\gamma\to\epsilon} + x_{Mn}\Delta G_{Mn}^{\gamma\to\epsilon} + x_{Fe}x_{Mn}\Delta G_{FeMn}^{\gamma\to\epsilon} + \Delta G_{mg}^{\gamma\to\epsilon} \qquad \text{(I.22)}$$

Selon le modèle sub-régulier de Redlich-Kister [Baruj *et al.* 96][Li & Hsu 97][Miettinen 01] [Huang 89], le terme d'excès peut se mettre sous la forme :

$${}^EG_m^\varphi = x_{Fe}x_{Mn}\left({}^0L^\varphi + {}^1L^\varphi\left(x_{Fe} - x_{Mn}\right)\right) \qquad \text{(I.23)}$$

avec ${}^0L^\varphi$ et ${}^1L^\varphi$ deux constantes (cf. tableau I.1). Le terme de mélange est donc donné par :

$$\Delta G_{FeMn}^{\gamma\to\epsilon} = \left({}^0L^{\epsilon} - {}^0L^{\gamma}\right) + \left({}^1L^{\epsilon} - {}^1L^{\gamma}\right)\left(x_{Fe} - x_{Mn}\right) \qquad \text{(I.24)}$$

${}^0L^\varphi$ et ${}^1L^\varphi$ sont considérées constantes pour les deux phases et servent de paramètres d'ajustement, à l'instar du modèle de Cotes *et al.* [Cotes al. 98].

Les deux phases γ et ϵ sont antiferromagnétiques et possèdent des températures de Néel propres. Dans les deux cas, d'après un formalisme proposé par Inden [Hillert & Jarl 78] et repris par de nombreux auteurs dans le cas des alliages binaires Fe-Mn [Miodownik 98][Cotes *et al.* 98][Baruj *et al.* 96], la contribution d'origine magnétique s'écrit :

$$G_{mg}^\varphi = RT\ln\left(\beta^\varphi + 1\right)f^\varphi\left(\tau^\varphi\right) \qquad \text{(I.25)}$$

avec β^ϕ le moment magnétique (exprimé en μ_B, magnéton de Bohr), f^ϕ une fonction d'interpolation empirique proposée par Hillert et Jarl [Hillert & Jarl 78][Miodownik 98] dépendant uniquement de la cristallographie et τ^ϕ la température réduite vis-à-vis de la température de Néel de la phase ϕ :

$$\tau^{\varphi} = \frac{T}{T_N^{\varphi}} \tag{I.26}$$

La température de transition magnétique T_N^{φ} de la phase ϕ dépend uniquement de la composition de l'alliage.

La formulation du moment magnétique de la phase γ est empirique et fait intervenir un paramètre libre. Cotes *et al.* ont proposé d'écrire [Cotes *et al.* 98][Cotes *et al.* 95] :

$$\beta^{\gamma} = \beta_{Fe} x_{Fe} + \beta_{Mn} x_{Mn} - \beta_{FeMn} x_{Fe} x_{Mn} \tag{I.27}$$

Avec β_{Fe} et β_{Mn} les termes valables pour les corps purs proposés par Huang [Huang 89] et β_{FeMn} le terme d'interaction servant de paramètre d'ajustement. Cotes *et al.* trouvent une valeur de β_{FeMn} proche de 1, mais nous avons choisi 0,64 car cette valeur permet une meilleure corrélation avec les résultats expérimentaux. Pour Miodownik [Miodownik 98], ces valeurs sont trop faibles par rapport aux mesures expérimentales de moments magnétiques et le sens de variation de l'équation (I.27) est contraire à une augmentation de la température de Néel avec la teneur en manganèse. Le sens de variation de cette fonction est aussi contraire à l'augmentation du moment magnétique moyen dans le domaine [0 %, 30 %] de manganèse relevé par Rémy. Ce formalisme empirique a cependant été retenu pour des raisons de simplicité et de cohérence avec les autres résultats expérimentaux.

La nature antiferromagnétique de la phase ϵ a été introduite en utilisant les valeurs de T_N^{ϵ} et β^{ϵ} proposées par Huang [Huang 89], qui sont proportionnelles à la fraction atomique de manganèse. La température de Néel est nettement inférieure à la température ambiante, ce qui explique pourquoi la plupart des auteurs ont pu négliger cette contribution [Miodownik 98].

La fonction f^{ϕ} est définie de la façon suivante [Li & Hsu 97] :

$$\begin{aligned} &\text{Si } \tau^{\phi} \leq 1 \text{ alors } f^{\varphi}\left(\tau^{\varphi}\right) = 1 - \frac{1}{D_{mg}}\left\{\frac{79\,\tau^{\varphi-1}}{140\,p_{mg}} + \frac{474}{497}\left[\frac{1}{p_{mg}} - 1\right]\left[\frac{\tau^{\varphi 3}}{6} + \frac{\tau^{\varphi 9}}{135} + \frac{\tau^{\varphi 15}}{600}\right]\right\} \\ &\text{Si } \tau^{\phi} > 1 \text{ alors } f^{\varphi}\left(\tau^{\varphi}\right) = -\frac{1}{D_{mg}}\left[\frac{\tau^{\varphi-5}}{10} + \frac{\tau^{\varphi-15}}{315} + \frac{\tau^{\varphi-25}}{1500}\right] \end{aligned} \tag{I.28}$$

avec $p_{mg} = 0{,}28$ et $D_{mg} = 2{,}34$ pour les deux phases compactes γ ou ϵ.

Le point crucial de ce type de modélisation, généralement admis dans la littérature, est le choix des données thermodynamiques et magnétiques utilisées.

I.3.2.2. Choix des données thermochimiques et magnétiques et paramétrage

Les données concernant les éléments purs sont tirées d'études menées par le SGTE (Scientific Group Thermodata Europe) [Saunders *et al.* 88][Huang 89][Dinsdale 91]. Ces données permettent de retrouver l'ensemble du diagramme de phase comme l'a montré Huang. Le jeu de données thermochimiques de Kaufman [Breedis & Kaufman 71][Stepakoff & Kaufman 68] n'a pas été retenu car il prévoit une variation trop rapide de l'EDE avec la température, il intègre implicitement une contribution magnétique et conduit à un maximum de la température de transformation pour une teneur de 15 %, en manganèse non observé expérimentalement comme le montre la figure I.2.

À partir de ces données, le modèle a été corrélé à l'ensemble des résultats expérimentaux sur les températures de transformations martensitiques E_s et A_s déjà présentés sur la figure I.3 (cf. § I.1.1.2., page 17). La relation entre les températures de transformation E_s et A_s et l'enthalpie libre a été abordée au § I.1.1.3., page 19. Elles sont définies par :

$$\begin{aligned} \Delta G^{\gamma\rightarrow\epsilon} &= \Delta G^{*}_{Es} \text{ à } T = E_s \\ \Delta G^{\gamma\rightarrow\epsilon} &= \Delta G^{*}_{As} \text{ à } T = A_s \end{aligned} \qquad \text{(I.29)}$$

Les résistances à la transformation ΔG_{Es}* et ΔG_{As}* sont supposées constantes et sont des paramètres d'ajustement du modèle.

L'ensemble des valeurs utilisées dans le modèle est résumé dans le tableau I.1. Parmi ces données, les paramètres utilisés pour ajuster le modèle sur les résultats expérimentaux de A_s et E_s ont été soulignés.

Terme	Fonction retenue (unités)	Références bibliographiques associées pour le formalisme ou les valeurs numériques
$\Delta G_{Fe}^{\gamma\to\epsilon}$	$-2243,38 + 4,309\ T$ (J.mol^{-1})	[Dinsdale 91][Li & Hsu 97]
$\Delta G_{Mn}^{\gamma\to\epsilon}$	$-1000,00 + 1,123\ T$ (J.mol^{-1})	[Dinsdale 91]
$\Delta G_{FeMn}^{\gamma\to\epsilon}$	$\underline{2873} - \underline{717}\ (x_{Fe} - x_{Mn})$ (J.mol^{-1})	[Huang 89][Baruj *et al.* 96]
β^{γ}	$0,7\ x_{Fe} + 0,62\ x_{Mn} - \underline{0,64}\ x_{Fe}x_{Mn}$ (en μ_B)	[Huang 89][Cotes *et al.* 95]
β^{ϵ}	$0,62\ x_{Mn}$ (en μ_B)	[Huang 89]
T_N^{γ}	$669,27\ (1 - exp(-5,46\ x_{Mn})) - 109$ (K)	Cette étude, équation (I.17), § I.3.1.1.
T_N^{ϵ}	$580\ x_{Mn}$ (K)	[Huang 89]
ΔG_{Es}*	-100 (J.mol^{-1})	[Miodownik 98][Cotes *et al.* 98]
ΔG_{As}*	$\underline{80}$ (J.mol^{-1})	[Miodownik 98][Cotes *et al.* 98]

Tableau I.1 : fonctions et valeurs numériques utilisées pour la modélisation.

Le résultat de notre modèle empirique de T_N^{γ} est en particulier utilisé pour calculer le terme magnétique via f^{γ}.

Les valeurs numériques obtenues pour le terme de mélange $\Delta G_{FeMn}^{\gamma\to\epsilon}$ sont très proches de celles proposées par Baruj *et al.* [Baruj *et al.* 96] ou Huang [Huang 89], de par l'utilisation du même jeu de données pour le fer et le manganèse. Les valeurs des résistances à la transformation reportées dans le tableau permettent de tracer l'évolution des températures de transformations A_s et E_s en fonction de la teneur en manganèse (cf. figure I.16). Les comportements linéaires proposés par Cotes et par Lee ont été rappelés dans le domaine paramagnétique. Les résultats du modèle sont en très bon accord avec les résultats expérimentaux de la littérature.

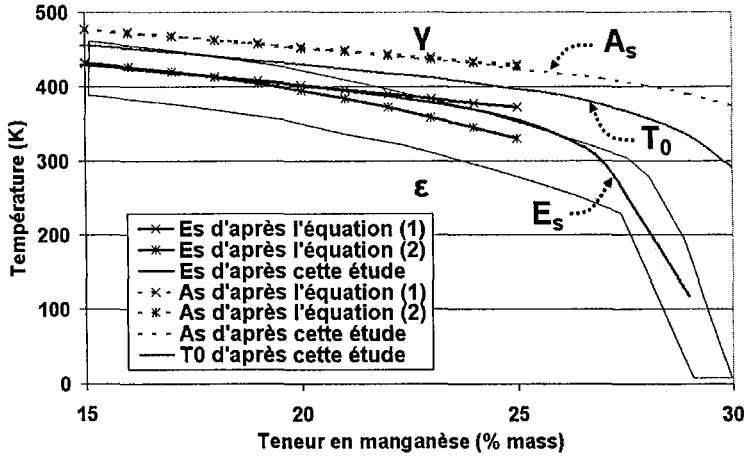


Figure I.16 : Évolution des températures de transformations martensitiques thermiques E_s et A_s pour l'alliage binaire en fonction de la teneur en manganèse suivant le modèle. La figure I.3 est rappelée pour la comparaison avec les résultats expérimentaux. La température T_0 pour laquelle $\Delta G^{\gamma\to\epsilon} = 0$ est également représentée.

I.3.2.3. Alliage ternaire Fe-Mn-C

Dans le cas de l'alliage ternaire, nous avons modélisé l'enthalpie libre de transformation $\gamma \to \epsilon$ en ajoutant une perturbation due au carbone. Cette contribution est une fonction de la composition. La plupart des auteurs ajoutent une contribution du carbone sous la forme d'un nouvel élément en substitution alors que le carbone est en insertion. L'enthalpie libre décrite par l'équation (I.22) est donc modifiée pour tenir compte de ce nouvel élément en insertion :

$$\begin{aligned} \Delta G^{\gamma\to\epsilon} &= x_{Fe}\Delta G_{Fe}^{\gamma\to\epsilon} + x_{Mn}\Delta G_{Mn}^{\gamma\to\epsilon} + \\ &+ x_{Fe}x_{Mn}\Delta G_{FeMn}^{\gamma\to\epsilon} + \Delta G_{mg}^{\gamma\to\epsilon} + x_C\Delta G_{FeMnC}^{\gamma\to\epsilon} \end{aligned} \qquad \text{(I.30)}$$

Avec $\Delta G_{FeMnC}^{\gamma\to\epsilon}$ une fonction empirique de la composition. La nature gammagène du carbone impose que ce terme soit positif. Le terme d'origine magnétique $\Delta G_{mg}^{\gamma\to\epsilon}$ est également modifié par l'ajout de carbone au travers de la variation de T_N^{γ} et du moment magnétique.

Il est à noter l'absence de données concernant les interactions du carbone en insertion avec le fer et le manganèse dans les phases ϵ et γ des alliages Fe-Mn-C dans la littérature. À partir de la valeur du terme d'interaction fer carbone seul $\Delta G_{FeC}^{\gamma\to\epsilon}$ proposée par Adler (environ 45 kJ.mol^{-1}), Yang et Wan [Yang & Wan 90] ont utilisé une technique indirecte initialement proposée par Ishida [Ishida & Nishizawa 74] pour déterminer la différence d'enthalpie libre du carbone $\Delta G_C^{\gamma\to\epsilon}$, la signification physique de ce terme restant à préciser. Le terme d'interaction manganèse carbone seul est négligé par ces auteurs malgré une forte affinité du manganèse et du carbone qui forment des dipôles Mn-C [Adler *et al.* 86]. Cette méthode a toutefois été utilisée dans le cadre de cette étude [Allain *et al.* 04a] mais les résultats sont

décevants pour décrire au mieux l'évolution des températures de transformations martensitiques.

Ainsi, les résultats expérimentaux de la littérature dont nous disposions nous ont conduits à proposer une formulation empirique pour traduire les effets de l'ajout de carbone en insertion dans l'alliage. À teneur en manganèse constante, l'ajout de carbone stabilise l'austénite, et E_s diminue en conséquence. Cependant au-dessus de 0,3 % de carbone en masse, une saturation de cet effet est observée. C'est pourquoi la fonction suivante est proposée :

$$\Delta G^{\gamma\to\epsilon}_{FeMnC} = \frac{a_C\left(1-exp\left(-b_C x_C\right)\right)}{x_C} + c_C x_{Mn} \tag{I.31}$$

avec a_C, b_C, c_C des constantes empiriques, c_C et a_C ayant la dimension d'une enthalpie molaire. Pour de faibles teneurs en carbone, sa contribution est donnée par :

$$\Delta G^{\gamma\to\epsilon}_{FeMnC} = a_C b_C + c_C x_{Mn} \tag{I.32}$$

Les moments magnétiques de l'austénite et de la martensite subissent aussi une perturbation due au carbone. La température de Néel décroît avec l'augmentation de la teneur en carbone (cf. équation (I.18)) et le moment magnétique doit varier dans le même sens [Miodownik 98]. La contribution du carbone doit donc être négative. Nous avons ajouté une contribution aux expressions proposées par Cotes et Huang pour le binaire, identique pour les deux phases :

$$\begin{aligned} \beta^{\gamma} &= \beta_{Fe}x_{Fe} + \beta_{Mn}x_{Mn} - \beta_{FeMn}x_{Fe}x_{Mn} - \beta_C x_C \\ \beta^{\epsilon} &= \beta^{\epsilon}_{Mn}x_{Mn} - \beta_C x_C \end{aligned} \tag{33}$$

La modification des paramètres liés au comportement magnétique pour traduire l'ajout de carbone est l'une des originalités de notre modèle.

Les valeurs des paramètres donnant la meilleure corrélation avec les résultats expérimentaux sont reportées dans le tableau I.2. Les autres paramètres sont ceux du tableau I.1, l'équation (I.17) étant remplacée par l'équation (I.18) pour tenir compte de l'effet du carbone sur T_N^{γ}.

Terme	Fonctions retenues
a_C	*1246* (J.mol^{-1})
b_C	*24,29*
c_C	*-17175* (J.mol^{-1})
β_C	*4* (en μ_B)

Tableau I.2 : Valeurs numériques utilisées pour décrire l'ajout de carbone dans les équations (I.30) à (I.33).

Les valeurs des paramètres empiriques restent compatibles avec les données de la littérature pour de faibles teneurs en carbone. Le produit $a_C.b_C$ = 30 kJ.mol^{-1} de l'équation (I.32) est du même ordre de grandeur que la valeur de Adler de 45 kJ.mol^{-1} pour l'interaction fer / carbone, et $c_C + a_C.b_C$ = 13 kJ.mol^{-1} est à comparer avec le terme d'interaction MnC de l'ordre de 20 kJ.mol^{-1} obtenu en appliquant la méthode d'Ishida [Allain *et al.* 04].

L'évolution de E_s avec la composition de l'alliage a été représentée sur la figure I.17. Les données expérimentales proviennent de nombreuses sources et sont issues de différentes techniques expérimentales ce qui explique dans une certaine mesure leur dispersion [Ishida & Nishizawa 74][Schumann 72][Rémy 75b][Baik *et al.* 97][Jun & Choi 98][Lee *et al.* 96]. La forme de cette nappe est à comparer avec celle proposée dans l'article original de Schumann [Schumann 72]. La forme globale et les ordres de grandeurs sont identiques mais le tracé de Schumann ne rend ni compte du changement rapide de comportement à la transition magnétique (aux fortes teneurs en manganèse), ni de la saturation quand la teneur en carbone augmente (la nappe doit être concave à teneur en manganèse fixée).

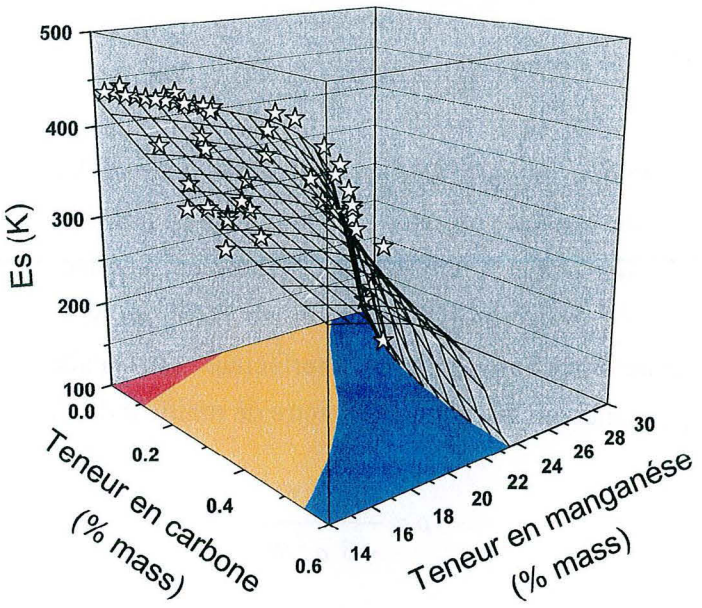


Figure I.17 : Évolution de la température E_s en fonction de la teneur en manganèse et en carbone. La nappe représente les résultats du modèle avec une résistance à la transformation de $\Delta G_{Es}^* = -100\ J.mol^{-1}$. Les étoiles indiquent les résultats expérimentaux issus de la littérature [Ishida & Nishizawa 74][Schumann 72][Rémy 75b][Baik et al. 97][Jun & Choi 98][Lee et al. 96].

L'étude bibliographique des différentes modélisations de l'enthalpie libre de transformation $\gamma \rightarrow \varepsilon$ a permis de formaliser le calcul de cette quantité, en introduisant distinctement les différentes contributions chimiques et magnétiques, et ce pour les trois éléments de l'alliage. Les contributions du carbone en insertion ont été interprétées comme des perturbations du modèle pour l'alliage binaire Fe-Mn. Le paramétrage du modèle est réalisé par corrélation avec les valeurs de E_s et A_s de la littérature. Le très bon accord obtenu sur la figure I.17 appuie le formalisme.

I.3.3. Modélisation de l'EDE

I.3.3.1. Relation entre l'EDE et la stabilité thermique de l'austénite

Comme l'avait proposé Hirth pour la première fois [Hirth 70], nous réutilisons le formalisme adopté par de nombreux auteurs [Olson & Cohen 76a][Ferreira & Müllner 98][Miodownik 98][Blanc 90][Lee & Choi 00] en supposant que l'EDE intrinsèque Γ_i, par la suite notée simplement Γ, correspond à l'énergie stockée dans une plaquette de martensite ε de deux épaisseurs atomiques. L'énergie élastique stockée induite par les deux dislocations partielles bordant la faute est négligée mais le calcul de cette contribution pourra être trouvé dans [Ferreira & Müllner 98]. L'EDE peut donc être évaluée connaissant l'enthalpie libre de formation de martensite ε à partir de la phase austénitique γ :

$$\Gamma = 2\rho\, \Delta G^{\gamma\rightarrow\epsilon} + 2\sigma^{\gamma/\epsilon} \tag{I.34}$$

avec ρ la densité surfacique molaire, $\Delta G^{\gamma\rightarrow\epsilon}$ l'enthalpie libre molaire de la transformation $\gamma\rightarrow\epsilon$ donnée par notre modèle présenté au paragraphe précédent et $\sigma^{\gamma/\epsilon}$ l'énergie de l'interface γ/ϵ. Ce dernier terme a une valeur couramment admise comprise entre 5 et 15 $mJ.m^{-2}$ pour les métaux de transition [Olson & Cohen 76a][Lee & Choi 00] et correspond à une résistance à la transformation d'origine interfaciale. La densité surfacique molaire se détermine géométriquement connaissant le paramètre de maille a de l'alliage CFC :

$$\rho = \frac{4}{\sqrt{3}}\frac{1}{a^2 \mathcal{N}} \tag{I.35}$$

avec $\mathcal{N}$ le nombre d'Avogadro.

I.3.3.2. Paramètre de maille de la phase austénitique Fe-Mn-C

Dans le domaine de composition étudié, Ono *et al.* [Ono *et al.* 98] ont mesuré l'évolution du paramètre de maille de l'austénite pour différentes teneurs en carbone de l'alliage (cf. figure I.18).

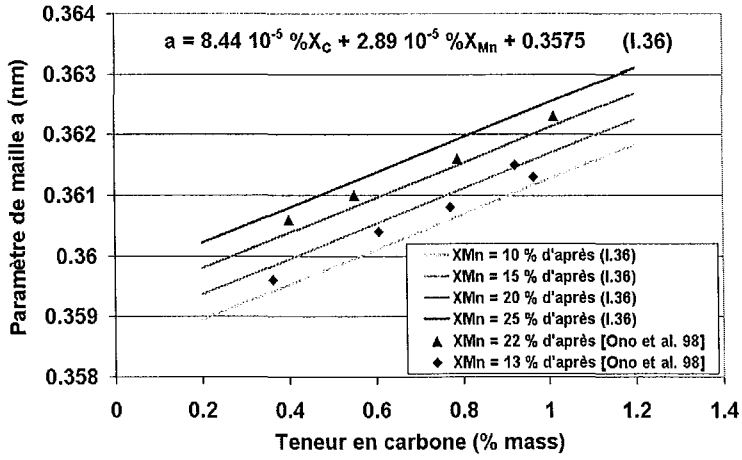


Figure I.18 : Évolution du paramètre de maille avec la teneur massique en carbone à température ambiante pour différentes teneurs en manganèse. Les points représentent les mesures expérimentales de Ono et al. [Ono et al. 98] et les droites les résultats de la modélisation par une loi bilinéaire.

Les mesures expérimentales proposées ont été corrélées avec une loi bilinéaire en fonction de la teneur en manganèse et en carbone à l'aide de la méthode des moindres carrés :

$$a = 8{,}44\ 10^{-5}\ \%X_{Mn} + 2{,}89\ 10^{-5}\ \%X_C + 0{,}3575 \tag{I.36}$$

avec a en nm et $\%X_{Mn}$ et $\%X_C$ les pourcentages massiques de manganèse et de carbone respectivement. Afin de simplifier les calculs, une valeur moyenne de 0,361 nm a été retenue dans le reste de l'étude.

I.3.3.3. Validation du modèle : mécanismes de déformation en fonction de l'EDE

L'énergie d'interface $\sigma^{\gamma\epsilon}$ est le dernier paramètre indéterminé de la modélisation dans l'équation (I.34). Le modèle a donc été appliqué dans un premier temps sans cette constante à différents alliages décrits dans la littérature. Les mécanismes de déformation ont été caractérisés à différentes températures par les auteurs respectifs. Cette simulation des EDE montre qu'une transformation martensitique ϵ n'a lieu au cours de la déformation que si l'EDE est inférieure à une valeur arbitraire, le terme d'interface n'ayant pas été déterminé. Ce résultat confirme le lien entre l'EDE et l'occurrence des mécanismes de déformation.

D'un autre coté, Rémy a montré que la transformation martensitique athermique se produit dans un alliage Co-Ni austénitique si l'EDE est inférieure à 16 (+/-3) $mJ.m^{-2}$. Son étude bibliographique a montré que le maclage pouvait être activé si l'EDE normalisée Γ^* est comprise entre 1.5 10^{-3} et 6 10^{-3} selon les alliages ou les métaux purs CFC considérés et les niveaux de contrainte atteints, ce qui correspond à une gamme de 15 à 60 $mJ.m^{-2}$ pour notre alliage.

Pour faire correspondre ces deux résultats, l'énergie d'interface a été choisie égale à 8 $mJ.m^{-2}$, dans l'intervalle [5, 15] $mJ.m^{-2}$ pour les métaux de transition. La figure I.19 montre les EDE simulées pour différents alliages Fe-Mn-C de la littérature d'après [1][Tomota *et al.* 86][Choi *et al.* 99][Tomota *et al.* 98][Shun *et al.* 92]. Les mécanismes de déformation observés sont reportés sur chaque courbe.

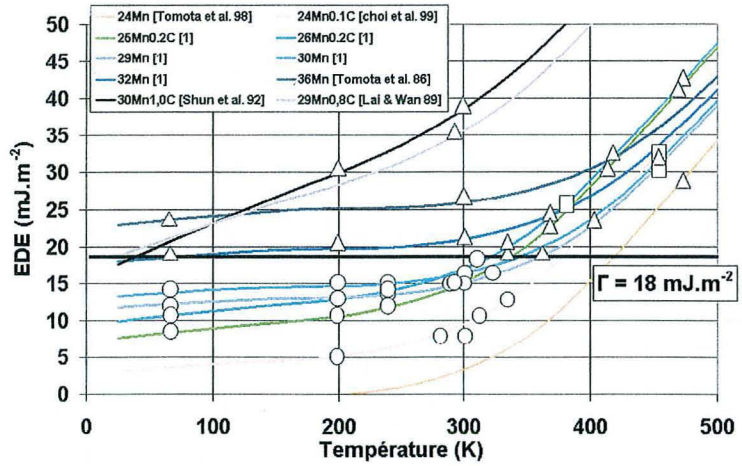


Figure I.19 : Modélisation de l'EDE en fonction de la température pour des compositions correspondant aux alliages étudiés par différents auteurs [1][Tomota et al. 86][Choi et al. 99][Tomota et al. 98][Shun et al. 92]. Les différents symboles représentant les mécanismes de déformation observés par les auteurs ont été reportés le long des courbes. La valeur seuil de transition entre le maclage et la transformation martensitiques ε est d'environ 18 mJ.m^{-2}. (□ : glissement seul, Δ : maclage mécanique + glissement, ○ : transformation martensitique ε + glissement).

L'EDE au-dessous de laquelle le matériau est susceptible de subir une transformation martensitique ε au cours de la déformation est appelée Γ_d. En prenant $\sigma^{\gamma/\varepsilon}$ = 8 mJ.m^{-2}, nous obtenons Γ_d = 18 mJ.m^{-2}. Pour une composition d'alliage donnée, cette valeur inhérente aux alliages Fe-Mn-C permet de déterminer la température E_d au-dessous de laquelle la martensite mécanique est susceptible d'apparaître au cours de la déformation, définie par :

$$\Gamma = \Gamma_d \text{ à } T = E_d \tag{I.37}$$

où E_d est mesurable expérimentalement et est caractéristique d'une composition d'alliage au même titre que E_s par exemple. Le domaine d'occurrence du maclage est défini de façon moins nette. Les alliages présentant une absence de maclage sur la figure I.19 au-dessus de Γ_d sont des alliages binaires riches en manganèse. Cette divergence est explicable en terme d'EDE normalisée et de contrainte d'écoulement (cf. § III.3.2.2., page 109).

Afin de confirmer l'approche, la figure I.20 représente l'EDE à 300 K en fonction de la composition. Les droites proposées par Schumann pour décrire l'apparition de martensites d'origine thermique ou athermique ont été représentées. Les iso-EDE suivent bien les droites proposées par Schumann. Un léger changement de comportement apparaît à la frontière entre les compositions antiferro- / paramagnétiques à température ambiante. La martensite d'origine mécanique apparaît si l'EDE est inférieure à 20 mJ.m^{-2} [Hong & Han 95]. Ce résultat montre la bonne adéquation du modèle pour capter les variations réelles de l'EDE en fonction de la

température (cf. figure I.19) et de la composition (cf. figure I.20). Il permet de situer l'EDE critique Γ_d aux alentours de 18 mJ.m^{-2} et permet de retrouver la valeur de 23 mJ.m^{-2} proposée par Karaman *et al.* pour un acier Hadfield Fe12Mn1,1C [Karaman *et al.* 00b].

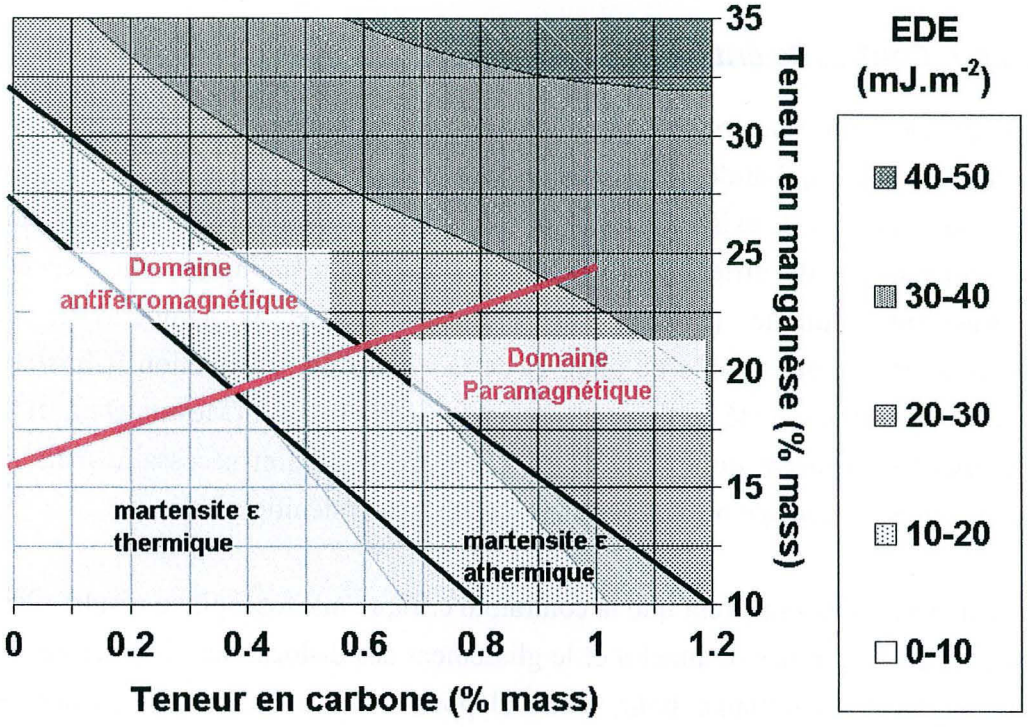


Figure I.20 : Cartographie des iso-EFE en fonction des teneurs en manganèse et en carbone à 300 K. Les iso-EFE suivent les droites proposées par Schumann pour décrire les transformations martensitiques ε thermique et mécanique.

En conclusion, cette étude bibliographique a permis de montrer que les transitions entre les mécanismes de déformation des alliages Fe-Mn-C pouvaient s'interpréter en terme d'EDE. Un modèle de calcul de cette EDE a été formulé et paramétré sur un grand nombre de résultats expérimentaux. Le modèle prévoit les transitions aux valeurs d'EDE suivantes :

Γ < 18 (+/-2) mJ.m^{-2} : martensite ε + glissement de dislocations

18 (+/-2) mJ.m^{-2} < Γ < 50 mJ.m^{-2} : maclage mécanique + glissement de dislocations

Γ > 50 mJ.m^{-2} : glissement de dislocations uniquement

I.3.4. Discussion

L'apparition des différents mécanismes au cours de la déformation est conditionnée par la valeur de l'EDE, même si cette approche reste qualitative car la formation des macles ou de martensite ε est également régie par des mécanismes de germination qui dépendent de la microstructure et de la taille de grain [Lee & Choi 00a][Lee & Choi 00b], de la contrainte

locale et de la déformation [Byun 03]. La formation des macles fait en particulier intervenir la notion de contrainte critique de maclage et la formation de martensite dépend de l'état de déformation plastique de l'alliage.

I.3.4.1. Contrainte critique de maclage

La plupart des auteurs de la littérature ont remarqué que les macles mécaniques n'apparaissaient qu'au-dessus d'une certaine contrainte critique durant la déformation des matériaux étudiés. L'existence de cette valeur seuil a été observée dans les monocristaux et les polycristaux de différents corps purs et alliages métalliques. Elle dépend du type de chargement appliqué (traction ou compression), de la température, de l'état de prédéformation, de la taille de grain et de la vitesse de déformation [Christian & Mahajan 95c]. Une synthèse a été publiée récemment par Meyers *et al.* [Meyers *et al.* 01]. Ces diverses expériences montrent qu'une faible EDE est une condition nécessaire mais non suffisante pour activer le maclage mécanique dans les alliages austénitiques.

Ces dépendances suggèrent que la contrainte critique macroscopique résulte d'une interaction forte entre les germes de macles et le glissement des dislocations. Les germes requièrent une cission locale importante pour se développer, comme l'a montré l'étude des différents mécanismes de germination (cf. § I.2.2.2., page 29). Cette cission critique intrinsèque $\tau^{C\text{-}int}$ est d'autant plus faible que l'EDE est faible. Par conséquent, en considérant les travaux de Venables [Venables 64] et d'autres auteurs [Franciosi *et al.* 93][Lubenets *et al.* 85][Christian 69], elle correspond à la contrainte nécessaire au développement d'une boucle de dislocation de Shockley traînant un défaut d'empilement :

$$\tau^{C-int} = \frac{\Gamma}{b_{112}} + \frac{\mu b_{112}}{R_c} \tag{I.38}$$

où R_c est le rayon critique d'émission de la boucle, qui dépend du mécanisme considéré pour la création du germe. Le germe de micromacle est en interaction forte avec les autres mécanismes de plasticité. Les concentrations de contrainte en tête d'empilement peuvent favoriser le maclage. Venables propose la relation suivante pour une nucléation de type polaire :

$$n_{dislo}\tau^{C-maclage} = \frac{\Gamma}{b_{112}} + \frac{\mu b_{112}}{2a_0} \tag{I.39}$$

où n_{dislo} est le nombre moyen de dislocations par empilement, $\tau^{C\text{-}maclage}$ la cission critique de maclage macroscopique et a_0 un rayon critique d'émission des boucles de dislocations. À l'aide de relations empiriques, il aboutit à une formule de référence :

$$\left[\frac{1}{3}+\frac{(1-\upsilon)L_{pile}}{1{,}84\ \mu b_{110}}\tau^{C-maclage}\right]\tau^{C-maclage}=\frac{\Gamma}{b_{112}} \qquad \text{(I.40)}$$

Cette équation fait intervenir la longueur L_{pile} caractéristique de la taille des empilements des dislocations parfaites dans le matériau. Sous réserve de la détermination de L_{pile}, ce modèle simple permet de faire le lien entre la contrainte critique de maclage macroscopique, l'EDE et le glissement. Une revue bibliographique spécifique des modèles plus élaborés sera présentée au chapitre V.

I.3.4.2. Températures de transformation martensitique athermique

Les transformations martensitiques induites par la déformation plastique sont généralement interprétées en terme de diminution de la résistance à la transformation, c'est-à-dire une augmentation de ΔG_{Es}*. L'énergie stockée dans la microstructure de déformation dans l'austénite augmente son enthalpie libre. Il est alors plus facile de faire germer la martensite ϵ. Les bilans énergétiques précis de ces transformations ont été établis par Olson et Cohen [Olson et Cohen 76c]. Ce type d'approche thermochimique est valable d'un point de vue macroscopique, mais ne permet pas de définir de contrainte critique de transformation comme pour le maclage mécanique. Néanmoins elle peut être utilisée pour évaluer la cinétique de germination.

Par analogie avec le maclage, la contrainte critique de transformation doit diminuer avec l'EDE, ce qui correspond à une augmentation de la force motrice de transformation et dépend de l'écrouissage de l'austénite non transformée.

Les deux principales différences dans le bilan énergétique entre le maclage mécanique et la martensite ϵ sont que :

- la transformation martensitique induit une variation de volume et donc engendre un champ de contrainte défavorable à la transformation. La dilatation selon le plan d'habitat de type $\{0001\}_\epsilon$ est comprise entre 1,5 à 2 % dépendant de la teneur en carbone, sans modification significative du paramètre dans ce plan,
- le cisaillement à épaisseur égale de plaquette est deux fois moindre ($\gamma_0 / 2$) dans le cas de la transformation martensitique et donc le travail fourni diminue d'autant.

I.3.4.3. Cinétiques de maclage et de transformation martensitique ϵ athermique

Par abus de langage, le terme de cinétique de maclage ou de transformation désigne généralement l'évolution de la fraction de phase maclée ou transformée en fonction du taux de déformation. La variable « temps » n'intervient qu'indirectement via la vitesse de déformation. D'une manière générale, peu de données sont disponibles sur les cinétiques de maclage contrairement aux cinétiques de transformation martensitique. Cet état de fait s'explique par la difficulté d'évaluer la fraction de phase maclée, qui a la même structure cristallographique et la même composition que l'austénite non maclée. Les problèmes associés à cette mesure par des méthodes métallographiques classiques seront discutés au chapitre IV. L'allure générale des cinétiques est sigmoïdale pour les deux mécanismes [Choi *et al.* 99]. Les effets de la prédéformation sur la cinétique de transformation martensitique ont été largement étudiés et interprétés avec succès [Sipos *et al.* 76][Sipos *et al.* 75], par contre, ses effets sur la cinétique de maclage ne sont pas encore bien expliqués [Christian & Mahajan 95d].

Olson et Cohen [Olson & Cohen 75] ont proposé d'écrire que la fraction de bandes de cisaillement F_{sb} (sb pour shear band) évolue proportionnellement à l'incrément de déformation $d\epsilon$ dans l'austénite non cisaillée de la façon suivante :

$$\frac{dF_{sb}}{(1-F_{sb})} = \alpha_{sb} d\epsilon \quad \Rightarrow \quad F_{sb} = 1 - exp(-\alpha_{sb}\epsilon) \tag{I.41}$$

avec α_{sb} une constante dépendant de l'EDE et augmentant avec la vitesse de déformation. Ces bandes de cisaillement peuvent être indistinctement des macles mécaniques [Bouaziz & Guelton 01], de la martensite ϵ ou des paquets de fautes d'empilement. Stringfellow suggère cependant que ce modèle n'est applicable que dans le cas de la transformation martensitique ϵ [Stringfellow *et al.* 92].

En utilisant les concepts d'Olson et Cohen et des relations stéréologiques, Rémy a proposé une modélisation de la cinétique dans les deux cas [Rémy 77][Rémy 78]. Les relations entre la fraction de phase maclée ou transformée F et la déformation sont implicites.

Pour le maclage :

$$\alpha_{cin}\left(\epsilon^2-\epsilon_c^2\right)=\Phi_K(F)$$

$$avec\quad \Phi_K(F)=\frac{1+2K}{(K-1)^4}\left\{\begin{array}{l} log\left(\frac{1-KF}{1-F}\right)+\frac{K-1}{1-F}+\frac{1}{2}\left(\frac{K-1}{1-KF}\right)^2 \\ +\frac{1}{1+2K}\left(\frac{K-1}{1-KF}\right)^3 \end{array}\right\}-\frac{3-K+4K^2}{2(K-1)^3} \qquad (I.42)$$

Pour la transformation martensitique ϵ :

$$\alpha_{cin}\epsilon^2=\Phi_K(F)$$

$$avec\quad \Phi_K(f)=\frac{1}{(K-1)^2}\left\{log\left(\frac{1-KF}{1-F}\right)+\frac{K}{K-1}\frac{F}{1-KF}\right\} \qquad (I.43)$$

avec α_{cin} dépendant de l'EDE et proportionnel au volume de la première plaquette émises (macle mécanique ou martensite ϵ) et K un paramètre de la microstructure. ϵ_c est la déformation à laquelle apparaissent les premières macles. Ces deux relations permettent d'obtenir une allure sigmoïdale [Choi *et al.* 99] et de prédire entre autre l'évolution du volume des bandes de cisaillement créées. Néanmoins ce formalisme ne permet pas de relier directement la cinétique de maclage à un état de contrainte et donc d'introduire la notion de contrainte critique de maclage.

Conclusion

Cette revue bibliographique nous a permis, dans un premier temps, de déterminer le domaine de composition des aciers Fe-Mn-C dans lequel la phase austénitique est stable à température ambiante, sans présence de carbures : la teneur en manganèse doit être supérieure à 20 % en masse et la teneur en carbone inférieure à 1 %. Les domaines d'apparition des phases martensitiques ϵ et α' d'origine thermique ou athermique ont également été déterminés. Le domaine d'occurrence du maclage mécanique est moins bien défini.

Le paramètre contrôlant l'apparition du maclage ou la formation de martensite ϵ est l'EDE qui joue sur la distance de dissociation des dislocations parfaites en partielles de Shockley. Le glissement de partielles le long de plans denses parallèles successifs conduit à la formation d'une macle, le glissement tous les deux plans à la formation d'une plaquette de martensite ϵ. La transition glissement / maclage / formation de martensite ϵ s'interprète en terme de diminution de l'EDE.

Plusieurs modèles de formation des macles sont proposés dans la littérature sans qu'aucun ne fasse réellement foi. Les principaux sont basés sur des mécanismes polaires, de déviation de dislocations ou de germination à partir de défauts extrinsèques. Dans la suite, nous utiliserons la notion de cission critique intrinsèque nécessaire à la formation d'une macle, sans faire d'hypothèse sur le mécanisme de germination proprement dit.

Nous avons élaboré un modèle de prévision de l'EDE en fonction de la composition et de la température à partir d'une large revue de données thermochimiques et magnétiques. Il prend en compte la transition antiferro- / paramagnétique des différentes phases. Un modèle de prévision de la température de Néel de l'austénite en fonction de la composition est proposé. Une faute d'empilement correspond à deux couches atomiques de martensite ϵ au sein de la phase austénitique. L'enthalpie libre de transformation $\gamma \rightarrow \epsilon$ a été déterminée à partir de données expérimentales sur les températures de transformation thermique E_s ($\gamma \rightarrow \epsilon$) et A_s ($\epsilon \rightarrow \gamma$). Dans ce modèle, le carbone en insertion a été introduit comme une perturbation des interactions Fe / Mn. Le résultat montre en particulier que l'EDE croît avec la teneur en manganèse et en carbone à température donnée, et décroît linéairement avec la température au-dessus de T_N^γ puis sature en dessous à composition donnée.

La corrélation entre la valeur de l'EDE et les mécanismes de déformation activés a été établie pour les aciers Fe-Mn-C : seul le glissement est activé au-dessus de 50 $mJ.m^{-2}$, le maclage mécanique intervient entre 18 et 50 $mJ.m^{-2}$, remplacé par la formation de martensite ϵ au-dessous de 18 $mJ.m^{-2}$.

L'objet de notre étude étant les aciers TWIP, les compositions d'alliages étudiés seront choisies de telle sorte qu'à température ambiante, (i) l'alliage soit austénitique, (ii) il n'y ait pas de carbures et (iii) le maclage soit fortement activé, c'est-à-dire que l'on se trouve près de la limite inférieure de son domaine d'apparition ($\Gamma \approx 20 mJ.m^{-2}$). Les propriétés mécanismes de ces nuances à température ambiante seront étudiées, en relation avec les microstructures de déformation et caractérisées à plusieurs échelles. Les différentes techniques expérimentales utilisées sont présentées dans le chapitre suivant. La température T_N^γ mesurée pourra être comparée à notre modèle. Le modèle de prévision de l'EDE sera également comparé aux microstructures obtenues après déformation à différentes températures dans le chapitre III.

Chapitre II

Techniques Expérimentales

II. Techniques expérimentales

Introduction

Dans ce chapitre les différents alliages élaborés dans le cadre de cette étude seront présentés. Leurs propriétés mécaniques ont été mesurées à l'aide d'essais de traction quasistatique à différentes températures. Compte tenu de la large gamme de températures étudiée et de la sensibilité de ces alliages à la température, un montage spécifique de traction inversé a été conçu et adapté sur la machine de traction existante [Allain 00]. Les différentes méthodes d'observation de la microstructure de déformation sont ensuite détaillées, y compris les méthodes les mieux adaptées pour la préparation des échantillons.

Les premiers résultats concernant les propriétés physiques des alliages et l'état initial de la microstructure avant déformation sont donnés dans la dernière partie. Les mesures de susceptibilité magnétique permettent de valider le modèle de prévision de la température de Néel présenté précédemment (cf. § I.3.1.2., page 38). L'influence de la transition magnétique sur les constantes d'élasticité a été mesurée.

II.1. Élaboration des alliages étudiés

Les alliages Fe-Mn-C étudiés sont destinés au marché de l'automobile pour la réalisation de pièces embouties. C'est pourquoi dans le cadre de cette étude ils ont été produits directement sous la forme de tôles minces. Ces tôles fournies par l'IRSID sont mises en forme dans un laminoir expérimental à partir de petits lingots réalisés dans le cadre du projet industriel (dimensions initiales 140 mm x 70 mm x 250 mm). Ces lingots subissent ensuite plusieurs laminages à chaud (à 1200°C et à 1000°C respectivement) jusqu'à une épaisseur de 2,5 mm puis un laminage à froid jusqu'à une épaisseur de 0,7 mm environ (épaisseur finale). Ces tôles, après découpe à la cisaille, sont recuites dans un four à lit fluidisé, méthode qui garantit une homogénéité du traitement thermique. Les tôles sont enfin décalaminées à l'acide chlorhydrique dilué.

Le tableau II.1 présente les différentes nuances étudiées, les compositions et les conditions de recuit. Les préfixes des nuances renseignent sur la composition des alliages en pourcentage massique de manganèse et de carbone. Les suffixes correspondent aux tailles de grain attendues après les différents traitements thermiques (GG pour gros grains et PG pour petits grains). Les nuances 22Mn0,6C-PG(a) et (b) ont été élaborées successivement au cours de l'étude afin d'obtenir le même alliage (mêmes compositions et traitements métallurgiques).

Le recuit de la nuance 22Mn0,6C-GG a été réalisé sous argon pour éviter une oxydation trop importante en surface à 1100°C.

Les nuances à petits grains sont proches des solutions industrielles retenues, et la nuance à gros grains a été élaborée spécifiquement pour les besoins de cette étude pour faciliter l'observation de la microstructure de déformation à différentes échelles.

Les compositions ont été choisies de telle façon que la température E_s soit très inférieure à la température ambiante afin d'obtenir une structure totalement austénitique après recuit et refroidissement, même rapide. Pour les nuances 22Mn0,6C *Es* a été évaluée à 118 K et pour la nuance 22Mn1,0C à 100 K d'après le modèle présenté au chapitre I.

Nuance		22Mn0,6C-GG	22Mn0,6C-PG(a)	22Mn0,6C-PG(b)	22Mn1,0C-PG
Référence IRSID		1495A4	1495A3	1512A1	1500C6
Eléments d'alliage (hors Fe) en % massique	C	0.58	0.58	0.62	0.94
	Mn	22.6	22.6	22.6	21.5
	P	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001
	S	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001
	Si	0.011	0.011	0.011	0.011
	Al	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002
	Ni	0.003	0.003	0.002	0.002
	Cr	0.05	0.05	0.05	0.047
	Cu	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001
	Mo	0.041	0.041	0.06	0.009
	V	0.03	0.03	0.03	0.03
	Ti	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001
	O_2	0.0005	0.0005	0.0014	0.0015
	N_2	0.0013	0.0013	0.0012	0.0014
Température de recuit		1100°C	800°C	800°C	800°C
Temps de recuit		900 s	110 s	110 s	110 s
Milieu de recuit		Argon	Air	Air	Air
Refroidissement		Air	Air	Air	Air
Taille de grain souhaitée		20 µm	2-3 µm	2-3 µm	2-3 µm

Tableau II.1 : Tableau récapitulatif des différentes nuances étudiées (noms de référence dans cette étude, Références IRSID, compositions, conditions de recuit, tailles de grain souhaitées)

II.2. Caractérisation des propriétés mécaniques

II.2.1. Essais de traction quasistatique à différentes températures

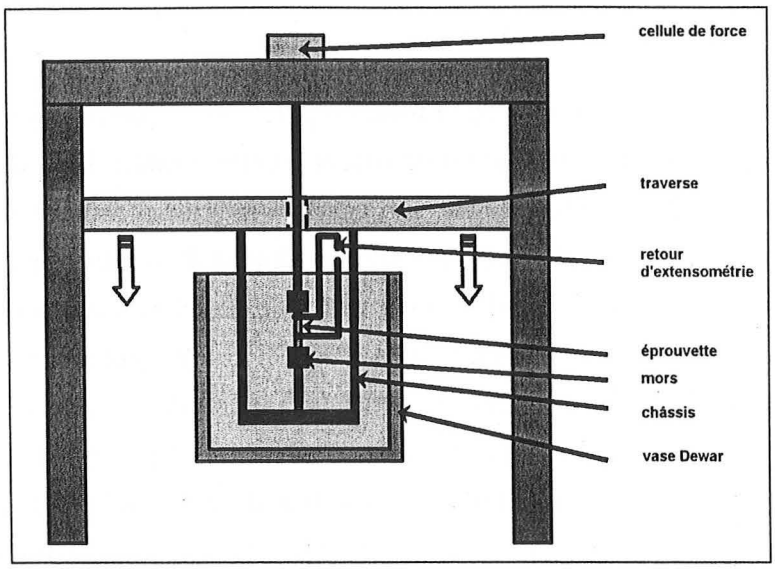
II.2.1.1. Réalisation des éprouvettes

L'usinage des éprouvettes s'est révélé délicat à cause de la ductilité et de la dureté des matériaux. Nous l'avons donc fait réaliser par découpe laser à pulsation par une entreprise extérieure (*Sté XENARD*). La zone fondue pendant la découpe reste peu étendue (quelques microns) et aucune transformation de phase n'a été observée dans la zone affectée thermiquement. Les dimensions des éprouvettes sont données sur la figure II.1(c).

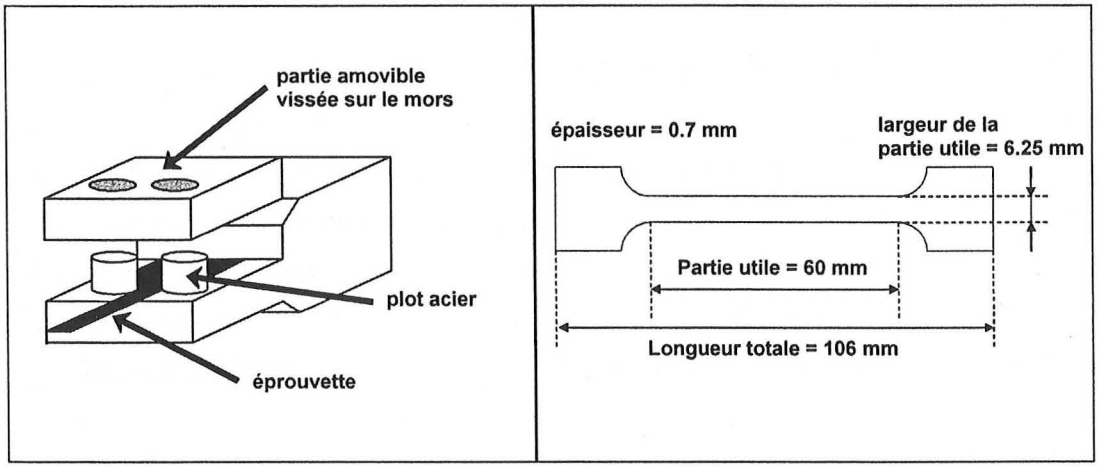
II.2.1.2. Dispositif de traction inversé

Les essais de traction simple ont été réalisés sur une machine de traction de type *INSTRON 1185* à déplacement de traverse mécanique. Dans la mesure où L'EDE des alliages dépend fortement de la température, la caractérisation des propriétés du matériau en fonction de la température requiert un contrôle précis de celle-ci. C'est pourquoi, un dispositif de traction inversé a été conçu et adapté sur l'appareillage existant, afin de pouvoir immerger l'ensemble du système (éprouvettes + mors) dans un bain réfrigérant ou de le placer dans un four [Conte 70]. Le dispositif permet d'obtenir une température uniforme dans toute l'éprouvette, en évitant les échanges thermiques avec les mors. Un schéma de principe de ce montage est représenté sur la figure II.1(a).

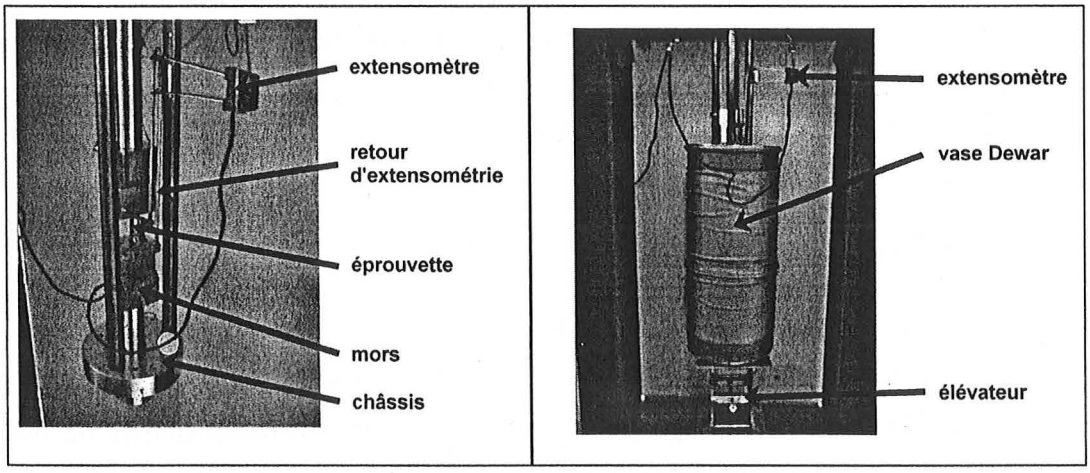
Les mors utilisés pour ce montage ont été conçus pour permettre de tester des éprouvettes de différentes épaisseurs. Des plots traités par carbonitruration assurent un maintien sans glissement. Le rayon de courbure des congés a été choisi suffisamment grand pour parfaire ce maintien. L'éprouvette est maintenue dans l'axe de traction par une partie amovible vissée sur les mors (cf. figure II.1(b)). Ces mors sont reliés au montage par un jeu de rotules qui assurent l'alignement.



(a)



(b) *(c)*



(d) *(e)*

Figure II.1 : (a) Schéma de principe d'un essai de traction inversé. Pendant l'essai, la traverse descend, entraînant le châssis. L'éprouvette est mise en traction car la barre reliée à la cellule de force est fixe et passe sans contact à travers la traverse. (b) Schéma des mors. La partie amovible vissée maintient les congés de l'éprouvette sur les plots en acier traité. (c) Dimensions des éprouvettes de traction. (d) Photographie du montage équipé pour un essai à température ambiante (d) Photographie du montage pour un essai à « froid ».

II.2.1.3. Gestion de l'extensométrie

Le principal problème technique lors de la mise en place de l'expérience fut la réalisation de retours d'extensométrie afin de permettre de placer l'extensomètre hors du four ou du bain réfrigérant. Le choix final des retours s'est porté sur des baguettes minces en inox placées sur l'épaisseur de l'éprouvette à l'aide de petites pinces, dotées d'un picot pyramidal en alumine pour permettre une définition précise de la longueur utile de référence égale en moyenne à 2,5 cm. Cette longueur est mesurée à chaque nouvel essai. La longueur de la partie utile des éprouvettes a été choisie suffisante pour permettre la fixation des retours d'extensométrie (cf. figure II.1(c)). Cependant, le picot en alumine se déplace très légèrement (quelques dixièmes de millimètres) sur la tranche de l'éprouvette à cause de la réduction de section lors de la déformation. Ainsi la valeur mesurée sur les courbes de traction est une valeur qui sous-estime la déformation totale.

Le positionnement des picots avant traction est repéré par une légère gravure en surface de l'éprouvette. Cette marque permet de mesurer post-mortem la valeur de l'allongement à rupture. Dans la suite, cette mesure aura pour dénomination mesure PME. Elle surestime légèrement l'allongement final car la rupture ne permet pas un recollement parfait des deux morceaux de l'éprouvette. Cette mesure est complétée par une seconde effectuée grâce à un repérage par gravure de la position initiale des mors sur les éprouvettes. Cette seconde valeur, dénommée PMM dans la suite est aussi une surestimation de l'allongement à rupture.

La lecture graphique de l'allongement pour lequel la contrainte est maximale permet de déterminer l'allongement homogène de l'éprouvette. Les mesures PME et PMM sont par contre des mesures de l'allongement à rupture. Ces trois mesures ne sont donc équivalentes que si aucune striction macroscopique n'apparaît. Dans ce cas, le plus grand soin a été apporté à la manipulation afin d'encadrer au mieux la valeur réelle.

II.2.1.4. Contrôle de la température

Les essais à « chaud » dans la gamme [373 K, 673 K] sont réalisés grâce à un four circulaire composé de 4 ceintures chauffantes d'une puissance unitaire de 1000 W. Lors des essais, l'ensemble du châssis est calorifugé par plusieurs couches d'isolants (laines de roches et mica). La température est régulée manuellement par un transformateur de type rhéostat.

Les essais à froid sont réalisés en immergeant l'ensemble du châssis dans un vase Dewar contenant un liquide régulant la température et un élément chimique réfrigérant. Cette méthode ne permet pas de balayer en température, mais impose certaines valeurs dans la gamme [77 K, 273 K], récapitulées dans le tableau II.2.

Température souhaitée (K)	Température obtenue (K) (+/-5)	Liquide régulateur	Elément réfrigérant	Mécanisme physique
77	80	Azote liquide	Azote liquide	Ébullition de l'azote
163	160	Ethanol	Chloro-difluorométhane (Forane R-22)	Fusion de l'éthanol
203	200	Ethanol	Dioxyde de carbone (Carboglace)	Sublimation de la carboglace
223	220	Ethanol	Azote liquide	
273	273	Eau + Ethanol	Glace	Fusion de la glace

Tableau II.2 : Tableau récapitulatif des méthodes de refroidissement utilisées pour les essais mécaniques.

Les essais de traction ont été réalisés pour une gamme de température allant de 77 K à 673 K. Le contrôle et la mesure de la température durant les essais sont assurés par deux thermocouples : un en contact avec l'éprouvette dans les mors et l'autre à quelques centimètres de l'éprouvette au milieu de la zone utile, sans contact. Les essais mécaniques sont réalisés dès que l'équilibre thermique est atteint (écart entre les mesures des deux thermocouples inférieur à 10 K). Les figures II.1(d) et (e) présentent des photographies du montage pour un essai à température ambiante et à « froid » respectivement.

II.2.2. Mesures du module élastique de cisaillement par DMTA

Nous avons mesuré le module de cisaillement à différentes températures grâce à un dispositif de DMTA (Dynamical Mechanical Thermal Analysis) de type *RHEOMETRICS MK3*. La mesure s'effectue par un test de flexion 4 points réalisé sur le fût des éprouvettes de traction polies, à une fréquence de 1 Hz. La température de l'essai est régulée par injection d'azote liquide pour les basses températures.

II.2.3. Essais de microdureté à température ambiante

Des essais de microdureté ont été réalisés après polissage mécanique des tôles. Ce polissage est identique à celui réalisée avant attaque chimique (cf. § II.3.1., page 66). L'appareil utilisé

est un microduromètre de type *DURIMET LEITZ WETZLAR* à indenteur Vickers. La charge utilisée est de 0,2 kg.

II.2.4. Mesures de l'émission acoustique au cours d'essais de traction

II.2.4.1. Principe

Au cours de la déformation d'un matériau, plusieurs phénomènes provoquent l'émission d'ondes acoustiques : le mouvement de dislocations, le maclage mécanique, les transformations de phase, l'initiation et la propagation de fissures, ... [James & Carpenter 71][Schaarwächter & Ebener 90][Roget][Fang & Berkovits 95]. Il est possible de mesurer l'activité de ces phénomènes en plaçant un capteur qui détecte les ondes émises.

Les signaux délivrés par le capteur se présentent sous forme de salves. Deux cas sont possibles :

- si ces salves sont séparables, l'émission est dite discontinue. Chaque salve peut être caractérisée par ses paramètres de formes,
- si ces salves sont inséparables, l'émission est dite continue. La variation d'émission acoustique est détectée par l'augmentation du bruit de fond.

Dans le cas de l'émission discontinue, chaque salve se caractérise par son amplitude (en dB), sa durée (de l'ordre de la microseconde), sa fréquence moyenne ou son énergie. Chaque phénomène émettant une onde possède une signature acoustique propre, c'est-à-dire des salves ayant toujours les mêmes caractéristiques (par exemple le même rapport entre l'amplitude maximum et la durée de la salve). Cette propriété permet de séparer les différentes signatures enregistrées et d'identifier les phénomènes mis en jeu. Les valeurs mesurées pendant un essai ne sont que des valeurs relatives qui dépendent de la sensibilité du capteur, du couplage entre ce capteur et le matériau et le niveau de bruit de fond.

II.2.4.2. Dispositif expérimental

Les expériences d'émission acoustique *in situ* ont été réalisées à l'IRSID avec l'aide de X. Garat sur une machine de traction *RK 200kN*. Les essais ont été réalisés à une vitesse de traverse constante de 0,167 mm par minute. Les éprouvettes sont identiques à celles utilisées pour les essais de traction simple.

Les capteurs piézo-électriques sont de type *NIPPON PHYSICAL ACOUSTICS LTD NANO 30*, retenus pour leurs faibles dimensions (8 mm de diamètre) et leurs bonnes sensibilités (pic

de sensibilité maximale 125-750 V.mbar^{-1}). Selon Roget [Roget], les évènements acoustiques susceptibles d'être enregistrés ont de faibles amplitudes, 50 dB pour les transformations martensitiques, 45 dB pour le maclage et 20 dB pour le mouvement des dislocations. Ces valeurs dépendent toutefois du milieu de propagation et du couplage capteur / matériau. Pour chaque essai, deux capteurs ont été collés à l'aide de silicone aux deux extrémités de l'éprouvette sur la même face pour localiser en deux dimensions l'apparition des signaux et éliminer les artefacts dus aux mors.

Les préamplificateurs ont une bande passante comprise entre 100 et 300 kHz et leur gain est de 40 dB. Le bruit de fond lors des expériences était de 8 dB environ, mais pour enregistrer uniquement les signaux dus au maclage, un seuil de 26 dB a été imposé au logiciel de post-traitement.

Malgré le seuil à 26 dB, le spectre en énergie de l'émission montrait une distribution bimodale. Les salves les plus énergétiques ont été attribuées au maclage ou aux transformations martensitiques. Les autres, dues au glissement des dislocations, ont été éliminées. Ces signaux présentaient tous la même signature acoustique comme le montre la figure II.2. Les salves enregistrées et analysées ont été placées sur le diagramme en fonction de leur amplitude (en dB), leur nombre de coups (nombre de fois où les oscillations de la salve dépassent l'amplitude seuil) et de leur énergie (en unité arbitraire sur une échelle logarithmique). Toutes les salves se situent dans le diagramme sur une même nappe. Une relation spécifique existe donc entre les trois caractéristiques des salves et constitue la signature du maclage ou d'une transformation martensitique athermique.

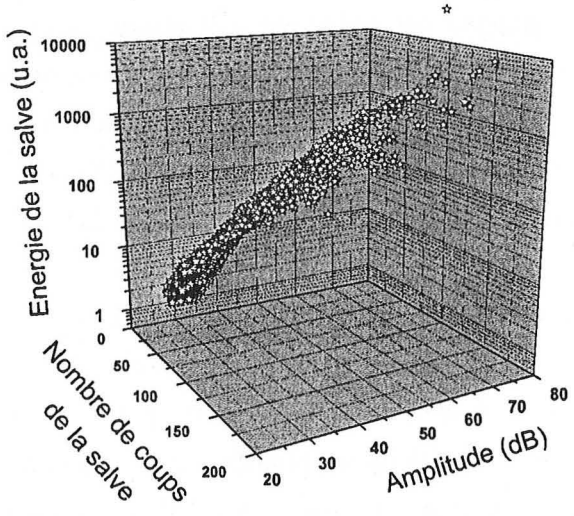


Figure II.2 : Signature acoustique des salves dans un diagramme amplitude, nombre de coups, énergie (sur une échelle logarithmique) enregistrée pendant l'un des essais sur la nuance 22Mn0,6C-GG.

II.3. Étude de la microstructure de déformation

Les échantillons pour l'étude microstructurale ont été découpés par électroérosion sur les éprouvettes déformées ou non afin d'obtenir des disques de 3 mm de diamètre. Cette forme est adéquate pour l'utilisation du dispositif de polissage et de perçage électrolytique et correspond aux dimensions du porte échantillon pour la microscopie électronique à transmission (MET). Les échantillons, une fois découpés, sont dégraissés à l'acétone. Chaque échantillon porte la direction de traction sur une des faces. Un repère à la scie diamant prolonge cette direction sur la tranche de l'échantillon (cf. figure II.3).

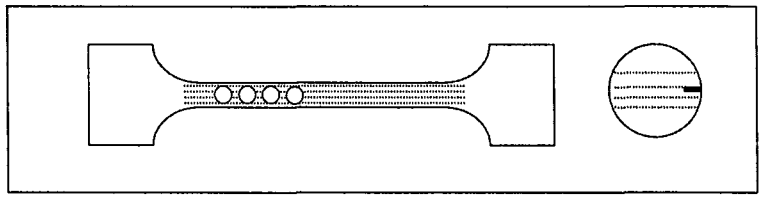


Figure II.3 : Représentation schématique de la méthode de découpe des échantillons et de repérage de la direction de traction sur les pastilles.

II.3.1. Microscopie optique

II.3.1.1. Polissage mécanique

Les pastilles obtenues sont ensuite nettoyées et collées sur un plot en aluminium (au minimum 4 pastilles par plot) à l'aide d'une cire thermoformable soluble dans l'acétone (cire *CRYSTAL BOND*). Les pastilles sont amincies par polissage mécanique jusqu'à mi-épaisseur, à une vitesse minimum de 150 tours par minute. Les différents disques de polissage utilisés sont :

- Disques SiC 180/800/1200/4000 *(ESCIL)*, lubrification à l'eau
- Disque *PAL (ESCIL)* + alumine 1 µm, lubrifiant *LPS4 (ESCIL)*
- Disque *PAL (ESCIL)* + alumine 0.05 µm, lubrifiant *LPS4 (ESCIL)*

Suite à des problèmes d'incrustation et d'écrouissage de surface, les pâtes diamantées sur feutre n'ont pas été retenues pour ce type de matériau. Après chaque étape, la face en cours de polissage est nettoyée à l'éthanol et séchée rapidement pour éviter l'oxydation. L'étape suivante consiste à décoller les échantillons sur plaque chauffante et à nettoyer les résidus de cire à l'acétone dans un bac à ultrason. Le même protocole est suivi pour polir l'autre face jusqu'à une épaisseur de 150 µm environ. Le nettoyage final consiste successivement en un bain d'acétone pour ôter la cire résiduelle, un bain d'éthanol pour éviter la formation de résidus après le bain d'acétone, puis un bain de méthanol pour sécher rapidement les échantillons polis.

II.3.1.2. Attaque électrolytique pour métallographie optique

Après polissage, les échantillons sont attaqués chimiquement pour révéler les joints de grains, les joints de macles et les autres produits de transformation. Le picral (attaque chimique classique) donne de bons résultats pour le repérage des joints de grains. La solution d'attaque électrolytique *A2 (STRUERS)*, utilisée dans une cellule *STRUERS TENUPOL 2*, offre une meilleure reproductibilité et de meilleurs résultats. L'attaque a été réalisée sous une tension de 15 V à 5°C pendant 90 s à flux d'électrolyte maximum.

II.3.1.3. Microscopie optique

La microscopie optique a été réalisée sur un microscope *REICHERT JUNG POLYVAR MET* en champ clair. Les micrographies ont été acquises numériquement à l'aide d'une camera CDD. Une calibration numérique des grandissements a été réalisée sur un étalon standard.

II.3.2. Microscopie électronique à balayage

Plusieurs microscopes électroniques à balayage ont été utilisés au cours de cette étude :

- Microscope électronique à balayage de type *JEOL JSM-820*
- Microscope électronique à balayage FEG (Field Emission Gun) de type *PHILIPS XL30S*
- Microscope électronique à balayage avec sonde d'analyse X de composition de l'IRSID

Les échantillons étudiés sont de différentes natures : parties brutes d'éprouvettes, faciès de rupture, échantillons après attaque chimique,... Les abréviations classiques suivantes seront utilisées : BSE pour Back Scattering Electron (microscopie en électrons retrodiffusés) et SE pour Secondary Electron (microscopie en électrons secondaires).

II.3.3. Microscopie électronique à transmission

Les pastilles ont été polies mécaniquement sur les deux faces selon le protocole décrit précédemment jusqu'au disque SiC 800. Les échantillons sont ensuite polis sur disques polyester *(ESCIL)* incrustés de diamants (15 / 6 / 3 / 1 µm de diamètre) à l'aide d'un tripod sur les deux faces jusqu'à une épaisseur de 50 µm environ.

Le perçage électrolytique des échantillons donne de bons résultats avec une solution de 5 % d'acide perchlorique + 95 % d'acide acétique glacial + 0,5 g Na_2CrO_4 par litre sous une

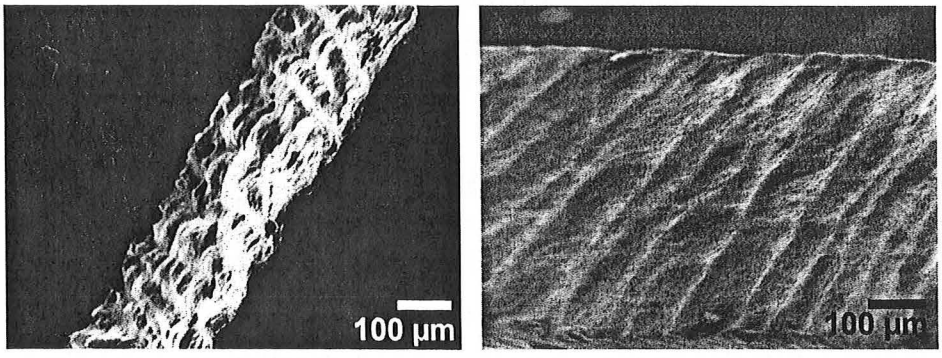
tension de 10 V [Edington 75b]. Cette technique ne permet pas cependant l'obtention de larges zones minces et pose des problèmes d'oxydation. Les meilleurs résultats ont été obtenus en utilisant un système de polissage par bombardement ionique PIPS (Precision Ion Polishing System) de type *GATAN 911*. L'abrasion est réalisée par bombardement d'ions argon sous 4 kV avec une incidence 6 / 7° jusqu'au perçage suivi d'une étape sous 3 kV avec une incidence de 5 / 6° pour minimiser l'épaisseur de la zone écrouie amorphe en surface. Les zones minces sont alors étendues et l'oxydation en surface négligeable.

Les lames minces ont été étudiées sur un microscope électronique à transmission *PHILIPS CM 200* sur un porte-objet double tilt. Les techniques d'analyse et d'indexation sont standards. Dans la suite, les abréviations suivantes seront utilisées : DF pour Dark Field (champ sombre), BF pour Bright Field (champ clair) et WB pour Weak-Beam (faisceau faible).

II.4. Contrôle des propriétés physiques et métallurgiques des nuances

II.4.1. Contrôle de la découpe laser

L'état de surface de la zone découpée au laser présente une faible rugosité (stries) qui n'entraîne pas l'apparition de microfissures au refroidissement. La figure II.4 montre des micrographies au microscope électronique sur une éprouvette de la nuance 22Mn0,6C-PG(a) après découpe. Une étude métallographique près de la zone de découpe a montré que la zone perturbée est inférieure à 5 µm d'épaisseur.



(a) *(b)*

Figure II.4 : Clichés MEB (a) en mode BSE topographique et (b) en mode SE d'une épaisseur d'éprouvette non déformée. Les stries dues à la découpe laser sont visibles mais aucune microfissure n'a pu être détectée.

II.4.2. Contrôle de la taille de grain – Notion de libre parcours moyen

Les mesures des tailles de grains ont été réalisées par la méthode des « interceptes ». Cette méthode de stéréologie nécessite la réalisation de micrographies sur des échantillons polis et attaqués pour révéler les joints de grains. Elle consiste ensuite à tracer sur les micrographies une droite de longueur connue L_d (à l'échelle de la micrographie) et de compter le nombre d'intersections n_d de cette droite avec les défauts planaires de la microstructure, dans ce cas les joints de grains. Le rapport $L = L_d / n_d$ correspond à la distance moyenne dans un grain entre deux joints de grains se faisant face comme le montre le schéma suivant :

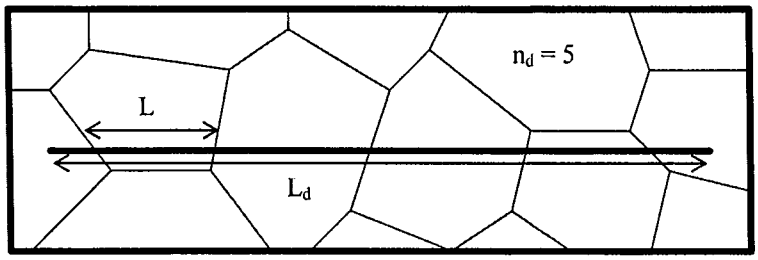


Figure II.5 : Grandeurs caractéristiques utilisées par la méthode des interceptes. Une structure de grains polygonaux ayant été révélée, la droite de longueur totale L_d coupe n_d joints de grains (ici $n_d = 5$).

Si les grains sont équiaxes, cette longueur moyenne L est reliée au diamètre de Féret des grains d_F selon la relation stéréologique :

$$d_F = \frac{4}{\pi} L \qquad \text{(II.1)}$$

La longueur moyenne estimée est d'autant plus précise que le nombre de grains traversé par la droite est élevé. Cette méthode a fait l'objet d'une normalisation [ASTM 88]. Dans le cadre de cette étude, pour des raisons de simplicité, une grille de comptage a été tracée sur chaque micrographie numérisée. Au total, la longueur L_d vaut 1 mm, soit 1000 µm. Le comptage a été réalisé manuellement.

Les micrographies après attaque des nuances non déformées ont montré que la structure des grains est polygonale, parfaitement recristallisée pour toutes les nuances. Comme dans de nombreux autres alliages austénitiques à faible EDE recuits, de nombreuses macles de recuit sont présentes dans les grains. Selon la norme ASTM, ces macles de recuit ont été considérées comme des grains à part entière.

Les résultats obtenus sur les trois nuances ont été reportés dans le tableau suivant :

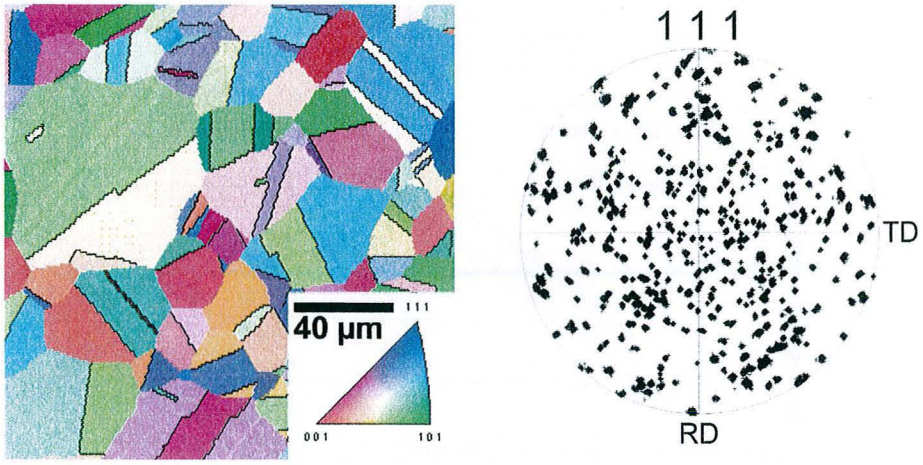
Nuances	22Mn0,6C-PGa	22Mn0,6C-GG	22Mn1,0C-PG
Longueur moyenne L	2,32 µm	15,43 µm	2,76 µm
Diamètre de Féret d_F	2,95 µm	19,64 µm	3,51 µm
ASTM Micrograin size $-3,2877-6,6439\ log_{10}\left(\frac{L}{1\ mm}\right)$	14,21	8,83	13,71
Longueur totale de grille de comptage L_d	300 µm	5000 µm	1000 µm

Tableau II.3 : Récapitulatif des mesures de tailles de grain dans les nuances étudiées. Sont reportés la longueur moyenne L entre deux joints de grains, le diamètre de Féret déterminé selon l'équation (I.1), la taille de grains selon la norme ASTM micro grain size E112 [ASTM 88], et la longueur totale de grille utilisée.

La longueur moyenne L représente le libre parcours moyen des dislocations entre deux joints de grains. Cette notion sera utilisée et discutée au chapitre IV.

II.4.3. Contrôle de la texture

L'absence de texture liée au laminage a été vérifiée par EBSD (Electron Back Scattering Diffraction) sur le MEB FEG. Les cartographies ont été réalisées sur des échantillons polis mécaniquement. La figure II.6 présente une cartographie réalisée sur la nuance 22Mn0,6C-GG. Les couleurs correspondent à l'orientation de l'axe cristallographique normal à l'échantillon. Les joints de grains de type Σ3 ont été retracés en noir sur la cartographie. Ils permettent de localiser les macles de recuit. La figure II.6(b) montre la localisation des axes <111> des grains de la cartographie sur une figure de pôles. La dispersion des taches permet d'assurer l'isotropie de la texture.



(a) *(b)*

Figure II.6 : (a) Cartographie en orientation de la nuance 22Mn0,6C-GG avant déformation. Les joints de grain tracé en noir indiquent une désorientation de type Σ3. La correspondance entre les nuances de couleur et les orientations est donnée en insert. (b) Localisation des axes <111> des grains de la cartographie. Le plan (TD,RD) correspond au plan de l'échantillon.

II.4.4. Propriétés physiques des nuances 22Mn0,6C

Les propriétés physiques de la nuance 22Mn0,6C ont été mesurées afin de valider le modèle de prévision de la transition de Néel.

II.4.4.1. Transition magnétique de Néel

Des mesures de susceptibilité magnétique ont été réalisées sur de petits échantillons de 22Mn0,6C-PG(b), polis mécaniquement selon le protocole du § II.3.1., page 66. L'intensité du champ magnétique alternatif est de 2 Oe. La susceptibilité a été mesurée à différentes fréquences mais les résultats les plus significatifs ont été obtenus à 1 kHz et à 10 kHz. L'évolution de la susceptibilité en fonction de la température est représentée sur la figure II.7.

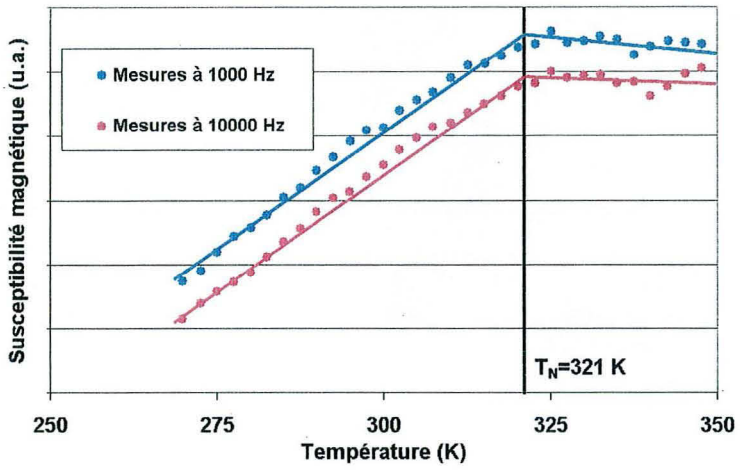


Figure II.7 : Évolution de la susceptibilité magnétique de la nuance 22Mn0,6C-PG(b) en fonction de la température. Le maximum de la susceptibilité magnétique est atteint pour une température de 321 K définissant la température de Néel de la nuance.

Ces mesures montrent la présence d'un maximum de susceptibilité caractéristique du comportement antiferromagnétique à une température de 321 K. La température de transition calculée par le modèle empirique de 310 K pour cette nuance (cf. équation (I.18) du chapitre I) est en bon accord avec la mesure expérimentale.

II.4.4.2. Modules élastiques en fonction de la température

Les transitions d'état magnétique s'accompagnent généralement d'anomalies au niveau de l'évolution des constantes élastiques. Ce phénomène a été observé par de nombreux auteurs dans le cas des alliages binaires Fe-Mn et aciers Fe-Mn-C [Rémy 75k]. D'une manière générale, le passage de l'état paramagnétique à l'état antiferromagnétique s'accompagne d'une chute des modules d'Young et de cisaillement, le coefficient de Poisson restant inchangé. Cette chute est d'amplitude nulle pour les alliages Fe-50Mn, et augmente avec la teneur en Fe. Des mesures ont été réalisées sur la nuance 22Mn0,6C-PG(b) par DMTA. Suite à un problème technique, les mesures obtenues n'étaient valables qu'à un coefficient de proportionnalité près. Les deux mesures ont été recalées pour que le comportement de l'austénite paramagnétique suive la loi linéaire utilisée pour les aciers austénitiques [Ghosh & Olson 02]. L'évolution du module de cisaillement a été représentée sur la figure II.8. Après calage, la mesure est reproductible.

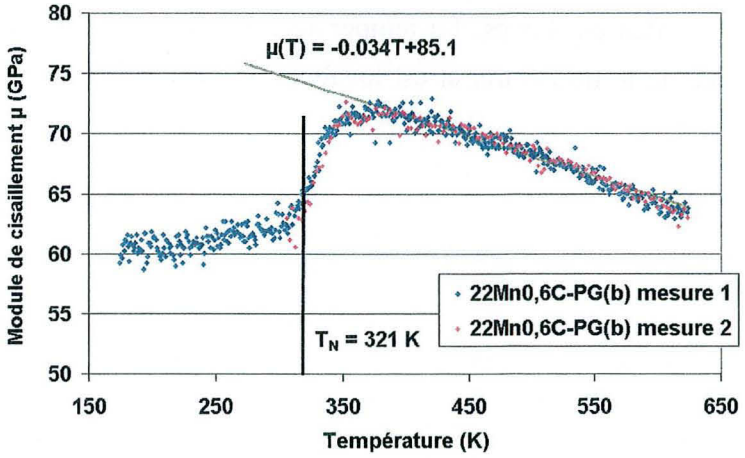


Figure II.8 : Évolution du module de cisaillement des nuances 22Mn0,6C, en fonction de la température. Les valeurs ont été recalculées afin de faire correspondre la décroissance linéaire de l'état paramagnétique avec un modèle empirique valable pour les aciers austénitiques.

Comme pressenti, la loi linéaire n'est valable qu'au-dessus d'une certaine température. Le module de cisaillement chute de 72 GPa à 62 GPa quand la température diminue de 360 K à 300 K. Le centre de l'anomalie se situe à la température de Néel comme remarqué par Rémy [Rémy 75k]. Des mesures de modules d'Young réalisées en parallèle au LEMTA par J.F. Schmitt ont donné des résultats similaires. Ces mesures montrent un pic de frottement interne au niveau du maximum du module de cisaillement juste après l'anomalie. Ces résultats en désaccord avec les mesures de Rémy demandent à être confirmés.

Conclusion

Les prochains chapitres seront consacrés à la présentation et à l'analyse des propriétés mécaniques et à la caractérisation de la microstructure de déformation obtenues à différentes températures sur les alliages 22Mn0,6C et 22Mn1,0C. Le plus grand soin a été apporté au contrôle de la température de l'essai car c'est le seul paramètre qui puisse influer sur l'EDE à composition et microstructure données. L'objectif est dans un premier temps de définir les gammes de températures dans lesquelles les mécanismes de déformation sont activés et de comparer ce résultat au modèle d'EDE présenté au premier chapitre. Les différentes techniques de microscopie permettront de mettre en évidence ces mécanismes et de caractériser leur microstructure. Les mesures d'émission acoustique à température ambiante viendront confirmer notre interprétation du développement de la microstructure de maclage présentée au chapitre IV.

Les mesures des propriétés physiques des alliages 22Mn0,6C ont confirmé l'existence de la transition antiferro- / paramagnétique de ces alliages à une température de 320 K et son

influence sur les modules élastiques. La température mesurée est conforme à notre modèle basé sur les résultats de la littérature, et est localisée au centre de l'anomalie d'évolution du module de cisaillement.

Chapitre III

Influence de la Température sur les Propriétés Mécaniques

III. Influence de la température sur les propriétés mécaniques

Introduction

L'étude bibliographique du chapitre I montre que l'activation des différents mécanismes de plasticité dépend au premier ordre de l'EDE. La formation de martensite ϵ athermique s'ajoute au glissement de dislocations aux faibles valeurs de l'EDE, le maclage mécanique aux valeurs intermédiaires. Pour une composition donnée, l'EDE croît avec la température.

Pour étudier l'influence des différents mécanismes de déformation sur le comportement en traction, il suffit donc de réaliser des essais sur une large gamme de température pour une même nuance. L'objectif de ce chapitre est d'une part de caractériser le comportement mécanique aux différentes températures, et d'autre part de déterminer quel mécanisme offre le meilleur compromis résistance mécanique / allongement à rupture. On recherchera en particulier le meilleur taux d'écrouissage, paramètre essentiel pour les problèmes de mise en forme.

Les deux nuances 22Mn0,6C à gros et à petits grains nous permettront de tester l'influence de la taille de grains, la nuance 22Mn1,0C à petits grains celle du carbone.

Nous présenterons tout d'abord le comportement mécanique en traction des trois nuances sur la gamme de température étudiée, qui sera discuté en terme de taux d'écrouissage. Une étude microstructurale identifiera les mécanismes de déformation activés à différentes températures, à laquelle nous confronterons le modèle de prévision du chapitre I. Le lien entre les propriétés mécaniques et la microstructure observée sera enfin discuté, ainsi que le rôle du carbone en insertion.

III.1. Comportement en traction simple

Des essais de traction simple ont été réalisés à différentes températures et à vitesse de traverse constante. La vitesse de déformation vraie a ensuite été recalculée. Pour les essais présentés dans cette partie, cette vitesse est faible et d'environ $7\ 10^{-4}\ s^{-1}$. Les essais mécaniques sont donc quasi-statiques et considérés comme isothermes.

III.1.1. Post-traitement

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 :

$$\text{contrainte nominale} : \sigma_{nom} = \frac{F}{S_{nom}} \tag{III.1}$$

$$\text{allongement} : \epsilon_{nom} = \frac{\Delta L}{L_0} \tag{III.2}$$

F est la force en Newton enregistrée pendant l'essai par la cellule, S_{nom} la section de l'éprouvette avant traction, ΔL la variation de la longueur L_0 de référence. Les notions d'allongement à rupture et de résistance mécanique (contrainte maximale) sont définies à partir des courbes conventionnelles. Ces valeurs peuvent être converties en valeurs rationnelles (ou vraies) par les relations suivantes :

$$\sigma_{vraie} = \sigma_{nom}(1 + \epsilon_{nom}) \tag{III.3}$$

$$\epsilon_{vraie} = ln(1 + \epsilon_{nom}) \tag{III.4}$$

La contrainte vraie tient compte de la variation de section de l'éprouvette durant l'essai. Ces relations ne sont valables que dans la région des allongements répartis [Bénard *et al.* 84], 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 habituelles d'allongement à rupture, d'allongement homogène et de résistance mécanique seront utilisées. La limite d'élasticité des matériaux sera définie par convention dans cette étude à 1 % d'allongement ($R_{1\%}$), car l'utilisation de retour d'extensométrie et du châssis de traction inversé ne permet pas une mesure précise du seuil d'apparition de la plasticité à 0,2 %.

Le taux d'écrouissage n d'un matériau est par définition égal en tout point de la courbe de traction rationnelle à :

$$n(\epsilon_{vraie}) = \frac{d(ln\,\sigma_{vraie})}{d(ln\,\epsilon_{vraie})} = \frac{\epsilon_{vraie}}{\sigma_{vraie}} \frac{d\sigma_{vraie}}{d\epsilon_{vraie}} \tag{III.5}$$

Pour la détermination expérimentale de cette fonction, les courbes de traction ont été lissées numériquement par interpolation polynomiale d'ordre six sur l'ensemble du domaine de déformation plastique. Le taux d'écrouissage traduit la sensibilité du matériau à la localisation, ou non, de la déformation, donc à l'apparition d'une striction. Un fort taux

d'écrouissage retarde l'apparition de la striction macroscopique. Celle-ci apparaît lorsque la déformation est égale au taux d'écrouissage, selon le critère de Considère :

$$n(\epsilon_{vraie}) = \epsilon_{vraie} \qquad \text{(III.6)}$$

III.1.2. Résultats expérimentaux

III.1.2.1. Courbes de traction conventionnelles et rationnelles.

Les trois figures III.1, III.2 et III.3 présentent les courbes de traction conventionnelles et rationnelles des alliages 22Mn0,6C-PG(a), 22Mn0,6C-GG et 22Mn1,0C-PG respectivement à différentes températures. Sur cette dernière nuance, seuls des essais à basses températures et à température ambiante ont été réalisés par manque de matière. Nous avons vérifié que les résultats obtenus pour la nuance 22Mn0,6C-PG(b) sont bien identiques à ceux de la nuance (a). Ils n'ont donc pas été représentés. Pour les trois nuances, les mêmes échelles ont été volontairement utilisées pour faciliter la comparaison.

Pour chaque température, plusieurs essais ont été effectués afin d'en assurer la reproductibilité. Même si les courbes de traction se superposent parfaitement, des ruptures prématurées ont eu lieu au cours de certains essais. La raison de ces ruptures prématurées est présentée au § III.1.2.6., page 87. Seules les courbes les plus représentatives, c'est-à-dire celles présentant le meilleur allongement, ont été portées sur les figures.

Excepté à hautes températures, la rupture a lieu sans striction macroscopique : nous n'observons pas de décroissance des courbes conventionnelles en fin d'essai, ni de réduction de section localisée sur les éprouvettes. Une striction apparaît à partir de 523 K pour la nuance 22Mn0,6C-PG et à 673 K pour la nuance GG. Ces strictions sont indiquées par des flèches sur les courbes. L'allongement homogène est donc égal à l'allongement à rupture aux températures inférieures.

Les trois nuances présentent un comportement analogue : un bon compromis allongement homogène / résistance mécanique. L'allongement homogène varie entre 20 et 70 % et la résistance mécanique entre 500 et 1400 MPa. La meilleure résistance mécanique est atteinte par la nuance 22Mn1,0C-PG au détriment de son allongement homogène, qui est plus faible que pour les deux autres. D'une manière générale, la résistance mécanique décroît quand la température augmente, tandis que l'allongement homogène des alliages passe par un maximum aux températures intermédiaires.

L'évolution de la limite d'élasticité, de la résistance mécanique et de l'allongement en fonction de la température est présentée sur les figures III.4 et III.5 pour les trois nuances.

III.1.2.2. Limite d'élasticité

La différence de limite d'élasticité entre les deux nuances 22Mn0,6C est due à la différence de taille de grain. Selon la loi de Hall & Petch, la limite d'élasticité de la nuance à gros grains est plus faible que celle de la nuance à petits grains. La différence de limite d'élasticité entre les nuances 22Mn0,6C-PG et 22Mn1,0C-PG est due à la différence de teneur en carbone, à taille de grains équivalente. La nuance contenant 1 % de carbone subit un durcissement de solution solide plus important et sa limite d'élasticité est plus élevée.

Les variations de la limite d'élasticité avec la température sont classiques des alliages austénitiques [Fréchard 03][Champier & Saada 68] et des aciers Fe-Mn-C en particulier [Rémy 75l][Lim & Kim 91][Hong & Han 95]. Pour chaque nuance, deux domaines de variation quasi linéaires peuvent être distingués sur les figures III.4(a),(b) et (c). Le premier domaine, à basse température, dans lequel la limite élastique varie rapidement est caractéristique de mécanismes de plasticité thermiquement activés à faible volume d'activation. On observe un palier quasiment athermique pour la nuance 22Mn0,6C à partir de 300 K pour la nuance à petits grains et de 250 K pour la nuance à gros grains.

III.1.2.3. Résistance mécanique

La résistance mécanique suit qualitativement les mêmes tendances que la limite d'élasticité : elle diminue avec la taille de grain et augmente avec la teneur en carbone. Ces tendances sont confirmées par les essais de dureté à température ambiante. Les duretés Vickers des nuances 22Mn0,6C-PG(a), 22Mn0,6C-GG et 22Mn1,0C-PG sont respectivement de 260 HV, 190 HV et 290 HV.

Toutefois, sa variation avec la température est différente, car elle décroît linéairement sur tout le domaine de température étudié, pour chaque nuance, comme le montrent les régressions linéaires représentées par les droites. Pour les trois nuances, la différence maximale entre la résistance mécanique et la limite d'élasticité est donc obtenue aux températures intermédiaires, proches de l'ambiante.

III.1.2.4. Allongement à rupture

Les trois mesures de l'allongement homogène et/ou à rupture définies au § II.2.1.3., page 62 (lecture sur la courbe, mesures PME et PMM), ont été reportées pour chaque échantillon sur

la figure III.5. Une courbe de tendance de l'allongement homogène seul en fonction de la température a été tracée pour faciliter l'interprétation [Allain 00].

La comparaison entre les trois nuances montre que l'allongement homogène suit une tendance inverse à la résistance mécanique ou à la limite d'élasticité. Si la taille de grain diminue, l'allongement homogène augmente. À taille de grain comparable, l'allongement diminue quand la teneur en carbone augmente. Nous retrouvons là la tendance générale de nombreux matériaux : un gain en résistance mécanique se fait au détriment de l'allongement à rupture.

Ce n'est cependant pas le cas pour une même nuance en fonction de la température. En effet pour chaque nuance, l'allongement homogène augmente avec la température, jusqu'à atteindre un palier aux températures intermédiaires, puis décroît à hautes températures. Ces variations particulières ont été observées par de nombreux auteurs dans le cas des aciers Fe-Mn-C [Rémy 75m][Lim & Kim 91][Dastur & Leslie 91][Hong & Han 95][Shun *et al.* 92]. L'allongement aux températures intermédiaires présente donc un maximum aux températures proches de l'ambiante, correspondant au domaine où la différence entre la limite d'élasticité et la résistance mécanique est maximale. La température à laquelle le meilleur compromis résistance mécanique / ductilité est atteint se situe donc juste au début du palier d'allongement. À 298 K, la nuance 22Mn0,6C-GG a un allongement homogène de plus de 70 % pour une résistance mécanique de 950 MPa. À 250 K, la nuance 22Mn0,6C-PG a un allongement de 50 % pour une résistance de 1100 MPa. Compte tenu du peu de données sur la nuance 22Mn1,0C-PG, la localisation de cet optimum ne peut être assurée, mais se situe près de la température ambiante.

Pour les trois nuances, à basse température, la rupture intervient sans striction macroscopique. Les trois mesures d'allongement sont peu dispersées. Par contre, à haute température, la rupture intervient après striction. La différence entre l'allongement à rupture et l'allongement homogène s'accroît avec la température. Cette constatation est en particulier vérifiée pour la nuance 22Mn0,6C-PG : l'allongement à rupture reste stable avec la température alors que l'allongement homogène diminue.

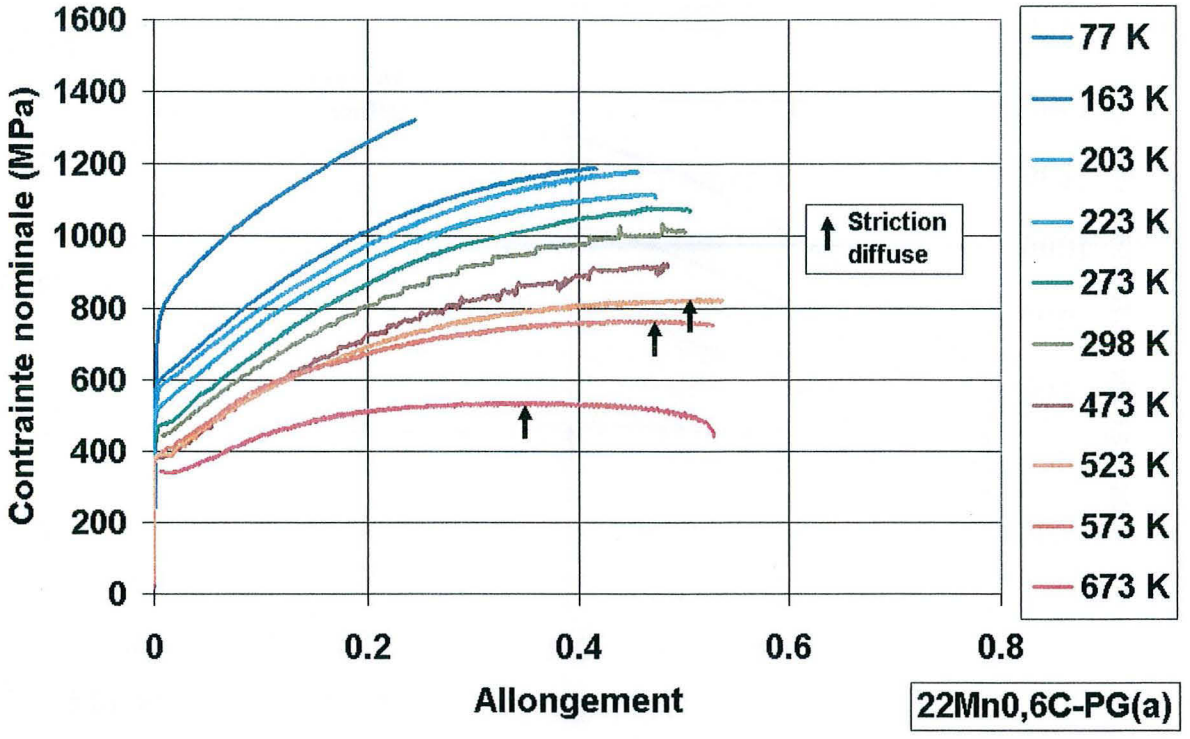
III.1.2.5. Taux d'écrouissage

L'évolution du taux d'écrouissage avec la déformation vraie a été représentée pour les trois nuances à différentes températures sur la figure III.6. Sur les trois graphiques, la droite $n = \epsilon_{vraie}$ permettant la vérification du critère de Considère a été tracée. Les étoiles indiquent la fin de l'allongement homogène (maximum de la contrainte nominale) pour chaque essai.

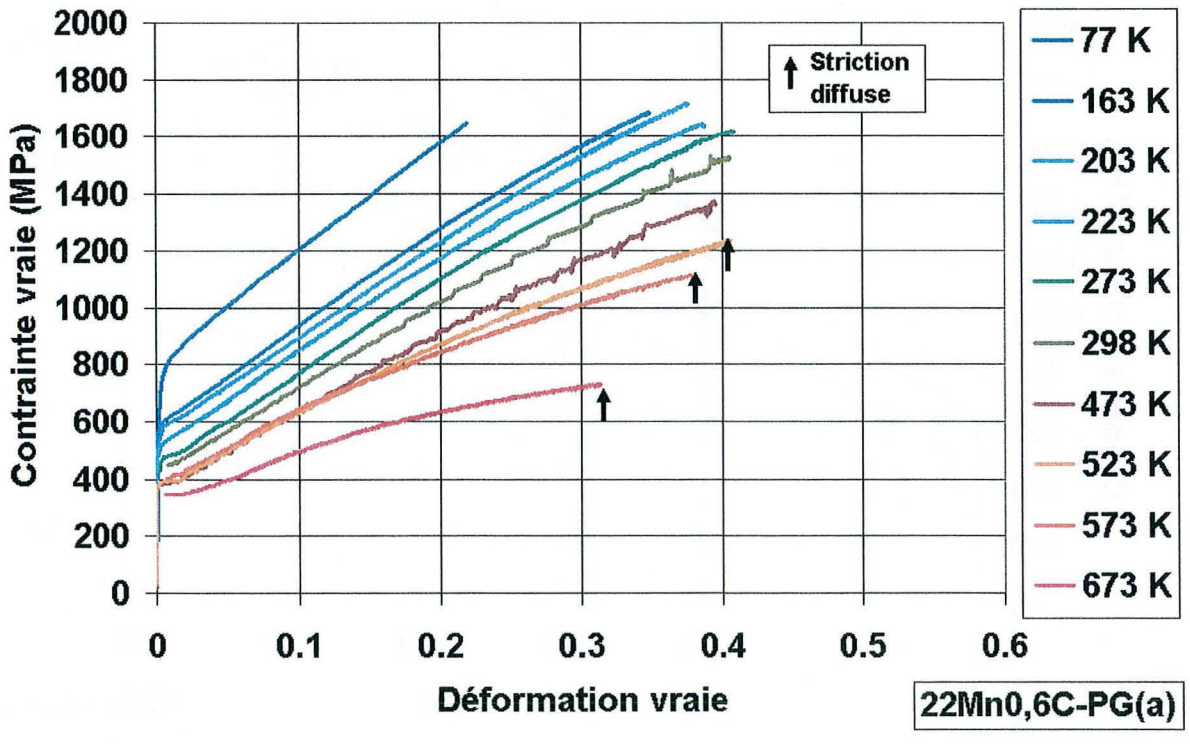
Le comportement le plus représentatif est celui de la nuance 22Mn0,6C-PG pour laquelle le plus grand nombre d'essais a été réalisé. Ruptures et strictions apparaissent quasiment toutes au moment de la vérification du critère de Considère pour cette nuance. Les deux autres nuances sont plus sensibles à l'apparition d'une rupture prématurée au-dessous de la température ambiante. Le bon accord avec le critère de Considère montre que le taux d'écrouissage suffit à expliquer l'évolution de l'allongement homogène avec la température. Le meilleur allongement à rupture est obtenu à température ambiante, là où l'alliage présente le meilleur taux d'écrouissage. La différence entre la limite d'élasticité et la résistance mécanique à cette même température est le résultat de la combinaison d'un fort taux d'écrouissage et d'une excellente ductilité.

Les deux autres nuances présentent la même évolution du taux d'écrouissage avec la température. À température ambiante et à chaud, le critère de Considère s'applique également. À basse température, le taux d'écrouissage est également moins bon qu'à température ambiante. Le critère de Considère est cependant moins bien vérifié à cause des ruptures prématurées qui diminuent d'autant l'allongement à rupture.

La rupture prématurée des éprouvettes a pu être observée à toute température et provoque une dispersion des allongements, même si les courbes de traction sont parfaitement superposables pour différents essais dans des conditions identiques. D'une manière générale, les alliages présentent une sensibilité plus forte à ce type de rupture à basse température. Une étude fractographique a donc été menée pour en déterminer l'origine.

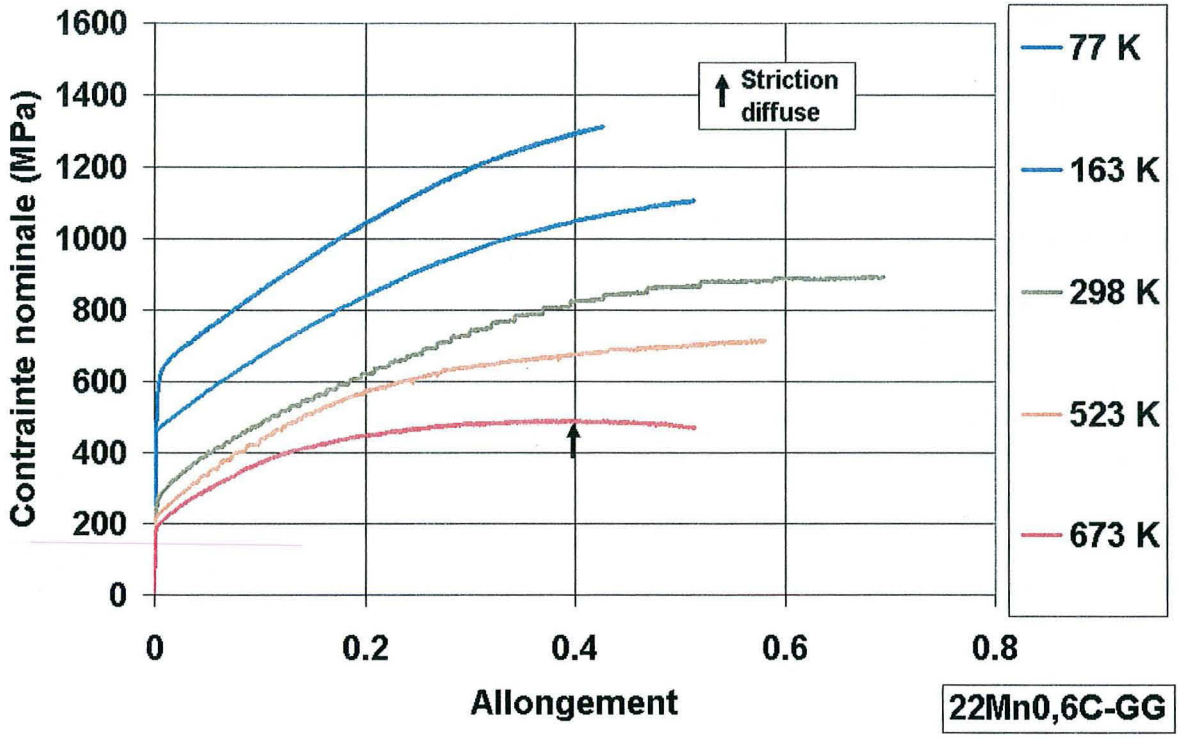


(a)

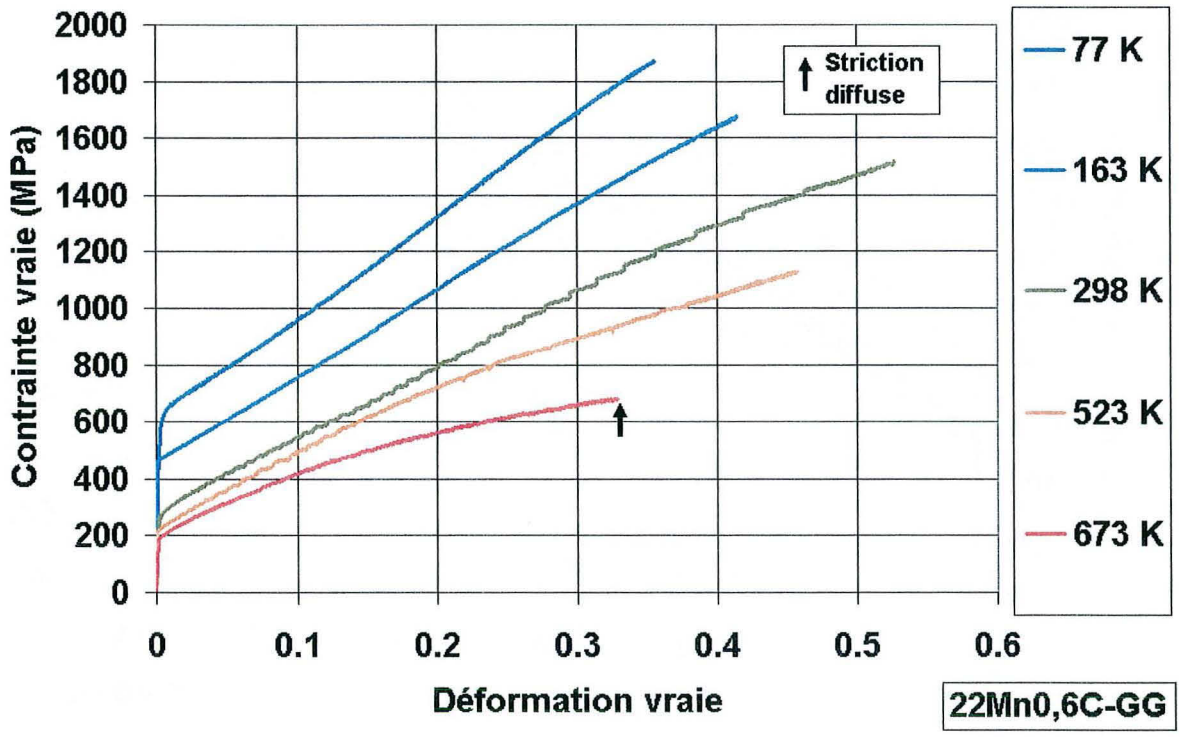


(b)

Figure III.1 : Courbes de traction (a) nominales et (b) rationnelles de la nuance 22Mn0,6C-PG(a) (d_F = 3 µm)

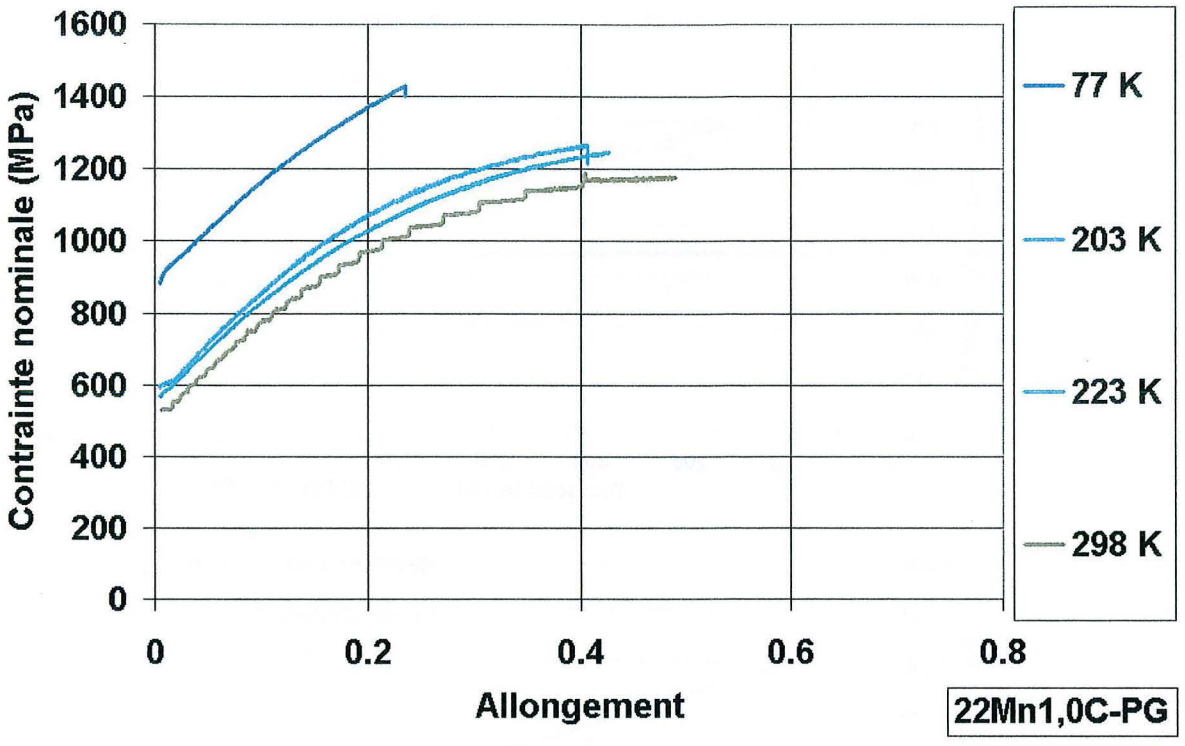


(a)

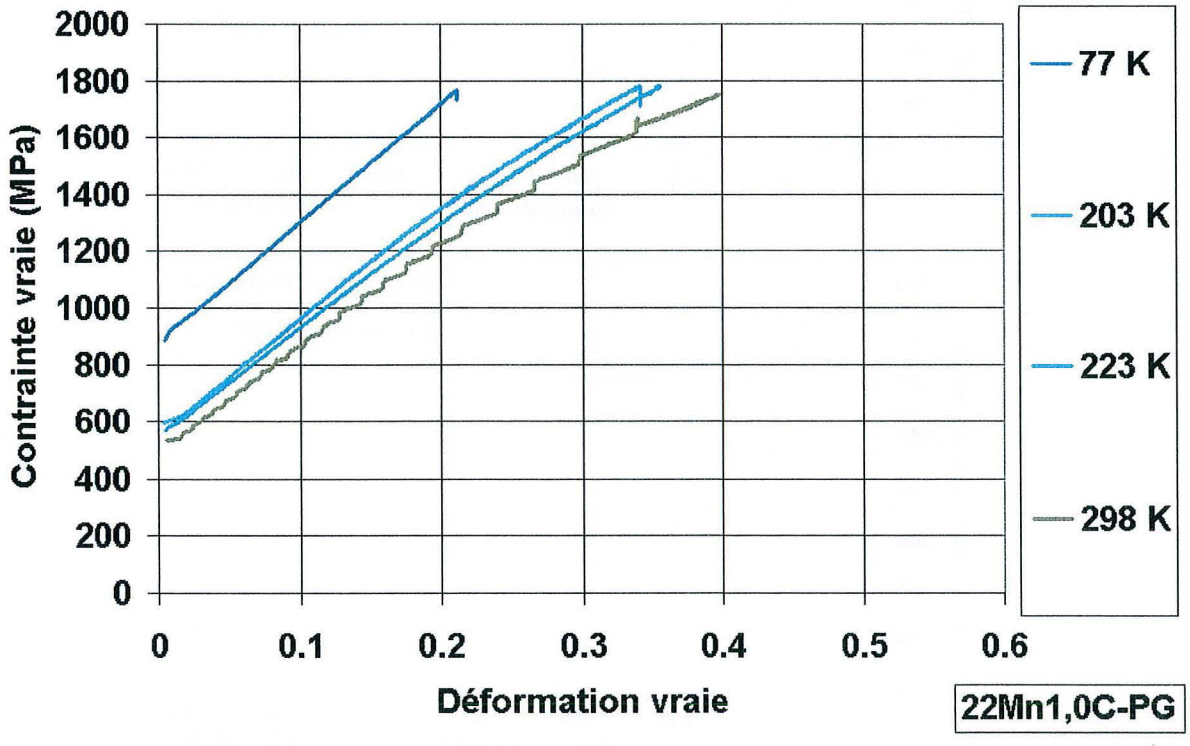


(b)

Figure III.2 : Courbes de traction (a) nominales et (b) rationnelles de la nuance 22Mn0,6C-GG (d_F = 19.6 µm)



(a)



(b)

Figure III.3 : Courbes de traction (a) nominales et (b) rationnelles de la nuance 22Mn1,0C-PG (d_F = 3.5 µm)

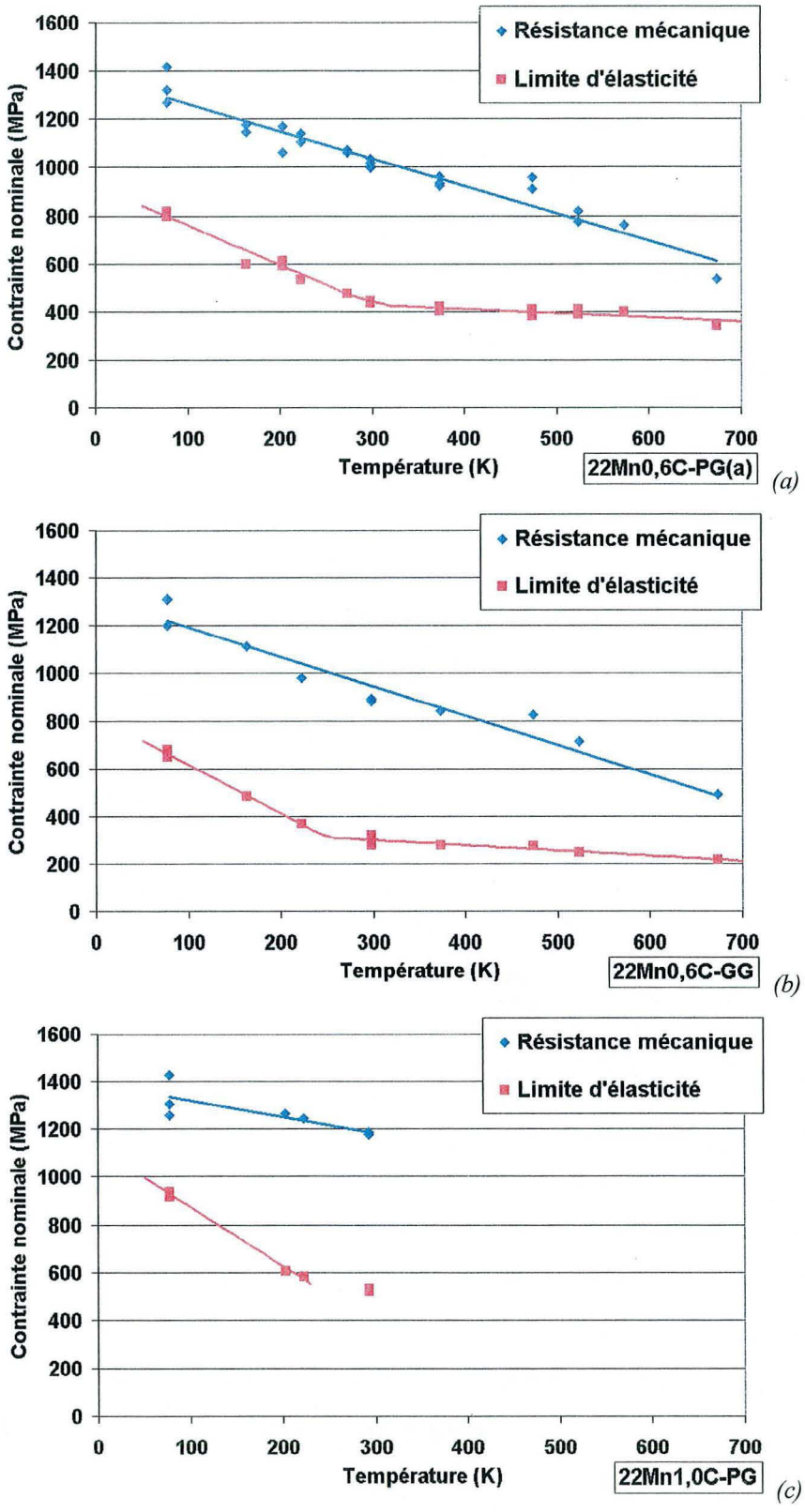
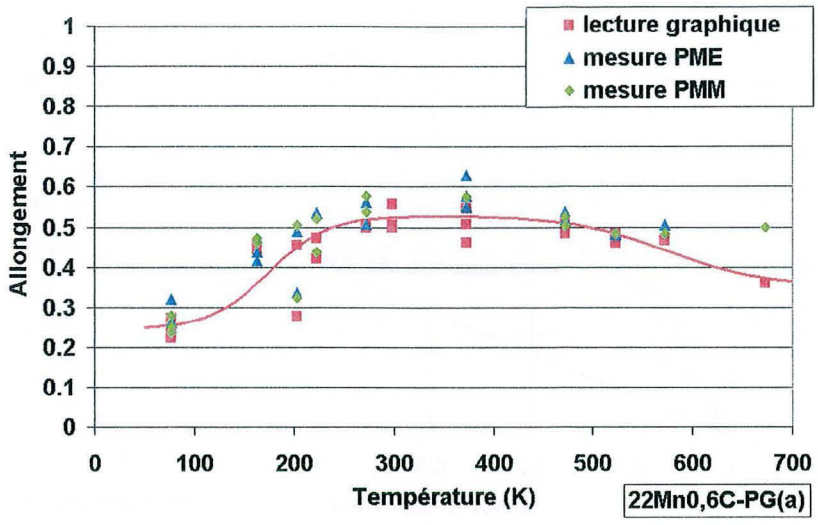
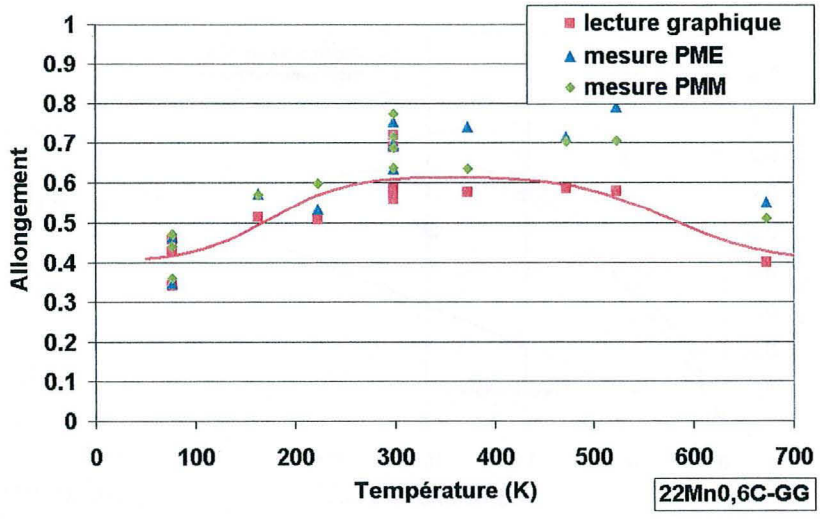


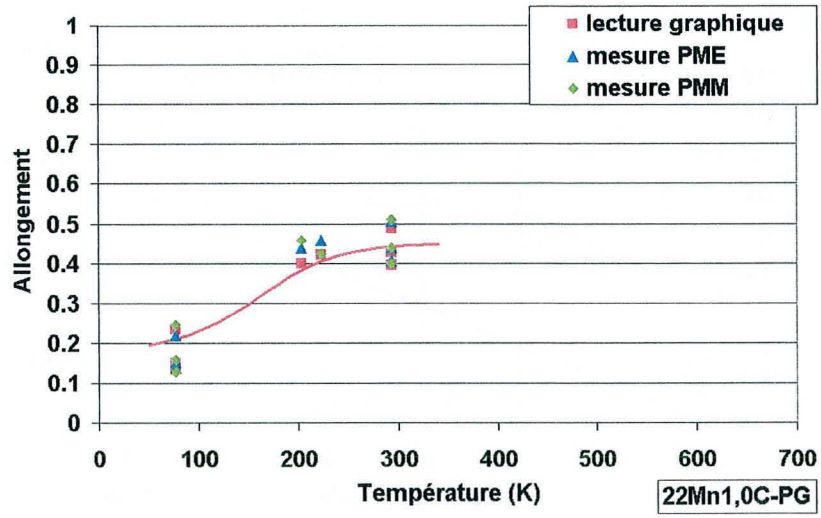
Figure III.4 : (a), (b) et (c) Résistances mécaniques et limite d'élasticité des alliages 22Mn0,6C-PG(a), 22Mn0,6C-GG et 22Mn1,0C-PG respectivement à différentes températures. Les résistances mécaniques décroissent linéairement avec la température et les limites d'élasticité atteignent un palier quasiment athermique au-dessus de 300 K et 250 K pour les nuances 22Mn0,6C-PG(a), 22Mn0,6C-GG respectivement.



(a)

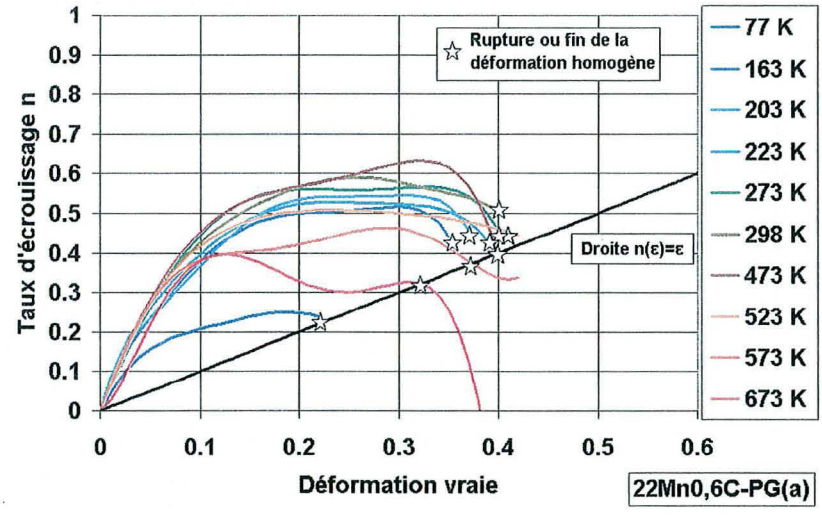


(b)

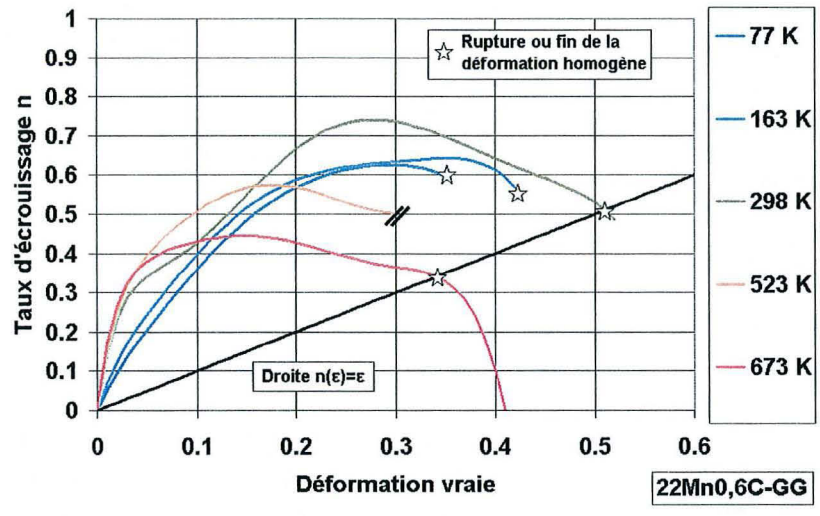


(c)

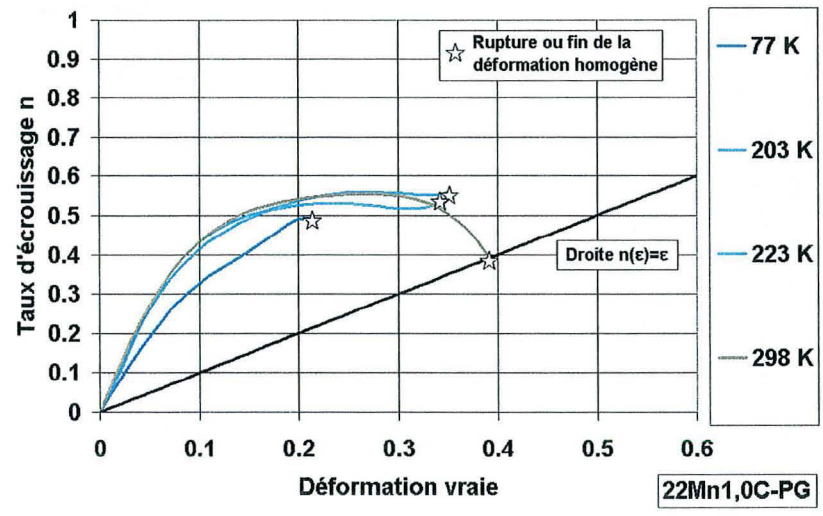
figure III.5 : (a), (b) et (c) Mesures d'allongements homogènes et à rupture des alliages 22Mn0,6C-PG(a), 22Mn0,6C-GG et 22Mn1,0C-PG respectivement à différentes températures. La courbe de tendance reproduit la tendance de l'allongement homogène.



(a)



(b)



(c)

Figure III.6 : Évolution du taux d'écrouissage en fonction de la déformation vraie d'après l'équation (III.5) à différentes températures pour les nuances (a) 22Mn0,6C-PG(a) (b) 22Mn0,6C-GG et (c) 22Mn1,0C-GG

III.1.2.6. Étude des faciès de rupture

L'analyse des faciès de rupture au MEB a montré que pour chacune des nuances la rupture est de type intragranulaire ductile à toutes les températures étudiées. De nombreuses cupules sont visibles sur le faciès. Elles se répartissent en deux populations : les cupules microniques d'environ 1 µm de diamètre (cupules de type I) et des cavités de taille plus importantes de diamètre supérieur à 10 µm (cupules de type II) [Allain 00]. La figure III.7 montre deux faciès de rupture d'éprouvettes déformées à température ambiante et à 77 K. La rupture dans les deux cas est de type intragranulaire ductile, bien qu'il n'y ait aucune striction à l'échelle macroscopique. Les deux types de cupules sont indiqués par des flèches. Les faciès à haute température sont similaires, mais s'accompagnaient d'une striction macroscopique en fin d'essai.

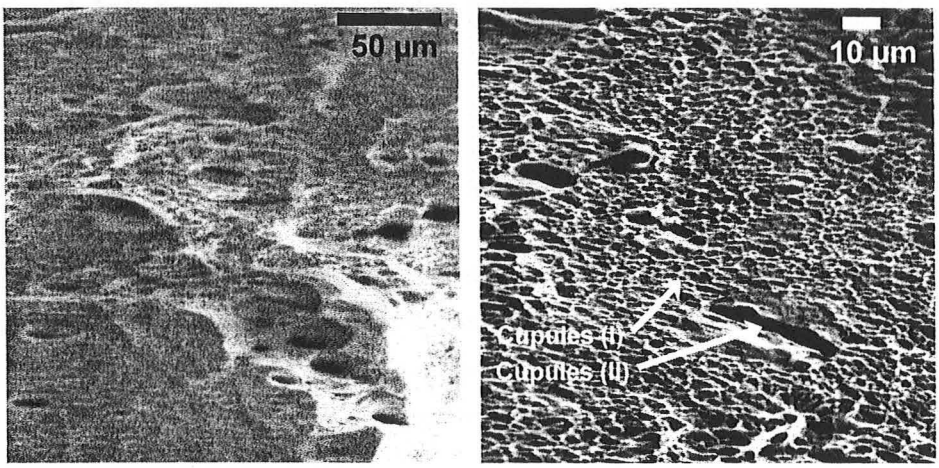
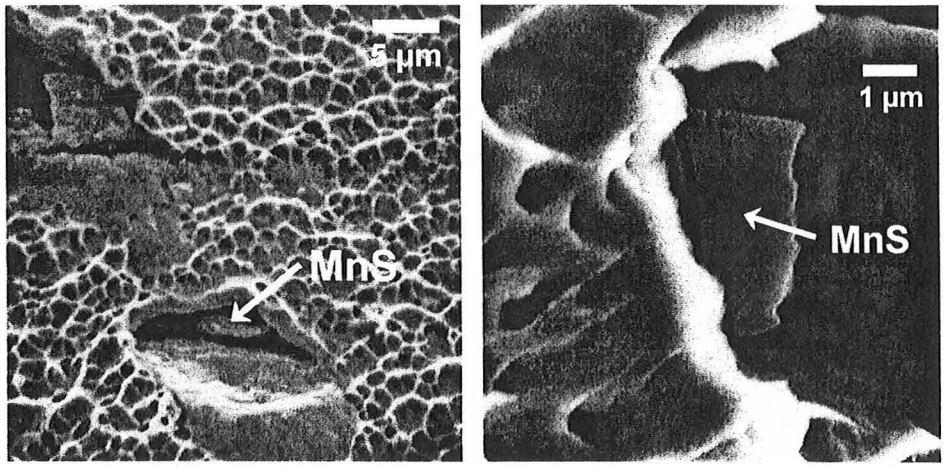


Figure III.7 : Faciès de rupture d'éprouvettes de la nuance 22Mn0,6C-PG(a) déformées (a) à 298 K et (b) à 77 K. Les deux types de cupules sont indiqués par des flèches. La direction de traction est normale au plan d'étude.

La rupture avec ou sans striction macroscopique s'explique par la formation des cupules de type I. Cette analyse est compatible avec la vérification du critère de Considère : même en l'absence de striction macroscopique, la formation des cupules de type I et une localisation microscopique de la déformation entraînent la rupture immédiate de l'éprouvette. Ce mécanisme est connu sous le nom de striction localisée.

La présence des cupules de type II explique la dispersion des résultats en terme d'allongement à rupture. Cette deuxième population est due à la présence de précipités de sulfure de manganèse (MnS). La figure III.8 montre la présence de tels précipités à l'intérieur de cupules de type II. Leur composition exacte a été mesurée par sonde chimique à l'IRSID. Une étude métallographique a montré que ces précipités se présentent sous la forme de disques aplatis par le laminage à chaud, de quelques microns d'épaisseur, de diamètre moyen 60 µm en moyenne et constituent environ 1,5 % du volume du matériau.

Ils sont très durs à température ambiante dans une matrice austénitique beaucoup plus ductile. Pendant la déformation, ceux-ci se déchaussent et se fragmentent, créant ainsi des cavités libres. La coalescence des ces cavités peut provoquer une rupture prématurée des éprouvettes, avant localisation de la déformation. Ce problème de rupture prématurée provoquée par la présence de précipités de MnS est récurrent dans les alliages Fe-Mn et a déjà été soulevé par Tomota *et al.* [Tomota *et al.* 87].



(a) *(b)*

Figure III.8 : Faciès de rupture d'éprouvettes de la nuance 22Mn0,6C-PG(a) déformées à température ambiante. Les flèches indiquent la présence de précipités de sulfure de manganèse à l'intérieur des cupules de type II. (a) direction de traction normale à la surface, (b) direction de traction quasiment dans le plan de la surface étudiée.

III.1.2.7. Synthèse

La résistance mécanique des alliages de l'étude augmente quand la température diminue tandis que l'allongement homogène présente un maximum aux températures intermédiaires. Le paramètre clé pour interpréter ces caractéristiques est le taux d'écrouissage.

Le meilleur compromis allongement / résistance mécanique est obtenu au début du palier d'allongement homogène, qui se situe aux températures proches de l'ambiante pour les nuances étudiées, précisément là où le taux d'écrouissage est maximal. Au-dessous de ce palier, la résistance mécanique continue à augmenter quand la température diminue en raison de la forte augmentation de la limite d'élasticité, bien que le taux d'écrouissage chute.

L'allongement homogène est donné par le critère de Considère qui prédit l'apparition de la striction quand $n = \epsilon$, que celle-ci soit diffuse à hautes températures ou localisée à basse et moyenne température. L'allongement à rupture reste stable à haute température, bien que l'allongement homogène décroisse, en raison de l'apparition de la striction macroscopique.

L'analyse fractographique montre que la dispersion en terme d'allongement est due à une rupture prématurée provoquée par des précipités de MnS. La moins bonne validité du critère de Considère à basse température traduit une plus forte sensibilité à ces ruptures prématurées. Cette sensibilité est liée à la difficulté d'accommoder la déformation plastique autour de ces précipités, le glissement des dislocations étant thermiquement activé à ces températures comme le montrent les variations de la limite d'élasticité.

Ces caractéristiques mécaniques sont liées aux différents mécanismes de déformation activés dans les alliages Fe-Mn-C et qui dépendent de l'EDE, elle-même dépendante de la température.

III.2. Étude des mécanismes de déformation

Des échantillons issus des éprouvettes en fin de déformation ont été préparés pour une étude microstructurale en microscopie optique et en microscopie électronique à transmission.

III.2.1. Microscopie optique

Le protocole expérimental est celui présenté au § II.3.1., page 66. L'étude en microscopie optique n'a pu être réalisée que sur la nuance 22Mn0,6C-GG car les deux autres nuances possèdent des tailles de grains trop petites. Des micrographies caractéristiques des surfaces observées après attaque électrolytique sur les éprouvettes déformées à rupture sont classées figure III.9 par température d'essai croissante. L'attaque a permis de révéler les plaquettes de martensite ϵ, les macles mécaniques et les joints de grains. Seule la dernière micrographie ne montre aucune trace de mécanisme de déformation subsidiaire au glissement à l'intérieur des grains. Les traces de bandes de glissement sont toutefois visibles (léger relief). Sur les quatre autres micrographies apparaissent des plaquettes soit de macles soit de martensite ϵ plus ou moins bien révélées. L'épaisseur caractéristique de ces plaquettes est de quelques dixièmes de microns. Elles s'organisent en une sous-structure dense, selon deux orientations sécantes à l'intérieur d'un même grain. Sur l'échantillon déformé à 473 K, figure (d), la cavité laissée libre par un précipité de MnS est visible à l'intérieur d'un grain.

Pour les cinq micrographies, la direction de traction est horizontale. Les grains en fin de déformation sont allongés selon cette direction.

Compte tenu de la morphologie similaire des macles et des plaquettes de martensite ϵ, il n'est pas possible de les distinguer à cette échelle.

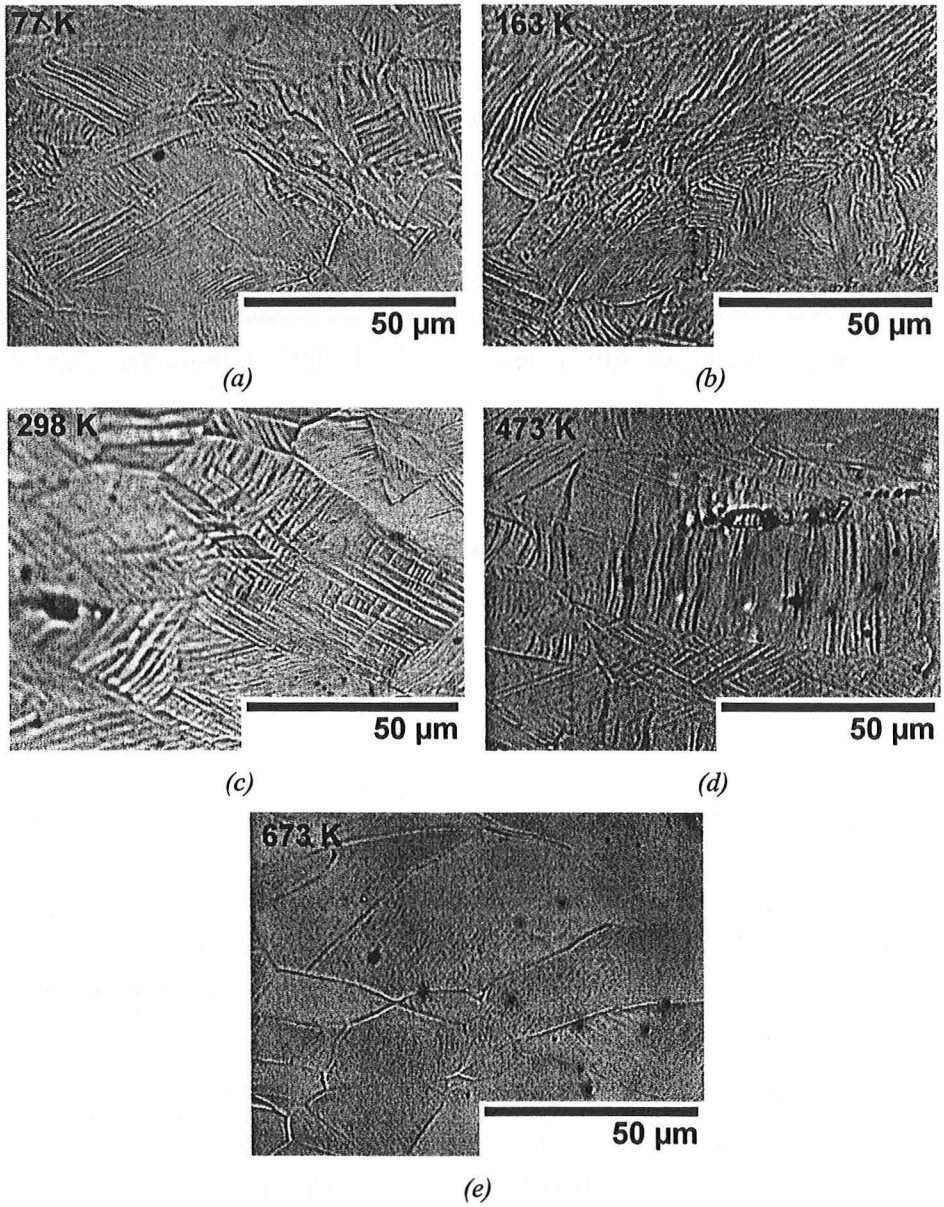


Figure III.9 : Micrographies de microscopie optique sur la nuance 22Mn0,6C-GG après déformation à rupture à différentes températures 77 K, 163 K, 298 K, 473 K et 673 K respectivement. La direction de traction est horizontale.

III.2.2. Microscopie électronique à transmission

Les mécanismes de déformation ont été caractérisés à une échelle plus fine afin de lever l'indétermination entre maclage et transformation martensitique. Des échantillons ont été prélevés sur les éprouvettes de traction en fin de déformation pour les deux nuances 22Mn0,6C. Le tableau III.1 présente les 9 plus grandes distances réticulaires pour les différentes structures cristallographiques susceptibles d'être observées. Pour les différentes structures, les paramètres de mailles utilisés sont reportés en en-tête. La martensite α' de structure quasiment cubique centrée a un paramètre de maille variable dépendant de la teneur

en carbone. Les résultats concernant la structure CC sont donc donnés pour les deux paramètres de maille extrêmes recensés pour la martensite α'. Les différentes phases présentes ont été identifiées et indexées grâce aux distances distinctives (en gris) et aux axes de symétries cristallines de ces structures [Edington 75a].

Structure CFC avec $a = 0,36$ nm		Structure HC avec $a = 0,2598$ nm et $c = 0,4080$ nm		Structure CC avec $a = 0,286$ nm et $a = 0,3$ nm		
Plans (hkl)	Distance réticulaire (nm)	Plans (hkil)	Distance réticulaire (nm)	Plans (hkl)	Distance réticulaire (nm)	Distance réticulaire (nm)
(111)	0,209	(10-10)	0,220	(110)	0,202	0,212
(200)	0,181	(0002)	0,204	(200)	0,143	0,150
(220)	0,128	(10-11)	0,193	(211)	0,168	0,122
(311)	0,109	(10-12)	0,150	(220)	0,101	0,106
(222)	0,105	(11-20)	0,127	(222)	0,082	0,086
(400)	0,096	(11-21)	0,121	(310)	0,090	0,095
(331)	0,083	(10-13)	0,116	(321)	0,076	0,080
(420)	0,081	(11-22)	0,108	(330)	0,067	0,071
(422)	0,074	(0004)	0,102	(332)	0,061	0,064

Tableau III.1 : Tableau récapitulatif des plus grandes distances réticulaires diffractantes pour les structures cristallographiques CFC, HC, et CC. Les paramètres de maille sont donnés en en-tête. Les distances spécifiques des structures CFC et HC sont surlignées en gris.

III.2.2.1. Microstructure de déformation à 77 K

Seules des éprouvettes de la nuance 22Mn0,6C-GG ont été étudiées à cette température. La présence de martensite ϵ a été observée. La figure III.10 montre deux clichés de diffraction à la même échelle obtenus sur des structures lamellaires présentes à l'intérieur des grains. Ces axes de zone sont caractéristiques d'une structure HC, et les distances réticulaires correspondent bien à celles de la martensite ϵ. Les clichés sont indexés selon les conventions propres de cette structure.

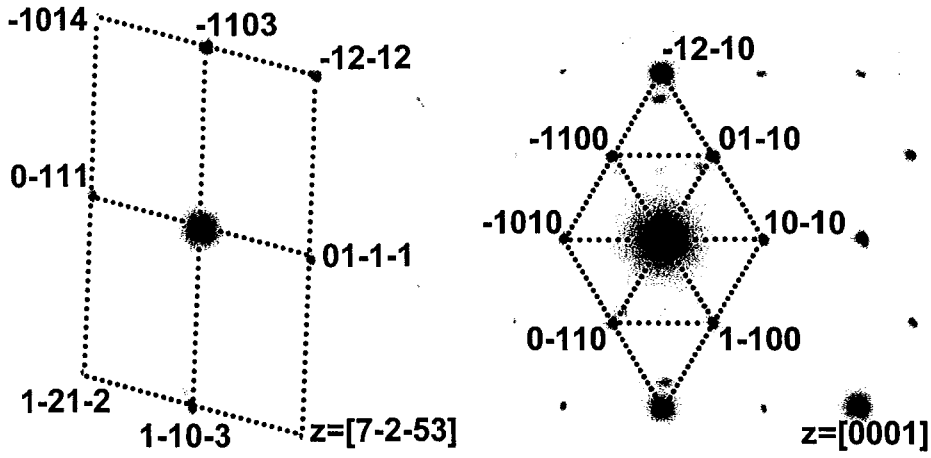


Figure III.10 : Clichés de diffraction obtenus sur des structures lamellaires observées à l'intérieur des grains. Les symétries et les distances réticulaires sont spécifiques à la martensite ϵ. (a) axe de zone [7-2-53] et (b) axe de zone de symétrie 6 [0001].

Les lamelles de martensite ϵ apparaissent selon deux plans $\{111\}_\gamma$ sécants à l'intérieur d'un grain comme le montrent les trois premières micrographies de la figure III.11. Toutes les lamelles coplanaires ont la même orientation cristallographique car elles apparaissent avec le même contraste pour chaque condition de diffraction. Les deux premières micrographies DF (figures III.10(a) et (b)) ont été réalisées successivement avec un vecteur de diffraction propre à l'orientation cristalline de chaque système de lamelles parallèles. L'autre système est alors en condition d'extinction. Sur la troisième micrographie, les deux vecteurs ont été sélectionnés simultanément laissant en contraste les deux systèmes de lamelles. La figure III.11(d) présente une micrographie DF réalisée sur un autre grain. Un seul des deux systèmes de plaquettes de martensite ϵ est cette fois en contraste. L'agrandissement de la zone encadrée permet d'apprécier la finesse des plaquettes et leur forte densité. L'espacement entre deux plaquettes d'un même système est réduit, de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres.

Un système de lamelles est donc défini par une orientation cristallographique commune. Le cisaillement provoqué par la formation de ces plaquettes est donc identique pour chacune d'elles. En conséquence, elles résultent probablement du passage tous les deux plans atomiques de dislocations partielles de Shockley de même vecteur de Burgers.

De nombreuses dislocations et fautes étendues ont été observées dans l'austénite non transformée. La présence de ces défauts explique en particulier les nombreux contrastes résiduels sur les micrographies et rend délicat l'indexation précise des dislocations près des interfaces γ / ϵ.

Sur l'ensemble des zones observées, les lamelles correspondent majoritairement à de la martensite ϵ. Quelques macles mécaniques ont toutefois été observées. Par contre, la présence

de martensite α' n'a pas été observée. Aucun cliché de diffraction n'a pu être attribué à cette phase, en particulier au niveau des intersections de bandes de cisaillement (martensite ϵ ou macles).

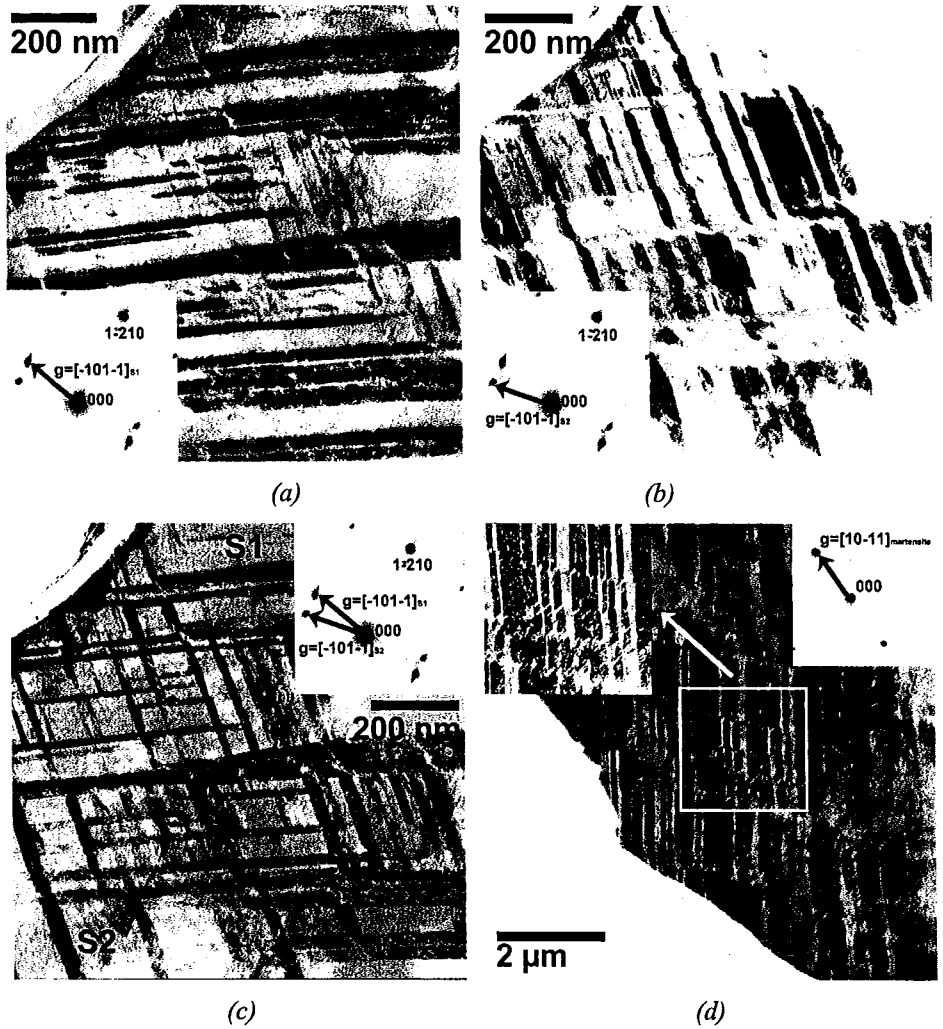


Figure III.11 : Micrographies DF d'une éprouvette déformée à rupture à 77 K. (a), (b), (c) même zone : (a) Conditions de diffraction des lamelles de martensite ϵ du système S1 (b) Conditions de diffraction des lamelles de martensite ϵ du système S2 (c) Conditions de diffraction des deux systèmes réunies simultanément. (d) Micrographie DF d'une seconde zone. La condition de diffraction correspond à un seul système de plaquettes de martensite ϵ. La zone encadrée est agrandie en haut à gauche de la micrographie.

III.2.2.2. Microstructure de déformation à 293 K

Seules des éprouvettes des deux nuances 22Mn0,6C ont été observées à cette température. À une température de 298 K, des structures lamellaires ont aussi été observées à l'intérieur des grains conformément à l'étude en microscopie optique. Ces plaquettes de cristallographie CFC sont des macles mécaniques.

La figure III.12 montre une étude plus détaillée à l'intérieur d'un grain sur la nuance 22Mn0,6C-GG. L'austénite non maclée du grain et les macles ont été indexées séparément. Les figures (a) et (b) présentent leurs projections stéréographiques respectives. Comme précédemment, toutes les macles coplanaires ont la même orientation comme le montrent les figures (c), (d), (e) et (f) respectivement. La figure (c) est une micrographie DF, le vecteur de diffraction appartient à la matrice, les macles sont alors hors contraste. Par contre, sur les autres micrographies (d), (e) et (f) les macles sont en contraste, preuve que le vecteur de diffraction appartient à la structure maclée, c'est-à-dire à la figure (b).

Sur les figures (a) et (b) le plan de maclage K_1 est le plan $(11\bar{1})$, représenté en noir, et est commun aux deux orientations. Les autres plans {111} sont représentés en rouge et les plans {001} en bleu. Le plan K_1 est le seul élément cristallographique directement accessible. La détermination de la direction de glissement η_1 est particulièrement délicate et nécessite une étude plus approfondie. Les méthodes généralement utilisées consistent soit à indexer les dislocations partielles de Shockley en front de macles [Rémy 75n][Coujou 83], soit à observer l'interaction des macles mécaniques avec d'autres objets planaires [Coujou *et al.* 88], en particulier une surface libre [Coupeau *et al.* 99] ou un joint de grain de désorientation simple [Coujou *et al.* 92]. Ces méthodes n'ont pas pu être utilisées dans le cadre de cette étude.

Les orientations sur les deux figures (a) et (b) ont été nommées en considérant une rotation de 180° autour de l'axe $[11\bar{1}]$ commun (définition de première espèce du maclage). Rémy [Rémy 75n] propose d'écrire la matrice M (3x3) de correspondance, définie à partir du vecteur $\vec{k}$ commun aux deux orientations, comme :

$$M_{ij} = 2k_i k_j - \delta_{ij} \tag{III.7}$$

Avec δ le symbole de Kronecker. Dans le cas particulier de la figure III.12,

$$\vec{k} = \frac{1}{\sqrt{3}}[11\bar{1}] \text{ donc } M = \frac{1}{3}\begin{bmatrix} -1 & 2 & -2 \\ 2 & -1 & -2 \\ -2 & -2 & -1 \end{bmatrix} = M^{-1} \tag{III.8}$$

Cette rotation conserve le plan de maclage et la direction commune. Cette convention ne permet seulement de montrer qu'il existe une rotation de +/- 60° autour de l'axe commun, sans que la direction de glissement η_1 ne soit connue.

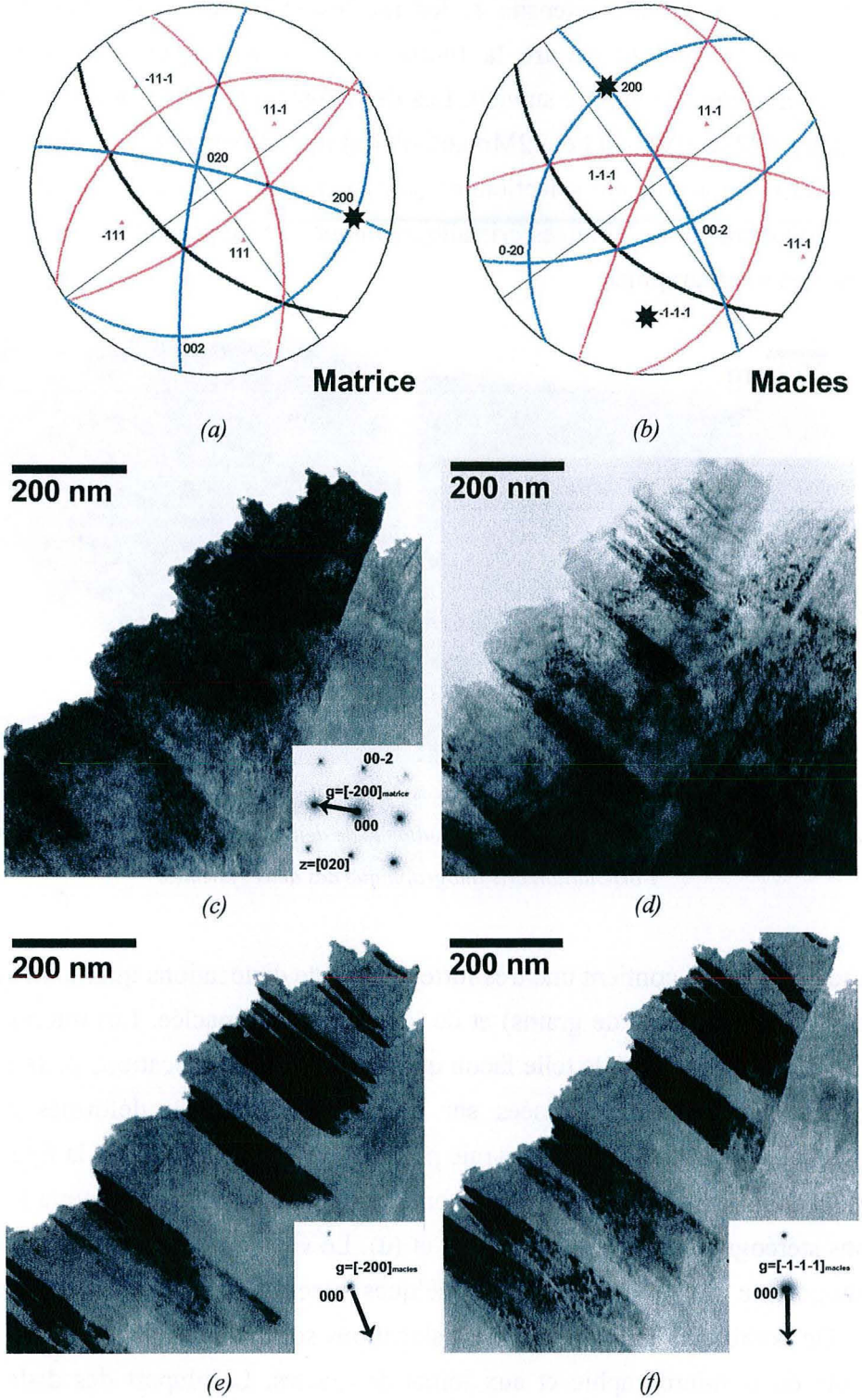


Figure III.12 : (a) et (b) Orientations cristallographiques de l'austénite non maclée et des macles vues en projection stéréographique. Le plan de la lame mince est celui de la projection. Les plans rouges correspondent aux plans {111} et les bleus aux plans {100}. La convention d'indexation est définie par l'équation (III.8). Le plan de maclage K_1 est représenté en noir. (c) Micrographie DF selon un vecteur de diffraction de la matrice non maclée. (d) Micrographie BF sur laquelle les macles sont en contraste. (e) et (f) Micrographies DF selon des vecteurs de diffraction appartenant à la figure de pôles des macles.

Comme dans le cas de la martensite ϵ, les macles mécaniques apparaissent selon deux systèmes sécants comme le montre la figure III.13. Cette organisation particulière sera discutée et interprétée au chapitre suivant. Les deux figures (a) et (b) sont des micrographies DF de la nuance 22Mn0,6C-GG et 22Mn0,6C-PG(a) respectivement. Dans les deux cas, deux vecteurs de diffraction ont été sélectionnés pour mettre en contraste les deux systèmes de maclage simultanément. Les indices cristallographiques se rapportent aux systèmes indiqués sur chacune des micrographies.

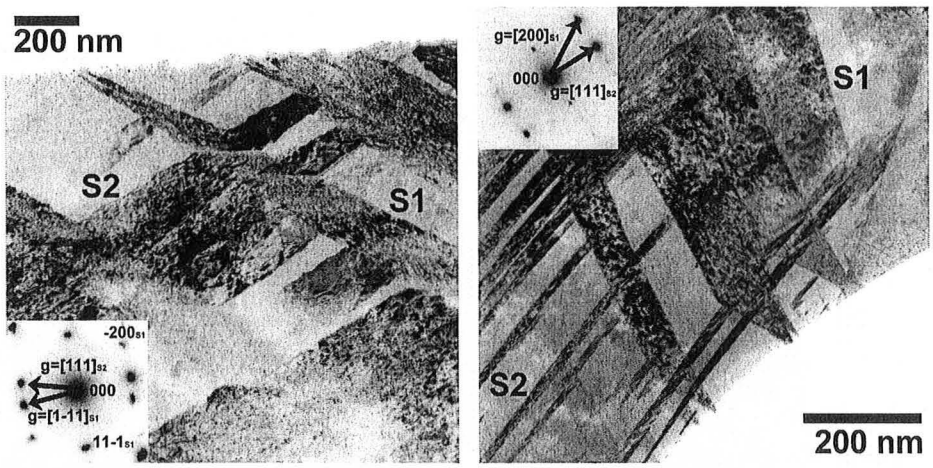


Figure III.13 : (a) et (b) Micrographies DF des nuances 22Mn0,6C-GG et PG respectivement. Les deux systèmes de maclages sont en contraste par sélection simultanée de deux vecteurs de diffraction appartenant à l'orientation cristallographique des deux systèmes.

L'austénite non maclée contient une très forte densité de dislocations qui nuit au contraste des interfaces (macles ou joints de grains) et de la matrice non maclée. Les micrographies de la figure III.14 ont été réalisées de telle façon qu'une partie des dislocations de la matrice soient en contraste. Elles ont été réalisées sur des échantillons peu déformés de la nuance 22Mn0,6C-GG (14 % de déformation vraie pour la figure (a) et 5 % pour la figure (b)). Sur la figure (a), le grain concerné et les macles ont été orientés et indexés comme le montrent les projections stéréographiques des figures (c) et (d). Le vecteur de diffraction a été choisi dans la cristallographie de la matrice. Les quelques macles mécaniques présentes sont hors contraste. De nombreux empilements de dislocations sont visibles près du joint de grains en bas à droite de la micrographie et aux joints de macles. La plupart des dislocations de la matrice sont dissociées et les franges caractéristiques des fautes apparaissent dans l'austénite non maclée. Le plan de maclage est comme précédemment le plan $(11\bar{1})$. La zone a donc été indexée suivant la convention de l'équation (III.8) en l'absence de données suffisantes sur la direction de cisaillement. La seconde micrographie est prise en condition de faisceau faible sur un échantillon de la nuance 22Mn0,6C-GG pour un vecteur de diffraction appartenant à la matrice. Les macles mécaniques sont nettement hors contraste. La densité de dislocations est moindre que sur la figure (a).

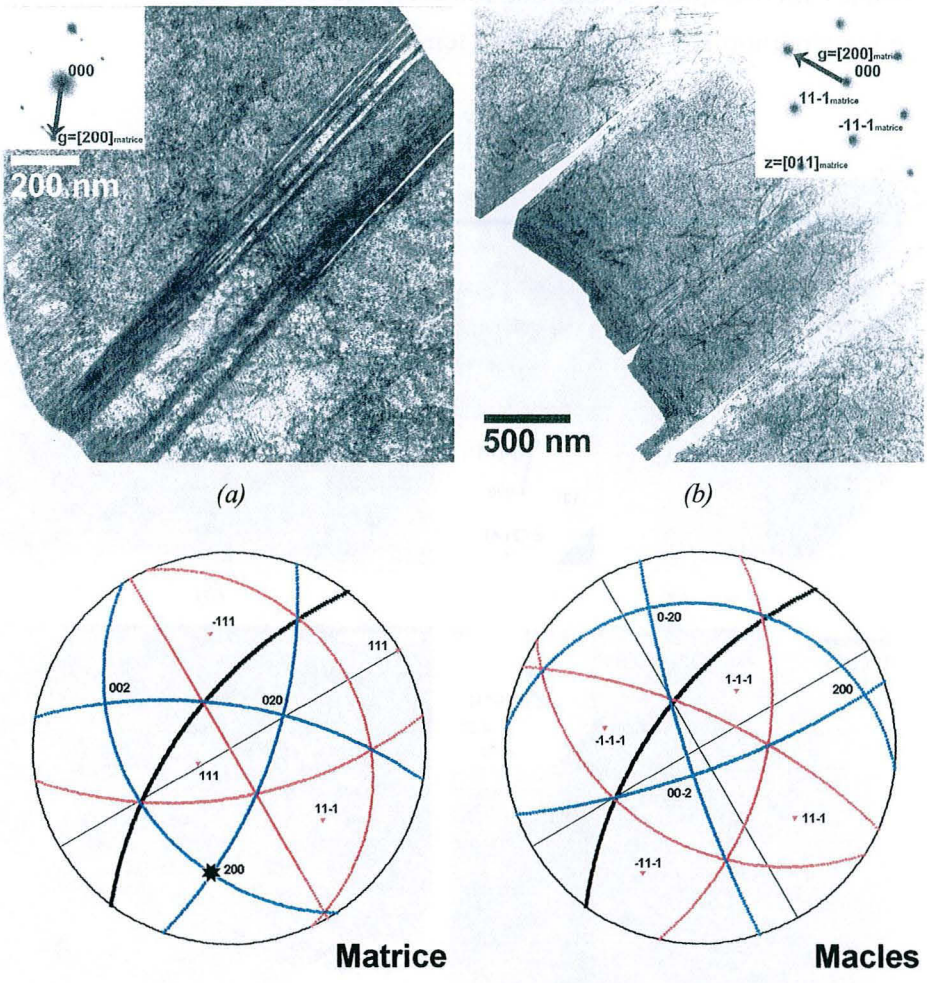


Figure III.13 :Micrographies de la nuance 22Mn0,6C-GG (a) DF, un grain maclé après 14 % de déformation vraie (b) WB(g,3g) d'un grain maclé après 5 % de déformation. Les vecteurs de diffraction respectifs appartiennent à la matrice pour mettre en contraste une partie des dislocations et des défauts d'empilements. (c) et (d), projections stéréographiques des orientations cristallines respectives de l'austénite non maclée et des macles du grain de la figure (a).

III.2.2.3. Microstructure de déformation à 673 K

Seuls des échantillons de la nuance 22Mn0,6C-GG ont été étudiés à cette température. La figure III.15 présente des micrographies DF obtenues sur différentes zones dans différents grains. Aucune structure lamellaire n'a été observée conformément aux résultats obtenus par microscopie optique après attaque. Par contre, les grains contiennent de très fortes densités de dislocations, réparties de façon inhomogène pour minimiser l'énergie, sans vraiment former des cellules. La présence de bandes plus ou moins marquées laisse penser à une forte contribution du glissement planaire de dislocations.

Quelques macles mécaniques isolées ont toutefois été observées et ont vraisemblablement pour origine la préparation des échantillons à température ambiante.

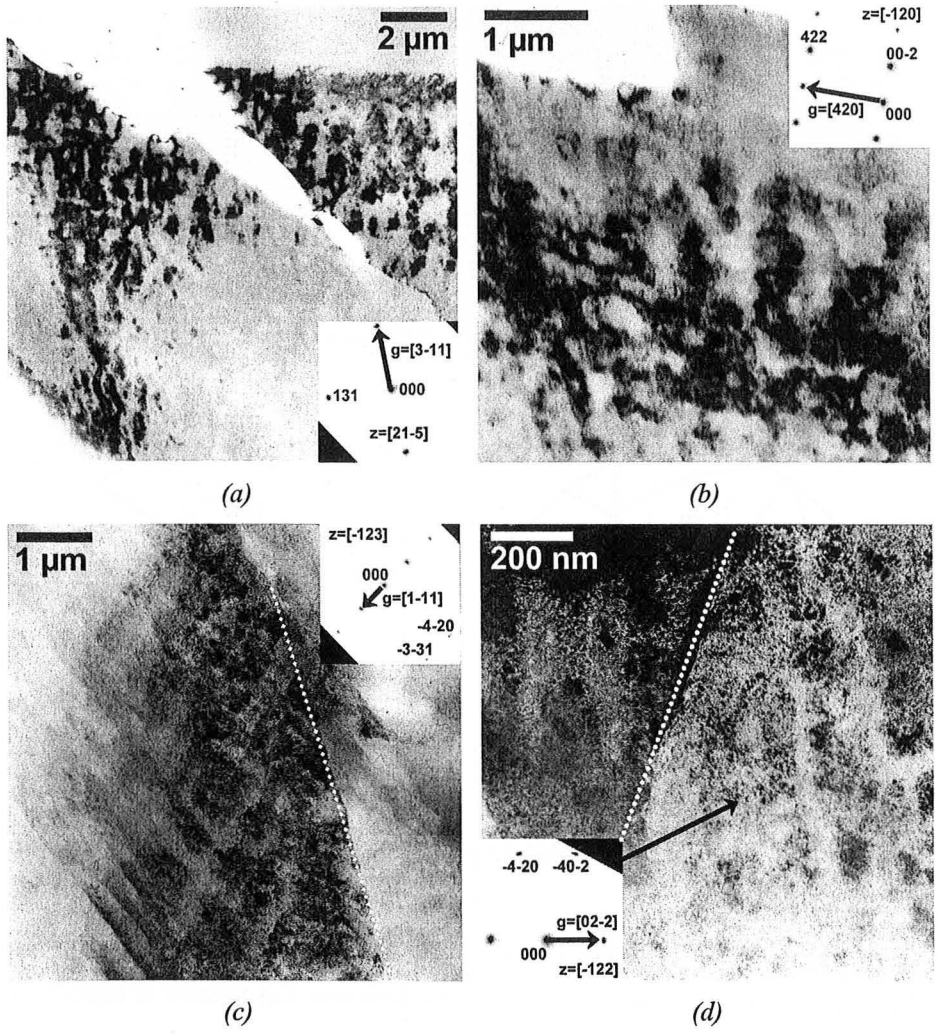


Figure III.15 : Micrographies DF obtenues sur des échantillons déformés en traction simple à 673 K. Quatre zones différentes ont été étudiées. Les pointillés blancs indiquent la présence de joints de grains. Ces clichés révèlent la présence de zones à forte densité de dislocations à l'intérieur des grains et l'absence de macles mécaniques.

III.2.2.4. Synthèse

L'analyse en microscopie électronique à transmission a montré que pour les nuances 22Mn0,6C, les mécanismes de déformation responsables des propriétés mécaniques en traction simple sont :

- la transformation martensitique ϵ et le glissement de dislocations dans l'austénite résiduelle à 77 K.
- le maclage mécanique et le glissement des dislocations dans l'austénite non maclée à 298 K.

– le glissement planaire de dislocations sans maclage mécanique à 673 K.

Aucune transformation martensitique α' n'a pu être détectée même à 77 K. L'occurrence de ces mécanismes est en relation directe avec les excellentes propriétés mécaniques de ces alliages et en particulier les forts taux d'écrouissage et les allongements à rupture qui en résultent.

III.2.3. Prévision des mécanismes de déformation

Nous avons appliqué notre modèle de prévision de l'EDE développé au chapitre I aux deux compositions étudiées, respectivement 22Mn0,6C et 22Mn1,0C. L'évolution de l'EDE avec la température a été représentée sur la figure III.16 pour la composition 22Mn0,6C. Pour illustrer l'importance respective des termes d'origine chimique et magnétique, les deux contributions ont été représentées séparément. L'EDE croît avec la température, mais la contribution magnétique est si forte à basse température que l'on observe une saturation aux températures inférieures à la température de Néel de l'austénite. La transition magnétique de la phase ϵ n'entraîne pas de modification significative de ce comportement.

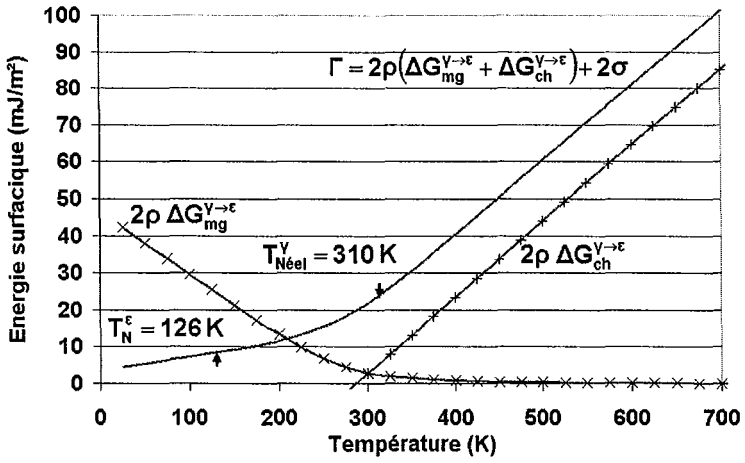


Figure III.16 : EDE Γ en fonction de la température. Les contributions d'origine magnétique et chimiques sont représentées séparément. Les températures de transition magnétique sont localisées par des flèches.

La figure III.17 présente l'évolution des EDE calculées pour les deux nuances en fonction de la température. Les variations des deux courbes sont similaires pour les deux nuances. L'EDE de la nuance riche en carbone est supérieure. Ces résultats sont en bon accord avec les observations faites au MET sur la nuance 22Mn0,6C. L'occurrence des différents mécanismes correspond bien aux domaines du chapitre I :

– À 673 K, l'EDE vaut 95 mJ.m^{-2}, valeur suffisamment élevée pour inhiber le maclage mécanique. Seul le glissement planaire est observé,

- À 298 K, l'EDE vaut à 20 $mJ.m^{-2}$ et un maclage mécanique intense est observé,
- À 77 K, l'EDE est très faible (6 $mJ.m^{-2}$) ce qui favorise la formation de martensite ε au cours de la déformation au lieu du maclage mécanique.

Par analogie avec les valeurs de E_d mesurées par d'autres auteurs (cf. chapitre I), la température E_d a été définie comme la température à laquelle l'EDE est égale à 18 $mJ.mol^{-1}$. E_d = 274 K pour les nuances 22Mn0,6C et E_d = 222 K pour la nuance 22Mn1.0C. Au-dessous de cette température se situe le domaine d'activation de la formation de martensite ε.

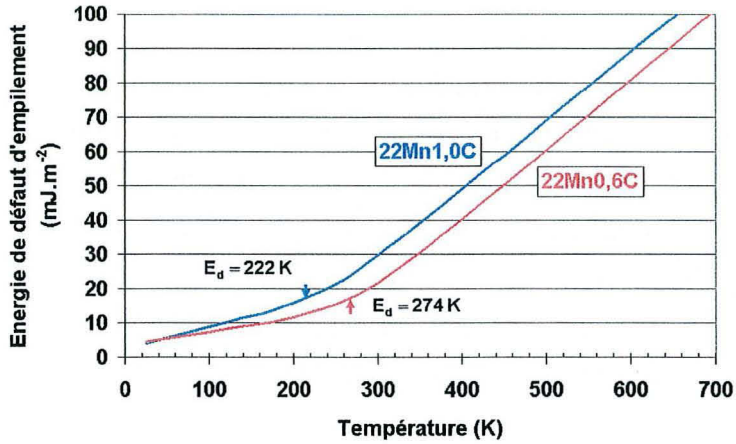


Figure III.17 : Évolution de l'EDE calculée en fonction de la température pour les nuances étudiées. Les températures théoriques de transition E_d ont été repérées par des flèches pour les deux nuances.

III.3. Discussion

III.3.1. Relation entre les mécanismes de déformation et les propriétés mécaniques macroscopiques

Les propriétés mécaniques de ces alliages évoluent notablement avec la température. On distinguera trois grands domaines correspondant à l'activation des différents mécanismes de déformation en fonction de la température. La figure III.18 représente conjointement l'évolution de l'allongement à rupture, de la résistance mécanique et de la limite d'élasticité de la nuance 22Mn0,6C-PG en fonction de la température. Les frontières approximatives entre ces trois domaines sont représentées. La transition entre les domaines III et II correspond à la température E_d. La transition entre le domaine I et II est moins bien définie et correspond à la limite d'apparition progressive du maclage mécanique pour des températures décroissantes.

L'existence de ces trois domaines a été vérifiée par de nombreux auteurs sur des alliages Fe-Mn ou base Fe-Mn-C [Shun *et al.* 92][Remy 75m][Lim & Kim 91][Kim *et al.* 86][Hong & Han 95][Choi *et al.* 99][Grässel *et al.* 00]. La figure III.19 montre l'évolution de l'allongement à rupture de cinq alliages Fe-Mn-C d'après Rémy [Rémy 75m] et Choi *et al.* [Choi *et al.* 99]. Les températures de transformation E_d déterminées par les auteurs respectifs ont été repérées ainsi que les mécanismes de déformation activés. Comme dans le cas des alliages de cette étude, ils présentent un pic d'allongement homogène conséquence d'un fort taux d'écrouissage à une température supérieure à E_d hormis l'alliage binaire à 32 % de manganèse. Le domaine III de cet alliage se situe à des températures inférieures à 77 K. Ce comportement atypique se comprend dans la mesure où l'EDE de cet alliage, selon notre modélisation, ne descend pas au-dessous de 18 $mJ.m^{-2}$ sur toute la gamme de température étudiée par l'auteur. La figure III.20 montre les variations de l'EDE calculées en fonction de la température des cinq alliages de la figure III.19. Les températures de transformation E_d proposées par les deux auteurs sont symbolisées par des flèches.

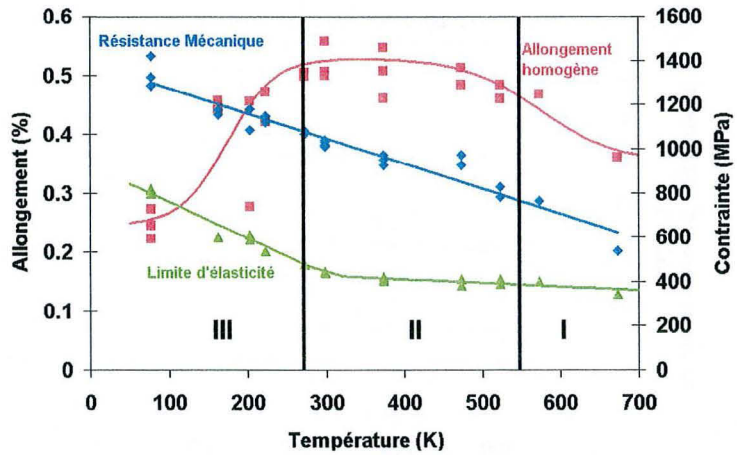


Figure III.18 : Propriétés mécaniques de la nuance 22Mn0,6C-PG en fonction de la température. Disposition des domaines représentatifs.

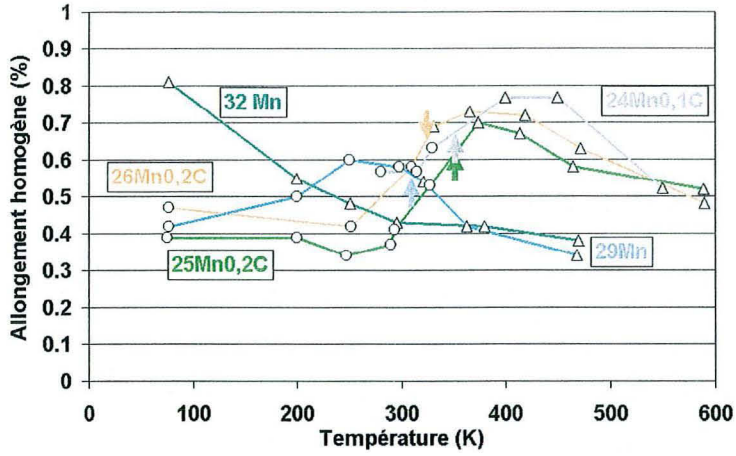


Figure III.19 : Évolution des allongement à rupture de différents alliages Fe-Mn-C de la littérature d'après [Rémy 75m] et [Choi et al. 99]. Les flèches indiquent pour chaque nuance la température E_d déterminée par chaque auteur. Les mécanismes de déformation observés par les différents auteurs ont été représentés par différents symboles sur les courbes d'allongement respectives : Δ : maclage mécanique + glissement ou glissement seul ○ : transformation martensitique ε + glissement.

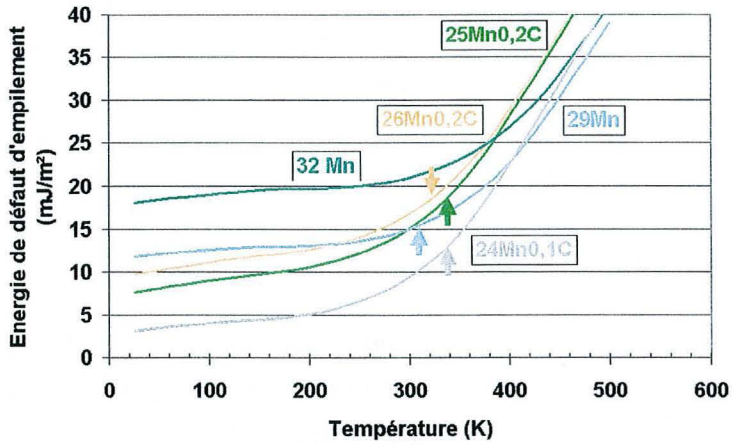


Figure III.20 : Évolution des EDE calculées en fonction de la température pour les cinq alliages de la figure précédente. Les flèches indiquent pour chacune des nuances la valeur de E_d telle que déterminée par leurs auteurs [Rémy 75m][Choi et al. 99].

III.3.1.1. Domaine I (hautes températures)

À haute température, l'EDE est suffisamment élevée pour empêcher la germination de macles au cours de la déformation. Les dislocations restent cependant suffisamment dissociées pour favoriser le glissement planaire. Les dislocations s'organisent en bandes denses en fin de déformation comme observées figure III.15. Le taux d'écrouissage est peu élevé conduisant à l'apparition rapide d'une striction diffuse et à la rupture des éprouvettes. Les mécanismes responsables de l'augmentation du taux d'écrouissage sont principalement les interactions entre les dislocations et l'effet « Hall & Petch », qui implique une augmentation de la densité

de dislocations stockées sur les joints de grains à déformation donnée. À ces températures, la contrainte critique de maclage est élevée car elle augmente avec l'EDE. Celle-ci sera donc d'autant plus difficile à atteindre que la contrainte d'écoulement reste faible.

Quelle que soit la température, les macles ou la martensite ϵ n'apparaissent pas en début de déformation, en raison d'une EDE élevée et donc d'une contrainte critique élevée. L'évolution de la limite d'élasticité en fonction de la température est donc représentative de l'activation thermique du glissement seul. Pour les nuances étudiées, le domaine I se situe dans le palier quasiment athermique de la déformation par glissement : la limite d'élasticité varie faiblement avec la température. Cette variation est caractéristique d'un glissement peu thermiquement activé à grand volume d'activation mais à forte énergie d'activation. L'alliage doit donc présenter une sensibilité faible à la vitesse de déformation. D'une manière générale, le comportement mécanique de l'alliage à ces températures est représentatif des alliages CFC classiques, tels que le cuivre [Champier & Saada 68][Kocks & Mecking 03].

III.3.1.2. Domaine II (températures intermédiaires)

Dans ce domaine de température, la dissociation des dislocations parfaites et le maclage mécanique sont favorisés par la faible valeur de l'EDE. Les macles mécaniques se substituent partiellement au glissement de dislocations selon deux plans denses dans la majorité des grains. L'enjeu est de comprendre pourquoi le maclage permet d'obtenir les meilleurs taux d'écrouissage et par conséquent les meilleurs allongement à rupture.

L'hypothèse de cette étude, et qui sera précisée au chapitre IV, est que les macles mécaniques agissent comme des obstacles forts au glissement des dislocations au même titre que les joints de grains. Le maclage conduit donc à une réduction du libre parcours moyen des dislocations [Karaman *et al.* 00b][Rémy 78][Allain *et al.* 02a][Adler *et al.* 86][Lai & Wan 89], et à un effet « Hall & Petch dynamique » au cours de la déformation. L'introduction de joints de macles réduit continûment la taille de grain effective, avec l'augmentation de la fraction de phase maclée au cours de la déformation.

Les macles mécaniques, tout en participant à la déformation (contribution qui sera précisée), expliquent donc le fort taux d'écrouissage observé dans ce domaine. L'allongement homogène passe par un optimum quand le maclage est activé.

L'activation du maclage n'est cependant pas une condition suffisante, encore faut-il que la cinétique de maclage, et donc de création d'obstacles soit continue et intense. C'est pourquoi, l'optimum d'allongement est atteint au-dessous de E_d pour les compositions binaires Fe-Mn, comme le montre peut-être la figure III.19 et les résultats de certains auteurs [Rémy

75m][Tomota *et al.* 86]. En l'absence de carbone, la contrainte d'écoulement est plus faible et la contrainte critique de maclage plus difficile à atteindre. La cinétique de transformation est alors moins soutenue. Cette hypothèse est confirmée par les résultats de la figure I.19 du chapitre I. Le maclage dans ces nuances n'apparaît qu'à des températures proches de E_d et donc avec une cinétique réduite.

La résistance mécanique de l'alliage croît continûment à cause d'une activation croissante du maclage lorsque la température diminue. Les valeurs élevées s'expliquent par l'effet cumulé du fort taux d'écrouissage et de la très bonne ductilité. Les variations des modules élastiques avec la température ne modifient pas de façon significative ces résultats.

III.3.1.3. Domaine III (basses températures)

Le domaine III se caractérise par une baisse significative de l'allongement à rupture. Les mécanismes de déformation activés dans ce domaine sont la transformation martensitique ϵ et le glissement de dislocations fortement dissociées dans l'austénite résiduelle. Les taux d'écrouissage dans ce domaine sont élevés mais la pente initiale des courbes de taux d'écrouissage en fonction de la déformation est plus faible que dans les domaines I et II. Bien que le taux d'écrouissage soit plus faible que dans le domaine II, la résistance mécanique est plus élevée en raison d'une plus forte augmentation de la limite d'élasticité quand la température décroît.

Les taux d'écrouissage meilleurs que dans le domaine I s'expliquent de la même manière que dans le domaine II. Les plaquettes de martensite ϵ sont des obstacles infranchissables et réduisent le libre parcours moyen des dislocations. Cependant, le taux d'écrouissage et l'allongement à rupture sont plus faibles que dans le domaine II, et ce, pour deux raisons :

- les plaquettes de martensite ϵ, de structure hexagonale compacte, sont moins ductiles que les macles mécaniques de cristallographie CFC. De plus, elles accommodent moins la déformation car le glissement produit est deux fois moindre que pour les macles mécaniques à fraction transformée égale. La transformation martensitique a donc tendance à fragiliser l'alliage,
- dans ce domaine, le glissement est thermiquement activé comme le montre la forte variation de la limite d'élasticité avec la température. Le glissement des dislocations dans l'austénite résiduelle est beaucoup plus difficile et l'écrouissage est réduit. Cette réduction sera d'autant plus importante que le module de cisaillement à ces températures est faible (cf. § II.4.4.2., page 72). Ceci explique la plus faible pente initiale du taux d'écrouissage en fonction de la déformation dans ce domaine par rapport aux deux autres. Le glissement reste toutefois

prépondérant car les faciès de rupture présentent un caractère typiquement ductile.

Cette diminution de la ductilité due à l'activation thermique du glissement est confirmée par Tomota sur une nuance 36Mn, dans laquelle seul le maclage est activé, et qui présente pourtant une chute de résilience à basse température et une diminution de l'allongement à rupture [Tomota *et al.* 87]. Ceci peut également expliquer la plus grande sensibilité du matériau à la rupture prématurée à basse température, l'accommodation de la déformation autour des précipités de MnS étant plus difficile.

La fragilisation due à la transformation martensitique peut être limitée par une prédéformation à des températures où la transformation martensitique n'est pas activée. La prédéformation à haute température permet selon les conclusions de plusieurs études [Tomota *et al.* 88][Sipos *et al.* 75][Sipos *et al.* 76][Rémy 77] de multiplier le nombre de germes possibles pour la transformation martensitique ϵ isotherme mais aussi de gêner la formation des plaquettes par l'introduction de fortes densités de dislocations et de joints de macles. Aux forts taux de prédéformation (supérieurs à 10 %), le second effet est prépondérant ce qui permet de stabiliser l'austénite. La fraction volumique de martensite formée au cours de la déformation après la prédéformation à une température supérieure à E_d est alors moindre. Les échantillons présentent donc un caractère moins fragile. La figure III.21 montre les courbes rationnelles de traction à 77 K, après prédéformations de 9,5 % et de 13,9 % à 523 K pour la nuance 22Mn0,6C-PG(a). Malgré la prédéformation, l'allongement à rupture des échantillons à 77 K reste quasiment identique, soit environ 20 %. Ce résultat est intéressant d'un point de vue pratique, car il montre que l'on peut gagner en résistance mécanique à 77 K sans perdre de l'allongement à rupture, et ce en modifiant uniquement la cinétique de transformation. Ce résultat confirme que la cinétique de transformation ou de maclage contrôle les propriétés mécaniques.

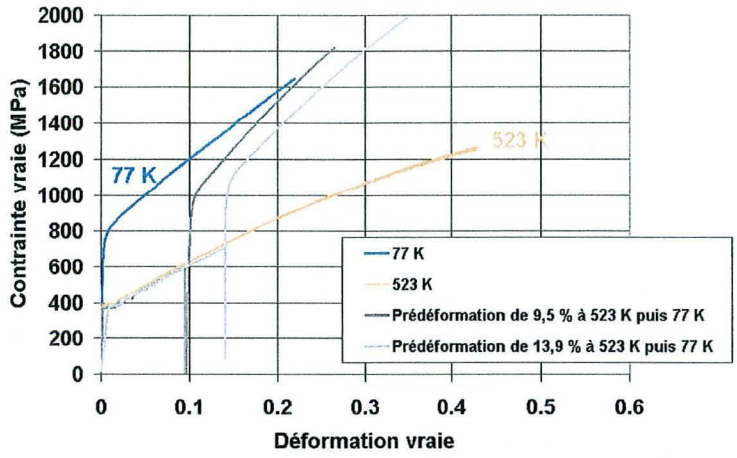


Figure III.21 : Courbes de traction à 77 K d'éprouvettes de la nuance 22Mn0,6C-PG prédéformées de 10 % et de 14 % respectivement à 523 K. Les courbes de traction aux deux températures concernées, sans prédéformation, ont été représentées à titre de comparaison pour les deux températures concernées.

En conclusion, la transformation martensitique ε devrait présenter les mêmes avantages que le maclage mécanique, à savoir l'augmentation du taux d'écrouissage et donc un bon allongement à rupture. Cependant, celle-ci fragilise l'alliage à cause de la faible ductilité de la phase ε. Cette fragilisation est amplifiée par la difficulté du glissement à ces températures qui nécessite une activation thermique. Le glissement des dislocations dans l'austénite résiduelle reste le mécanisme prépondérant expliquant les propriétés d'écoulement du matériau et les faciès de rupture ductile. L'étude a aussi vérifié les bénéfices d'une stabilisation de l'austénite par prédéformation à tiède sur l'allongement à rupture de ces alliages à basse température.

III.3.2. Influence du carbone en insertion

Hormis son influence sur les propriétés chimiques et magnétiques discutée précédemment, la présence de carbone modifie significativement les propriétés mécaniques de ces alliages. Tout d'abord, il provoque un durcissement par solution solide. Par exemple à taille de grain égale, la limite d'élasticité de la nuance 22Mn0,6C-PG est de 400 MPa, et celle de la nuance 22Mn1,0C-PG est de 500 MPa. Cet effet sur les dislocations sera d'autant plus important que le carbone présente une forte affinité avec le manganèse, induisant la création de dipôles Mn-C particulièrement peu mobiles [Dastur & Leslie 81].

L'augmentation de la contrainte d'écoulement qui résulte de l'ajout de carbone dans l'alliage permet de dépasser plus facilement la contrainte critique de transformation et/ou de maclage. Les cinétiques sont alors accélérées et les fractions transformées plus importantes. Il en

résulte un déplacement de l'optimum d'allongement à rupture vers les hautes températures (cf. figure III.19).

Le carbone peut avoir deux autres effets dans les alliages Fe-Mn-C : le vieillissement dynamique et le pseudo-maclage. Ces deux mécanismes sont discutés dans ce qui suit.

III.3.2.1. Vieillissement dynamique

Les courbes de traction des trois nuances présentent des sauts de contraintes aux températures proches de la température ambiante. Ces sauts sont généralement attribués dans la littérature à un mécanisme de vieillissement dynamique. Certains auteurs [Dastur & Leslie 81][Shun *et al.* 91][Shun *et al.* 92][Zuidema *et al.* 87] font même l'hypothèse que les forts taux d'écrouissage enregistrés sur les alliages Fe-Mn-C ne sont pas dus au maclage mécanique mais à ce seul effet. La plupart des études conduisant à cette conclusion ont été réalisées sur des nuances austénitiques de type Hadfield plus chargées en carbone. Pour ces auteurs, même si de nombreuses macles mécaniques sont émises lors de la déformation, la contrainte d'écoulement de l'alliage dépend uniquement du comportement individuel des dislocations dans l'austénite non maclée. Ces dislocations subissent conformément à un mécanisme de vieillissement dynamique, une suite d'épinglages due à la diffusion du carbone. Ce mécanisme suppose que le carbone puisse diffuser assez rapidement autour des dislocations. Il se manifeste par conséquent dans un domaine de températures et de vitesses de déformation donné. Comme une augmentation du nombre de dislocations mobiles est nécessaire pour compenser les dislocations immobilisées par les atmosphères de Cottrell (carbone) et pour continuer à assurer la vitesse de déformation macroscopique imposée, ce mécanisme nécessite un surcroît de contrainte d'écoulement et induirait donc une augmentation du taux d'écrouissage.

Les alliages étudiés présentent bien certains aspects symptomatiques du vieillissement dynamique standard. Le premier est la présence de décrochements sur les courbes de traction à température ambiante, traduisant une instabilité de la déformation plastique. Ces instabilités ont une forme cependant peu commune : une montée abrupte suivie d'un plateau avec un faible taux d'écrouissage. Aucune chute de contrainte d'écoulement n'a été enregistrée. Ces instabilités ressemblent aux décrochements de type B observés par Dastur et Leslie [Dastur & Leslie 81] aux chutes de contrainte près. L'absence de ces chutes de contrainte peut être due à la mollesse du dispositif de traction inversé. Des décrochements de type A ont aussi été observés à plus basse température.

La morphologie des instabilités dépend de la teneur en carbone. Les sauts de contrainte ont une amplitude plus grande sur la nuance 22Mn1,0C (environ 20 MPa) que sur les nuances

22Mn0,6C (environ 10 MPa) à température ambiante. La figure III.22 montre un agrandissement sur la courbe de traction nominale de l'alliage 22Mn0,6C-GG entre 30 % et 50 % d'allongement.

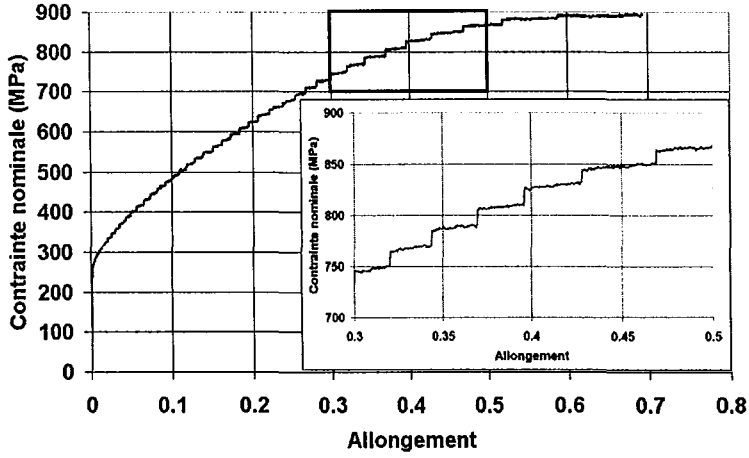
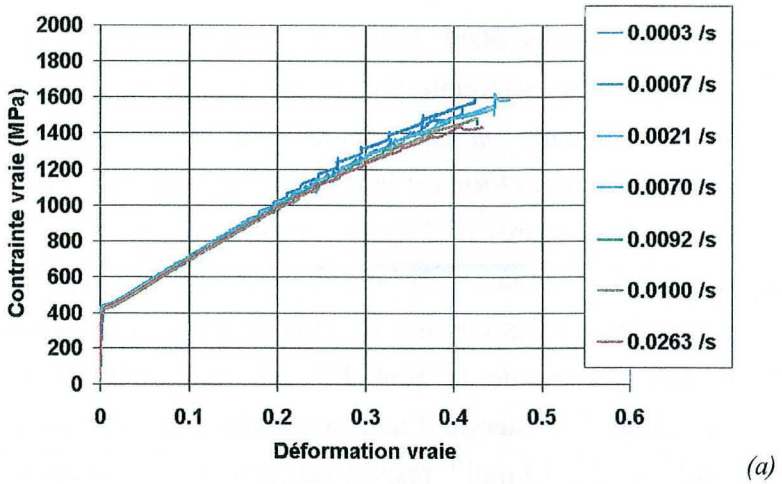


Figure III.22 : Courbe de traction conventionnelle de la nuance 22Mn0,6C-GG à température ambiante. Un agrandissement a été réalisé entre 30 et 50 % d'allongement et permet de visualiser les instabilités caractéristiques d'un mécanisme de vieillissement dynamique.

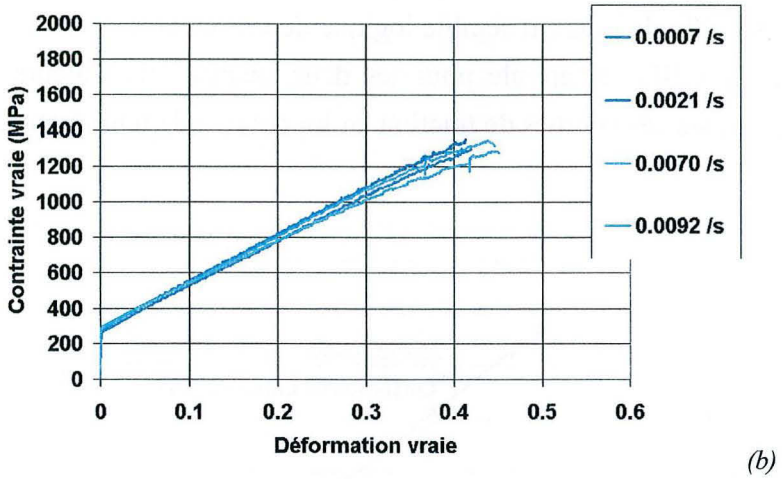
Ces décrochements caractéristiques du vieillissement dynamique ont été observés à une vitesse de déformation de 7 $10^{-4}s^{-1}$ pour les trois alliages :

- pour la nuance 22Mn0,6C-PG dans la gamme [223 K, 573 K]
- pour la nuance 22Mn0,6C-GG dans la gamme [298 K, 523 K]
- pour la nuance 22Mn1,0C-PG à 298 K.

Le second trait caractéristique du vieillissement dynamique est la sensibilité négative à la vitesse de traction dans une certaine gamme de température. Cette particularité a été observée dans le cas des deux nuances 22Mn0,6C-PG et GG à température ambiante, comme le montrent les essais à différentes vitesses de traverse imposées, présentés sur les figures III.23(a) et (b). Les vitesses de déformation moyennes ont été recalculées post-mortem. La limite d'écoulement diminue quand la vitesse de déformation augmente, même si la sensibilité à la vitesse de déformation reste faible. Ce résultat est à prendre avec d'autant plus de précautions qu'il peut résulter partiellement de l'échauffement adiabatique qui augmente avec la vitesse de déformation.



(a)



(b)

Figure III.23 : Courbes de traction rationnelles à température ambiante à différentes vitesses de déformation pour la nuance 22Mn0,6C (a) -PG, (b) -GG.

III.3.2.2. Caractérisation physique du mécanisme

Si ces instabilités sont dues à un mécanisme de type Portevin-Lechatelier (PLC), donc à la présence et à la diffusion du carbone, alors ce mécanisme est thermiquement activé et induit une faible sensibilité négative à la vitesse de déformation. L'apparition de ces instabilités a été analysée selon la méthode proposée par Shun *et al.* [Shun *et al.* 92]. Les premières instabilités apparaissent sur les courbes de traction à une valeur de déformation ε_c dépendant de la température T et de la vitesse de déformation imposée $\dot{\varepsilon}$. Shun *et al.* proposent alors d'écrire la relation suivante :

$$\varepsilon_c = \left(\frac{1}{K_C} \dot{\varepsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT} \right) x_C^{-\omega} \right)^{\frac{1}{m}} \qquad \text{(III.9)}$$

avec K_C, ω, m des constantes empiriques, x_C la fraction atomique en carbone de l'alliage, R la constante des gaz parfait, et Q l'énergie d'activation du mécanisme.

Le nombre d'essais mécaniques étant limité et la détermination de ϵ_c étant délicate, l'utilisation de ce modèle a été restreinte aux nuances 22Mn0,6C. Les paramètres ont été déterminés de la manière suivante : m est la pente de la droite $\ln(\dot{\epsilon})$ en fonction de $\ln(\epsilon_c)$ à température constante. Le rapport Q/Rm est la pente de la droite $\ln(\epsilon_c)$ en fonction de $1/T$ à $\dot{\epsilon}$ constante connaissant m. Les figures III.24(a) et (b) représentent l'application successive de cette méthode aux deux nuances 22Mn0,6C. Les points représentent les valeurs expérimentales déterminées sur les courbes de traction et les droites sont déterminées par régression linéaire. Les valeurs de m sont 1,22 et 1,63 pour les nuances PG et GG respectivement. Les valeurs de l'énergie d'activation sont toutefois proches, de l'ordre de 13 kJ.mol^{-1} (12.6 kJ.mol^{-1}et 13.2 kJ.mol^{-1} respectivement). Ce mécanisme ne dépendant pas directement de la taille de grain, il semble logique de retrouver la même valeur pour les deux nuances. Le tableau III.2 récapitule pour les deux nuances les valeurs de ϵ_c déterminées expérimentalement sur les courbes de traction en fonction de la température et de la vitesse de déformation.

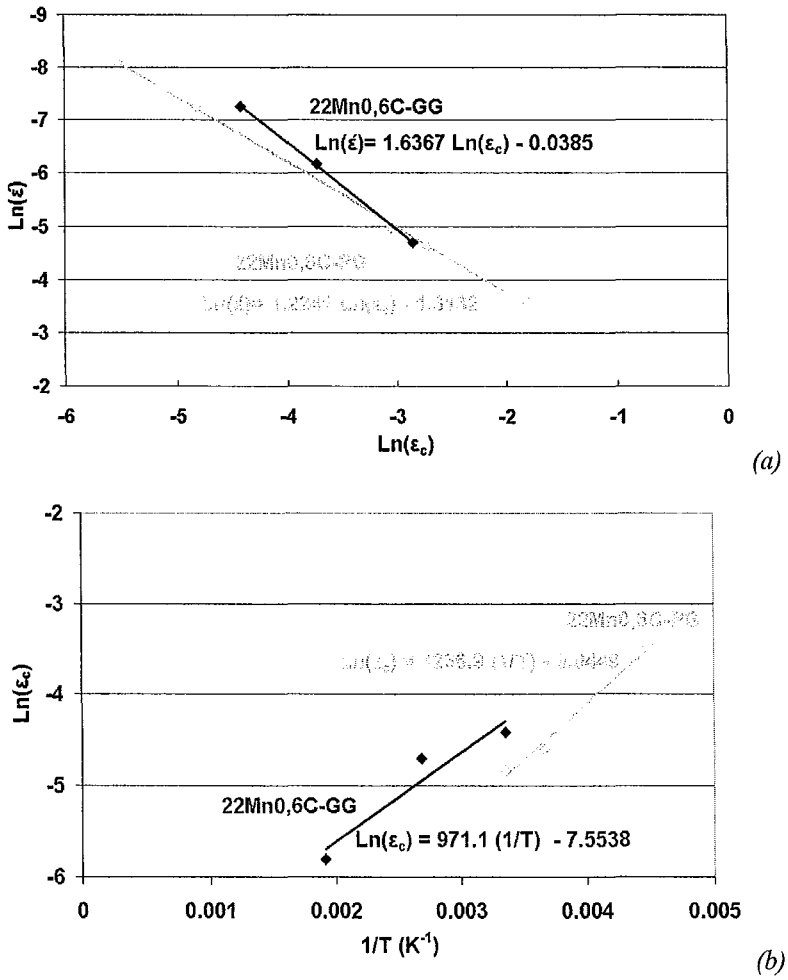


Figure III.24 : Application de la méthode de Shun et al. [Shun et al. 92] pour la détermination de l'énergie d'activation du mécanisme de vieillissement dynamique. Les symboles localisent les points expérimentaux et les droites sont les résultats de régressions linéaires sur ces points. (a) Évolution de Ln($\dot{\epsilon}$) en fonction de Ln(ϵ_c) à T = 298 K (b) Évolution de Ln(ϵ_c) en fonction de 1/T à $\dot{\epsilon}$ = 7 10^{-4} s^{-1}.

Température T (K)	Vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ (s^{-1})	*Déformation critique* ϵ_c 22Mn0,6C-PG	Température T (K)	Vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ (s^{-1})	*Déformation critique* ϵ_c 22Mn0,6C-GG
298	$3\ 10^{-4}$	0,004	298	$7\ 10^{-4}$	0,012
298	$7\ 10^{-4}$	0,008	298	$2\ 10^{-3}$	0,024
298	$7\ 10^{-3}$	0,047	298	$9{,}2\ 10^{-3}$	0,058
298	$1\ 10^{-2}$	0,066	523	$7\ 10^{-4}$	0,003
298	$2{,}63\ 10^{-2}$	0,161	373	$7\ 10^{-4}$	0,009
223	$7\ 10^{-4}$	0,031			
273	$7\ 10^{-4}$	0,01			

Tableau III.2 : Récapitulatif des valeurs de déformation critique ϵ_c pour le début de instabilités sur les courbes de traction pour différentes températures et différentes vitesses de déformation, pour les nuances 22Mn0,6C-PG et -GG.

L'énergie d'activation associée aux instabilités sur les courbes de traction est significativement inférieure à celle proposée par Shun (60 $kJ.mol^{-1}$) ou Dastur (146 $kJ.mol^{-1}$) pour un mécanisme de type PLC classique dans les aciers Hadfield et est de deux ordres de grandeur inférieure à l'énergie d'activation de la diffusion en volume du carbone dans ces alliages (environ 172 $kJ.mol^{-1}$ d'après Shun [Shun *et al.* 92]). Il semble donc difficile que ces instabilités soient le résultat de l'épinglage des dislocations par diffusion des atomes de carbone.

Nous avons réalisé des mesures d'émission acoustique pour essayer de corréler l'activité du maclage à ces instabilités. La figure III.25 montre l'énergie des salves émises en fonction de la contrainte vraie, après seuillage pour n'enregistrer que les évènements liés au maclage (cf. § II.2.4., page 64). L'échelle des énergies est logarithmique, graduée en unité arbitraire. Ce graphique montre que des pics d'activités[1] du maclage se produisent à intervalles croissant avec la contrainte vraie.

[1] Ce type d'activité acoustique (pics) a aussi été observé dans des matériaux sujets au vieillissement dynamique comme dans des alliages d'aluminium [Lukàc *et al.* 97][Pascual 74] et l'origine du signal est alors attribué à la multiplication des dislocations. Cette interprétation ne fait pas l'unanimité dans la littérature consultée [James & Carpenter 71]. Le problème ne se pose pas dans le cadre de cette étude car seuls les signaux les plus énergétiques, donc attribués au maclage, ont été analysés.

Cet essai a été réalisé à une vitesse de déformation de 5 10^{-5} s^{-1} mais la cellule de force de la machine de traction n'était pas assez sensible pour détecter précisément la position des sauts de contraintes. Nous avons donc corrigé la contrainte vraie pour l'essai effectué à 5 10^{-5} s^{-1}, connaissant la sensibilité à la vitesse de ce matériau (environ -0,03 d'après les résultats de la figure III.23(b)). La figure III.26 présente l'évolution de la période (en terme de contrainte) des pics d'activité acoustique du maclage obtenue à partir de la figure III.25 avec une contrainte vraie recalculée, et de celle des sauts de contrainte pour l'essai de traction à 7 10^{-4} s^{-1}. Les deux évènements apparaissent avec la même période quelque soit le niveau de contrainte. Ce résultat demande à être confirmé par un essai de traction avec mesure d'émission acoustique *in situ* et une cellule de force plus sensible, afin de corréler chaque pic d'émission acoustique avec l'évènement correspondant sur la courbe de traction (saut de contrainte ou plateau).

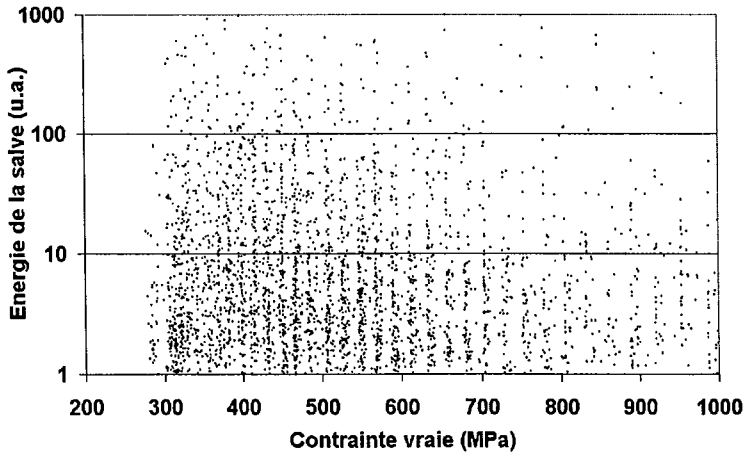


Figure III.25 : Dispersion des salves d'émission acoustique enregistrées in situ pendant un essai de traction simple à une vitesse de déformation de 5 10^{-5} s^{-1} en fonction de la contrainte vraie. L'énergie des salves est donnée sur une échelle logarithmique sans unité.

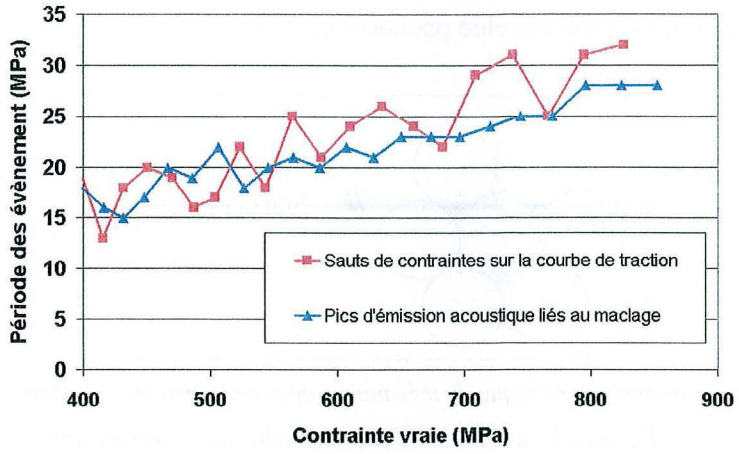


Figure III.26 : Période en terme de contrainte (i) des sauts de contraintes sur la courbe de traction à une vitesse de déformation de 7 10^{-4} s^{-1} et (ii) des pics d'émission acoustique liés au maclage en fonction de la contrainte vraie pour un essai recalculé à 7 10^{-4} s^{-1}.

Il semble donc que les instabilités plastiques observées aux températures intermédiaires ne soient pas dues à du vieillissement dynamique mais plutôt à un mécanisme d'interaction entre le carbone et le maclage, qui induit une faible sensibilité négative à la vitesse de déformation à température ambiante. L'énergie d'activation de ce mécanisme est faible, de l'ordre de 13 $kJ.mol^{-1}$.

Ce mécanisme n'explique pas à lui seul ni les forts taux d'écrouissage mesurés ni l'apparition d'un optimum d'allongement à rupture, d'ailleurs observé en l'absence de carbone. On se reportera par exemple à la courbe de Rémy sur la nuance Fe29Mn (cf. figure III.19). De plus cet auteur montre que la variation de la vitesse de déformation ne modifiait pas la position du pic d'allongement à rupture [Rémy 75m]. Le mécanisme majoritairement responsable de l'augmentation de la contrainte d'écoulement est donc bien la réduction du libre parcours moyen des dislocations par les macles.

III.3.2.3. Pseudo-maclage

Une dernière cause possible d'augmentation de la contrainte d'écoulement dans le cas des aciers Fe-Mn-C est le pseudo-maclage. Ce mécanisme de durcissement a été mis en évidence par Adler *et al.* [Adler *et al.* 86]. Dans une matrice austénitique, les atomes de carbone se trouvent préférentiellement dans les sites octaédriques de la maille CFC. Suite au glissement dû au maclage, ces sites octaédriques deviennent des sites tétraédriques (cf. figure III.27). Le maclage étant très rapide, les atomes de carbone se retrouvent capturés dans ces sites tétraédriques. Ainsi, bien que le réseau des atomes métalliques subisse une opération de

symétrie, ce n'est pas le cas pour le réseau des atomes de carbone. Cette non-conservation de symétrie durant le maclage est appelée pseudo-maclage.

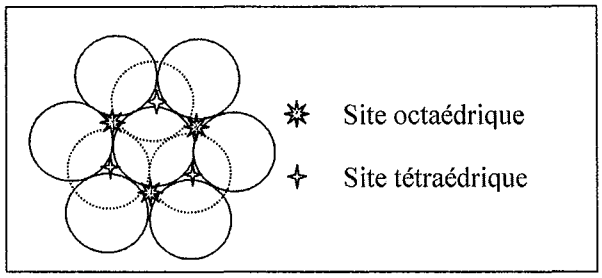


Figure III.27 : Représentation schématique du mécanisme de pseudo-maclage ; schéma d'un empilement dense CFC avec localisation des sites octaédriques et tétraédriques.

Cette occupation des sites tétraédriques de la maille produit une distorsion du réseau et entraîne un durcissement structural de façon analogue à la formation de martensite α'. D'après Adler, l'augmentation de la contrainte découlant de ce mécanisme est proportionnelle à la fraction volumique de phase maclée et dépend de la teneur en carbone. La contribution exacte de ce mécanisme reste difficile à apprécier.

III.3.2.4. Synthèse sur les différents rôles du carbone dans les alliages Fe-Mn-C

Le tableau III.3 résume les différents effets du carbone en insertion sur les propriétés de l'alliage.

Type de contribution	Paramètre	Si x_C augmente,
Chimique	Enthalpie de transformation $\gamma \rightarrow \epsilon$	$\Delta G^{\gamma \rightarrow \epsilon}$ ↑
Magnétique	Température de Néel	T_N^{γ} ↓
Mécanisme de déformation	Energie de défaut d'empilement	Γ ↑
Propriétés mécaniques	Limite d'élasticité	$R_{1\%}$ ↑

Tableau III.3 : Récapitulatif de l'influence du carbone dans les alliages Fe-Mn-C. Les variations qualitatives sont données pour une augmentation de la teneur atomique en carbone.

Les mécanismes de vieillissement dynamique et de pseudo-maclage sont des sources supplémentaires d'augmentation de la contrainte d'écoulement de l'austénite non maclée. Cette multiplicité des origines du taux d'écrouissage dans les aciers Fe-Mn-C est généralement admise dans la littérature [Lai & Wan 89][Owen & Grujicic 99][Tsakiris &

Edmonds 99]. La contribution majeure reste cependant l'effet « Hall & Petch dynamique » due à la réduction du libre parcours moyen des dislocations entre des macles sécantes ou entre des plaquettes de martensite ϵ.

Conclusion

La diversité des comportements mécaniques observés en température pour ces alliages a été mise en évidence et expliquée en terme d'activation de mécanismes de déformation auxiliaires au glissement des dislocations. L'étude de la littérature et les résultats obtenus ont permis de classer ces comportements selon trois grands domaines de température, correspondant aux domaines d'activation des différents mécanismes de déformation définis au chapitre I, à l'activation thermique du glissement près.

Le tableau III.4 récapitule les propriétés mécaniques et leur origine pour les alliages de l'étude.

domaines	III (basses températures)	II (températures intermédiaires)	I (hautes températures)
EDE	Faible (inférieure à 18 $mJ.m^{-2}$)	Intermédiaire (entre 18 et 50 $mJ.m^{-2}$)	Élevée (supérieure à 50 $mJ.m^{-2}$)
Mécanismes de déformation majoritaire	Transformation martensitique ϵ et glissement de dislocations dissociées	Maclage mécanique et glissement de dislocations dissociées	Glissement de dislocations faiblement dissociées (glissement planaire favorisé)
glissement	Difficile (nécessité d'une activation thermique)	Facile (palier athermique)	Facile (palier athermique)
Type de rupture microscopique	Ductile intragranulaire	Ductile intragranulaire	Ductile intragranulaire
Type de rupture macroscopique	Striction localisée ou rupture prématurée (précipités de MnS)	Striction localisée (vérification du critère de Considère)	Striction diffuse (vérification du critère de Considère)
Allongement homogène	Faible, croissant avec la température	Maximal	Décroissant avec la température
Résistance mécanique	Élevée	Intermédiaire	Faible
Taux d'écrouissage	Fort	Maximum	Décroissant avec la température
Origines de l'augmentation de la contrainte d'écoulement avec la déformation	Réduction du libre parcours moyen des dislocations par les plaquettes de martensite ϵ Écrouissage latent (peu intense) Contrainte interne due à la variation de volume de la martensite ϵ	Réduction du libre parcours moyen des dislocations par les macles mécaniques Écrouissage latent (intense) Vieillissement dynamique non standard Pseudo-maclage	Écrouissage latent (intense)

Tableau III.4 : Récapitulatif des propriétés mécaniques et de leurs origines métallurgiques dans les trois domaines définis précédemment.

La meilleure résistance mécanique (de 1300 à 1400 MPa) est obtenue par formation de martensite ϵ à basse température. Le meilleur allongement à rupture (de 50 à 70 %) est obtenu par maclage mécanique intense, juste au-dessus de E_d, tout en conservant une très bonne résistance en traction (de 900 à 1200 MPa). Le taux d'écrouissage est maximum à cette température. L'étude de ce taux a en outre montré que la rupture ou la striction était très bien

prédite par le critère de Considère à moyenne et haute température. À basse température, la présence de précités de MnS favorise une rupture prématurée.

De façon plus classique, une diminution de la taille de grains ou une augmentation de la teneur en carbone (interstitiels en solution solide) augmentent la limite d'élasticité au détriment de l'allongement à rupture.

Les instabilités observées autour de la température ambiante ne sont pas dues à du vieillissement dynamique classique par interaction entre le carbone et les dislocations. Les mesures d'émission acoustique montrent que les décrochements se produisent avec la même fréquence que les pics d'activité du maclage.

L'allongement à rupture maximale et le meilleur taux d'écrouissage des alliages ternaires Fe-Mn-C étudiés sont obtenus à température ambiante quand le maclage est activé. La suite de cette étude est consacrée au maclage et à la quantification de son influence sur les propriétés mécaniques. Le maclage réduit le libre parcours moyen des dislocations (effet « Hall & Petch dynamique »). Le taux d'écrouissage est donc relié à la cinétique de maclage et aux distributions caractéristiques dans la microstructure de maclage. Le chapitre suivant est consacré à la caractérisation de cette microstructure et à sa mise en place au cours de la déformation.

Chapitre IV

Microstructure de Maclage

IV. Microstructure de maclage

Introduction

L'analyse des mécanismes de déformation à différentes températures montre que les nuances 22Mn0,6C présentent un maximum d'allongement à rupture à température ambiante, expliqué par un fort taux d'écrouissage dû à une intense activité du maclage mécanique.

La microstructure de maclage joue donc un rôle fondamental dans les mécanismes de plasticité à cette température. L'objectif de ce chapitre est d'étudier son évolution au cours de la déformation et d'en préciser l'influence sur le taux d'écrouissage. La démarche que nous proposons de suivre consiste à commencer par l'observation de cette microstructure à l'échelle de la microscopie électronique à transmission, puis de remonter aux observations mésoscopiques en microscopie optique afin de pouvoir interpréter l'évolution des propriétés mécaniques au cours de la déformation.

La première partie de ce chapitre est consacrée à l'étude des objets élémentaires du maclage observés au MET : les micromacles. Devant certaines difficultés d'ordre expérimental et devant le manque de résultats portés à notre connaissance dans la littérature, un modèle analytique et une simulation de prévision de l'épaisseur des micromacles sont proposés. Cette simulation effectuée à l'échelle des interactions élastiques entre dislocations nous permet de traiter le cas de plusieurs micromacles en interactions.

La seconde partie est consacrée à l'étude de l'évolution de la microstructure de maclage avec la déformation en microscopie optique, et en particulier à la mesure du libre parcours moyen entre les macles. La cinétique de maclage sera déduite de cette mesure, connaissant l'épaisseur des micromacles. Cette étude est menée sur la nuance 22Mn0,6C à gros grains, afin de pouvoir observer la microstructure à cette échelle. Le modèle développé par la suite devra intégrer l'influence de la taille de grains.

La dernière partie est consacrée à l'interprétation de l'évolution de la contrainte d'écoulement en fonction des différents stades de la mise en place de la microstructure de déformation.

IV.1. Le micromaclage

Les macles mécaniques qui ont été observées dans le chapitre précédent sont souvent qualifiées dans la littérature de micromacles [1][2][Karaman *et al.* 01][Karaman *et al.*

00b][Hull 64]. Ce terme est utilisé car l'épaisseur d'une macle est très faible devant son rayon. La finesse des micromacles est une caractéristique des alliages austénitiques à basse EDE, 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 dans le zirconium [Reed-Hill 64], les alliages ordonnées Ti-Al [Fischer *et al.* 03] ou le zinc [Hall 54].

IV.1.1. Dispersion des micromacles et ordre de grandeurs

La question de l'épaisseur des micromacles et de leur dispersion est fondamentale dans la compréhension des propriétés mécaniques associées au maclage. Par exemple, 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. Pour évaluer analytiquement cette longueur caractéristique, de nombreux auteurs [Bouaziz & Guelton 01][Rémy 78][Karaman *et al.* 00b][Allain *et al.* 02b] utilisent la relation stéréologique de Fullman :

$$\frac{1}{t} = \frac{1}{2e}\frac{F}{(1-F)} \qquad \text{(IV.1)}$$

avec t le libre parcours moyen entre les macles, e l'épaisseur des macles et F la fraction totale de phase maclée.

IV.1.1.1. Organisation des micromacles en faisceau

Certains auteurs présupposent sans précaution que les plaquettes observées en microscopie optique après attaque sont des bandes entièrement maclées. Les mesures qui en découlent sont généralement déraisonnables [Shun *et al.* 92][Choi *et al.* 99]. Par exemple, Choi [Choi *et al.* 99] reportent une fraction de phase maclée de plus de 50 % alors que les micrographies MET n'en présentent que quelques pourcents.

L'étude en microscopie électronique a souvent montré que les micromacles n'étaient pas dispersées de façon aléatoire sur des plans parallèles mais concentrées dans certaines zones, analogues à des bandes de cisaillement. La figure IV.1 montre par exemple quatre micrographies DF mettant en contraste les zones maclées et le regroupement des micromacles en faisceaux. Le lecteur pourra aussi de reporter aux micrographies de maclage de la partie précédente, et en particulier aux figures III.12 et III.13(a). Ces faisceaux ont une épaisseur totale susceptible d'être observée en microscopie optique alors qu'une micromacle isolée le

sera très difficilement. Les plaquettes observées à l'intérieur des grains en microscopie optique sont en fait des paquets ou faisceaux de micromacles. L'explication est que les micromacles sont regroupées sur des plans assez proches pour apparaître confondues en microscopie optique. Ceci explique l'erreur commise sur les fractions de phase maclée calculée à partir des épaisseurs observées en microscopie optique.

Ces regroupements particuliers ont souvent été observés dans les alliages Fe-Mn-C [Rémy 75f][Karaman *et al.* 00a] ou d'autres alliages austénitiques à faible EDE [Rémy 78][Müllner 02]. De nombreuses micromacles isolées sont observables dans la matrice comme on peut le voir sur la figure IV.1(a) et comme l'a montré Rémy dans des alliages Co-Ni. Rémy a d'ailleurs explicitement fait l'approximation que la fraction de phase des micromacles isolées pouvait compenser la fraction non maclée à l'intérieur d'un faisceau. Sous cette hypothèse, la fraction volumique de faisceau déterminée en microscopie optique est représentative de la fraction volumique totale de phase maclée.

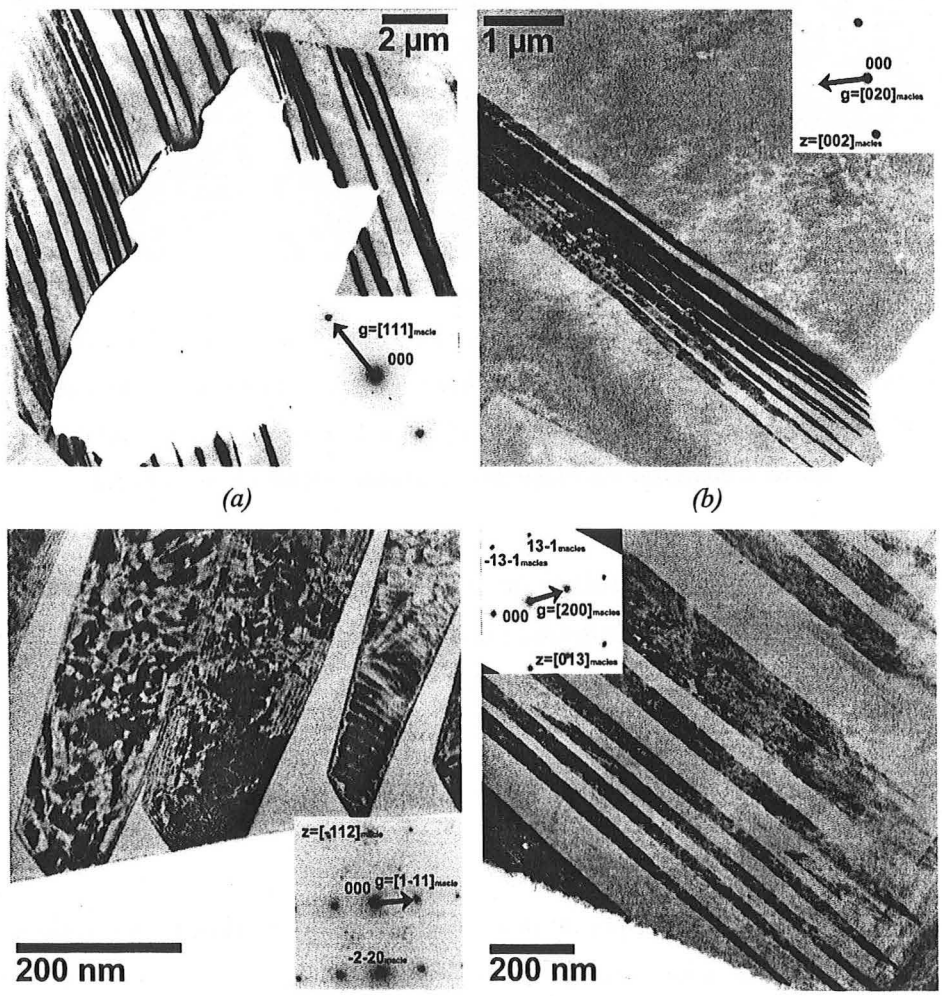


Figure IV.1 : Micrographies MET DF sur des échantillons déformés (a), (b), (c) de 15 % et (d) de 33 %. Quelques micromacles isolées sont présentes dans l'austénite non maclée sur les cliché (a), (c) et (d). La micrographie (c) est prise en condition WB(g,3g).

sera très difficilement. Les plaquettes observées à l'intérieur des grains en microscopie optique sont en fait des paquets ou faisceaux de micromacles. L'explication est que les micromacles sont regroupées sur des plans assez proches pour apparaître confondues en microscopie optique. Ceci explique l'erreur commise sur les fractions de phase maclée calculée à partir des épaisseurs observées en microscopie optique.

Ces regroupements particuliers ont souvent été observés dans les alliages Fe-Mn-C [Rémy 75f][Karaman *et al.* 00a] ou d'autres alliages austénitiques à faible EDE [Rémy 78][Müllner 02]. De nombreuses micromacles isolées sont observables dans la matrice comme on peut le voir sur la figure IV.1(a) et comme l'a montré Rémy dans des alliages Co-Ni. Rémy a d'ailleurs explicitement fait l'approximation que la fraction de phase des micromacles isolées pouvait compenser la fraction non maclée à l'intérieur d'un faisceau. Sous cette hypothèse, la fraction volumique de faisceau déterminée en microscopie optique est représentative de la fraction volumique totale de phase maclée.

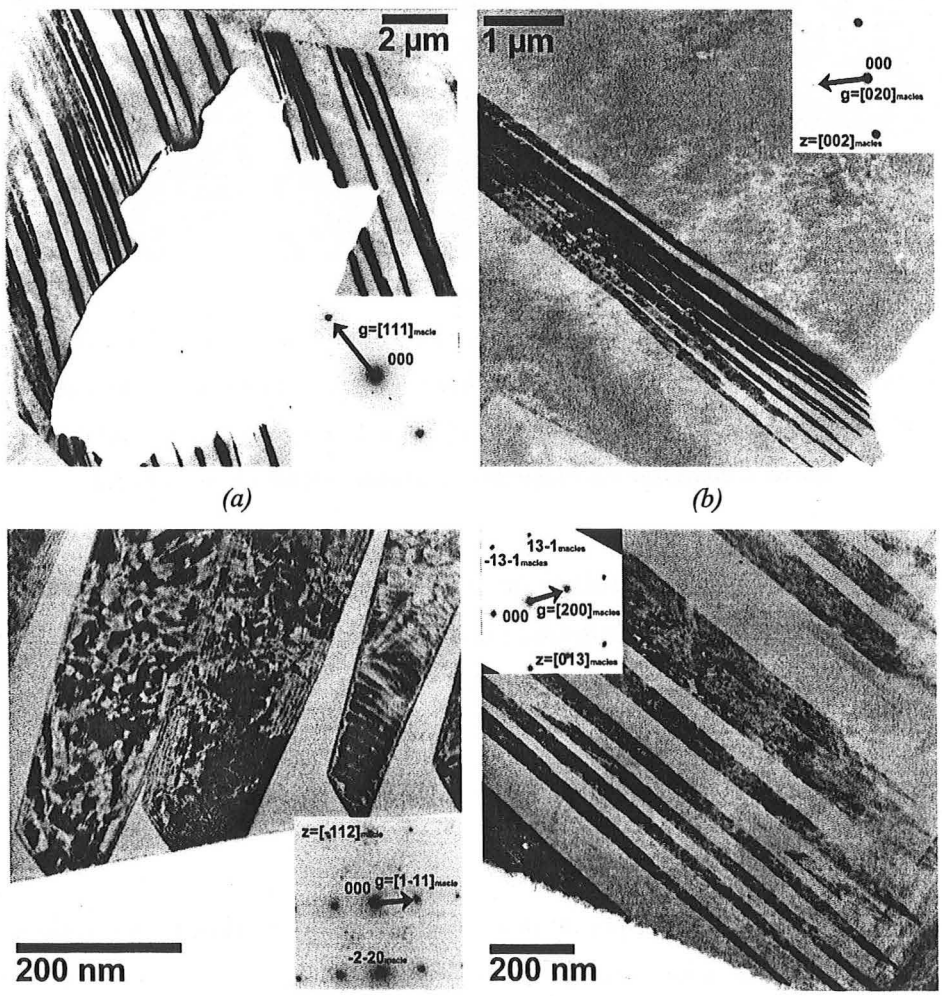
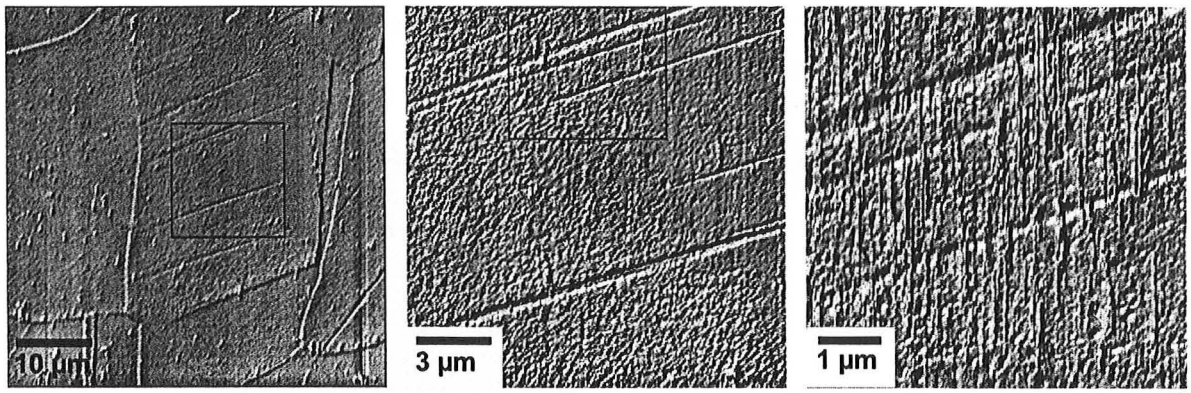


Figure IV.1 : Micrographies MET DF sur des échantillons déformés (a), (b), (c) de 15 % et (d) de 33 %. Quelques micromacles isolées sont présentes dans l'austénite non maclée sur les cliché (a), (c) et (d). La micrographie (c) est prise en condition WB(g,3g).

La possibilité ou non d'observer les micromacles isolées n'est pas liée à l'attaque chimique, mais uniquement à la résolution des microscopes. La figure IV.2 montre par exemple des agrandissements successifs d'une même zone obtenue par microscopie atomique dans un grain où un seul système de maclage est activé. Le protocole de préparation est strictement identique à celui utilisé pour l'étude en microscopie optique. Sur la dernière micrographie, même les macles submicroniques apparaissent. Il semble difficile cependant qu'elles puissent être observées et donc recensées en microscopie optique. Les faisceaux sont par contre visibles distinctement à grande échelle. Quelques auteurs utilisent d'ailleurs la microscopie en champ proche pour une analyse fine du maclage dans les monocristaux orientés [Coupeau *et al.* 99].



(a) *(b)* *(c)*

Figure IV.2 : Micrographies en microscopie à force atomique (AFM) sur un échantillon déformé à température ambiante de 10 %. Le protocole de préparation est identique à celui utilisé pour la microscopie optique. Les clichés (a), (b), et (c) sont des agrandissements successifs d'un même grain avec un seul système de maclage activé. L'épaisseur des plaquettes est submicronique sur le cliché (c)

Cette étude montre donc que les résultats de microscopie optique doivent être considérés avec précaution. Même si une attaque chimique permet de révéler les micromacles, la microscopie optique ne permet de distinguer que les faisceaux, mais pas de repérer les fines macles isolées.

IV.1.1.2. Ordres de grandeur

L'étude des clichés de microscopie a montré que, selon l'échelle, les objets lamellaires observés étaient soit des micromacles en microscopie électronique soit des faisceaux de micromacles en microscopie optique. Les ordres de grandeur observés sont représentés sur la figure IV.3.

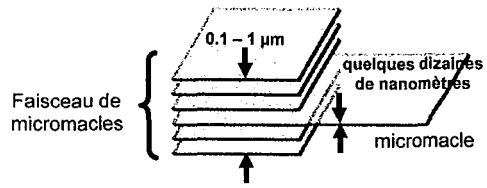


Figure IV.3 : Ordres de grandeurs des micromacles et des faisceaux

Peu de données quantitatives sont disponibles dans le cas des aciers Fe-Mn-C. Karaman *et al.* ont reportés des épaisseurs comprises entre 40 et 200 nm dans des monocristaux d'acier Hadfield [Karaman *et al.* 01][Karaman *et al.* 00a] correspondant à une énergie de faute d'une trentaine de $mJ.m^{-2}$ selon les résultats de notre modèle thermochimique (cf. chapitre 1). Ils utilisent une valeur moyenne de 100 nm. Rémy donne des valeurs de 0,4 µm pour l'épaisseur des faisceaux dans un alliage Fe-Mn-Cr-C et des micromacles de quelques centaines d'Angström d'épaisseur pour une EDE de 14 $mJ.m^{-2}$ (mesure *in situ* par l'auteur)[Rémy 75f]. La mesure de l'épaisseur des micromacles est techniquement difficile en microscopie électronique, car elle nécessite de positionner les macles verticalement. Le vecteur K_1, commun à la matrice non maclée et à la macle est alors normal au faisceau incident. Un autre vecteur de diffraction de la macle doit être trouvé dans cette position pour pouvoir la mettre en contraste. De plus, les nombreuses dislocations bloquées aux joints de macles sur des plans de glissement sécants nuisent au contraste de l'interface. Nous n'avons pas pu réaliser des mesures précises dans le cadre de cette étude, mais les épaisseurs des micromacles observées ont des valeurs comprises entre 30 et 100 nm. Les faisceaux ont par contre une épaisseur de quelques dixièmes de microns. L'espacement entre les macles coplanaires d'un même faisceau, appelé par la suite espace inter-macles, 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.

Cette notion de faisceau est surtout valable en début de déformation. Après une vingtaine de pourcents de déformation, la microstructure de maclage est tellement dense qu'il est alors difficile d'en distinguer les regroupements comme on peut le remarquer sur les figures IV.1(a) et (c).

IV.1.2. Modèle analytique de la formation d'une micromacle

La mesure des épaisseurs des micromacles dans des alliages austénitiques à faible EDE n'a fait l'objet d'aucune étude expérimentale systématique à notre connaissance. Cette rareté des données s'explique par les difficultés discutées précédemment et l'impossibilité de mesurer la fraction de phase maclée par une méthode indirecte comme la diffraction des rayons X, les

macles ayant la même structure CFC que la matrice, contrairement à la martensite ϵ par exemple.

Pour pallier ce manque, une modélisation de la formation des micromacles a été développée, l'objectif étant de prévoir leur épaisseur en fonction de paramètres plus facilement mesurables. La première formulation obtenue est purement analytique et simple à manipuler. C'est une fonction des paramètres physiques pertinents associés au maclage comme l'EDE et le glissement de maclage γ_0.

IV.1.2.1. Modélisation d'une micromacle isolée

La formation d'une macle est le résultat du glissement produit par des dislocations partielles de Shockley tous les plans {111} successifs. Friedel [Friedel 64] a montré que l'épaisseur des macles devait évoluer linéairement avec la cission résolue appliquée τ_{app}, supposée uniforme dans l'espace considéré. Le front étant supposé cylindrique, l'épaisseur de la macle est telle que la contrainte due aux boucles de dislocations calculée au centre (emplacement du germe) compense la cission appliquée. Le facteur de forme de la macle S est alors donné par :

$$S = \frac{e}{D} = \frac{2d_{111}}{\mu b_{112}} \tau_{app} \qquad \text{(IV.2)}$$

avec e l'épaisseur de la macle, D le rayon de la macle, d_{111} l'espacement réticulaires des plans {111}, b_{112} le vecteur de Burgers des dislocations partielles de Shockley et μ est le module de cisaillement. Le rapport d_{111} / b_{112} est égal au glissement γ_0 produit par la macle. Cette loi permet de décrire l'état d'équilibre des dislocations en front de macle. Par une autre méthode, Lebensohn et Tomé sont arrivés aussi à la conclusion que le facteur de forme devait varier linéairement avec la contrainte appliquée en utilisant les résultats d'Eshelby pour une inclusion subissant le glissement γ_0 [Lebensohn & Tomé 93a].

Les fronts de macles sont constitués d'un grand nombre de dislocations. Il semble alors improbable dans ce cas qu'ils puissent se stabiliser dans la matrice en étant bloqués par la forêt de dislocations (obstacles faibles). Par contre, le front de macle sera stoppé soit par un joint de grains soit par le joint de macles d'un autre système (obstacle fort) comme le montrent la figure III.13 du chapitre précédent.

Nous faisons deux hypothèses sur la localisation des germes de macles et donc sur leur morphologie. Comme discuté au chapitre I, les germes de macles (configuration particulière de dislocations) nécessitent d'être activés par des concentrations de contraintes [Byun 03][Franciosi *et al.* 93]. Ces concentrations sont obtenues en tête d'empilements de

dislocations sur les joints de grains ou de macles. En conséquence, les germes de macles activés se situent sur les obstacles forts et celles-ci s'étendent jusqu'à rencontrer un autre obstacle plan de la microstructure. Cette situation est représentée sur la figure suivante. Sous cette hypothèse, une macle formée est hémicylindrique.

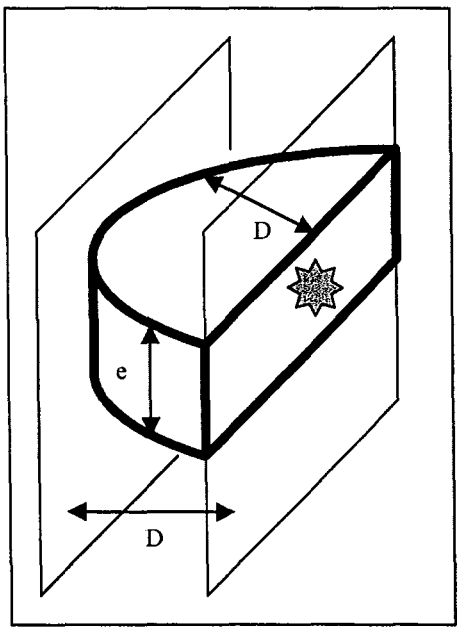


Figure IV.4 : Schéma d'une micromacle isolée qui s'étend dans l'espace compris entre deux obstacles forts. Les distances caractéristiques sont rappelées. Le germe est localisé sur un des obstacles. La macle représentée en gras est hémicylindrique.

Cette topologie impose que la distance D soit le libre parcours moyen des macles dans la microstructure. En l'absence de macles sécantes, cette distance est égale à la taille de grains effective. On suppose enfin que le résultat de Friedel reste valable pour cette forme de macle.

Une critique que l'on puisse faire à ce modèle est qu'il suppose la formation d'une macle d'épaisseur donnée quelle que soit la cission appliquée, aussi faible soit-elle. Ceci va à l'encontre des notions de contrainte critique discutées au chapitre I. Nous avons donc introduit la notion de cission critique intrinsèque dans cette formulation. Cette contrainte est la cission locale requise pour la germination de la macle et peut s'écrire :

$$\tau^{C-int} = \frac{\Gamma}{b_{112}} + \tau_{loop} \qquad \text{(IV.3)}$$

avec Γ / b_{112} la contrainte due au défaut d'empilement intrinsèque, et τ_{loop} la contrainte nécessaire pour étendre une boucle de dislocation. Aucune hypothèse n'a été faite sur la nature du germe, hormis le type de défauts d'empilement créés (cf. § I.2.2., page 27).

La contrainte de germination est uniquement ressentie par la première dislocation émise dans la mesure où les suivantes ne créent pas de nouvelles fautes d'empilement [Byun 03] ; celles-ci ne font que translater le joint de macle dans la direction K_1. La cission requise pour l'émission des autres dislocations est seulement égale à τ_{loop}. À la différence du modèle de Friedel qui suppose que le front est déjà formé, la formation des micromacles est abordée d'un point de vue dynamique. La formation du front est le résultat de l'émission de boucles de dislocations sur des plans denses successifs, en accord avec les modèles présentés au chapitre I.

IV.1.2.2. Formation d'une micromacle en deux étapes

Selon cette analyse, le maclage se décompose en deux étapes. Tout d'abord, la cission appliquée augmente sans provoquer la germination jusqu'à ce que la cission critique soit atteinte. La première dislocation est alors émise à partir du germe et suivie immédiatement à ce même niveau de contraintes par plusieurs dislocations, dans la mesure où leur contrainte critique d'émission est plus faible. Les dislocations émises sont bloquées par un obstacle fort pour former le front de macle. L'émission de dislocations s'arrête dès que le champ de contrainte des dislocations du front écrante la contrainte appliquée au niveau du germe. Ce comportement collectif explique la vitesse du mécanisme [Lubenets *et al.* 85] et les fortes énergies des salves d'émission acoustique enregistrées (cf. § II.2.4.2., page 64).

En supposant toujours un front de forme hémicylindrique, l'état d'équilibre des dislocations du front de macle est donné, non pas pour une contrainte totale nulle à l'emplacement du germe, comme dans le modèle de Friedel, mais égale à τ_{loop}. Il suffit donc simplement de décaler le résultat de Friedel de τ_{loop} :

$$S = \frac{e}{D} = \frac{2d_{111}}{\mu b_{112}}\left(\tau_{app} - \tau_{loop}\right) \tag{IV.4}$$

Les dislocations du front ont été émises au moment de la vérification de la condition de germination $\tau_{app} = \tau^{C\text{-}int}$. À ce niveau de contrainte, le facteur de forme de la macle est donc égal à :

$$S_{min} = \frac{2d_{111}}{\mu b_{112}}\left(\frac{\Gamma}{b_{112}}\right) \tag{IV.5}$$

qui correspond au facteur de forme minimal observable pour une macle. L'épaisseur e_{min} et le nombre de dislocations M émises durant cette première phase valent respectivement :

$$e_{min} = S_{min} D = \frac{2d_{111}}{\mu b_{112}} \left(\frac{\Gamma}{b_{112}} \right) D \text{ et } M_{min} = \frac{e_{min}}{d_{111}} = \frac{2}{\mu b_{112}} \left(\frac{\Gamma}{b_{112}} \right) D \qquad \text{(IV.6)}$$

Après la formation d'une macle d'épaisseur donnée par l'équation (IV.6), une seconde phase d'épaississement se produit si la cission appliquée augmente. De nouvelles dislocations sont alors émises par le germe. À l'équilibre, le facteur de forme est toujours défini par l'équation (IV.4). La macle épaissit de façon linéaire. Ce mécanisme décomposé en deux phases (germination puis épaississement) est représenté sur la figure IV.5. Les valeurs caractéristiques du modèle sont rappelées.

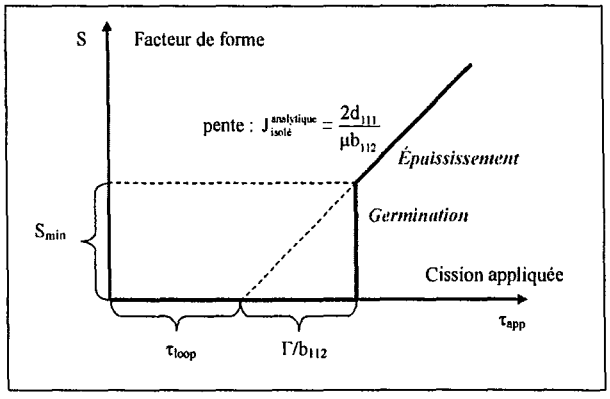


Figure IV.5 : Évolution schématique du facteur de forme d'une micromacle isolée en fonction de la cission appliquée. La formation de la micromacle se décompose en une phase de germination et une phase d'épaississement.

Cette figure permet de définir la pente $J_{isolé}^{analytique}$ durant la phase d'épaississement d'une seule micromacle isolée :

$$J_{isolé}^{analytique} = \frac{2d_{111}}{\mu b_{112}} = 2\frac{\gamma_0}{\mu} \qquad \text{(IV.7)}$$

L'ensemble du mécanisme résulte de l'interaction élastique entre les dislocations et du calcul de l'état de contrainte au niveau du germe. Ce germe subit non seulement la contrainte appliquée mais aussi le champ de contrainte engendré par toutes les dislocations déjà émises. Le mécanisme et les hypothèses retenues du modèle restent très généraux et sont transposables à de nombreux matériaux dans lesquels le maclage mécanique est un mécanisme de déformation. Ce modèle n'inclut aucune condition sur la nature du germe ni sur l'état de contrainte locale comme par exemple la présence d'un empilement de dislocations qui activerait le germe.

IV.1.2.3. Conséquences dans les alliages Fe-Mn-C étudiés

Dans les alliages Fe-Mn-C étudiés, la matrice non maclée est très déformée et contient par conséquent de fortes densités de dislocations. Dans ces conditions, durant la première phase de maclage, les nombreuses dislocations partielles émises peuvent agir collectivement pour traverser cette forêt. Cependant, il semble improbable que l'épaississement linéaire durant la deuxième phase puisse avoir lieu. Le mécanisme de franchissement de dislocations partielles agissant individuellement peut être fortement inhibé voire supprimé. En conséquence, les épaisseurs des macles dans nos alliages sont proches de l'épaisseur minimum donnée par l'équation (IV.6).

Il est à noter qu'en faisant cette hypothèse, l'épaisseur des macles ne dépend plus de l'état de contrainte, mais seulement de D principalement, ce qui peut permettre une estimation de la fraction de phase maclée à partir des libre parcours moyen de la microstructure.

Numériquement, avec μ = 62 GPa, Γ = 20 mJ.m^{-2}, b_{112} = 0,147 nm, le facteur de forme minimal d'une macle isolée est de 3,1 10^{-3} selon ce modèle. Pour une taille de grain de 15,4 µm (nuance 22Mn0,6C-GG), ceci correspond à une épaisseur de 47 nm, en accord avec les ordres de grandeurs observés.

IV.1.3. Simulation de la formation de micromacles en interactions

Le principal inconvénient de cette formulation est qu'elle suppose une forme hémicylindrique et n'est applicable qu'au cas d'une micromacle isolée dans une matrice infinie. Elle ne permet donc pas de traiter l'organisation caractéristique des macles en faisceau. Une simulation numérique de la formation de micromacles à l'échelle des interactions élastiques entre dislocations a donc été réalisée. La première étape a consisté à simuler une micromacle isolée afin de comparer le modèle analytique à cette approche numérique, et ainsi de la valider. La deuxième étape est la simulation d'un faisceau de micromacles en interaction.

IV.1.3.1. Simulation d'une micromacle isolée

La simulation détermine les positions d'équilibre des dislocations du front de macle émises successivement par un germe, en fonction de la cission appliquée. Elles se déplacent sous l'effet de la cission appliquée (supposée uniforme sur toute la boîte de simulation) et du champ de contrainte engendré par la présence des autres dislocations. Les dislocations sont considérées rectilignes, d'un caractère donné (vis, coin, mixte) comme dans la simulation du maclage envisagée par Jin et Bieler dans le Ti-Al [Jin & Bieler 95] ou celle de Mitchell et Hirth [Mitchell & Hirth 91], aux différences près que les dislocations sont traitées

individuellement (sans approximation quasi-continue), et surtout que leur nombre augmente avec la contrainte appliquée. Le champ de contrainte élastique d'une dislocation a été calculé selon les formules proposées par Weertman et Weertman [Weertman & Weertman 70].

Pour une cission appliquée donnée, les dislocations se déplacent proportionnellement à la cission locale, jusqu'à ce que l'ensemble des dislocations atteigne une position d'équilibre, c'est-à-dire que le champ de contrainte s'annule au niveau de la position de chaque dislocation. Le coefficient de proportionnalité entre la contrainte locale et le déplacement des dislocations n'a pas de signification physique mais est choisi arbitrairement pour les besoins de la simulation, seule la position d'équilibre nous intéressant et non le régime transitoire.

Le germe est localisé près d'un joint de grains ou de macle, le front est bloqué sur un obstacle fort de la microstructure situé à une distance D du germe. L'état de contrainte au niveau du germe τ_{germe} est la somme de la cission appliquée τ_{app} et du champ de contrainte des dislocations émises :

$$\tau_{germe} = \tau_{app} + \sum_{dislo} \tau_{dislo} \qquad \text{(IV.8)}$$

τ_{app} est incrémenté pas à pas. Le germe est activé lorsque la cission $\tau_{germe} = \tau_{app}$ atteint $\tau^{C\text{-}int}$. Ceci correspond à l'émission de la première dislocation partielle traînant le défaut d'empilement. Les dislocations suivantes sont émises sur des plans {111} adjacents si τ_{germe} est supérieure à τ_{loop}. Pour définir numériquement cette contrainte critique d'émission de boucle τ_{loop}, un rayon critique d'émission R_c d'une boucle de dislocation a été introduit :

$$\tau_{loop} = \frac{\mu b_{112}}{R_c} \qquad \text{(IV.9)}$$

Ce rayon critique d'émission permet à la fois de modéliser la force de rappel due à la courbure des dislocations au moment de l'émission et les effets de la présence de dislocations de la forêt. La figure IV.6 représente la zone modélisée autour de la micromacle et indique les grandeurs caractéristiques utilisées.

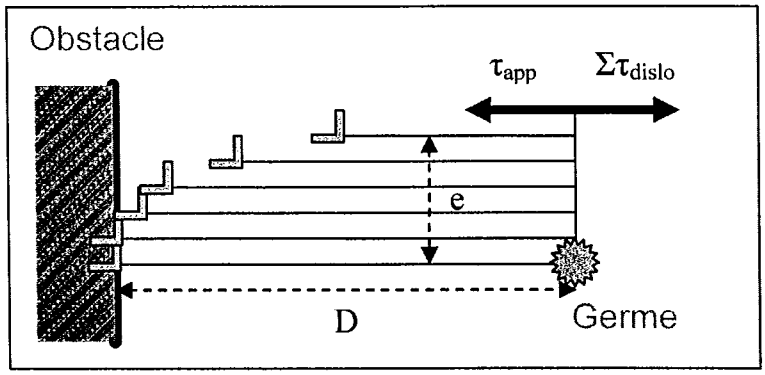


Figure IV.6 : Représentation schématique de la position des dislocations après activation du germe et blocage des premières dislocations sur l'obstacle.

L'analogie est forte avec un calcul d'empilement de dislocations, à la différence près que les dislocations sont sur des plans adjacents et peuvent donc venir s'empiler verticalement, les unes au-dessus des autres sur l'obstacle.

Le déroulement de la simulation est le suivant : la cission appliquée est incrémentée jusqu'à l'activation du germe. La première dislocation est émise et s'éloigne de la source sous l'effet de la cission appliquée. Les dislocations suivantes sont à leur tour émises conformément aux règles régissant le germe. Ces dislocations vont alors « s'empiler » sur l'obstacle. Leurs positions d'équilibre sont trouvées par leurs déplacements sous l'effet du champ local de contrainte. La cission totale au niveau du germe diminue à cause du champ de contrainte d'un nombre croissant de dislocations émises. Quand la cission locale au niveau du germe n'est plus suffisante, l'émission s'arrête. La configuration d'équilibre est ainsi déterminée pour chaque niveau de contrainte appliquée pour une distance D et pour un type de dislocation donnés. La cission appliquée est ensuite incrémentée pour déterminer un nouvel état d'équilibre.

IV.1.3.2. Résultats du modèle

La simulation a été réalisée en Fortran 77. Les paramètres intrinsèques du matériau utilisés pour la simulation sont donnés dans le tableau IV.1 :

Paramètres	Significations physiques	Valeurs
Γ	EDE	20 mJ.m^{-2} (modèle)
μ	Module de cisaillement	62 GPa (mesures)
ν	Coefficient de Poisson	0,3
d_{111}	Distance réticulaire entre les plans {111}	0,209 nm
b_{112}	Vecteur de Burgers des dislocations partielles de Shockley	0,147 nm

Tableau IV.1 : Paramétrage physique de la simulation. Les valeurs utilisées correspondent à la nuance 22Mn0,6C.

La figure IV.7 montre l'influence de la cission appliquée sur le facteur de forme d'une macle simulée pour différentes distances D et dans le cas de dislocations vis et coin.

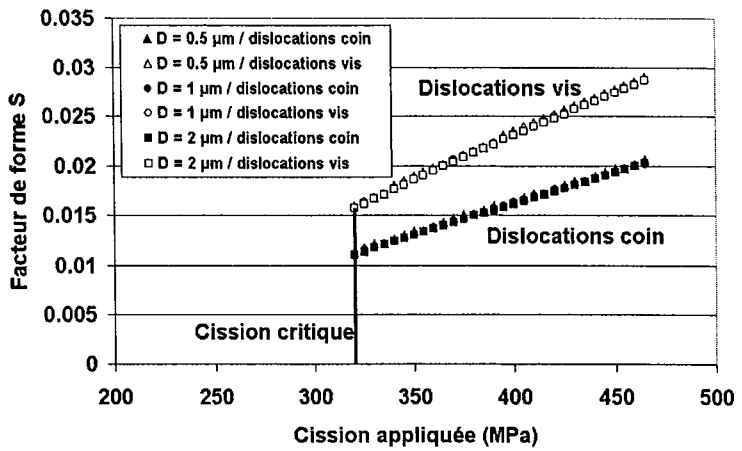


Figure IV.7 : Évolution du facteur de forme de micromacles simulées selon le caractère des dislocations et différentes distances D.

Ce premier résultat de la simulation présente la forme caractéristique de la figure IV.5. Selon le type de dislocation, le facteur de forme est une fonction affine de la cission appliquée pour des valeurs supérieures à la cission critique $\tau^{C\text{-}int}$. Ce résultat a été obtenu pour un rayon critique d'émission de 0,05 µm, soit une cission critique d'émission de boucle de 180 MPa environ. Cette valeur est de l'ordre de grandeur de Γ / b_{112}, soit 140 MPa.

Le facteur de forme pour les dislocations vis se déduit de celui des dislocations coin en divisant celui-ci par $(1-\nu)$, facteur qui correspond au ratio entre les interactions planaires coin

et vis [Weertman & Weertman 70] avec ν le module de Poisson. Pour obtenir une loi générale, les comportements vis et coin ont été moyennés comme proposé par Marcinkowski et Sree Harsa [Marcinkowski & Sree Harsa 68]. Cette moyenne impose que la valeur de la pente $\bar{J}_{isolé}^{simul}$ pour une macle isolée s'écrive :

$$\bar{J}_{isolé}^{simul} = \frac{1}{2}\left(J_{isolé}^{simul}(coin) + J_{isolé}^{simul}(vis)\right) = \frac{(2-\nu)}{2(1-\nu)} J_{isolé}^{simul}(coin) = \frac{(2-\nu)}{2} J_{isolé}^{simul}(vis) \quad \text{(IV.10)}$$

Dans la suite, seules des dislocations de type vis seront considérées. Ce choix implique des temps de calculs plus longs (plus de dislocations impliquées), mais la forme du champ de contrainte est plus simple à analyser.

La pente $\bar{J}_{isolé}^{simul}$ ne dépend pas de la distance D comme prévu par le modèle analytique. Par contre une étude systématique a montré que ce terme varie avec le rayon critique d'émission, surtout pour des rayons inférieurs à 0,05 µm. Pour des rayons critiques plus faibles, la pente ne varie quasiment plus et l'équation (IV.4) peut être appliquée avec une pente mesurée égale à $\bar{J}_{isolé}^{simul} = 7{,}57\ 10^{-5}\ \text{MPa}^{-1}$.

En conclusion, la dépendance affine du facteur de forme de la micromacle prévue par le modèle analytique est vérifiée. La pente dépend fortement du type de dislocation mais ne varie pas avec la distance D ni avec le rayon critique d'émission pour des valeurs faibles.

IV.1.3.3. Discussion

Hormis la valeur de la pente du facteur de forme en fonction de la contrainte, la simulation permet d'arriver aux mêmes conclusions que le modèle analytique. Les valeurs numériques des pentes sont rappelées ci-dessous.

$$J_{isolé}^{analytique} = 2{,}28\ 10^{-5}\ \text{MPa}^{-1} \text{ et } \bar{J}_{isolé}^{simul} = 7{,}57\ 10^{-5}\ \text{MPa}^{-1} \quad \text{(IV.11)}$$

Les résultats sont du même ordre de grandeur. L'épaisseur prévue pour les micromacles par la simulation est de 158 nm. Cette valeur est toutefois élevée par rapport aux observations expérimentales.

La différence entre le modèle analytique et la simulation a trois origines : (i) le modèle de Friedel initial (équation (IV.2)) prend en compte les interactions de boucles alors que la simulation est réalisée sur des dislocations rectilignes, (ii) le front de macle est considéré hémicylindrique dans le premier alors que la forme du front est imposée par la condition d'équilibre sur l'obstacle dans la simulation et conduit à des macles lenticulaires à cause de la

formation d'un empilement [Hull 64][Mitchell & Hirth 91], contrairement à l'hypothèse de Fischer *et al.* [Fischer *et al.* 03],et (iii) ce front est dissymétrique par rapport à K_I dans la simulation comme proposé par Hull [Hull 64] (cf. figure IV.6). Si des dislocations pouvaient être émises de part et d'autres, comme le supposent par exemple les premiers modèles de germes de Venables, alors le facteur de forme serait divisé par deux environ. Cette constatation permettrait de rapprocher les deux valeurs.

La simulation prévoit que les macles ont une forme lenticulaire très aplatie dans la direction K_I et qu'une fraction η des dislocations partielles parvienne au contact de l'obstacle. La présence de ces dislocations « empilées » verticalement comme le montre la figure IV.6 permet de distinguer une macle d'un empilement classique de dislocations dans lequel toutes les dislocations seraient dans un même plan horizontal. Les calculs ont montré que la fraction η était faible mais augmentait avec la cission appliquée. Cet émoussement du front de macle est prévue par la plupart des nombreuses modélisations du maclage à cette échelle dans la littérature [Mitchell & Hirth 91][Kamat *et al.* 96][Marcinkowski & Sree Harsa 68], à la différence près toutefois que ces auteurs ne considèrent pas la dynamique de maclage et imposent une épaisseur constante à leurs macles. Les valeurs simulées de η ne correspondent pas au modèle proposé par Müllner [Müllner 02] :

$$\eta = 1 - \frac{2\tan^{-1}\left(\frac{\gamma_0}{2}\right)}{2M\left(\frac{2\pi(1-\nu)}{\mu}\tau_{app}\right)} \qquad \text{(IV.12)}$$

avec M le nombre de dislocations partielles de Shockley considérées. Les calculs réalisés ont toujours montré une fraction η comprise entre 10 et 20%, alors que l'équation (IV.12) prévoit des valeurs comprises entre 80 et 100%, ce qui lui permet d'approcher le front de macle par un dipôle de disclinations [Müllner 02][Müllner & Romanov 94][Müllner & Solenthaler 94]. Notre simulation montre que cette approximation est certainement acceptable à grande échelle mais impose une concentration de contraintes trop grande en front de macle à plus petite échelle et ne permet pas de décrire la disposition des dislocations le long du front observée par de nombreux auteurs [Hull 64][Coujou *et al.* 92][Christian & Mahajan 95e].

Les nombreuses dislocations constituant le front de macle qui ont atteint leur position d'équilibre avant l'obstacle ont aussi été observées expérimentalement au cours de cette étude. La figure IV.8 montre une micrographie sur laquelle une micromacle isolée est émise à partir d'une source de concentration de contraintes (une microfissure produite pendant la préparation de la lame mince d'un échantillon de 22Mn0,6C-GG non déformé). Le front est bloqué sur un joint de grain. Les différentes franges produites par des défauts d'empilement

de différentes épaisseurs indiquent que les partielles sont empilées entre la source et l'obstacle.

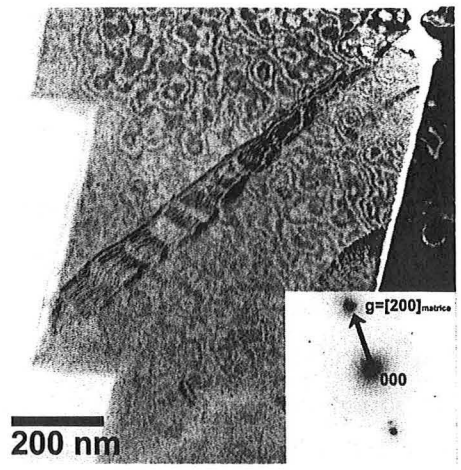
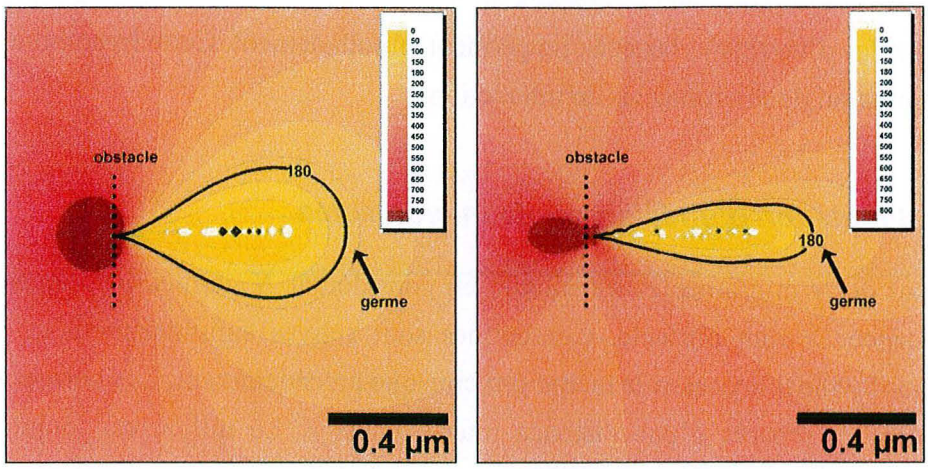


Figure IV.8 : Micrographie DF d'une micromacle émise près d'une microfissure bloquée par un joint de grains en bas à gauche dans un échantillon non déformé. Les franges sont produites par des fautes d'empilement se superposant à différentes hauteurs.

Une micromacle est donc une configuration intermédiaire entre un empilement classique de dislocations ($\eta = 0$) et un joint de flexion ($\eta = 1$). Les résultats de notre simulation montrent que η est beaucoup plus faible que les valeurs proposées par Müllner.

Concernant les fortes de densités de dislocations de la forêt observées dans la matrice, elle joue donc un rôle ambivalent sur le maclage : les germes nécessitent des configurations particulières de dislocations parfaites et dissociées, les empilements de dislocations fournissent les concentrations de contraintes nécessaires à leurs activations, mais d'un autre coté, elles sont des obstacles à la germination, à la croissance rapide et surtout à l'épaississement des macles [Christian & Mahajan 95f].

Ce type de simulation permet, contrairement au modèle analytique, de calculer le champ de contrainte autour des micromacles dans une configuration d'équilibre donnée. La figure IV.9 présente les cartographies de la cission autour des macles pour des dislocations vis et coin. Elles sont obtenues dans les mêmes conditions de cission appliquée (400 MPa) et pour les mêmes paramètres physiques que sur la figure IV.7. La position du germe de macle est indiquée et l'obstacle se trouve à gauche de la cartographie. Les échelles de couleur sont identiques entre (a) et (b).



(a) *(b)*

Figure IV.9 : Cartographies de la cission autour de macles simulées. (a) avec des dislocations vis (56 dislocations émises) (b) avec des dislocations coin (39 dislocations émises). Les échelles de contraintes sont données en MPa. Le paramétrage physique de la simulation est donné dans le tableau IV.1, τ_{loop} = 180 MPa et la contrainte appliquée vaut τ_{app} = 400 MPa.

Quelle que soit la cission appliquée, l'iso-τ_{loop} (en gras, τ_{loop} = 180 MPa) passe toujours par le germe quand les dislocations du front sont à l'équilibre (condition d'extinction de la source).

Les cartographies montrent dans les deux cas que la formation de la macle permet de relaxer la contrainte appliquée en amont de l'obstacle mais que le front de micromacle induit une concentration de contrainte importante derrière cet obstacle. Cette zone où la contrainte est supérieure à deux fois la cission appliquée est repérée en noir sur les cartographies. Cette concentration de contrainte devra nécessairement être relaxée par glissement ou par activation d'une autre micromacle derrière l'obstacle [Rémy 75o]. Ce mécanisme auto-catalytique peut expliquer l'activation du maclage en cascade observée par émission acoustique au § III.3.2.2., page 109.

La zone définie par l'iso-τ_{loop} perpendiculairement à D présente une épaisseur δ_{iso}. Dans cette zone, la contrainte est relaxée par la micromacle, et aucune autre macle ne peut germer. Les différentes simulations ont montré que δ_{iso} est proportionnelle à D pour des conditions de germination données, mais varie peu avec le nombre de dislocations émises. Par exemple, $\delta_{iso} \approx 0{,}6\ D$ durant toute la phase d'épaississement pour des dislocations vis et $\delta_{iso} \approx 0{,}2\ D$ pour des dislocations coin.

Cette étude des champs de contrainte élastique montre qu'après la formation d'une première micromacle, les autres du même système doivent se développer loin de celle-ci. Cette conclusion est en désaccord avec les observations expérimentales de faisceaux à moins que

les micromacles d'un même faisceau ne germent simultanément. Cette hypothèse sera retenue pour la simulation de micromacles en interaction.

IV.1.3.4. Simulation d'un faisceau de micromacles

Un faisceau de N micromacles est simulé en considérant N germes identiques placés à la même distance D d'un obstacle. Ces germes sont activés simultanément et émettent des dislocations de Shockley selon le même principe que précédemment. Les germes sont espacés régulièrement et séparés d'une distance inter-macles[2] λ. Le milieu est toujours considéré comme infini (pas de conditions périodiques autour de la boite de simulation).

Ce type de configuration a été testé pour de nombreuses combinaisons de N et de λ. Le facteur de forme moyen des micromacles du faisceau présente toujours la dépendance affine en fonction de la cission appliquée (cf. figure IV.5) mais la pente varie significativement avec les deux paramètres. Si λ est grand devant D, les micromacles sont isolées et la pente du facteur $\bar{J}^{simul}_{faisceau}$ est égale à $\bar{J}^{simul}_{isolé}$. Par contre si λ est petit devant D, la pente est réduite et approximativement égale à $\bar{J}^{simul}_{isolé}/N$. Le faisceau se comporte comme une seule micromacle isolée. À partir des résultats de simulation, nous avons approché l'évolution de la pente par une loi empirique dépendant du ratio λ/D et de N de la forme suivante :

$$\bar{J}^{simul}_{faisceau} = \bar{J}^{simul}_{isolé} \frac{\left(1-exp\left(-\frac{\lambda}{D}\right)\right)}{\left(1-exp\left(-N\frac{\lambda}{D}\right)\right)} \qquad \text{(IV.13)}$$

Cette expression a l'avantage de ne présenter aucun paramètre d'ajustement et permet de retrouver les valeurs limites discutées ci-dessus.

IV.1.3.5. Conclusion

Une modélisation simple de la formation de micromacles permet de déterminer soit analytiquement soit numériquement l'évolution de l'épaisseur des micromacles en fonction de la cission appliquée. La formation des micromacles se décompose en deux phases : la germination et l'épaississement. La simulation a montré que la configuration des dislocations dans le front de macle est un intermédiaire entre un empilement classique de dislocations sur un obstacle et un joint de flexion. Le cas de micromacles en interactions a été traité.

Dans le cas des alliages Fe-Mn-C, la phase d'épaississement est certainement inhibée par la densité de dislocations de la forêt observées dans la matrice non maclée. Cette hypothèse

permet d'obtenir une loi semblable à l'équation (IV.6), en tenant compte de la pente donnée par l'équation (IV.13). Une estimation de l'épaisseur moyenne des micromacles dans un faisceau $\bar{e}_{faisceau}$ peut donc être donnée par :

$$\bar{e}_{faisceau} = \bar{J}_{isolé}^{simul} D \frac{\left(1-exp\left(-\frac{\lambda}{D}\right)\right)}{\left(1-exp\left(-N\frac{\lambda}{D}\right)\right)}\left(\frac{\Gamma}{b_{112}}\right) \qquad \text{(IV.14)}$$

Avec $\bar{J}_{isolé}^{simul}$ = 7,57 10^{-5} MPa^{-1}, D le libre parcours moyen des macles, λ l'espace inter-macle, N le nombre de micromacles dans le faisceau considéré, Γ, l'EDE, et b_{112} le vecteur de Burgers des dislocations partielles de Shockley. Numériquement, avec μ = 62 GPa, Γ = 20 $mJ.m^{-2}$, b_{112} = 0,147 nm, pour une taille de grain de 15,4 µm correspondant à la nuance 22Mn0,6C-GG, et en considérant 4 micromacles séparées de 30 nm environ (cas de la figure III.14(a) du chapitre III), l'équation (IV.14) donne une épaisseur de 40 nm en bon accord avec l'observation expérimentale d'environ 30 nm. À ce stade de l'étude, l'utilisation de cette formule nécessite encore la détermination expérimentale de N.

Compte tenu de la présence de la forêt et de l'absence de mécanisme de relaxation derrière l'obstacle, cette approche conduit à surestimer la valeur recherchée. Ce modèle donne des résultats en accord avec les observations expérimentales [Allain *et al.* 04b] et est transposable à d'autres matériaux en utilisant pour $\bar{J}_{isolé}^{simul}$, à défaut de résultats numériques, la valeur de $J_{isolé}^{analytique}$ proposée par Friedel (cf. équation(IV.7)). L'équation (IV.14) pourra être utilisée pour estimer la fraction de phase maclée et le libre parcours moyen dans le modèle présenté au chapitre V à partir de la description de la microstructure de maclage à une échelle mésoscopique.

IV.2. Organisation mésoscopique des micromacles

Les micrographies MET du chapitre précédent ont montré que les micromacles apparaissent selon deux systèmes sécants. La mise en place de cette organisation caractéristique fait l'objet de cette partie.

IV.2.1. Évolution de la microstructure de maclage au cours de la déformation

Pour comprendre et analyser la mise en place de cette microstructure, des échantillons de la nuance 22Mn0,6C-PG et GG ont été observés en microscopie optique et électronique. Les échantillons nécessaires à cette étude sont tirés d'éprouvettes déformées en traction simple à température ambiante à une vitesse de déformation faible de 7 10^{-4} s^{-1} et à différents taux de déformation. Une fois l'allongement souhaité atteint, les éprouvettes sont déchargées lentement.

IV.2.1.1. Résultats de microscopie optique

La figure IV.10 présente 6 micrographies optiques après attaque électrolytique de la nuance 22Mn0,6C-GG aux différents taux d'allongement indiqués dans la légende. L'attaque a révélé les joints de grains et les faisceaux de micromacles.

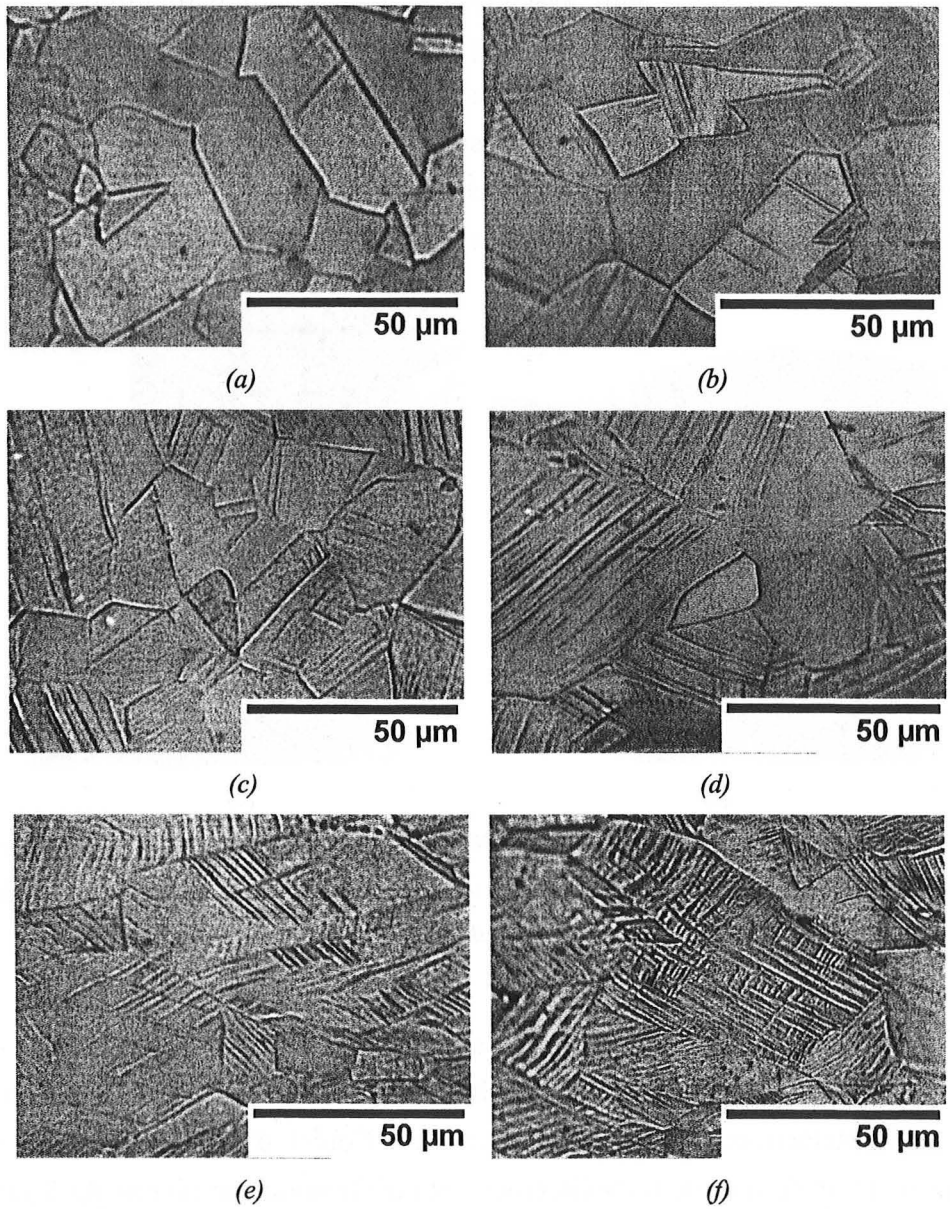


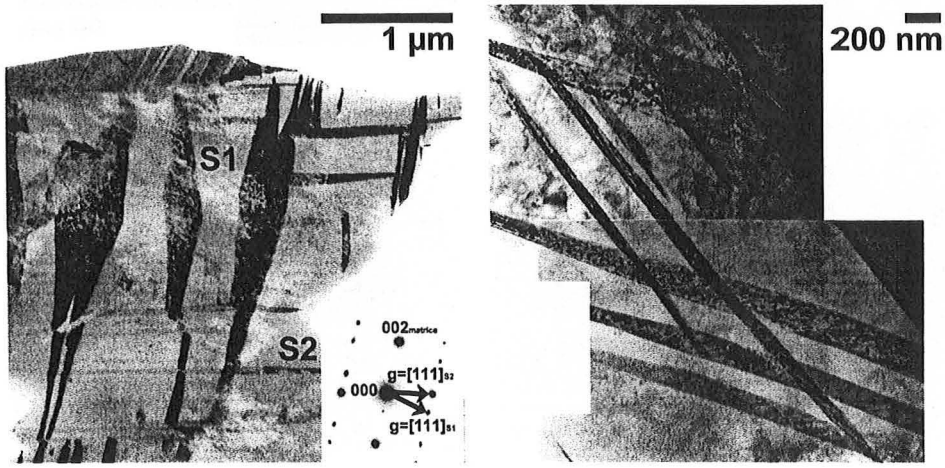
Figure IV.10 : Micrographies de la nuance 22Mn0.6CGG en microscopie optique après attaque électrolytique. Les échantillons ont été déformés de (a) 4.8 %, (b) 9.5 %, (c) 13.9 %, (d) 18.2 %, (e) 26.3 % et (f) 33.6 % respectivement (déformation vraie). La direction de traction est horizontale.

La densité volumique de macles augmente de façon évidente avec la déformation comme prévu par les cinétiques de maclage de la littérature. Les premières macles apparaissent très tôt au cours de la déformation, dès 5 % d'allongement.

IV.2.1.2. Interactions entre macles sécantes

L'étude de microscopie électronique du chapitre précédent a montré que les micromacles se développaient dans un grain selon deux systèmes sécants. Les clichés de microscopie optique de la figure IV.10 montrent que les lamelles de faisceaux d'un système donné ne franchissent

que difficilement les macles de l'autre système comme le montre particulièrement les figures (e) et (f). Cette observation a été vérifiée à plus petite échelle en microscopie électronique. La figure IV.11 montre des clichés réalisés sur les deux nuances 22Mn0,6C sur lesquelles deux systèmes de maclage en interaction apparaissent distinctement. Comme autre exemple, le lecteur pourra se reporter à la figure III.13 du chapitre précédent. Les macles, et en particulier les faisceaux, sont donc des obstacles forts pour les macles incidentes d'un système sécant.



(a) *(b)*

Figure IV.11 : Micrographies (a) DF de la nuance 22Mn0,6C-PG déformée à rupture et (b) BF de la nuance 22Mn0,6C-GG déformée de 20 % (montage). Les deux systèmes de maclage en contraste se bloquent mutuellement.

Néanmoins, le franchissement d'une macle par une autre peut intervenir comme on peut le voir sur les figures IV.11(b) ou III.13(b) du chapitre précédent. Dans le cadre de cette étude, les réactions d'interactions précises n'ont pas fait l'objet d'investigation. Le détail des mécanismes de relaxation et de franchissement des dislocations au niveau du front de macle incident dans une zone maclée pourra être trouvé dans [Rémy 75o] et [Christian & Mahajan 95g]. L'application directe de ces relations est difficile car elles ont généralement été déterminées avec une macle « obstacle » de recuit (d'origine thermique) présentant moins de défauts à l'interface et beaucoup plus épaisse. Cependant, Müllner [Müllner 02] propose une série de mécanismes de franchissement d'une macle obstacle par une micromacle isolée ou un faisceau. Les fronts de macles incidentes sont représentés par des disclinations et sont donc considérés à l'échelle mésoscopique. L'auteur montre par exemple qu'un faisceau peut se propager au travers d'une macle obstacle, sans conservation du nombre exact de micromacles. Les structures mésoscopique obtenues sont proches de celles observées au cours de cette étude. La figure III.11 du chapitre précédent montre que les plaquettes de martensite ϵ sont aussi des obstacles forts de la microstructure.

Les observations de franchissement peuvent aussi s'expliquer par l'activation d'un germe au-delà de la macle obstacle pour relaxer les contraintes. Les simulations d'une micromacle bloquée par un obstacle montrent que les concentrations de contrainte induites par le front de macle incidente sur l'obstacle sont fortes (cf. figure IV.9). La micromacle incidente reste alors bloquée, mais donne l'impression de se propager au-delà de l'obstacle.

IV.2.1.3. Activation séquentielle des systèmes de maclage

Cette propriété des macles d'être difficilement franchissables a permis de mettre en évidence l'activation séquentielle des deux systèmes de maclage dans la majorité des grains. Au cours de la déformation, un premier système de maclage est activé, créant des obstacles forts parallèles. Lorsqu'un second système sécant est activé, ses macles sont confinées dans les espaces inter-macles du premier système. Cette activation séquentielle conduit à la formation de la structure en « échelle » observée sur la figure IV.10(e) et détaillée sur les figures IV.12(a) et (b). Sur ces micrographies optiques à petite échelle, le premier système est peu révélé par l'attaque. Les macles du système secondaire[2] forment les « barreaux » de l'échelle et révèlent la trace du premier système. Dans quelques grains, les deux systèmes de maclage sont activés simultanément. Les interactions sont plus nombreuses et conduisent à une microstructure plus complexe, « en épi » comme le montrent les micrographies MEB présentées sur les figures IV.12(c) et (d). La microstructure en « échelle » est très majoritaire.

[2] Terminologie de cette étude : les macles primaires se rapportent aux macles du premier système de maclage activé d'un grain donné et les macles secondaires au second système, dans l'ordre d'apparition et non d'intensité. Les termes « d'épi » et « d'échelles » sont propres à cette étude.

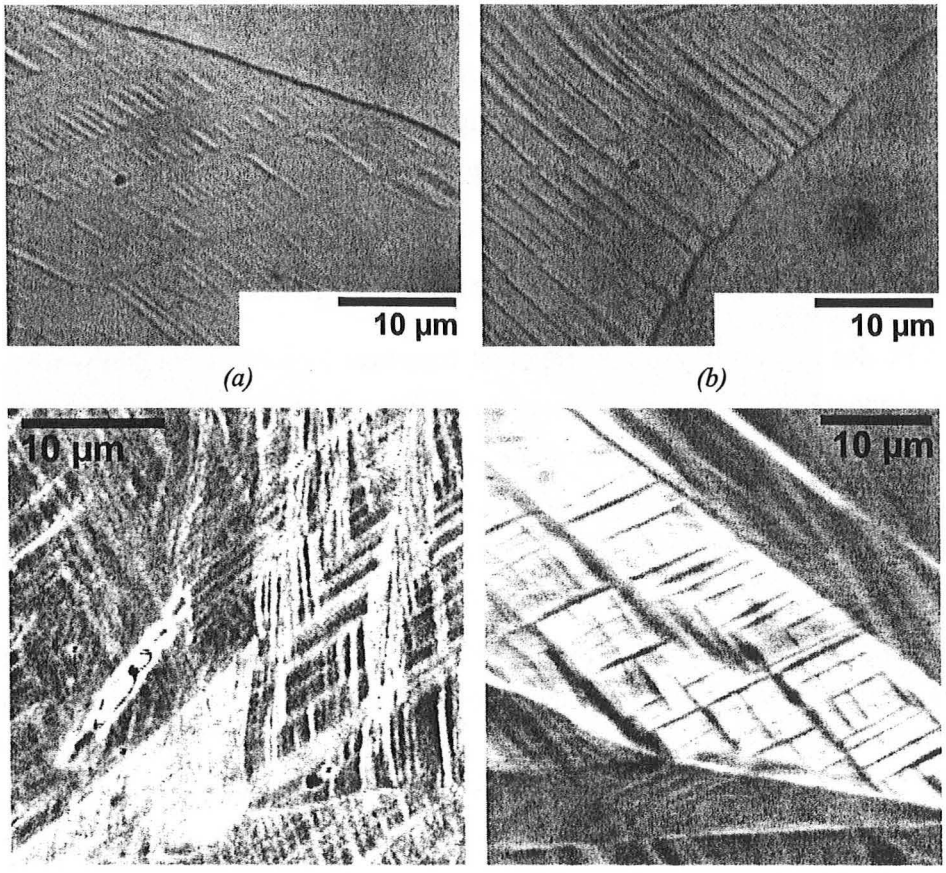


Figure IV.12 : (a) et (b) Microstructures en « échelle » observées en microscopie optique à la surface d'un échantillon de la nuance 22Mn0,6C-GG déformé de 26,3 %. L'attaque a révélé les joints de grains et de macles. (c) et (d) Microstructures en « épi » observées au MEB dans un autre grain de la même nuance attaquée.

IV.2.1.4. Quantification de l'activation séquentielle

Nous avons mesuré la fraction de grains présentant 0, 1 ou 2 systèmes de maclage activés. Le résultat est présenté figure IV.13. Cette mesure a été réalisée par comptage en microscopie optique sur des échantillons attaqués de la nuance 22Mn0,6C-GG, après essais de traction interrompus à différents taux de déformation.

La proportion de grains non maclés diminue très rapidement dès les premiers pourcents de déformation, les grains contiennent alors majoritairement un seul système de maclage. La proportion de grains ayant deux systèmes de maclage activés devient prépondérante seulement après 15 % de déformation vraie. La proportion de grains maclés par un seul système diminue alors en faveur de celle des grains maclés par deux systèmes. Une légère erreur est commise sur cette mesure, les observations ayant été réalisées sur une coupe plane des échantillons et ne prenant pas en compte les macles parallèles au plan d'observation. C'est pourquoi il reste une faible proportion de grains non maclés en fin de déformation, contrairement aux observations faites au MET. Une proportion non significative de grains

présentait également trois systèmes activés. Cette mesure confirme l'activation séquentielle de deux systèmes de maclage : dans la majorité des grains, un premier système est activé dès les premiers pourcents de déformation, suivi par un second vers 15 %.

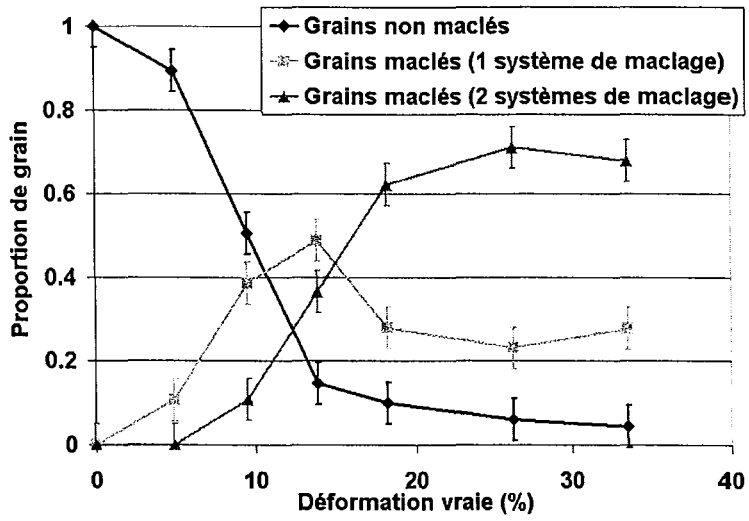


Figure IV.13 : Évolution de la proportion de grains non maclés, ou maclés avec 1 ou 2 systèmes de maclage activés. Cette mesure a été réalisée en microscopie optique sur la nuance 22Mn0,6C-GG après attaque.

IV.2.1.5. Corrélation avec les mesures d'émission acoustique

La figure IV.14 représente le nombre cumulé d'évènements acoustiques associés au maclage et l'énergie cumulée de ces évènements en fonction de la déformation. L'échelle des énergies est donnée en unité arbitraire (u.a.). Ces courbes montrent un net changement de régime vers 15 % de déformation. Durant les quinze premiers pourcents, de nombreux évènements très énergétiques sont détectés, correspondant au maclage primaire. Les macles du premier système disposent d'un grand libre parcours moyen (la taille de grain) et peuvent donc atteindre des vitesses élevées. La corrélation entre la vitesse des dislocations et l'énergie acoustique a été constatée et analysée par de nombreux auteurs [James & Carpenter 71][Schaarwächter & Ebener 90][Fang & Berkovits 95]. Par contre lorsque le maclage secondaire est majoritairement activé, la pente des courbes diminue car les évènements sont moins énergétiques et moins facilement détectables. Les macles secondaires ont un libre parcours moyen plus faible correspondant à la distance inter-macle du système primaire. Cette réduction du libre parcours moyen des macles du système secondaire a deux conséquences : une vitesse probablement moins élevée que pour les macles primaires et une épaisseur plus faibles d'après les conclusions de notre simulation (cf. § IV.1.3., page 128). Le ratio entre les épaisseurs des macles primaires et secondaires est égal au ratio entre la taille de grain et la distance inter-macles primaire.

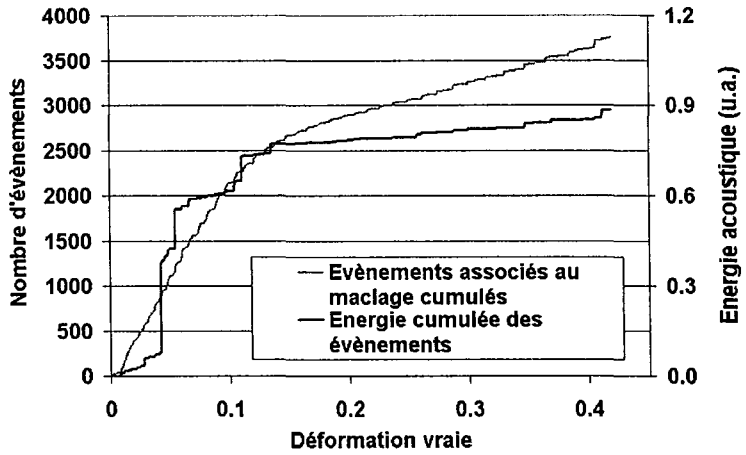


Figure IV.14 : Évolution du nombre d'évènements acoustiques cumulés et de l'énergie acoustique cumulée en fonction de la déformation vraie. Les mesures ont été réalisées sur la nuance 22Mn0,6C-GG. Les évènements sont associés uniquement au maclage mécanique.

IV.2.1.6. Origine de l'activation séquentielle : loi de Schmid

La sélection des systèmes de maclage parmi les 24 systèmes disponibles (12 intrinsèques et 12 extrinsèques) dans un grain n'est pas résolue dans la littérature [Christian & Mahajan 95c][Karaman *et al.* 01][Vergnol & Grilhe 84][Tranchant *et al.* 83] durant des études menées principalement sur des monocristaux. Nous soutenons l'hypothèse qu'un système de maclage apparaît si la cission appliquée est supérieure à une cission critique dépendant de la cission intrinsèque et de l'environnement du germe (empilements de dislocations, obstacles de la forêt). Cette cission critique ne varie pas de façon significative selon les systèmes dans un grain donné du polycristal (cas du modèle de Venables par exemple, cf. § I.2.2.2., page 29).

Les différents systèmes de maclage suivent alors une loi de Schmid par rapport à la contrainte macroscopique appliquée. Cette relation de premier ordre est généralement admise dans la littérature [Christian & Mahajan 95c][Szczerba & Bajor 04]. Les facteurs de Schmid sont alors calculés à partir des vecteurs de Burgers des dislocations partielles. Les premiers éléments d'une vérification expérimentale de cette hypothèse dans nos alliages polycristallins sont proposés en annexe I.

Dans ces conditions, le premier système de maclage est généralement le système ayant le meilleur facteur de Schmid. Ce système se développe et crée un champ de contrainte interne en retour permettant la relaxation des contraintes appliquées. Ce champ a été déterminé dans la première partie de ce chapitre pour une micromacle isolée. Au fur et à mesure de l'émission de macles, la contrainte est relaxée ce qui entraîne une saturation du premier système. Suite à cette baisse d'activité, à l'augmentation de la contrainte appliquée au cours de la déformation et à la rotation des grains, un second système est activé sur des plans sécants suivant encore la loi de Schmid. Ce mécanisme explique la formation des microstructures en « échelle ». Celles

en « épi » sont obtenues dans des grains présentant deux systèmes de maclage à forts facteurs de Schmid proches (orientation pour maclage multiple par analogie avec le glissement).

IV.2.1.7. Synthèse

L'étude de la microstructure à différents taux de déformation de la nuance 22Mn0,6C-GG a montré que :

- la fraction de phase maclée augmente au cours de la déformation. La mesure directe de la cinétique est délicate en microscopie optique à cause de la finesse des micromacles et de leur organisation en faisceau,
- les joints de micromacles mécaniques, et a fortiori ceux des faisceaux de micromacles, sont des obstacles forts de la microstructure pour les micromacles incidentes,
- les micromacles ou les faisceaux de micromacles apparaissent au cours de la déformation selon deux systèmes dans chaque grain,
- les deux systèmes s'activent séquentiellement au cours de la déformation dans la majorité des grains, conduisant à une microstructure en « échelle ». Dans de plus rares grains, l'activation est simultanée et conduit à une microstructure en « épi » (cf. figure IV.15). L'épaisseur des micromacles secondaires doit être inférieure à celle des macles primaires.

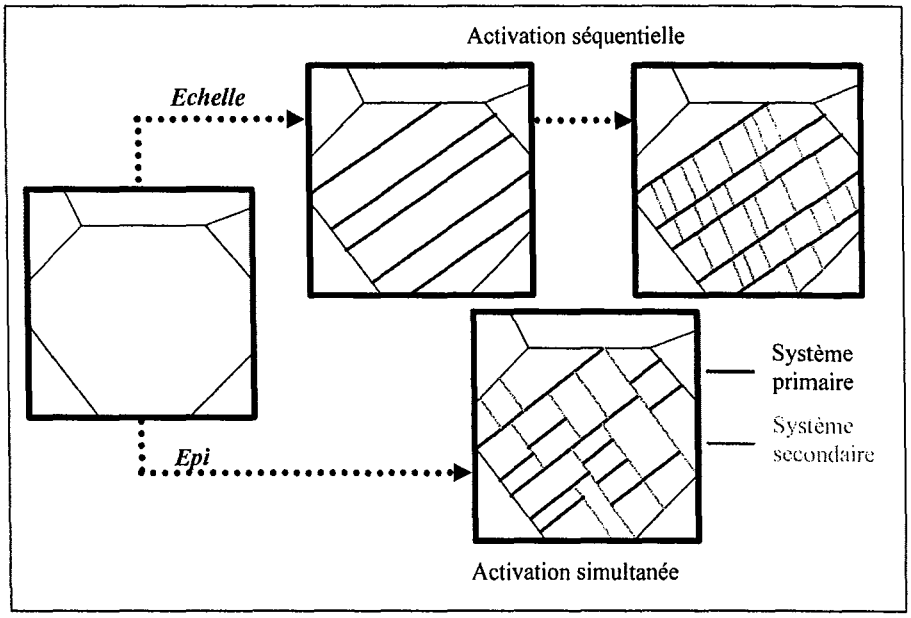


Figure IV.15 : Représentation schématique de l'évolution de la microstructure de maclage. Les deux configurations observées expérimentalement (« échelle » ou « épi ») sont obtenues par l'activation séquentielle ou simultanée des deux systèmes de maclage.

IV.2.2. Évolution du libre parcours moyen dans la microstructure

Nous avons vu que les bonnes propriétés mécaniques à température ambiante étaient dues au maclage qui introduit dans la matrice des obstacles forts au glissement des dislocations. L'évolution de la microstructure des macles observées dans ce chapitre précise le rôle du maclage : l'augmentation de la fraction de phase maclée conduit à une réduction progressive du libre parcours moyen des dislocations, semblable à un effet « Hall & Petch dynamique » et est responsable des forts taux d'écrouissage observés.

Après avoir discuté des interactions entre le maclage et le glissement, nous appliquerons une méthode de mesure du libre parcours moyen des dislocations dans la microstructure de maclage à la nuance 22Mn0,6C-GG. Une mesure indirecte de la cinétique de maclage en sera déduite et discutée par rapport aux différents modèles de la littérature.

IV.2.2.1. Interactions maclage / glissement

Les réactions possibles entre un système de glissement de dislocations parfaites et une macle obstacle ont été étudiées en détail dans la littérature [Rémy 75o][Christian & Mahajan 95h][Sahin & Margolin 91][Fujita & Ueda 72] et schématisées figure IV.16. Ces études expérimentales ont généralement été conduites sur des macles de recuit. Selon les conditions, la dislocation incidente peut être réfléchie (a), changer de plan de glissement pour dévier dans un plan parallèle à la macle (b), ou être transmise continûment de la matrice dans la macle, en laissant deux dislocations résiduelles aux joints de macles (c).

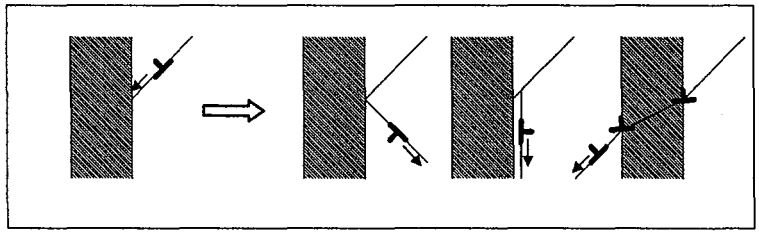


Figure IV.16 : Représentation schématique des différentes possibilités d'interaction entre une macle obstacle en gris et un système de glissement (a) réflexion (b) déviation (c) franchissement.

Les deux premières réactions sont analogues aux mécanismes d'interactions macle / macle proposés dans la littérature, et peuvent constituer soit un mécanisme de germination de macle dans un système secondaire (a) soit un mécanisme d'épaississement de la macle existante (b) [Fujita & Ueda 72][Mori & Fujita 80][Vandershaeve & Escaig 84].

Le franchissement d'un joint par une dislocation d'un système de glissement sécant requiert dans le cas général la création d'une dislocation d'incorporation à l'interface. Cette réaction

est défavorable énergétiquement et nécessite une activation par la formation d'un empilement d'un grand nombre de dislocations. Dans le cas des macles peu épaisses cette réaction d'incorporation doit avoir lieu deux fois à courte distance pour permettre le franchissement de la macle par la dislocation (cf. figure IV.16(c)). Le franchissement d'une macle sera donc d'autant plus difficile que la macle obstacle est fine (cas des micromacles), la dislocation dissociée devant franchir simultanément les deux joints de macles [Karaman *et al.* 01]. Cette tendance est inverse pour les macles de recuit très épaisses [Sahin & Margolin 91].

Le franchissement des dislocations est d'autant plus difficile dans le cas des micromacles mécaniques, en raison des nombreuses dislocations partielles constituant le front de macle, qui sont réparties le long de l'interface macle / matrice (cf. simulation et résultats expérimentaux du § IV.1.1., page 120).

En conclusion, comme dans le cas des interactions macle / macle, les micromacles sont *a fortiori* des obstacles fort pour les dislocations incidentes bien que des mécanismes de franchissement ou des réactions plus complexes puissent avoir lieu. Les micromacles contribueront d'autant plus au blocage des systèmes de glissement sécants qu'elles sont peu épaisses, qu'elles contiennent des défauts aux interfaces et qu'elles sont organisées en faisceaux, multipliant ainsi le nombre de réactions de franchissement à courte distance nécessaires à leur traversée.

IV.2.2.2. Évolution du libre parcours moyen des dislocations

Le gain en écrouissage dû à l'effet « Hall & Petch dynamique », par rapport à un matériau sans maclage mécanique, dépend du libre parcours moyen des dislocations entre les différents obstacles forts de la microstructure : les joints de grains et faisceaux de micromacles. L'évolution de cette distance caractéristique a été mesurée expérimentalement par la méthode des interceptes (cf. § II.4.2., page 69, pour la mesure de la taille de grains) sur la nuance 22Mn0,6C-GG à différents taux de déformation. Les mesures ont été réalisées en microscopie optique avec une longueur totale de grille de 5 mm (50 x 100 µm), après attaque électrolytique. Le comptage manuel a pris en compte les joints de grains et les macles, sans différencier les différents systèmes de maclage activés dans chaque grain. Les résultats de cette mesure sont représentés sur la figure IV.17. La valeur pour l'échantillon non déformé correspond à la taille de grains effective, telle que mesurée au chapitre II.

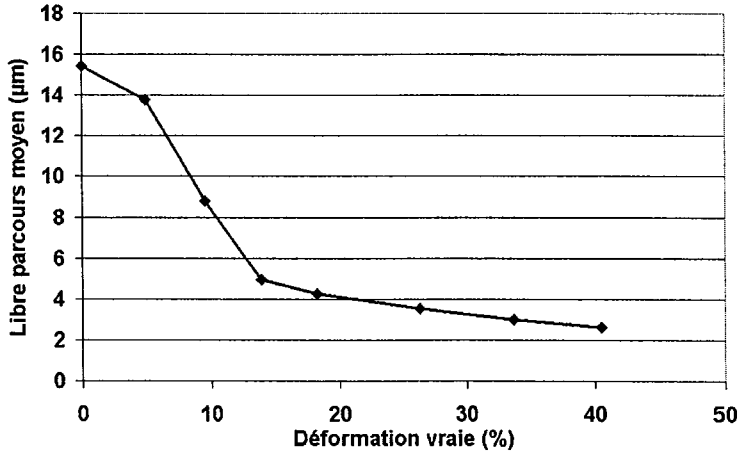


Figure IV.17 : Évolution du libre parcours moyen des dislocations en fonction de la déformation vraie. Cette mesure a été réalisée en microscopie optique après attaque électrolytique, selon la méthode des interceptes, en prenant en compte les joints de grains et les macles.

Le libre parcours moyen diminue, tout au long de la déformation dès l'apparition des premières macles mécaniques, et atteint une valeur d'environ 2 µm en fin de déformation.

Cette valeur est plus grande que celle attendue d'après les microstructures présentées aux figures IV.10 et IV.12 car elle tient compte de l'organisation des macles en trois dimensions. En effet, comme les macles se développent jusqu'à rencontrer un obstacle fort, l'activation séquentielle de deux systèmes de maclage crée des canaux dont les sections sont définies par les joints de macles et dont les longueurs sont égales à la taille de grain. Cette topologie particulière est représentée schématiquement sur la figure IV.18. Les grains des micrographies IV.10 et IV.12 avaient été choisis parce que leur orientation permettait de voir la section de cette microstructure en canaux à la surface de l'échantillon, afin de montrer l'organisation en « échelle ». Le comptage sur un grand nombre de grains orientés aléatoirement tient compte, lui, de l'anisotropie en 3 dimensions de cette microstructure, et donne bien la mesure d'un libre parcours moyen entre obstacles forts, supérieur à ce que l'on observe dans la section des canaux.

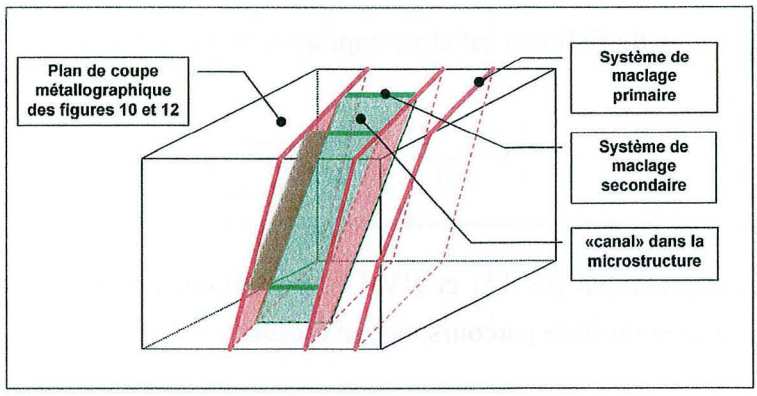


Figure 18 : Représentation schématique de la formation de canaux en 3 dimensions. La section correspond aux micrographies IV.10 et IV.12, mais les canaux ont une longueur égale à la taille de grain.

Cependant, cette méthode ne prend pas en compte les micromacles isolées, non observables à l'échelle de la microscopie optique, comme discutée précédemment. Les mesures effectuées correspondent donc au libre parcours moyen entre faisceaux de micromacles, supérieur à la distance réelle entre micromacles.

IV.2.2.3. Détermination indirecte de la cinétique de maclage

La relation stéréologique de Fullman (cf. § IV.1.1., page 120, équation (IV.1)) permet de déterminer la fraction de phase maclée à partir de la mesure du libre parcours moyen, sous réserve que l'épaisseur des macles soit connue. Une méthode de mesure indirecte de la cinétique de maclage a donc été développée [Allain *et al.* 02b], intégrant l'organisation des micromacles en faisceaux.

Si L_0 est la taille de grain effective, et t le libre parcours moyen entre macles, alors le libre parcours moyen entre obstacles forts est la moyenne harmonique des deux contributions :

$$\frac{1}{L} = \frac{1}{L_0} + \frac{1}{t} \qquad \text{(IV.15)}$$

Les micromacles d'épaisseur moyenne e sont organisées en faisceaux. Ces faisceaux contiennent en moyenne N micromacles séparées d'une distance inter-macles λ. Si F est la fraction réelle de phase maclée, alors la fraction de phase occupée par les faisceaux, espace inter-macles compris, $F_{faisceau}$ est égale à :

$$F_{faisceau} = \left(\frac{e+\lambda}{e} \right) F \qquad \text{(IV.16)}$$

La relation stéréologique de Fullman est alors appliquée au faisceaux d'épaisseur $N(e+\lambda)$.

$$\frac{1}{t} = \frac{1}{2N(e+\lambda)} \frac{F_{faisceau}}{(1-F_{faisceau})} \tag{IV.17}$$

En combinant les expressions (IV.15) et (IV.17), on obtient l'expression de la fraction de phase maclée en fonction du libre parcours moyen mesuré L :

$$F = \left(\frac{e}{e+\lambda}\right) \frac{1}{\left(\frac{LL_0}{2N(e+\lambda)(L-L_0)}\right)+1} \tag{IV.18}$$

La cinétique F a été calculée en prenant pour paramètre $e = \lambda = 50$ nm et $N = 5$ estimations faites à partir des observations expérimentales au MET. L'évolution de l'épaisseur des macles avec leur longueur n'a été prise en compte, la mesure du libre parcours moyen ne distinguant pas le premier et le second système de maclage. Cette cinétique est représentée sur la figure IV.19.

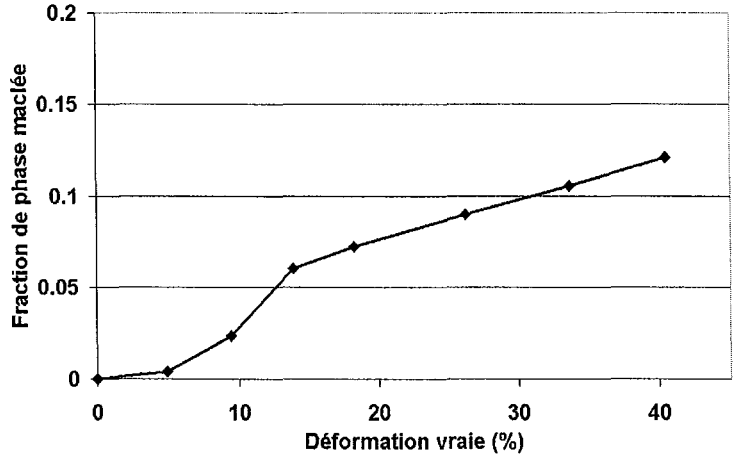


Figure IV.19 : Cinétique de maclage calculée par rapport aux mesures expérimentales du libre parcours moyen de la figure IV.17.

Cette courbe présente l'allure sigmoïdale prévue par le modèle de Rémy (cf. § I.3.4.3., page 54, équation (I.42)) et par la fonction empirique de Choi *et al.* [Choi *et al.* 99]. L'ajustement des paramètres du modèle de Rémy a été tenté, sans succès ; les meilleurs résultats n'ont permis de décrire que les quinze premiers pourcents de la courbe. Cet échec s'explique par une modélisation différente de la microstructure de maclage. Le modèle de Olson et Cohen (cf. § I.3.4.3., page 54, équation (I.41)) et celui de Bouaziz et Guelton [Bouaziz & Guelton 01] sont trop simples pour saisir ce comportement.

Ce résultat illustre la difficulté à prévoir la cinétique de maclage, *a priori*. Il montre aussi la limite des modélisations de cinétiques de maclage en fonction de la déformation. L'évolution de la fraction de phase maclée doit plutôt être réévaluée au cours de la déformation en fonction de l'état de contrainte et de la microstructure (densité de dislocation) ; c'est l'un des objectifs du modèle thermomécanique présenté au chapitre V.

En conclusion, cette méthode indirecte nous donne une estimation de l'évolution de deux grandeurs importantes liées au maclage : la fraction de phase maclée, difficile par ailleurs à mesurer avec précision, et le libre parcours moyen des dislocations entre obstacles forts. À la différence des méthodes de comptage simple, elle permet de prendre en compte les caractéristiques microstructurales du maclage comme l'épaisseur des micromacles et leurs dispersions mais requiert un soin particulier dans les mesures de libre parcours moyen. Cette modélisation pourra être améliorée si des observations plus précises viennent confirmer le modèle de l'épaisseur des macles, et en particulier le fait que les micromacles du système secondaire sont plus fines que celles du système primaire.

IV.2.3. Origine du gain en ductilité dû au maclage

Le gain en allongement à rupture observé lorsque le maclage est activé peut avoir deux origines : la contribution du maclage à la déformation ou l'augmentation du taux d'écrouissage via le critère de Considère, comme nous l'avons montré au chapitre III. Ces deux contributions sont discutées dans cette partie.

IV.2.3.1. Contribution à la déformation

L'étude de la microstructure de maclage montre que les objets élémentaires du maclage sont des micromacles peu dispersées. Leur fraction volumique augmente avec la déformation et la cinétique globale présente une allure sigmoïdale. Cependant, cette fraction reste faible à cause de la finesse des micromacles comme le montre la cinétique figure IV.19 (13 % en fin de déformation).

Bien que la phase maclée soit CFC comme la matrice, la finesse des micromacles impose un tel confinement que le glissement à l'intérieur de ces zones peut être négligé. La phase maclée ne contribue donc plus à la déformation. Ce résultat n'est généralement pas pris en compte dans la littérature [Karaman *et al.* 00b][Kalidindi 98a] et ces auteurs associent une contribution significative de la zone maclée à la déformation, ce qui semble impossible dans les micromacles observées. 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 ou dans les matériaux présentant une faible symétrie [Lebensohn & Tomé 93b]. Aucun maclage secondaire au sens de Müllner (micromacles à l'intérieur de zones maclées) [Müllner & Romanov 00][Müllner 02] n'a été observé dans nos aciers.

La contribution directe du maclage $\Delta\epsilon_{maclage}$ à la déformation totale reste réduite [Karaman *et al.* 00b]. Dans le meilleur des cas, elle est environ égale à :

$$\Delta\varepsilon_{maclage} = \gamma_0 MF \qquad \text{(IV.19)}$$

avec γ_0 le glissement dû au maclage (environ 0,7 pour un CFC), M un facteur de Schmid moyen (environ 0,45 pour un CFC) et F la fraction totale de phase maclée. En prenant $F = 0{,}13$ comme proposé précédemment, cette contribution s'élève à 3 %. Elle ne peut donc à elle seule expliquer l'allongement à rupture de plus de 70 % obtenu sur la nuance 22Mn0,6C-GG.

L'hypothèse inverse envisagée par Müllner & Solenthaler [Müllner & Solenthaler 97] consiste à considérer qu'un processus de « démaclage » explique la faible fraction de phase maclée et impose une forte contribution du maclage à la déformation totale. Cette étude a été réalisée sur un acier austénitique allié à l'azote dans lequel le glissement est difficile, ce qui n'est pas le cas dans le palier quasiment athermique des alliages Fe-Mn-C. De plus, les macles mécaniques observées présentent de fortes densités de défauts à leurs interfaces ce qui rend très improbables les réactions proposées pour expliquer le processus. Même si cette hypothèse pouvait s'appliquer, elle ne saurait expliquer la vérification systématique du critère de Considère à toutes les températures.

La déformation des grains est donc principalement due aux glissements des dislocations dans la matrice, la contribution due au maclage est faible et la déformation par glissement dans les macles est négligeable.

IV.2.3.2. Contribution à l'écrouissage

La contribution de la réduction du libre parcours moyen des dislocations par les macles à l'écrouissage serait quantifiable si l'on pouvait comparer le comportement mécanique d'une même nuance avec et sans maclage dans les mêmes conditions (composition et température).

Le matériau modèle obtenu sans maclage donnerait la contribution à l'écrouissage due uniquement aux interactions entre dislocations à cette température. Bien sûr, un tel matériau

modèle n'existe pas mais nous avons essayé de le simuler expérimentalement par des essais de prédéformation à chaud.

Les essais de prédéformation ont été réalisés à 673 K sur la nuance 22Mn0,6C-GG à différents taux de déformation à une vitesse de 7 10^{-4} s^{-1}. À cette température, il n'y a pas de maclage comme le montre l'étude micrographique du chapitre III (figures III.9 et III.15). Les échantillons sont ensuite déformés à température ambiante à la même vitesse. Les courbes de traction rationnelle en déformation vraie cumulée sont représentées sur la figure IV.20. Les courbes obtenues à 298 K et à 673 K de la figure III.2 sont rappelées.

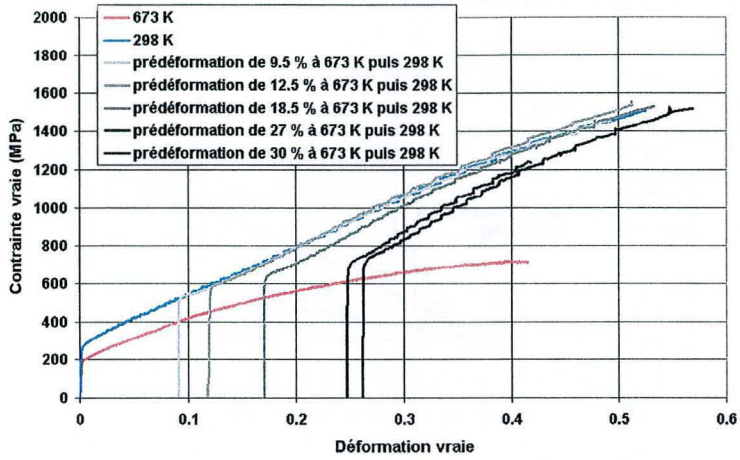


Figure IV.20 : Courbes de traction rationnelle de la nuance 22Mn0,6C-GG à température ambiante après prédéformation à 673 K à différents taux de déformation, en fonction de la déformation vraie cumulée. Les courbes de traction à 298 K et à 673 K sans prédéformation ont été rappelées.

Le lieu des limites élastiques à température ambiante en fonction du taux de prédéformation à chaud simule expérimentalement le comportement mécanique qu'aurait l'alliage à température ambiante en l'absence de maclage.

Cette hypothèse suppose que la microstructure de dislocations développée à 673 K, bien que différente, est proche de celle qui se serait développée à température ambiante en l'absence de maclage, à déformation donnée. Elle peut se justifier par le fait que (i) le module de cisaillement est le même aux deux températures à cause de la transition magnétique (cf. § II.4.4.2., page 72), (ii) à 673 K le glissement est encore majoritairement planaire (cf. § III.2.2.3., page 97), même si l'EDE est plus élevée, le taux de restauration dynamique est aussi plus élevé mais reste faible, et (iii) le maclage n'intervient à température ambiante qu'après quelques pourcents de déformation.

La figure IV.21 présente la courbe de traction rationnelle de l'alliage simulé sans maclage à 298 K, comparée aux courbes de traction à 298 K et à 673 K. Ce résultat montre que :

- à 298 K, l'écrouissage dû au maclage n'intervient qu'au-delà de 15 % de déformation, c'est-à-dire au moment de l'activation d'un second système de maclage dans la majorité des grains (cf. § IV.2.1.4., page 142). Le fort taux d'écrouissage serait donc provoqué par l'activation du second système, le premier n'ayant que peu d'influence sur la réduction du libre parcours moyen.
- la superposition des deux courbes à 298 K au-dessous de 15 % de déformation est la meilleure justification à notre simulation expérimentale
- les deux courbes sans maclage ont la même allure, avec un taux d'écrouissage faible. La différence est représentative de l'activation thermique du glissement, faible dans cette plage de température.

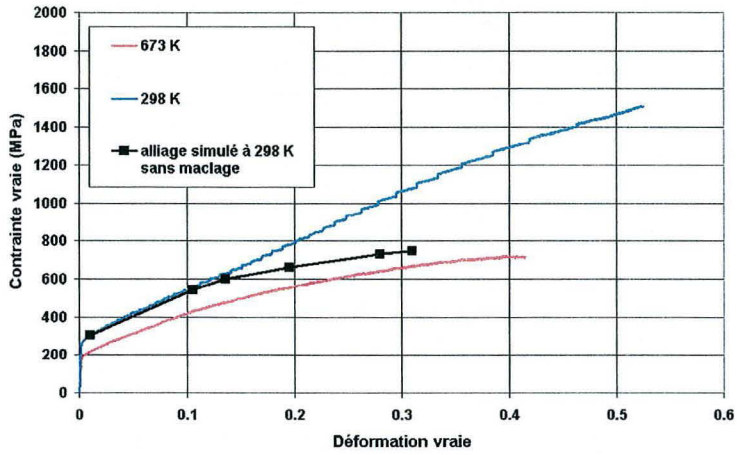


Figure IV.21 : Simulation expérimentale de la courbe de traction rationnelle à température ambiante de la nuance 22Mn0,6C-GG sans maclage. Les courbes de traction à 298 K et à 673 K ont été rappelées.

Le fait que le premier système de maclage n'ait pas d'influence sur le taux d'écrouissage est lié à la loi de Schmid, valable pour le glissement et le maclage. En effet, pour un grain ayant une orientation donnée par rapport à la direction de traction, le système de maclage ayant le plus fort facteur de Schmid est coplanaire au système de glissement primaire dans 68 % des cas. Ce résultat a été obtenu numériquement dans le cadre de cette étude en considérant 1328 orientations espacées régulièrement en coordonnées sphériques. La figure IV.22 montre les orientations dans le triangle standard pour lesquelles le premier système de maclage est coplanaire au système de glissement primaire. Ce résultat numérique peut être démontré analytiquement [Szcerba & Bajor 04].

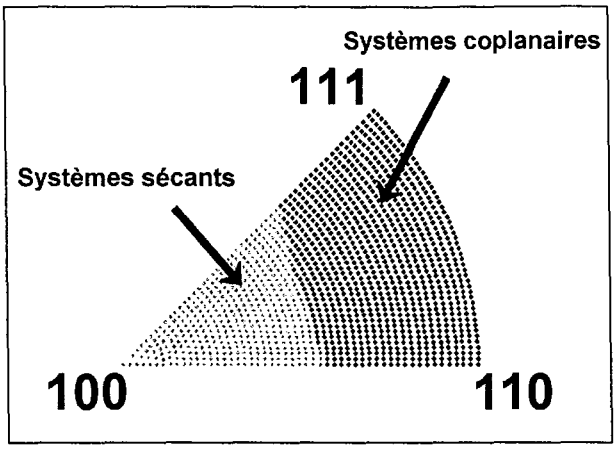
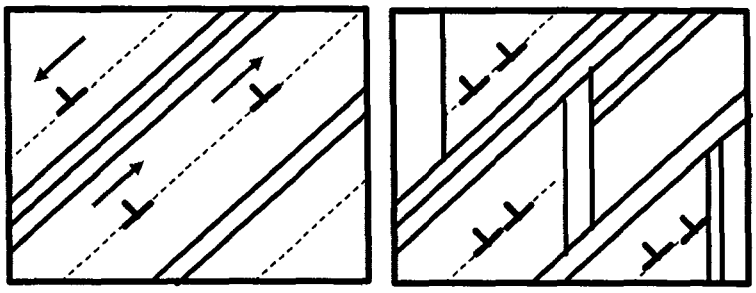


Figure IV.22 : Localisation dans un triangle standard des directions de traction provoquant : en sombre, le maclage et le glissement primaire sur des systèmes coplanaires, et en clair, sur des systèmes sécants. Ce calcul suppose que l'apparition des systèmes de maclage et de glissement suit une loi de Schmid.

Les premières macles activées se substituent aux dislocations dans le plan de glissement primaire et participent à la déformation sans créer d'obstacle à ce système de glissement (cf. figure IV.23(a)). Leur contribution à la déformation durant ce stade est significative car la fraction de phase maclée atteint rapidement la moitié de sa valeur maximale (cf. figure IV.19). En revanche, lorsque le second système, sécant au premier, s'active, le libre parcours moyen des dislocations du système primaire diminue rapidement, contribuant ainsi à l'augmentation du taux d'écrouissage (cf. figure IV.23(b)).



(a) *(b)*

Figure IV.23 (a) Le système de glissement primaire n'est pas bloqué par les macles du premier système, (b) mais l'est par celles du second.

IV.2.3.3. Synthèse

Les propriétés mécaniques des alliages Fe-Mn-C à température ambiante s'expliquent par la mise en place progressive de la microstructure de maclage avec la déformation, que l'on peut décomposer en quatre étapes successives, selon les mécanismes d'écrouissage (cf. figure IV.24) :

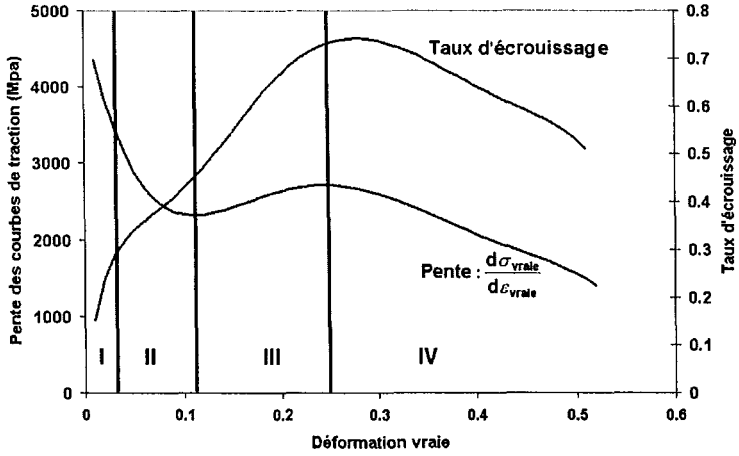


Figure IV.24 : Évolution de la pente de la courbe de traction rationnelle et du taux d'écrouissage en fonction de la déformation vraie pour la nuance 22Mn0,6C-GG. Les quatre étapes de développement de la microstructure de déformation sont représentées.

La phase I se caractérise par un taux d'écrouissage qui augmente rapidement avec la déformation et correspond à la multiplication des dislocations nécessaires au glissement. Durant cette première phase, la contrainte n'est pas suffisante pour activer le maclage mécanique, d'autant plus que la densité d'empilements de dislocations est faible.

La phase II correspond à l'activation d'un seul système de maclage dans la majorité des grains. Bien que les micromacles soient des obstacles forts au glissement, les premiers systèmes de glissement et de maclage activés sont coplanaires dans la majorité des cas. Les macles créées ne réduisent pas le libre parcours moyen des dislocations qui accommodent la déformation. La pente de la courbe de traction suit la même loi décroissante que dans le domaine I. La pente du taux d'écrouissage diminue comme à 623 K (cf. figure II.5(b)).

La phase III débute dès l'activation du maclage secondaire. Les dislocations du système de glissement primaire sont bloquées par les faisceaux de macles secondaires, qui réduisent leur libre parcours moyen. Le taux d'écrouissage augmente fortement et la courbe de traction change même de concavité à 15 % de déformation.

La phase IV correspond à une diminution du taux d'écrouissage, due à la saturation du maclage et du glissement. La rupture de l'éprouvette intervient par un mécanisme de striction localisée dès que le critère de Considère est vérifié.

Cette distinction des différentes étapes de la plasticité des aciers austénitiques à faible EDE avait déjà été proposée par Kalidindi [Kalidindi 98b][El-Danaf *et al.* 01] mais pour ces auteurs, le début du stade III était dû à l'apparition du premier système de maclage et le stade IV au début du maclage secondaire. Les observations expérimentales de cette étude contredisent leur interprétation.

Conclusion

Les observations au MET montrent que le maclage se produit sous forme de micromacles de quelques dizaines de nanomètres d'épaisseur regroupées en faisceaux dix fois plus épais. Les simulations de la formation de macles reproduisent l'évolution des épaisseurs des micromacles sous une cission appliquée croissante, en accord avec le modèle de Friedel pour une macle isolée et avec les observations expérimentales.

Les micromacles germent avec une épaisseur donnée à la contrainte critique d'émission puis s'épaississent. En faisant l'hypothèse que les fortes densités de dislocations observées dans notre matériau stoppent la phase d'épaississement, nous proposons une loi générale pour l'épaisseur des micromacles dans un faisceau, connaissant leur longueur et leur espacement. L'épaisseur est en particulier proportionnelle à la longueur.

Les observations à différents taux de déformation montre qu'il y a une activation séquentielle de deux systèmes de maclage dans la majorité des grains. L'activation d'un second système se produit vers 15 % de déformation, observation confirmée par les mesures d'émission acoustique. Les faisceaux de micromacles étant des obstacles forts, une microstructure en « échelle » se développe et réduit le libre parcours moyen des dislocations. L'évolution de la distance moyenne entre obstacles forts (joints de grains et faisceaux de micromacles) a été mesurée. Nous en avons déduit la cinétique de maclage qui présente une forme sigmoïdale conforme aux résultats de la littérature.

À l'aide d'essais de prédéformation à chaud, nous avons simulé expérimentalement le comportement que pourrait avoir l'alliage étudié à température ambiante si il n'y avait pas de maclage. Cette simulation nous a permis d'évaluer quantitativement la contribution du maclage à l'écrouissage. Le résultat montre que c'est l'activation du second système de maclage qui est responsable du gain en écrouissage. L'activation d'un seul système au-

dessous de 15 % de déformation ne modifie pas la plasticité de façon sensible car les macles du premier système sont coplanaires au système de glissement primaire dans la majorité des grains.

Le modèle de l'effet TWIP présenté dans la suite introduit cette microstructure de maclage dans un modèle de plasticité, en tenant compte de la réduction du libre parcours moyen des dislocations. La déformation de l'austénite non maclée prendra en compte l'activation thermique du glissement, faible à température ambiante. La cinétique de maclage sera traitée en terme de cission critique intrinsèque comme discuté au chapitre I. L'application d'une loi de Schmid pour les systèmes de maclage permettra de reproduire l'activation séquentielle de deux systèmes révélée dans ce chapitre. Ce modèle s'attachera à reproduire simultanément les courbes de traction présentées au chapitre III, ainsi que les caractéristiques de la microstructure de maclage mesurées au chapitre IV.

Chapitre V

Modélisation Micromécanique de l'effet TWIP

V. Modélisation micromécanique de l'effet TWIP

Introduction

Les résultats des essais de traction montrent que le meilleur allongement à rupture est obtenu à température ambiante pour les nuances 22Mn0,6C. Le taux d'écrouissage, maximal à cette température, est responsable de cette excellente ductilité en retardant la striction. Deux mécanismes contribuent majoritairement à l'écrouissage : l'écrouissage latent, fort dans les matériaux CFC et favorisé à cette température par une faible activation thermique du glissement, et la formation de macles mécaniques, caractéristique d'une EDE intermédiaire, proche de 20 $mJ.m^{-2}$.

L'étude microstructurale du maclage a montré que les macles sont émises sous forme de faisceaux de micromacles, obstacles très difficiles à franchir pour les dislocations. Deux systèmes de maclage sont activés séquentiellement dans la majorité des grains et provoquent la formation d'une structure en « échelle », dont la taille des cellules diminue au cours de la déformation.

Ce dernier chapitre est consacré à la modélisation des interactions entre cette microstructure de macles et le glissement. Notre but est de prévoir non seulement l'évolution des caractéristiques mécaniques au cours d'un trajet de déformation simple, mais aussi des microstructures de maclage et de glissement, afin de quantifier les contributions des différents mécanismes d'écrouissage. Il répond en outre à une demande industrielle forte de modèles à base physique permettant de garantir les caractéristiques finales d'un produit en fonction des paramètres d'élaboration, sans effectuer de mesures expérimentales.

Les nombreux auteurs de la littérature qui se sont attachés à modéliser l'influence du maclage sur les propriétés mécaniques s'accordent pour supposer que l'augmentation du taux d'écrouissage s'explique par la réduction du libre parcours moyen des dislocations dans la matrice. La contrainte d'écoulement du matériau est donc gouvernée par la plasticité de la fraction non maclée. Rémy est l'un des premiers à avoir directement introduit ce concept dans un modèle simple basé sur une loi empirique de type « Hall & Petch » [Rémy 78]. La diminution du libre parcours moyen des dislocations est modélisée grâce à la relation stéréologique de Fullman (cf. § IV.2.2.3., page 149) et la cinétique de maclage est décrite par la formule (I.47) du chapitre I. La forme sigmoïdale de la cinétique et les paramètres d'ajustement permettent d'obtenir une corrélation satisfaisante entre les propriétés mécaniques expérimentales et simulées. Cette approche est valable uniquement sur des essais

de traction simple et ne permet pas de faire de distinction entre les contributions des différents systèmes de maclage.

Des modèles récents ont été développés en utilisant les notions de plasticité polycristalline intégrant des schémas auto-cohérents. Ces outils sont efficaces pour tenir compte d'un chargement mécanique complexe en trois dimensions et des incompatibilités de déformation aux joints de grains [Karaman *et al.* 00b][Lebensohn & Tomé 93b][Kalidindi 98a][Cherkaoui 03]. Devant la difficulté à décrire le comportement plastique ou viscoplastique d'un grain donné, ces auteurs ont suivi des relations classiques d'un point de vue mécanique mais empiriques quant à la description de la plasticité. Les modèles les plus élaborés, tels que ceux proposés par Karaman *et al.*, intègrent toutefois des cinétiques de maclage basées sur une description fine des mécanismes de germination au travers de la contrainte critique de maclage. Ces auteurs ne proposent cependant aucune variable interne satisfaisante pour d'écrire l'état d'écrouissage de l'alliage.

Une autre tendance actuelle est de modéliser plus simplement le polycristal grâce à des lois de transition d'échelles simples et de contrôler la contrainte d'écoulement à l'intérieur des grains par l'intermédiaire de variables internes que sont les densités de dislocations et la fraction de phase maclée [Bouaziz & Guelton 01]. À notre connaissance, seuls Parisot *et al.* [Parisot *et al.* 00] ont développé une modélisation dans des revêtements de zinc selon une approche micromécanique par éléments finis incluant les effets du maclage. Le maclage est alors assimilé à un système de glissement obéissant à une loi de Schmid spécifique.

Dans ce chapitre, nous proposons de modéliser les courbes de traction de la nuance 22Mn0,6C-GG sur laquelle nous disposons de résultats sur les propriétés mécaniques mais également sur l'évolution de la microstructure de maclage. Afin de tester la validité de nos hypothèses, le choix a été fait d'utiliser dans un premier temps des lois de transition d'échelles simples pour modéliser la relation entre les propriétés mécaniques des grains à l'échelle mésoscopique et celles du polycristal. Le modèle présenté dans ce chapitre se restreindra à ce cas. Pour cette raison, il ne sera directement applicable qu'à des chargements simples (traction en l'occurrence). Le modèle de plasticité intragranulaire mésoscopique reste suffisamment général et peut être introduit sans modifications majeures dans un schéma de plasticité polycristalline autocohérent en trois dimensions. Les concepts nécessaires à cette amélioration ont donc été développés dans un second temps au cours de cette étude en collaboration avec Mohammed Cherkaoui du LPMM [Cherkaoui *et al.* 03]. Le formalisme utilisé est proche de celui développé par Lebensohn et Tomé [Lebensohn & Tomé 93b] ou Karaman *et al.* [Karaman *et al.* 00b]. Les résultats feront l'objet de publications ultérieures.

Le principal travail a donc consisté à élaborer le modèle de plasticité intragranulaire mésoscopique. L'étude de la microstructure de maclage à température ambiante présentée au chapitre IV a permis de montrer que la forte augmentation du taux d'écrouissage en traction est due à l'activation du second système de maclage vers 15 % de déformation qui réduit le libre parcours moyen des premiers systèmes de glissement. Afin d'être sensible à ce mécanisme, il est apparu indispensable de distinguer les différents systèmes de glissement et de maclage à l'intérieur du grain. Les variables internes décrivant l'état de ces systèmes sont respectivement les densités de dislocations stockées pour les systèmes de glissement et les fractions de phase maclée pour les systèmes de maclage. Les différentes lois d'évolution sont déduites de la littérature et de nos observations expérimentales.

Afin d'assurer la cohérence des résultats, la première étape consiste à modéliser les résultats obtenus sur la nuance de référence sans l'effet du maclage. Pour ce faire, nous disposons des courbes de traction à 673 K (pour les deux tailles de grains) et celle de l'alliage simulée à température ambiante sans maclage. Ces différents résultats expérimentaux serviront à ajuster les paramètres associés au seul glissement des dislocations. Les différentes contributions du maclage mécanique seront ajoutées dans un second temps.

La première partie de ce chapitre est consacrée à la présentation des équations constitutives du modèle gouvernant la plasticité par glissement sans considérer l'effet TWIP. Les différentes lois de transition d'échelles (mésoscopique → macroscopique) testées seront présentées ainsi que les méthodes de résolution employées. Le modèle est ensuite paramétré pour faire correspondre les résultats aux différentes observations expérimentales. Le problème de l'activation thermique du glissement, considéré dans le cadre de la viscoplasticité, est abordé en particulier. Après ajustement, les paramètres utilisés pour décrire le comportement des dislocations sont conservés à l'identique pour l'effet TWIP.

Les contributions du maclage à la déformation et à la réduction du libre parcours moyen des dislocations sont évaluées dans la seconde partie. Une modélisation originale des interactions entre systèmes de glissement et de maclage est proposée, basée sur une description géométrique de l'organisation des systèmes de maclage à l'intérieur des grains en trois dimensions. La principale difficulté réside dans la modélisation de la cinétique de maclage. La loi considérée pour l'évolution de la fraction de phase maclée est basée sur une interprétation phénoménologique de la germination. Elle dépend de la contrainte critique de maclage et a été choisie pour rendre compte des observations expérimentales de la microstructure. Les résultats de la modélisation sont enfin présentés et discutés.

V.1. Modèle de plasticité polycristalline par glissement des dislocations

Nous utilisons un formalisme adapté à l'utilisation de lois de transition d'échelles simples comme par exemple Taylor et Sachs qui permettent d'approcher le comportement mécanique du polycristal. Le modèle de plasticité intragranulaire développé est un modèle viscoplastique décrivant l'évolution des densités de dislocations stockées des différents systèmes de glissement. Il intègre les effets de la température et de la taille de grain. Un soin particulier a été apporté pour minimiser le nombre de paramètres d'ajustement non mesurables. Au nombre de trois, ils sont déterminés par rapport aux courbes de traction expérimentales.

V.1.1. Modèle de plasticité intragranulaire

V.1.1.1. Principe

Le problème a été traité dans le cadre de la viscoplasticité, c'est-à-dire que la vitesse de déformation dépend de la contrainte d'écoulement. Cette hypothèse a été retenue car la modélisation doit être utilisée dans des projets ultérieurs pour prévoir le comportement du matériau durant différentes étapes de mise en forme sous fortes vitesses de déformation. Même si l'alliage de l'étude présente à température ambiante une faible sensibilité négative à la vitesse de déformation, l'étude des limites d'élasticité avec la température montre que le glissement est thermiquement activé même dans le domaine de température intermédiaire. Les caractéristiques de l'activation thermique du glissement sont discutées dans ce qui suit.

Dans un grain g d'orientation donnée par rapport à la direction de traction, le tenseur des contraintes se réduit à un seul scalaire, la contrainte d'écoulement uniaxiale σ^g. La vitesse de déformation uniaxiale imposée est notée $\dot{\epsilon}^g$ au niveau de ce grain[3]. Le problème est résolu en contrainte pour une vitesse de déformation imposée (cas réel de l'essai de traction) : le modèle détermine la contrainte d'écoulement à appliquer pour accommoder cette vitesse. Le calcul s'effectue pas à pas, en discrétisant le temps en pas constants, notés *dt*. La convention de notation d'Einstein sur les sommations d'indices répétés est utilisée dans toute la suite pour des raisons de lisibilité.

V.1.1.2. Loi de viscoplasticité

La déformation du grain est assurée par les 24 systèmes de glissement de dislocations parfaites correspondant aux plans denses {111} et aux directions denses <110> de la structure

[3] D'une manière générale, les points signalent une dérivation par rapport au temps, les autres dérivations partielles sont données explicitement.

CFC. Les sens des vecteurs de Burgers ont été distingués afin d'éviter de polariser les systèmes. Le grain g considéré est orienté par rapport à la direction de traction, ce qui permet de définir le facteur de Schmid de chacun de ces systèmes. Pour le système de glissement i ce facteur est noté ms_i, s pour slip (glissement). Pour le système de glissement i, si χ_i est l'angle entre le plan de glissement et la direction de traction et λ_i l'angle entre la direction de glissement et la direction de traction, ms_i est donné par :

$$ms_i = sin(\chi_i)cos(\lambda_i) \tag{V.1}$$

La cission résolue subie par une dislocation du système i vaut alors :

$$\tau_i = ms_i \sigma^g \tag{V.2}$$

Durant un incrément de temps dt, l'incrément de déformation du grain $d\epsilon^g$ est la somme des incréments de glissement $d\gamma_i$ de chaque système modulée par leurs facteurs de Schmid :

$$d\epsilon^g = ms_i d\gamma_i \tag{V.3}$$

Cette relation peut s'exprimer en terme de vitesse de déformation et de glissement.

$$\dot{\epsilon}^g = ms_i \dot{\gamma}_i \tag{V.4}$$

La vitesse de glissement $\dot{\gamma}_i$ d'un système i est donnée par la relation d'Orowan :

$$\dot{\gamma}_i = \rho_i^m b_{110} v_i \tag{V.5}$$

où ρ_i^m est la densité de dislocations mobiles sur le système i, b_{110} le vecteur de Burgers des dislocations parfaites et v_i la vitesse moyenne de ces dislocations. La vitesse des dislocations mobiles du système i dépend de la cission efficace τ_i^{eff} ressentie par les dislocations. Cette cission efficace dépend des contraintes internes athermiques et de la cission résolue appliquée sur le système, qui est la force motrice du déplacement de dislocations.

Le franchissement des obstacles à courte distance, dont la nature sera précisée ultérieurement, est thermiquement activé. La relation de viscoplasticité retenue est celle utilisée par Conrad [Conrad 03][Conrad & Narayan 02]. La vitesse de glissement des dislocations mobiles du système i est donnée par :

$$v_i = 2b_{110}\nu_D exp\left(-\frac{\Delta G_0}{k_B T}\right) sinh\left(\frac{\tau_i^{eff} V^a}{k_B T}\right) \quad (V.6)$$

avec ν_D la fréquence de Debye de vibrations des dislocations, k_B la constante de Boltzmann, T la température, ΔG_0 et V^a l'énergie et le volume d'activation du franchissement des obstacles. Dans la suite, la fréquence de Debye a été choisie égale à 10^{13} s^{-1} conformément à la littérature [Conrad 03][Champier & Saada 68]. Les valeurs de l'énergie et du volume d'activation sont caractéristiques des champs de contraintes à petites échelles des obstacles à franchir. Le sinus hyperbolique exprime le fait que la probabilité de franchir l'obstacle par agitation thermique est augmentée dans le sens où le travail de τ_i^{eff} est positif et diminuée dans le sens où il est négatif. Cette formulation permet d'éviter l'utilisation d'une loi puissance empirique généralement employée [Karaman *et al.* 00b][Hoc & Forest 01].

V.1.1.3. Contraintes athermiques et efficaces

La cission résolue effective τ_i^{eff} permettant aux dislocations de franchir les obstacles est la différence entre la cission appliquée et les contraintes internes à moyenne et grande distance (ordre de grandeur de la taille de grain). Les champs de contraintes considérés sont suffisamment grands et les obstacles associés suffisamment étendus pour que le franchissement ne soit pas activable thermiquement. Ces contraintes internes sont donc qualifiées d'athermiques et leur somme sera notée $\tau_i^{athermique}$ pour le système i. La cission efficace s'écrit alors :

$$\tau_i^{eff} = \tau_i - \tau_i^{athermique} = \tau_i - \left(\tau_0 + \tau_i^{forêt} + \tau_i^{HP}\right) \quad (V.7)$$

dans laquelle trois sources de contraintes internes sont à prendre en compte dans nos alliages [Nes & Marthinsen 02] :

- la contrainte τ_0 est due aux éléments d'alliages dans la matrice austénitique qui provoquent un durcissement par solution solide. Nous considérons cette contribution constante pour une composition d'alliage donnée et indépendante de la température. Elle est égale pour tous les systèmes de glissement,

- la contrainte $\tau_i^{forêt}$ due aux dislocations sécantes au système i considéré. Cette contribution pour le système i dépend de la densité de dislocations sur les autres systèmes et s'écrit selon le modèle classique de la forêt :

$$\tau_i^{forêt} = \alpha\mu(T) b_{110} \sqrt{A_{in} \rho_n^{forêt}} \quad (V.8)$$

avec α un paramètre caractérisant la résistance de la forêt, μ le module de cisaillement à la température T, $\rho_n^{forêt}$ la densité de dislocations obstacles du système de glissement n stockées en volume dans le grain et A une matrice d'interaction 24x24 entre les systèmes de glissement. Ce terme exprime l'intensité relative des interactions élastiques et la résistance relative des jonctions créées suivant le type d'intersection entre deux systèmes de glissement.

- la contrainte en retour τ_i^{HP} des dislocations bloquées aux joints de grains et formant des empilements. Ce terme prend en compte l'augmentation de la limite d'écoulement lorsque la taille de grain diminue (effet « Hall & Petch »). Nous avons fait l'approximation que le système de glissement i ne ressent que les contraintes en retour dues à sa propre densité de dislocations stockées sur les joints de grains. Conrad [Conrad 03] propose alors d'écrire :

$$\tau_i^{HP} = \alpha\mu(T)b_{110}\sqrt{\beta\rho_i^{HP}} \tag{V.9}$$

avec β une constante comprise entre 0,2 et 2 selon le mécanisme considéré et ρ_i^{HP} la densité de dislocations du système i stockées à la surface du grain. Le champ de contrainte interne résultant est ressenti à l'échelle de l'ensemble du grain. Le paramètre β est ajusté par comparaison des résultats obtenus sur les deux nuances 22Mn0,6C à gros ou petits grains. Il doit être choisi avec soin car il permettra ensuite de rendre compte de l'effet « Hall & Petch dynamique » dû au maclage mécanique.

La matrice d'interaction A est la matrice initialement proposée par Franciosi pour l'écrouissage latent [Franciosi 84]. Pour classer de manière systématique les différents systèmes de glissement, la convention de Schmid et Boas pour les alliages CFC a été utilisée. Elle consiste à repérer le plan de glissement par une lettre majuscule (A, B, C, ou D) et la direction de glissement par un chiffre de 1 à 6 correspondant aux six directions possibles <110> dans une maille cubique. Comme discuté précédemment, les sens de ces vecteurs ont été pris en compte, mais nous avons supposé que les interactions sont de même nature quel que soit le sens.

Convention de Schmid et Boas		[011]	[0$\bar{1}$1]	[101]	[$\bar{1}$01]	[$\bar{1}$10]	[110]
		1	2	3	4	5	6
($\bar{1}$11)	A		A2	A3			A6
(111)	B		B2		B4	B5	
($\bar{1}\bar{1}$1)	C	C1		C3		C5	
(1$\bar{1}$1)	D	D1			D4		D6

Tableau V.1 : Convention de Schmid et Boas pour la numérotation des systèmes de glissement dans les alliages CFC.

La matrice d'interaction est nécessairement symétrique et s'écrit (en ne considérant pas le sens des systèmes) :

$$[A]=\begin{bmatrix}
 & A2 & A3 & A6 & B2 & B4 & B5 & C1 & C3 & C5 & D1 & D4 & D6 \\
A2 & a_0 & a_1 & a_1 & a_1 & a_2 & a_2 & a_1 & a_2 & a_3 & a_1 & a_3 & a_2 \\
A3 & & a_0 & a_1 & a_2 & a_1 & a_3 & a_2 & a_1 & a_2 & a_3 & a_1 & a_2 \\
A6 & & & a_0 & a_2 & a_3 & a_1 & a_3 & a_2 & a_1 & a_2 & a_2 & a_1 \\
B2 & & & & a_0 & a_1 & a_1 & a_1 & a_3 & a_2 & a_1 & a_2 & a_3 \\
B4 & & & & & a_0 & a_1 & a_2 & a_1 & a_2 & a_2 & a_1 & a_2 \\
B5 & & & & & & a_0 & a_2 & a_2 & a_1 & a_3 & a_2 & a_2 \\
C1 & & & & & & & a_0 & a_1 & a_1 & a_1 & a_2 & a_2 \\
C3 & & & & & & & & a_0 & a_1 & a_2 & a_1 & a_3 \\
C5 & & & & & & & & & a_0 & a_2 & a_3 & a_1 \\
D1 & & & & & & & & & & a_0 & a_1 & a_1 \\
D4 & & & & & & & & & & & a_0 & a_1 \\
D6 & & & & & & & & & & & & a_0
\end{bmatrix} \quad \text{(V.10)}$$

Les différents types d'interactions se résument en 4 termes :

- a_0, qui correspond à des interactions d'auto-écrouissage et est considéré nul,
- a_1, qui correspond aux interactions entre systèmes coplanaires, colinéaires et entre systèmes ayant des vecteurs de Burgers perpendiculaires,
- a_2, qui correspond aux interactions entre paires de systèmes pouvant former des jonctions glissiles,

- a_3, qui correspond aux interactions entre paires de systèmes formant des verrous de Lomer-Cottrell.

L'intensité respective de chacun de ces termes a été choisie de façon à respecter l'ordre $a_3 > a_2 > a_1 > a_0$ [Franciosi 84], malgré les récents développements en dynamique des dislocations [Madec *et al.* 03]. Ces coefficients d'interactions doivent respecter une condition de normalisation telle que la somme des termes d'une ligne de A soit égale à 1. Cette matrice donne donc les intensités relatives d'interactions entre les systèmes de glissement, l'intensité globale des interactions étant contrôlée par le paramètre α, correspondant à la résistance d'une jonction de type Lomer. Les paramètres a_1, a_2, et a_3 sont constants et prennent les valeurs numériques suivantes :

$$\begin{cases} a_0 = 0 \\ a_1 = \dfrac{0,4}{14} \\ a_2 = \dfrac{0,75}{14} \\ a_3 = \dfrac{1}{14} \end{cases} \tag{V.11}$$

Le paramètre a_0 a été choisi nul car les effets des dislocations émises par un système sur lui-même sont déjà explicitement pris en compte par le terme de type « Hall & Petch ». Bien que le formalisme soit identique pour des questions de simplification, les significations physiques de a_0 et β sont différentes, la longueur d'onde caractéristique des fluctuations de contraintes internes étant différentes (distances entre dislocations pour a_0 et taille de grain pour β).

V.1.1.4. Évolution des densités de dislocations

La densité de dislocations mobiles a été choisie constante quelles que soient la température et la déformation et égale pour tous les systèmes de glissement. Elle est notée simplement ρ_m dans ce qui suit. Cette hypothèse n'est valable qu'après le premier stade de multiplication des dislocations qui a lieu au début de la déformation plastique. Le modèle ne peut donc modéliser ce premier stade de la plasticité, mais assure une bonne description après l'établissement d'un régime permanent. Ce modèle est également mal adapté pour la description fine d'essais avec changement de vitesse de déformation.

Nous avons fait l'approximation que les dislocations de la forêt considérées dans l'équation (V.8) et les dislocations participant à l'effet « Hall & Petch » dans l'équation (V.9) sont les mêmes. Par conséquent, quel que soit le système i, $\rho_i^{forêt} = \rho_i^{HP}$. Ces densités de dislocations correspondent à des dislocations stockées sur les obstacles, que ces obstacles soient les

dislocations de la forêt par la formation de jonctions, ou les joints de grains sur lesquels les dislocations forment des empilements. Les densités de dislocations des différents systèmes sont donc les variables internes qui contrôlent la contrainte d'écoulement du matériau. Au cours de la déformation, la densité de dislocations stockées augmente, créant un champ de contrainte interne athermique qui diminue la cission efficace. La contrainte d'écoulement doit donc augmenter pour assurer une vitesse de déformation constante via la loi viscoplastique. Ce mécanisme assure donc la description de l'augmentation du taux d'écrouissage dans la matrice. Dans la suite, pour simplifier les notations la densité de dislocations stockées du système i sera notée ρ_i.

L'augmentation des densités de dislocations stockées dépend de la déformation imposée au grain, de la densité d'obstacle rencontrés par les dislocations mobiles et de mécanismes de restauration dynamique, comme l'annihilation de paires ou aux joints de grains et la remobilisation de dislocations bloquées [Van Liempt *et al.* 02][Verdier *et al.* 99]. Les premiers travaux concernant l'évolution de ces variables internes ont été proposés par Bergström [Bergström 69][Bergström & Roberts 73], Mecking et Lücke [Mecking & Lücke 70] et Mecking et Kocks [Mecking & Kocks 81]. Sur la base de résultats expérimentaux, ces modèles montrent que l'augmentation de la densité de dislocations par rapport à la déformation imposée dépend linéairement de l'inverse du libre parcours moyen des dislocations mobiles et que l'intensité des mécanismes de restauration dynamique est proportionnelle à la densité de dislocations considérée. Cette approche globale sur les densités totales de dislocations a été généralisée par Teodosiu qui propose d'écrire une relation équivalente quel que soit le système de dislocations du grain. Ce type de modélisation de l'écrouissage par l'intermédiaire des densités de dislocations est communément admis à ce jour [Karaman *et al.* 00b], même sous la forme généralisée [Peeters *et al.* 02][Hoc & Forest 01][Cailletaud *et al.* 03].

L'incrément de densité de dislocations stockées $d\rho_i$ du système évolue proportionnellement à l'incrément de cisaillement $d\gamma_i$ produit par ce même système pendant l'incrément de temps dt :

$$\frac{d\rho_i}{d\gamma_i} = \frac{1}{b_{110}\Lambda_i} - f\rho_i \tag{V.12}$$

avec Λ_i le libre parcours moyen des dislocations du système i et f un paramètre traduisant l'intensité des mécanismes de restauration dynamique [Verdier *et al.* 99].

Le libre parcours moyen des dislocations du système i dépend des différents obstacles rencontrés par ce système. En l'absence de maclage, ces obstacles sont les joints de grains et

les dislocations de la forêt avec lesquelles les interactions sont plus ou moins fortes (cf. §V.1.1.3., page 164). Le libre parcours moyen est alors la moyenne harmonique des distances entre ces obstacles :

$$\frac{1}{\Lambda_i} = \frac{1}{D} + k\sqrt{A_{ij}\rho_j} \tag{V.13}$$

avec D la taille de grain et k un paramètre traduisant l'intensité relative du blocage par la forêt de dislocations par rapport aux joints de grain. L'intensité correspondant à un joint de grains (obstacle fort) est égale à 1 et celle d'une jonction égale à $k < 1$ (obstacle plus faible). Stringfellow propose d'autres coefficients selon les types d'obstacles considérés [Stringfellow *et al.* 92]. La matrice d'interaction A a été réutilisée car elle permet de prendre en compte les résistances relatives des différentes jonctions créées. Contrairement à d'autres auteurs [Feaugas 99][Estrin *et al.* 98][Nes & Marthinsen 02], la formation de cellules n'a pas été prise en compte car le glissement est essentiellement planaire dans les alliages de l'étude et aucune différence de densités n'a été considérée explicitement entre le centre des grains et près des joints de grains. Au travers de cette relation, l'augmentation de la densité de dislocations d'un système sera principalement contrôlée par la taille de grain, le blocage des dislocations par les obstacles de la forêt n'intervenant que dans une moindre mesure.

Les différentes relations exposées permettent d'évaluer la vitesse de déformation d'un grain du polycristal connaissant la contrainte appliquée, en fonction de l'état de contrainte interne donné par les densités de dislocations stockées sur l'ensemble des systèmes de glissement. La partie suivante traite des lois de transition d'échelles permettant de faire le lien entre les propriétés mécaniques individuelles de chaque grain et celles du polycristal.

V.1.2. Transition d'échelles

La contrainte d'écoulement uniaxiale du polycristal est un scalaire noté Σ et la vitesse de déformation uniaxiale imposée au polycristal est notée $\dot{E}$. Le modèle de plasticité intragranulaire permet de déterminer la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}^g$ du grain considéré en fonction de la contrainte σ^g appliquée à ce grain, quel que soit l'état de déformation par l'intermédiaire des variables internes. Le polycristal est considéré comme un agrégat de grains se déformant suivant ce modèle. Une loi de transition d'échelles est nécessaire pour relier ces grandeurs microscopiques aux mêmes grandeurs macroscopique mesurables, Σ et $\dot{E}$. Le lemme de Hill impose que ces grandeurs macroscopiques soient les moyennes respectives des grandeurs microscopiques sur l'ensemble des grains g :

$$\dot{E} = \left\langle \dot{\epsilon}^g \right\rangle_g \tag{V.14}$$

$$\Sigma = \left\langle \sigma^g \right\rangle_g \tag{V.15}$$

Ces deux relations supposent que le volume des grains est identique[4]. Elles ne permettent pas de déterminer à elles seules les états microscopiques [Bouaziz & Buessler 02] mais doivent être vérifiées à chaque pas de temps. Ces relations sont nécessairement complétées par un modèle d'interactions entre les grains.

Dans un premier temps, nous avons utilisé les approximations les plus simples pour réaliser cette étape de localisation. Ces modèles de Taylor et de Sachs respectivement dans le domaine plastique correspondent à ceux de Voigt et Reuss en élasticité.

Le modèle de Taylor suppose que la déformation est homogène dans tout le matériau, et par conséquent dans tous les grains. Cette approximation permet de vérifier immédiatement l'équation (V.14) et s'écrit :

$$\forall g \quad \dot{\epsilon}^g = \dot{E} \tag{V.16}$$

L'approximation de Sachs suppose au contraire que c'est l'état de contrainte qui est uniforme et s'écrit :

$$\forall g \quad \sigma^g = \Sigma \tag{V.17}$$

Ces deux modèles constituent respectivement une borne supérieure et inférieure de la solution réelle. L'approximation de Taylor conduit à une surestimation des contraintes et celle de Sachs à une surestimation de la déformation, et par conséquent une sous-estimation de la contrainte d'écoulement.

Dans un second temps, une autre hypothèse a été envisagée, conduisant à un résultat intermédiaire. Ce modèle a été initialement proposé par Bouaziz et Buessler [Bouaziz & Buessler 02] comme loi de mélange dans un alliage biphasé. Il suppose qu'à chaque pas de temps, l'incrément de travail est égal dans chaque grain et s'écrit :

$$\forall g_1, g_2 \quad \sigma^{g_1} d\epsilon^{g_1} = \sigma^{g_2} d\epsilon^{g_2} \text{ pendant } dt \tag{V.18}$$

[4] Les moyennes de grandeurs sur l'ensemble des grains feront la même approximation dans la suite.

Cette relation impose qu'un grain ayant une contrainte d'écoulement élevée se déformera moins pendant le pas de temps considéré qu'un grain ayant une contrainte plus faible. Cette hypothèse est connue sous le nom d'IsoW, pour « Iso-Work ».

V.1.3. Méthodes de résolution

Les équations différentielles du modèle de plasticité intragranulaire peuvent être discrétisées en fonction du temps et résolues de manière explicites, c'est-à-dire connaissant l'état du système au pas de temps précédent. Elles permettent de déterminer le glissement engendré par chaque système et donc de calculer la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}^g$ du grain connaissant la contrainte σ^g et les densités de dislocations. Le problème est que ces équations ne peuvent être résolues analytiquement dans l'autre sens pour donner σ^g en fonction de $\dot{\epsilon}^g$ ou Σ en fonction de $\dot{E}$. La contrainte est donc déterminée numériquement par dichotomie chaque fois que nécessaire. La résolution du problème en utilisant les approximations de Taylor et de Sachs ne pose alors aucunes difficultés techniques.

La résolution avec l'hypothèse IsoW est plus complexe. La condition de travail égal dans chaque grain suppose que la valeur de ce travail soit connue, ce qui n'est pas le cas au début du calcul de chaque pas de temps. L'implémentation de cette méthode nécessite donc un calcul de convergence. La solution initiale est donnée par l'état de déformation du pas de temps précédent. Les incréments de déformations sont recalculés dans le grain g_I grâce à une relation vérifiant simultanément les équations (V.14) et (V.18) :

$$\forall g_I \quad d\epsilon^{g_I} = \frac{dE}{\left\langle \frac{1}{\sigma^g} \right\rangle_g \sigma^{g_I}} \tag{V.19}$$

Ce nouvel état de déformation permet de calculer un nouvel état de contrainte σ^{g_I} dans le grain g_I et de réactualiser la moyenne contenue dans l'équation (V.19) sur l'ensemble des grains. Ce calcul nécessite l'emploi de facteurs de relaxation qui évite des divergences et diminue le temps de traitement. Il s'arrête dès que l'hypothèse IsoW est vérifiée à 1 % près. La contrainte d'écoulement macroscopique est alors calculée grâce à l'équation (V.15) et le temps incrémenté.

L'ensemble du modèle a été implémenté sous le tableur Excel, en utilisant la programmation en Visual Basic. Le code développé se devait d'être simple à utiliser et portable d'un environnement à un autre dans une logique de diffusion. Le tableur permet aussi l'utilisation

de fonctions préprogrammées et le tracé automatique des résultats. Par contre, la vitesse d'exécution s'en trouve considérablement réduite.

V.1.4. Paramétrage

Ce modèle de plasticité intragranulaire par glissement couplé aux lois de transition d'échelles doit être paramétré de telle façon qu'il puisse prévoir les propriétés mécaniques de l'alliage 22Mn0,6C-GG à haute température et celles de l'alliage simulé à température ambiante sans maclage (cf. § IV.2.3.2., page 152). La sensibilité à la taille de grains introduite grâce à la contribution spécifique de type « Hall & Petch » (cf. équation (V.9)), peut être vérifiée sur la nuance à petits grains.

Dans un premier temps, les conditions de la simulation sont fixées : la température et la vitesse de déformation macroscopique, ainsi que le pas de temps de la simulation. Ces valeurs seront données pour chaque calcul présenté. La température est un paramètre clef dans la mesure où elle intervient dans la relation de viscoplasticité et influe sur certains paramètres intrinsèques du matériau (cf. § I.3.3.1., page 47). L'ensemble des paramètres métallurgiques de la nuance 22Mn0,6C utilisés pour la simulation sont donnés dans le tableau IV.2. Les tailles de grains utilisées pour les nuances GG et PG sont celles mesurées par la méthode des interceptes au § II.4.2., page 69.

Nuances	22Mn0,6C-GG	22Mn0,6C-PG
Module de cisaillement	μ(298 K) = 62 GPa μ(673 K) = 62 GPa	
Vecteurs de Burgers	b_{110} = 0,256 nm b_{112} = 0,147 nm	
Taille de grain	D = 15,6 µm	D = 2,3 µm

Tableau V.2 : Paramètres métallurgiques intrinsèques des nuances de l'étude utilisées pour la simulation

Les paramètres qui interviennent dans la loi de viscoplasticité ou dans la loi d'évolution de densités de dislocations ne peuvent être mesurés directement. Ils doivent donc être ajustés sur les résultats expérimentaux. Dans un premier temps, il faut préciser la nature des mécanismes thermiquement activés supposés dans la loi de viscoplasticité. Cette information permettra de fixer les valeurs des volumes et des énergies d'activation. Les valeurs des paramètres restants seront soit tirés de la littérature soit ajustés pour reproduire les résultats expérimentaux.

V.1.4.1. Activation thermique du glissement

Dans le modèle de viscoplasticité, les dislocations mobiles se déplacent sous l'effet de la cission résolue dans un champ de contrainte interne athermique et franchissent les obstacles locaux grâce aux vibrations d'origine thermique. L'objectif de cette partie est de préciser la nature de ces obstacles.

Les limites d'élasticité des nuances de l'étude varient rapidement avec la température au-dessous de 250 K environ et un palier quasiment athermique est atteint au-dessus de cette température (cf. § III.1.2.2., page 78). Nous avons comparé ce comportement avec différentes nuances décrites dans la littérature dont la limite d'élasticité est donnée à 0,2 % de déformation. Les essais retenus pour cette comparaison ont été réalisés à des vitesses de déformation proches de 10^{-3} s^{-1} comme pour nos nuances. Ces résultats sont reproduits sur la figure V.1. Les différentes couleurs correspondent à des teneurs en carbone différentes. Pour pouvoir comparer les résultats sur des nuances si différentes en termes de composition et de taille de grains, la limite d'élasticité à 298 K a été retranchée pour chaque nuance. Cette opération permet de retrancher les contributions athermiques et donc d'obtenir une limite d'élasticité normalisée. Compte tenu de l'activation retardée du maclage ou des transformations martensitiques, nous pouvons supposer que les limites d'élasticité normalisées dépendent uniquement du glissement des dislocations. Les résultats choisis ne montrent pas d'anomalies dues à des transformations martensitiques thermoélastiques intervenant avant la limite d'élasticité telles que reportées dans certains cas par Rémy [Rémy 75l].

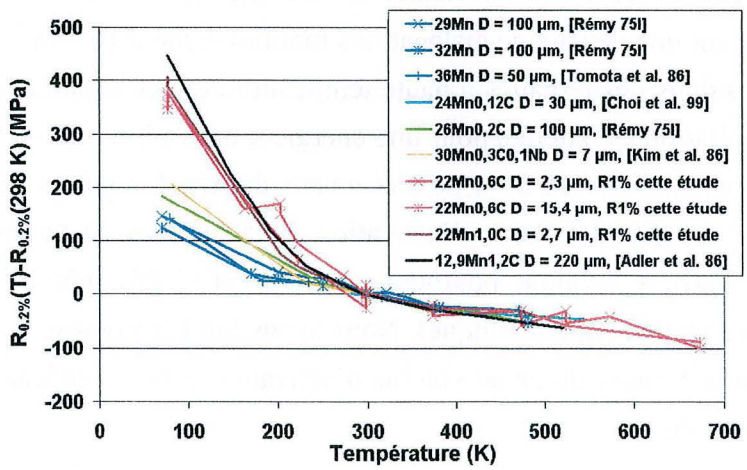


Figure V.1 : Évolution des limites d'élasticité normalisées d'alliages Fe-Mn-C d'après [Rémy 75l][Tomota et al. 86][Choi et al. 99][Kim et al. 86][Adler et al. 86] et les résultats de cette étude. Les nuances sont classées dans l'ordre croissant de leur teneur massique en carbone. Les vitesses de déformation sont proches de 10^{-3} s^{-1}. Les limites d'élasticité issues de la littérature sont données à 0,2 % de déformation.

Ces différentes nuances présentent des variations de limite d'élasticité normalisée similaires malgré leur diversité (des aciers Hadfield aux alliages binaires). Au-dessus de 250 K environ, elles décroissent linéairement avec la même pente. En revanche, au-dessous de cette température, la décroissance linéaire est d'autant plus forte que la teneur en carbone est élevée. Les alliages binaires ne présentent pas de rupture de pente significative à 250 K contrairement aux ternaires. La présence d'anomalies de module élastique ne semble pas intervenir de façon significative sur ces évolutions.

Ce résultat montre que deux types d'obstacles franchissables par activation thermique sont présents dans les alliages ternaires et un seul dans les alliages binaires. La forte variation de la limite d'élasticité des alliages ternaires aux basses températures est donc due à la présence de carbone (obstacles de type I) mais le palier « quasiment » athermique s'explique par un mécanisme commun avec les nuances binaires (obstacles de type II).

Pour déterminer la nature de ces obstacles de type II, nous proposons d'utiliser la relation de viscoplasticité (cf. équation (V.6)). La contribution d'origine thermique à la limite d'élasticité $R_{0,2\%}^{thermique}$ peut s'écrire approximativement dans le domaine des hautes températures :

$$R_{0,2\%}^{thermique} = \frac{1}{M} argsh\left[\frac{\dot{E}}{2M\rho_m b_{110}^2 \nu_D} exp\left(\frac{\Delta G_0}{k_B T}\right)\right]\frac{k_B T}{V^a} \qquad (V.20)$$

avec M la valeur moyenne sur toutes les orientations possibles du facteur de Schmid maximum (pris égal à 0,45) et $\dot{E}$ la vitesse de déformation imposée au polycristal (10^{-3} s^{-1} environ). En prenant une densité de dislocations mobiles égale à 10^{10} m^{-2}, cette fonction a été ajustée sur les résultats des ternaires à haute température et des binaires sur tout le domaine. La meilleure corrélation est atteinte pour une énergie d'activation ΔG_0 = 1,6 10^{-19} J (1 eV) et un volume d'activation V^a = 98 b_{110}^3. Le mécanisme de franchissement des obstacles de type II nécessite donc un grand volume d'activation et la barrière de potentiel est élevée. La hauteur de cette barrière explique pourquoi son effet est visible même à haute température (absence de palier réellement athermique). Nous avons fait l'hypothèse que ce mécanisme est le traînage de crans, à cause du grand volume d'activation et car ce mécanisme ne dépend pas de la teneur en carbone.

Le même type de raisonnement a été appliqué aux alliages ternaires à basse température, quand les deux types d'obstacles (crans et carbone) gênent le glissement des dislocations. La contribution due aux crans a été simplement soustraite (sous l'hypothèse de l'additivité des contraintes). Les résultats obtenus sont synthétisés dans le tableau V.3. Les volumes et les énergies d'activation dans chacun des cas ont été ajustés dans l'équation précédente pour obtenir les mêmes variations de limites élastiques que les résultats expérimentaux. Les

compositions d'alliages données par les auteurs respectifs ont permis de calculer la teneur atomique en carbone de l'alliage et d'en déduire le volume moyen occupé par un atome de carbone dans le réseau CFC.

Nuances [Références]	Énergie d'activation ΔG_0 (eV)	Volume d'activation V^a (b_{110}^3)	Teneur atomique en carbone x_C	Volume moyen occupé par un atome de carbone $V_{atome\,C}$ (b_{110}^3)
26Mn0.2C [Rémy 75]	0,52	45	0,92	76
30Mn0.3C0.1Nb [Kim et al. 86]	0,46	28	1,37	51
22Mn0.6C Cette étude	0,51	16	2,72	25
13Mn1.2C0.2Si [Adler et al. 86]	0,49	12	5,33	13

Tableau V.3 : Énergie et volume d'activation déterminés en ajustant le résultat de l'équation (V.20) sur les variations de limite d'élasticité d'alliages ternaires présentées sur la figure V.1. Le volume moyen occupé par un atome de carbone est calculé connaissant la teneur atomique.

Ce tableau montre que, quel que soit l'alliage, l'énergie d'activation est d'environ 0,5 eV, mais que le volume d'activation diminue avec la teneur atomique en carbone. Sur la figure V.2 sont représentés l'évolution du volume d'activation mesuré et le volume moyen occupé par un atome de carbone. Ces deux grandeurs sont proches deux à deux et la figure montre qu'il existe une relation linéaire entre ces deux grandeurs. Les obstacles de type I sont donc certainement les atomes de carbone.

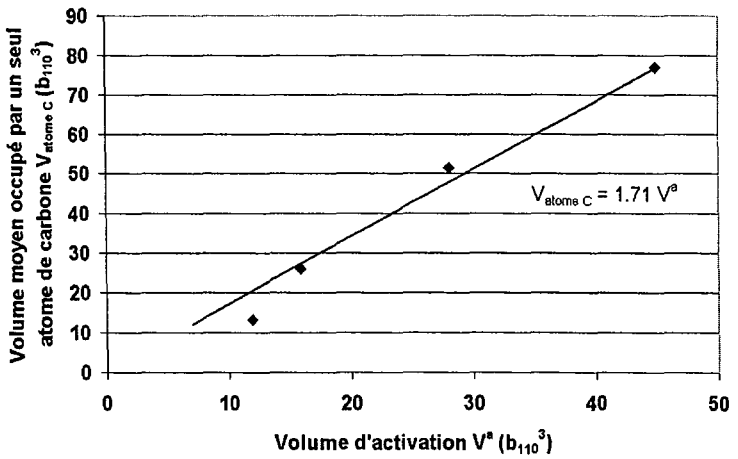


Figure V.2 : Corrélation entre le volume d'activation et le volume moyen occupé par un atome de carbone d'après les données du tableau V.3.

Nous avons donc interprété les variations de limites élastiques de différents alliages Fe-Mn-C en terme de mécanismes de glissement thermiquement activés. Une méthode approximative mais simple a été appliquée pour déterminer les volumes et les énergies d'activation respectives des obstacles au glissement des dislocations. Dans le cas des alliages de l'étude, les deux mécanismes sont l'épinglage des dislocations sur des atomes de carbone et le traînage des crans. Le domaine de température étudié dans le cadre de la modélisation des propriétés mécaniques et de l'effet TWIP se situe au-dessus de 250 K. L'énergie d'activation du mécanisme de franchissement est donc prise égale à 1 eV dans la relation viscoplastique et le volume d'activation initial proche de 100 b_{110}^3.

Ce mécanisme dépend de la formation de crans sur les lignes de dislocations lorsqu'elles croisent des dislocations sécantes. Donc plus la densité de dislocations de la forêt sera grande, plus les crans sur les lignes de dislocations seront nombreux. C'est pourquoi nous proposons de prendre dans la relation viscoplastique un volume d'activation V_i^a décroissant avec la densité de la forêt vue par le système i :

$$V_i^a = \frac{\tau^{VA}}{\left(\tau_0 + \tau_i^{forêt}\right)} b_{110}^3 \qquad \text{(V.21)}$$

avec τ^{VA} un paramètre déterminé par rapport au volume d'activation initial. Chaque système aura donc un volume d'activation différent. Cette décroissance rapide avec la déformation a été observée par de nombreux auteurs dans des alliages CFC [Conrad 03] ou intermétalliques [Martin *et al.* 02]. Les volumes et énergies d'activation ont été calculés avec une valeur de ρ_m égale à 10^{10} m^{-2}, valeur qui sera retenue pour le reste de l'étude. Le choix de cette densité de dislocations n'influe pas de façon significative sur les valeurs obtenues.

V.1.4.2. Ajustement par rapport aux courbes de traction

Les paramètres restant à évaluer sont :

- α, le paramètre de résistance athermique de la forêt, qui est classiquement compris entre 0,3 et 0,4.
- k, la résistance de la forêt relativement aux joints de grains,
- f, le paramètre de restauration dynamique,
- β, le paramètre modélisant l'effet « Hall & Petch ».

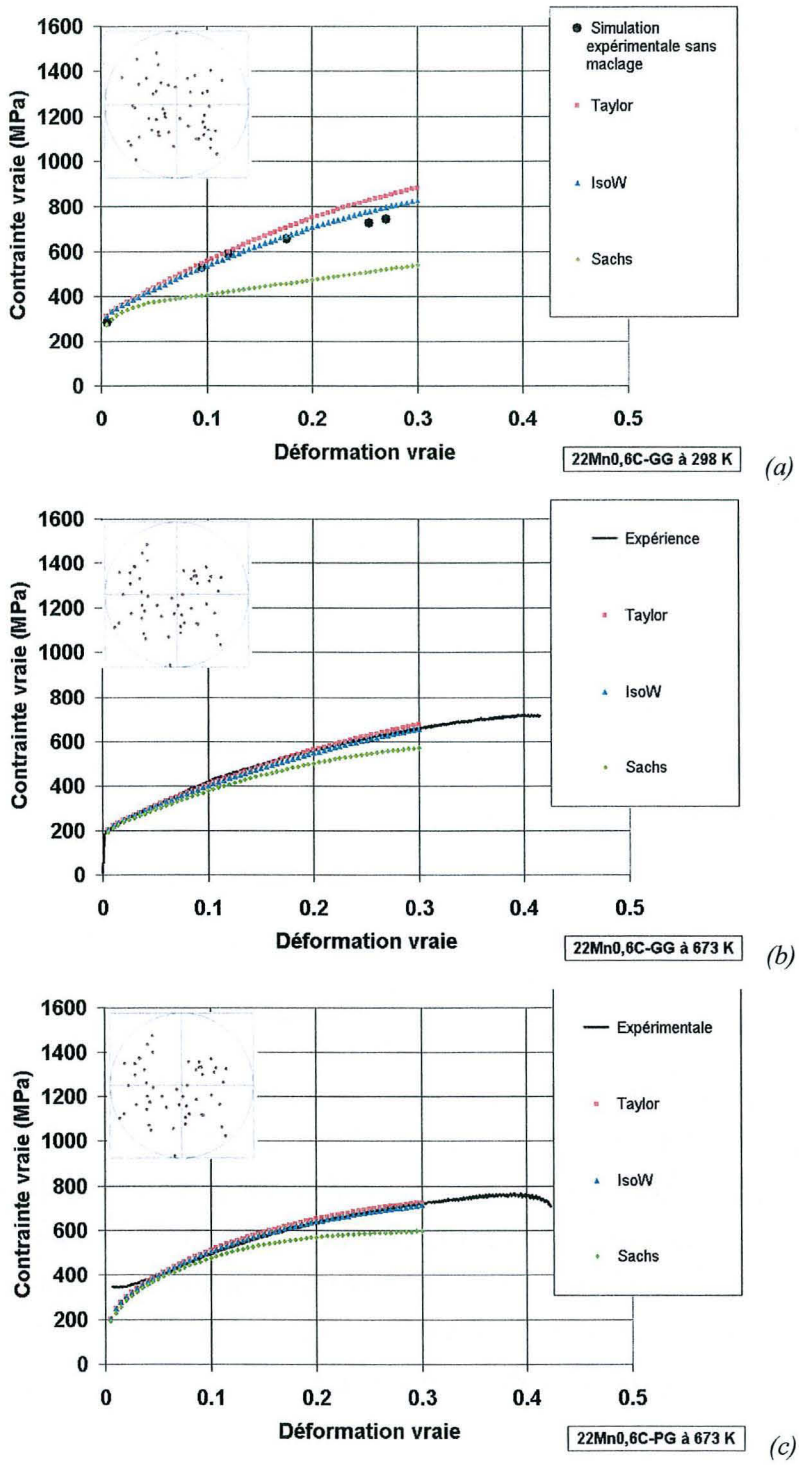
Ces derniers paramètres ont été ajustés de telle façon que le modèle reproduise les caractéristiques mécaniques de l'alliage 22Mn0,6C sans maclage. Les courbes expérimentales utilisées sont celles des nuances à gros et petits grains à 673 K et celle de l'alliage à gros

grains simulée à température ambiante (cf. § IV.2.3.2., page 152). Les paramètres permettant d'obtenir le meilleur accord sont résumés dans le tableau V.4.

Nuances	22Mn0,6C-GG	22Mn0,6C-GG	22Mn0,6C-PG
Température	298 K	673 K	673 K
Densité initiale totale de dislocations stockées	$\rho_0 = 10^{10}$ m^{-2}		
Énergie d'activation	$\Delta G_0 = 1{,}6\ 10^{-19}$ J (1 eV)		
Volume d'activation initiale	$\tau^{VA} = 9$ GPa $V^{a} = 111\ b_{110}^3$		
Effets de solution solide	$\tau_0 = 80$ MPa		
Résistance de la forêt	$\alpha = 0{,}4$		
Effet « Hall & Petch »	$\beta = 0{,}7$		
Efficacité relative de la forêt	$k = 0{,}13$	$k = 0{,}1$	$k = 0{,}1$
Mécanismes de restauration dynamique	$f = 8$	$f = 8$	$f = 10$

Tableau V.4 : Paramètres utilisés pour la simulation des nuances 22Mn0,6C-GG à 298 K et 673 K et 22Mn0,6C-PG à 673 K.

La figure V.3 présente la comparaison entre les résultats de la simulation et les données expérimentales dans les trois cas. Les trois lois de transition d'échelles ont été testées et représentées pour chacun d'entre eux. 50 grains ont été utilisés dont les orientations cristallographiques sont représentées sur une figure de pôle donnée en insert. Ces orientations ont été choisies aléatoirement afin de simuler le matériau non texturé. La vitesse de déformation du polycristal a été imposée à 7 10^{-4} s^{-1}, et le pas de temps est de 7,14 s correspondant à des incréments de déformation de 5 10^{-3}.



Figures V.3 : Courbes de traction expérimentales et simulées selon les trois hypothèses de transition d'échelles (a) de la nuance 22Mn0,6C-GG simulée sans maclage, (b) de la nuance 22Mn0,6C-GG à 673 K et (c) de la nuance 22Mn0,6C-PG à 673 K. Les figures de pôles dans le repère cristallographique des 50 directions de traction utilisées pour la simulation sont données en insert.

V.1.4.3. Discussion

Pour les trois cas présentés sur la figure V.3, le volume d'activation du glissement est de 111 b_{110}^3, valeur retenue pour permettre le meilleur accord entre simulation et expérience. Les autres paramètres associés à la loi de viscoplasticité sont ceux énoncés au paragraphe précédent. Pour permettre un bon ajustement des courbes, le paramètre k est pris égal entre les deux tailles de grains mais est plus élevé à température ambiante. Cette différence peut s'expliquer par l'augmentation de la distance de dissociation en raison d'une plus faible EDE qui rend les obstacles de la forêt plus difficiles à franchir. Le paramètre f par contre a été pris égal aux deux températures mais plus élevé pour la petite taille de grain à 673 K. Cette augmentation peut s'expliquer par l'annihilation des dislocations stockées aux joints de grains, plus intense avec l'augmentation de la densité volumique de joints [Verdier *et al.* 99]. Enfin, le paramètre β est choisi identique dans les trois situations précédentes car le champ de contrainte modélisé par son intermédiaire reste strictement de même nature quelle que soit la température. Il ne varie pas bien entendu avec la taille de grain.

Ce résultat montre l'excellent accord que l'on peut obtenir entre le modèle et les courbes de traction. Concernant la nuance à petits grains à 673 K, la différence significative entre les courbes simulées et la courbe expérimentale, en début de déformation, s'explique par l'absence de lois d'évolution de la densité de dislocations mobiles dans le modèle. Seul le régime permanent est modélisé. Cet effet est significativement moins marqué pour la nuance à gros grains.

Les courbes obtenues grâce à l'approximation IsoW sont toujours comprises entre celles simulées selon les deux autres approches, Taylor et Sachs, qui encadrent le comportement attendu. Les résultats selon l'approche IsoW et celle de Taylor donnent des résultats proches d'un point de vue macroscopique mais les chemins de déformations suivis par les différents grains sont différents. La figure V.4 représente les chemins de déformation suivis par 10 des 50 grains selon les trois lois de transition d'échelles dans le cas de la nuance 22Mn0,6C-GG à 673 K. Les symboles sur les courbes indiquent la position en contrainte et déformation des 50 grains à 5 %, 15 % et 30 % de déformation du polycristal respectivement. À ces différents niveaux :

- selon l'approche de Taylor, les grains ont tous subi la même déformation
- selon celle de Sachs, ils ont la même contrainte d'écoulement,
- selon l'approximation IsoW, leurs états sont disposés de façon à suivre une loi de mélange qui évolue au cours du temps [Bouaziz & Buessler 02].

Cette troisième démarche permet donc une description plus réaliste du point de vue des contraintes d'écoulement au niveau des grains.

La plus forte contrainte d'écoulement est obtenue pour une direction de traction proche de <111>, et la plus faible pour une direction de traction proche de <123>. Ce résultat est généralement observé expérimentalement dans les mono et polycristaux.

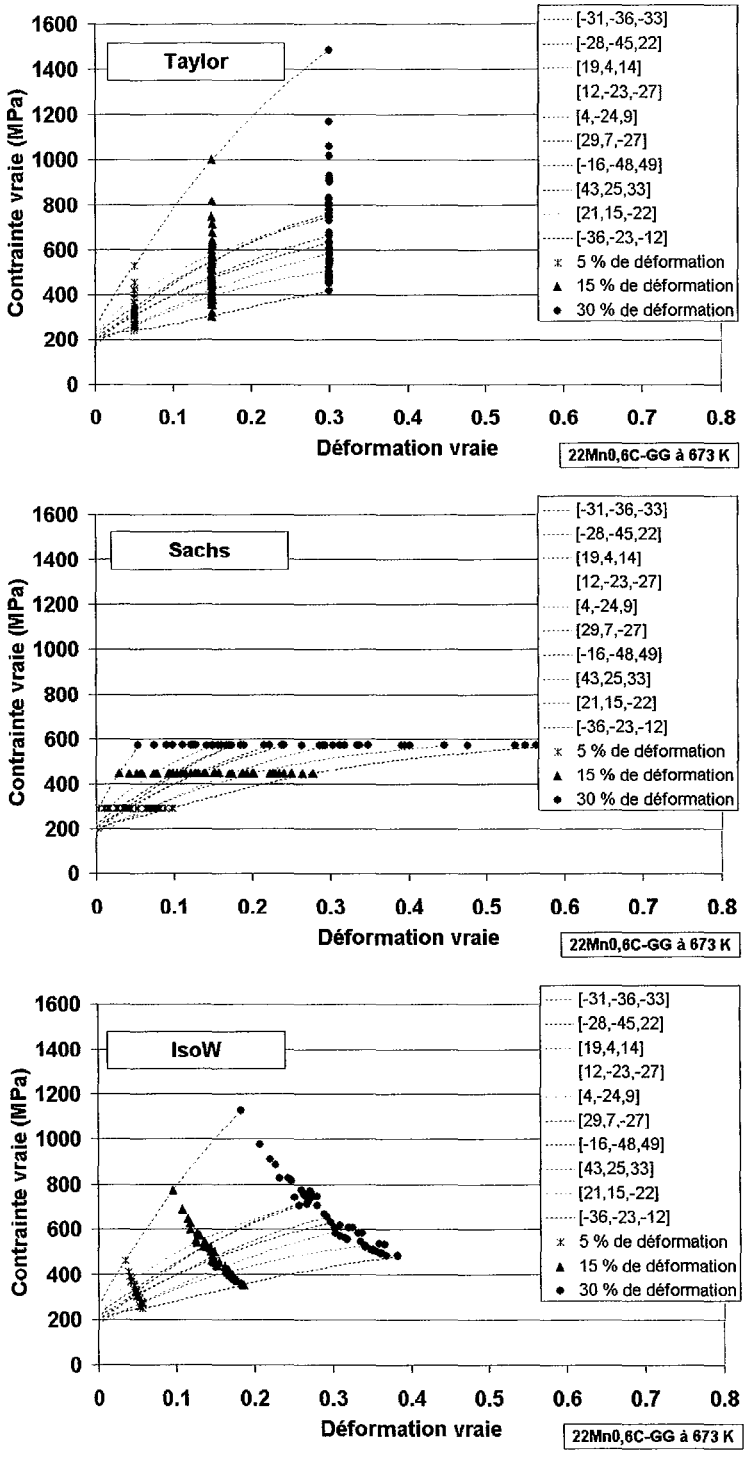


Figure V.4 : Chemins de déformation suivis par 10 grains parmi 50 simulés selon (a) l'hypothèse de Taylor, (b) celle de Sachs et (c) IsoW. Les symboles indiquent la position en contrainte et déformation des 50 grains à 5 %, 15 % et 30 % de déformation du polycristal.

En prenant les valeurs k = 0,1 pour la petite taille de grains et f = 10 à 298 K, nous pouvons essayer de prévoir le comportement de la nuance 22Mn0,6C-PG à température ambiante, sans maclage. Comme discuté au chapitre IV sur la nuance à gros grains, l'activation du premier système de maclage n'a que peu d'influence sur la limite d'écoulement. La courbe obtenue doit donc être proche de la courbe de traction à 298 K au début de la déformation. Les résultats sont présentés sur la figure V.5 dans les mêmes conditions de simulation que les figures précédentes. Comme attendu, le modèle ne reproduit pas le régime transitoire de multiplication des dislocations durant les premiers stades de la déformation. Les courbes sont toutefois proches dès 3 % de déformation. Bien que la simulation donne des résultats légèrement inférieurs de 30 MPa par rapport à l'expérience, l'accord relatif est bon sur cinq pourcents, jusqu'à ce que le second système de maclage soit activé. Le modèle sans maclage s'éloigne alors de la courbe de traction expérimentale. L'activation d'un second système de maclage semble donc se produire vers 10 % de déformation dans la nuance à petits grains.

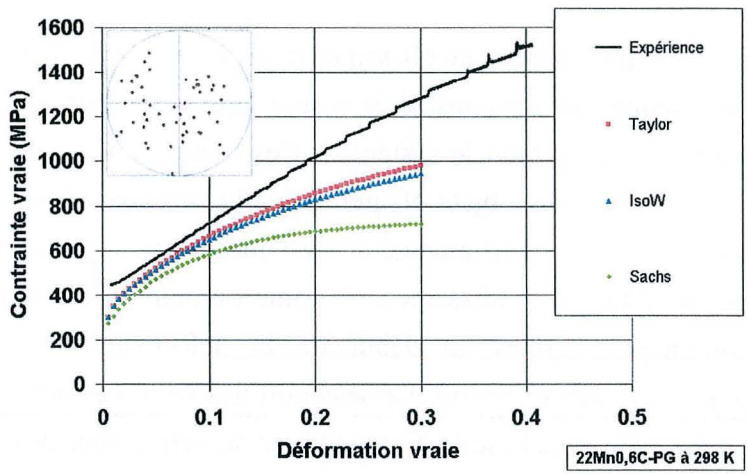


Figure V.5 : Simulation de la courbe de traction de la nuance 22Mn0,6C-PG à 298 K sans effet TWIP. Les paramètres utilisés ont été choisis conformément aux résultats obtenus durant l'étude paramétrique précédente.

En conclusion, le modèle de plasticité intragranulaire couplé à des lois de transition d'échelles simples permet de reproduire de façon satisfaisante le comportement plastique par glissement des dislocations. Il permet de prévoir le comportement de la nuance 22Mn0,6C-PG sans maclage à température ambiante jusqu'à 10 % de déformation où l'effet TWIP commence à augmenter la contrainte d'écoulement.

V.2. Intégration de l'effet TWIP

Cette partie est consacrée à l'intégration de l'effet TWIP dans le modèle de plasticité, et plus particulièrement dans le modèle intragranulaire. Les lois de transition d'échelles et les méthodes de résolution restent inchangées.

Les contributions du maclage à la déformation et à la réduction du libre parcours moyen des dislocations seront tout d'abord modélisées dans le cadre du formalisme exposé précédemment. L'originalité de cette étude est de proposer certains outils pour gérer les intersections entre systèmes de maclage et systèmes de glissement. L'évolution de la fraction de phase maclée est ensuite modélisée sur la base des observations expérimentales et à partir de la notion de contrainte critique de maclage. Les paramètres du modèle sont ajustés pour pouvoir décrire au mieux l'évolution couplée des propriétés mécaniques et de la microstructure de maclage. Les résultats du modèle sont enfin présentés et discutés.

V.2.1. Contributions du maclage

V.2.1.1. Fractions de phase maclée

Tout comme dans le cas de systèmes de glissements, les 24 systèmes de maclage {111}<112> extrinsèques et intrinsèques ont été considérés et sont représentés par leurs fractions partielles de phase maclée respectives, f_j pour le système j. Ces fractions sont considérées comme des variables internes du grain. Les objets élémentaires du maclage sont les micromacles. Le facteur de Schmid mt_j (t pour twin) associé au système de maclage j est défini de la même manière que pour les systèmes de glissement. Comme l'a montré le chapitre IV, les fractions sont toutes identiquement nulles au début de la déformation et deux d'entre elles augmenteront dans le cas de la traction. La sélection des systèmes activés est réalisée selon une loi de Schmid discutée dans la suite. Ces fractions doivent respecter la loi de conservation suivante :

$$F^g = \sum_{i=1}^{24} f_i \leq 1 \tag{V.22}$$

avec F^g la fraction totale de phase maclée du grain g considéré. La fraction totale de phase maclée du polycristal, notée F, est la moyenne de F^g sur l'ensemble des grains :

$$F = \left\langle F^g \right\rangle_g \tag{V.23}$$

V.2.1.2. Contribution du maclage à la déformation

Les micromacles participent à la déformation mais cette contribution est faible vis-à-vis de la déformation totale. Compte tenu de la finesse des macles, nous avons supposé qu'une fois formée, la phase maclée ne contribue plus à la déformation par glissement (cf. IV.2.3.1, page

151) et que seule la matrice qui représente une fraction de phase égale à $(1-F^g)$ dans un grain g donné se déforme par glissement. Cette fraction non maclée contrôle donc la contrainte d'écoulement du grain. 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.* 00b] mais indispensable dans le cas de macles épaisses [Lebensohn & Tomé 93b][Tomé 04].

La contribution des différents systèmes de maclage est alors ajouté à la déformation de la matrice dans le grain g considéré :

$$\dot{\epsilon}_g = \left(1-F^g\right) ms_i \dot{\gamma}_i + \gamma_0 mt_j \dot{f}_j \tag{V.24}$$

avec γ_0 le glissement dû aux macles. Ce glissement est pris égal à b_{112}/d_{111} quelque soit leur nature extrinsèque ou intrinsèque.

V.2.1.3. Réduction du libre parcours moyen des dislocations par les macles

Le libre parcours moyen des dislocations intervient uniquement dans la loi gouvernant l'évolution des densités de dislocations stockées (cf. équation (V.13)). Dans la mesure où les macles sont des obstacles forts de la microstructure au même titre que les joints de grain, une contribution supplémentaire est ajoutée dans le calcul du libre parcours moyen du système de glissement i :

$$\frac{1}{\Lambda_i} = \frac{1}{D} + \frac{1}{d_i} + k\sqrt{A_{ij}\rho_j} \tag{V.25}$$

avec d_i l'espacement entre les micromacles sécantes au système de glissement i. Les observations microstructurales ont montré que les micromacles sont regroupées en faisceaux et ne sont donc pas espacées régulièrement dans les grains. Le calcul de cette grandeur doit donc tenir compte de cette répartition caractéristique.

La détermination des distances d_i est purement géométrique et fait appel à la relation stéréologique de Fullman. Dans le cadre de cette étude, une formulation dérivée a été proposée [Allain *et al.* 04c][Allain *et al.* 02a]. Elle permet de faire la distinction entre les différents systèmes de maclage et d'intégrer un paramètre relatif à la dispersion des macles à l'intérieur d'un grain. Pour le système de maclage j, la distance moyenne l_j entre deux faisceaux de macles est donnée par :

$$\frac{1}{l_j} = \frac{f_j}{2r_j e_j \left(1 - F^g\right)} \tag{V.26}$$

avec r_j le nombre moyen de micromacles par faisceaux du système et e_j l'épaisseur de ces micromacles. Ces différentes grandeurs sont représentées schématiquement sur la figure V.6. La zone représente un grain vu en coupe. r_j a été pris égal entre les différents systèmes et constant au cours de la déformation. Dans la suite, ce paramètre sera noté simplement r.

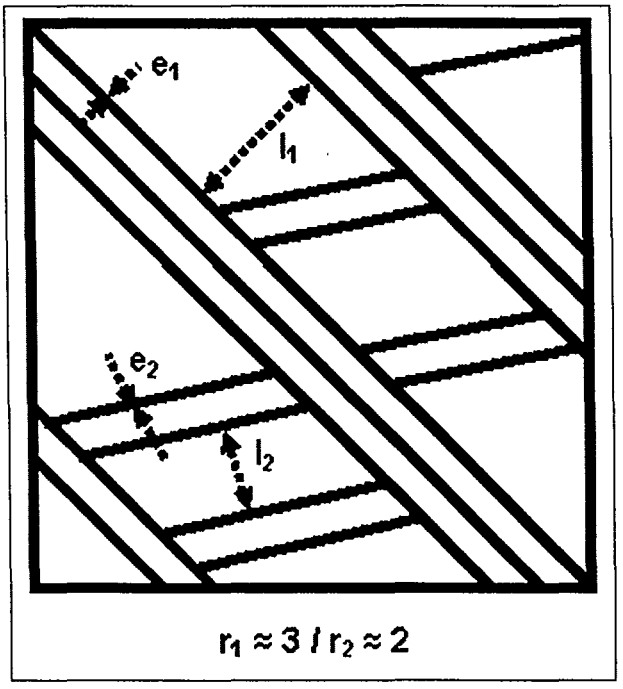


Figure V.6 : Représentation schématique en deux dimensions de la microstructure de maclage simulée. Les grandeurs caractéristiques associées à deux systèmes sont reportées.

Dans le calcul de la distance d_i, les macles coplanaires au système i ne doivent pas être prises en compte. La distance d_i est donc la moyenne harmonique des distances entre faisceaux de micromacles des systèmes de maclage sécants au système de glissement i considéré :

$$\frac{1}{d_i} = B_{ij} \frac{1}{l_j} \tag{V.27}$$

avec B une matrice 24x24 d'intersection entre systèmes de glissement et de maclage, les distances l_j se rapportant aux macles du système j. Cette matrice est définie de la manière suivante :

- $B_{ij} = 0$ si les systèmes de glissement i et de maclage j sont coplanaires,
- $B_{ij} = 1$ si les systèmes i et j sont sécants.

La matrice B est donnée explicitement équation (V.28) sous sa forme transposée pour des raisons d'encombrement. Les colonnes se réfèrent alors aux systèmes de glissement et les lignes aux systèmes de maclage. Les systèmes de maclage sont définis par le vecteur de Burgers des dislocations partielles de Shockley et leur sens n'a pas été considéré (comme pour la matrice A).

$$[B]^T = \begin{array}{c|cccccccccccc} & A2 & A3 & A6 & B2 & B4 & B5 & C1 & C3 & C5 & D1 & D4 & D6 \\ \hline [\bar{1}\,\bar{2}\,1]_{(\bar{1}11)} & 0 & 0 & 0 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ [211]_{(\bar{1}11)} & 0 & 0 & 0 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ [\bar{1}\,1\bar{2}]_{(\bar{1}11)} & 0 & 0 & 0 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ [2\bar{1}\,\bar{1}]_{(11\bar{1})} & 1 & 1 & 1 & 0 & 0 & 0 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ [\bar{1}\,\bar{1}\,2]_{(11\bar{1})} & 1 & 1 & 1 & 0 & 0 & 0 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ [\bar{1}\,2\bar{1}]_{(11\bar{1})} & 1 & 1 & 1 & 0 & 0 & 0 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ [1\bar{2}\bar{1}]_{(\bar{1}\bar{1}1)} & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 0 & 0 & 0 & 1 & 1 & 1 \\ [\bar{2}\,1\bar{1}]_{(\bar{1}\bar{1}1)} & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 0 & 0 & 0 & 1 & 1 & 1 \\ [112]_{(\bar{1}\bar{1}1)} & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 0 & 0 & 0 & 1 & 1 & 1 \\ [121]_{(1\bar{1}1)} & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 0 & 0 & 0 \\ [\bar{2}\,\bar{1}\,1]_{(1\bar{1}1)} & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 0 & 0 & 0 \\ [1\bar{1}\,\bar{2}]_{(1\bar{1}1)} & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 0 & 0 & 0 \end{array} \qquad \text{(V.28)}$$

Cette formulation fait l'approximation que tous les plans s'interceptent à angle droit et pourrait être améliorée par l'introduction des angles d'attaque de ces intersections [Tomé 04].

Cette matrice permet de calculer l'évolution de la densité de dislocations stockées sur les différents types d'obstacles : les joints de grains, les joints de macles sécantes, et les dislocations de la forêt. Le libre parcours moyen des dislocations du système i est donné par les équations (V.25), (V.26) et (V.27) :

$$\frac{1}{\Lambda_i} = \frac{1}{D} + \frac{1}{2r\left(1-F^g\right)}\left(\frac{B_{im} f_m}{e_m}\right) + k\sqrt{A_{in}\rho_n} \qquad \text{(V.29)}$$

L'indice m se rapporte aux systèmes de maclage, l'indice n aux systèmes de glissements.

Les contributions du maclage à la déformation et à la réduction du libre parcours moyen des dislocations s'intègrent donc aisément dans le formalisme développé au § V.1.1.4, page 167. Cette introduction est facilitée par le développement d'un formalisme géométrique reposant sur le concept de matrice d'intersections entre systèmes comme pour la matrice de Franciosi.

V.2.2. Aspects géométriques du maclage

Comme nous l'avons remarqué au chapitre IV, les macles du système primaire peuvent s'étendre d'un bout à l'autre du grain, contrairement aux macles du système secondaire. L'objet de cette partie est d'étendre le formalisme du paragraphe précédent pour évaluer l'évolution des caractéristiques géométriques des macles au cours de la déformation en trois dimensions.

V.2.2.1. Définitions des surfaces et volumes associées aux macles

De la même manière que pour les systèmes de glissement, la distance moyenne d'_j entre les macles sécantes au système de maclage j peut s'écrire :

$$\frac{1}{d'_j} = B'_{jm} \frac{1}{l_m} \tag{V.30}$$

avec B' une matrice d'intersection 24x24 entre les systèmes de maclage, définie de la même façon que B.

La structure en « échelle » observée au § IV.2.2.2., page 147, montre que les macles du système primaire peuvent s'étendre d'un bout à l'autre du grain alors que les macles du système secondaire sont bloquées dans une direction par les macles du système primaire. La distance d'extension R_m dans cette direction pour le système secondaire m correspond donc à son libre parcours moyen :

$$\frac{1}{R_m} = \frac{1}{D} + \frac{1}{d'_m} \tag{V.31}$$

Si l'on considère que les macles ont une forme elliptique (« penny-shape »), alors la surface des macles S_m du système secondaire m est égale :

$$S_m = \frac{\pi}{4} D R_m \tag{V.32}$$

Cette relation reste bien valable pour les macles du système primaire en début de déformation avec $R_m = D$. L'équation (V.32) permet de déterminer la surface des macles créées à un instant donné connaissant la valeur des fractions de phase maclée sur les deux systèmes à tout instant. Le volume des macles du système j créées est donc égal à :

$$V_j = \frac{\pi}{4} D R_j e_j \tag{V.33}$$

avec R_j définie par les équations (V.30) et (V.31) pour les deux systèmes.

V.2.2.2. Variation de l'épaisseur des macles et saturation de la cinétique

La notion d'épaisseur de micromacles a déjà fait l'objet d'une discussion détaillée au § IV.1.1., page 120. Compte tenu de ces résultats, nous introduisons une épaisseur variant linéairement avec la distance d'extension du système considéré. La valeur du coefficient de proportionnalité est celle proposée au § IV.1.3.5., page 136, modulée par le nombre moyen de micromacles par faisceaux en considérant un espacement inter-macle faible (de l'ordre de l'épaisseur comme observé au MET). Pour le système j, cette loi de variation de l'épaisseur des micromacles s'écrit :

$$e_j = \frac{\bar{J}_{isolé}^{simul}}{r} \frac{\Gamma}{b_{112}} R_j \tag{V.34}$$

avec $\bar{J}_{isolé}^{simul}$ = 7,57 10^{-5} MPa^{-1} à température ambiante pour la composition simulée. Cette pente dépend de la température au travers les variations des constantes d'élasticité et de l'EDE et peut être simulé ou approché dans d'autres matériaux, comme discuté au chapitre IV.

L'épaisseur des micromacles diminue donc au cours de la déformation, et en particulier pour les systèmes secondaires. Les micromacles obtenues en fin de déformation peuvent devenir trop fines pour pouvoir encore être considérées comme des macles. Nous avons donc fait l'hypothèse qu'un système de maclage ne pourra plus être activé si l'épaisseur des macles est au-dessous d'une valeur critique. Cette valeur a été prise arbitrairement égale à 5 d_{111}. Cette condition revient à modéliser une extinction des sources par le champ de contrainte en retour des macles déjà créées qui provoque une saturation du système considéré.

V.2.3. Évolution de la fraction de phase maclée

Les incréments de fraction de phase maclée avec la déformation modifient le libre parcours moyen des dislocations par l'intermédiaire de l'équation (V.29) et sont utilisés directement pour calculer l'incrément de déformation dû au maclage. Comme le maclage est une transformation purement displacive [Fischer *et al.* 03], l'évolution de la fraction partielle de phase maclée du système j dans le grain g considéré est donnée par :

$$\frac{df_j}{\left(1-F^g\right)} = V_j dN_j \tag{V.35}$$

avec V_j et dN_j respectivement le volume et le nombre de micromacles créées pendant l'incrément de déformation. Le terme $(1-F^g)$ assure que cette création ait lieu dans la matrice non maclée et permet de garantir la condition définie par l'équation (V.22). Cette relation permet de réduire le problème à la détermination du taux de germination des micromacles (nombre de micromacles créées pendant l'incrément $d\varepsilon^g$ par unité de volume), le volume ayant été déterminé géométriquement au paragraphe précédent. Nous supposons que les micromacles, une fois créées, n'épaississent pas et qu'elles atteignent en peu de temps la taille finale tel que discuté § IV.1.2.3, page 128.

Cette modélisation de l'évolution de la fraction de phase maclée a été utilisés par de nombreux auteurs [Rémy 78][Bouaziz & Guelton 01][Karaman *et al.* 00b]. Toutefois, à notre connaissance, la détermination expérimentale du taux de germination des micromacles n'a fait l'objet d'aucune étude systématique. De plus, ces auteurs utilisent généralement comme objet élémentaire du maclage les faisceaux de micromacles. L'organisation en faisceaux est explicitement intégrée dans le paramètre r de dispersion des micromacles et dans la loi de variation de leur épaisseur.

V.2.3.1. Estimation phénoménologique du taux de germination

Nous supposons que les micromacles germent sur les interfaces de la microstructure : les joints de grains et de macles sécantes (cf. IV.1.2., page 123). Plus la densité d'interfaces est grande, plus le nombre de germes potentiellement activables est grand. À l'instar de Perlade *et al.* [Perlade *et al.* 03] dans le cas d'une transformation martensitique, le taux de germination modélisé dépend linéairement de la surface spécifique $S_j^{interfaces}$ vue par le système de maclage j. Cette surface spécifique s'exprime en unité de surface ramenée au volume du grain et dépend de la présence ou non de macles sécantes. Elle est approchée par la relation suivante :

$$S_j^{interfaces} = \frac{\left(D^2 \frac{D}{R_j}\right)}{\left(D^3\right)} = \frac{1}{R_j} \tag{V.36}$$

avec R_j le libre parcours moyen des macles défini précédemment. Cette équation est bien homogène et est valable au début de la déformation car le premier système de maclage dispose d'une interface égale à D^2, soit une surface spécifique égale à $1/D$. Le système de maclage secondaire peut par contre germer entre les macles du système primaire et le taux est

alors proportionnellement plus élevé comme observé expérimentalement dans les structures en « échelle » (cf. § IV.2.1.7., page 145).

Le taux de germination dépend aussi de la déformation plastique du grain [Rémy 77][Bouaziz & Guelton 01], les interactions entre systèmes de glissement créant des germes de macles. Les germes seront d'autant plus facilement activés que la cission appliquée est grande. Par conséquent nous avons aussi introduit une dépendance au facteur de Schmid du système j considéré. Nous proposons de prendre le taux de germination sous la forme la plus simple possible compte tenu des approximations déjà réalisées :

$$dN_j = Gmt_j S_j^{interfaces} d\epsilon^g \tag{V.37}$$

avec G un paramètre d'ajustement. $d\epsilon^g$ est introduit pour tenir compte de l'activité plastique dans la matrice. Cette forme est certainement susceptible d'être améliorée mais est utilisée dans le cadre de cette étude pour tester les autres hypothèses et la consistance du modèle.

Des macles seront créées à partir de ces germes si la contrainte locale est suffisante. Comme le montre l'annexe 1, les systèmes de maclage suivent au moins au premier ordre une loi de Schmid. L'activation des systèmes de maclage dépend donc de l'état de contrainte macroscopique et par conséquent suppose qu'il existe une contrainte critique de maclage, sensiblement égale pour tous les systèmes. Nous avons donc intégré ce concept à la modélisation de l'évolution des fractions de phase maclée, en supposant qu'un système de maclage ne peut être activé que si la cission résolue est plus grande qu'une cission critique.

V.2.3.2. Contrainte critique de maclage mésoscopique

Différents modèles de contrainte critique de maclage sont proposés dans la littérature (cf. § I.2.2.2, page 29). Certains auteurs proposent d'estimer la contrainte critique macroscopique en modélisant une compétition entre les systèmes de glissement et de maclage pour accommoder la déformation [Meyers *et al.* 01]. Les résultats obtenus par Meyers *et al.* ont une forme empirique contenant de nombreux paramètres d'ajustement. Cette formulation macroscopique est toutefois intéressante : elle montre d'une part que la contrainte critique introduit un retard à l'apparition du maclage en terme de déformation (« onset of twinning ») comme dans la cinétique proposée par Rémy (cf. équation I.47) et d'autre part que la contrainte critique macroscopique dans les polycristaux dépend de la taille de grain.

D'autres auteurs ont proposé des expressions déduites de calculs à l'échelle microscopique en considérant la configuration locale des dislocations formant le germe de macle. Les calculs sont réalisés en terme de cission résolue critique. Les modèles diffèrent par les configurations

et les réactions entre les dislocations du germe. En revanche, ils supposent dans la majorité des cas que le germe doit être activé par une concentration de contraintes produite par exemple par un empilement de dislocations. Comme nous l'avons montré au chapitre I sur la base des travaux de différents auteurs, la cission résolue critique intrinsèque du matériau considéré $\tau^{C\text{-}int}$ peut s'écrire :

$$\tau^{C-int} = \frac{\Gamma}{b_{112}} + \frac{\mu b_{112}}{R_C} \tag{V.38}$$

avec Γ l'EDE et R_C un rayon critique d'émission. En considérant une relation empirique sur les empilements de dislocations, Venables en déduit une expression dépendant de la longueur de ces empilements de dislocations parfaites, qui est de l'ordre de grandeur de la taille de grain. Cette dépendance explique la relation phénoménologique relevée par Meyers *et al.*

Pour relier cette cission critique intrinsèque qui ne considère qu'un germe isolé à la cission critique mésoscopique à l'échelle du grain, deux stratégies se dégagent de la littérature. Tranchant *et al.* [Tranchant *et al.* 93] et Venables [Venables 64] calculent le nombre moyen de dislocations dans l'empilement qui active le germe $N^{pile\text{-}up}$, et en déduisent la cission critique de maclage à l'échelle mésoscopique $\tau^{C\text{-}twin}$:

$$N^{pile-up}\tau^{C-twin} = \tau^{C-int} \tag{V.39}$$

La seconde stratégie adoptée par Karaman *et al.* consiste à établir un bilan des cissions locales subies par le germe. Ce bilan comporte des termes relatifs aux concentrations de contraintes dues aux empilements de dislocations et aux effets de la forêt. Cette dernière contribution permet de prendre en compte l'influence d'une prédéformation sur la cinétique de maclage [Christian & Mahajan 95d]. Ces auteurs ont aussi introduit le concept d'EDE effective, qui tient compte des différences de cission subie par la dislocation partielle de tête et de queue pour calculer la distance de dissociation. Ce concept permet de raffiner la méthode de sélection des systèmes de maclage mais n'a pas été retenu aux vues des résultats présentés en annexe 1. Ceux-ci montrent qu'une simple loi de Schmid peut prédire au premier ordre sur quel plan {111} les macles du système primaire apparaissent dans les polycristaux.

Les deux stratégies présentées sont adaptées à la description de la cission critique de maclage à l'échelle mésoscopique. Au cours de cette étude, une modèle simplifié inspiré de Karaman *et al.* a d'ailleurs été utilisé dans une version antérieure du modèle [Allain *et al.* 04c]. Pour des raisons de temps et de difficulté d'ajustement des paramètres de ces modèles, nous proposons ici de considérer que la cission critique de maclage est constante et égale pour tous les systèmes de maclage :

$$\tau^{C-twin} = \frac{\Gamma}{b_{112}} + \tau_0^{C-twin} \tag{V.40}$$

avec τ_0^{C-twin} un paramètre d'ajustement pour reproduire l'activation séquentielle. Toutefois cette hypothèse simplificatrice n'est pas suffisante pour garantir que seuls deux systèmes de maclage sécants sont activés au cours de la déformation. C'est pourquoi, nous avons aussi imposé que seuls les deux systèmes ayant les meilleurs facteurs de Schmid sur des plans différents d'un grain sont activables. Cette condition est satisfaisante du point de vue expérimental mais réduit le champ d'application du modèle et son aspect prédictif de la microstructure de maclage.

Le paramètre τ_0^{C-twin} tient compte des effets de la densité de dislocations sur le germe de macle. Ces densités de dislocations ont un rôle ambivalent pour le maclage : elles contribuent à la formation et à l'activation des germes par l'intermédiaire des empilements, mais les dislocations de le forêt peuvent empêcher des germes de se développer. Pour observer une activation séquentielle de deux systèmes de maclage, il est probable que ces deux contributions se compensent durant les premiers stades de la déformation et que leur modélisation par une constante soit valable au premier ordre.

En conclusion, d'après les équations (V.33), (V.35), (V.36), (V.37) et (V.40), l'évolution de la fraction de phase maclée est contrôlée par la relation :

$$\text{Si } mt_j \sigma^g = \tau_j > \tau^{C-twin} = \frac{\Gamma}{b_{112}} + \tau_0^{C-twin} \text{ alors } df_j = G\frac{\pi}{4} Dmt_j e_j d\epsilon^g \tag{V.41}$$

Cette relation contient deux paramètres d'ajustement G et τ_0^{C-twin} permettant de contrôler respectivement la cinétique de maclage et l'activation séquentielle des systèmes.

Cette relation ne peut être utilisée en l'état dans le modèle viscoplastique car elle suppose des relations implicites entre les différentes grandeurs et fait référence de manière récursive à la déformation du grain. De plus, ce type de loi à seuil est incompatible avec un formalisme de viscoplasticité continue et l'utilisation d'une dichotomie (cf. § V.1.3, page 171). C'est pourquoi les différents termes de cette équation ne sont pas évalués durant le pas de temps considéré, mais en fonction des différentes grandeurs du pas de temps précédent selon un schéma explicite. Cette loi d'évolution est ainsi calculée après l'étape de glissement, et les contributions du maclage sont ajoutées au pas de temps suivant.

V.2.4. Résultats

Dans cette partie, les résultats du modèle complet intégrant l'effet TWIP sont présentés et discutés. Pour des questions de temps, ce modèle a uniquement été appliqué à la nuance 22Mn0,6C-GG à 298 K.

V.2.4.1. Paramétrage

Les paramètres déterminés dans la partie précédente sont réutilisés sans modification pour décrire le comportement viscoplastique de l'austénite non maclée. Le nombre moyen de micromacles par faisceau r a été pris égal à 5, proche des observations expérimentales. Les faisceaux du système primaire dont la distance d'extension est égale à la taille de grain ont alors une épaisseur de 160 nm et les micromacles de 30 nm. L'EDE a été prise égale à 20 $mJ.m^{-2}$ conformément à la modélisation thermochimique du chapitre I.

Les deux paramètres restants, G et τ_0^{C-twin}, sont ajustés pour décrire à la fois le comportement mécanique et l'évolution de la microstructure en utilisant la loi de transition d'échelles de Taylor pour des raisons de temps de calcul. Des jeux de paramètres proches pourront être trouvés par la suite en utilisant l'approche IsoW. Les valeurs permettant d'obtenir le meilleur accord sont $G = 5\ 10^{12}\ m^{-2}$ et $\tau_0^{C-twin} = 55$ MPa à comparer avec $\Gamma / b_{112} \approx 130$ MPa.

V.2.4.2. Résultats

La figure V.7 présente les courbes de traction obtenues pour la nuance 22Mn0,6C-GG à 298 K selon les trois hypothèses de transition d'échelles en utilisant les paramètres énoncés. La vitesse de déformation imposée au polycristal est de $7\ 10^{-4}\ s^{-1}$ et les incréments de déformation sont de $5\ 10^{-3}$. 50 grains ont été utilisés pour la simulation et la figure de pole de direction de traction dans le repère cristallographique du grain est donnée en insert.

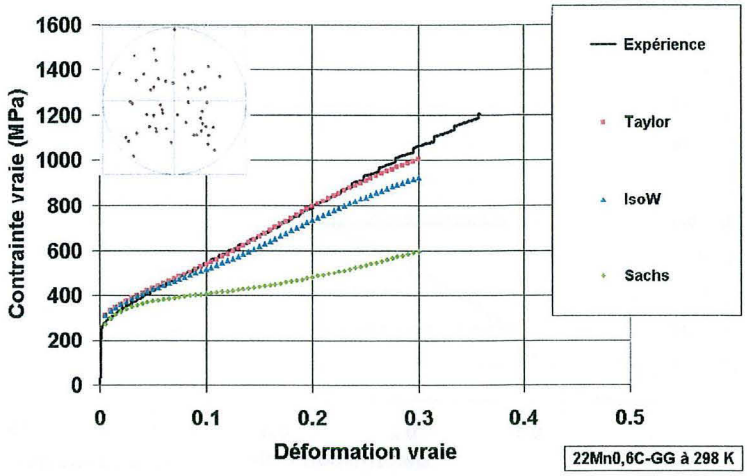


Figure V.7 : Courbes de traction expérimentales de la nuance 22Mn0,6C-GG à 298 K et simulées selon les trois modèle de transition d'échelles.

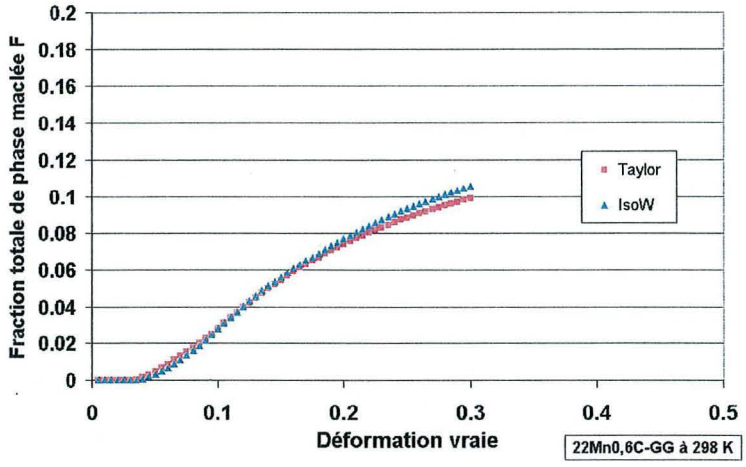
L'accord obtenu selon l'hypothèse de Taylor est bon sur tout le domaine de déformation. Comme prévu, la courbe simulée selon IsoW se situe juste en dessous et présente une inversion de courbure un peu trop marquée vers 15 % de déformation. Les résultats obtenus selon Sachs chutent au-dessous des résultats obtenus sans maclage car les grains se déformant le plus sont non maclés avec une faible contrainte d'écoulement et assurent la quasi-totalité de la déformation du polycristal. Cette hypothèse ne permet donc pas au polycristal simulé d'être sensible à l'effet TWIP et ne sera plus considérée dans la suite.

Pour rendre compte de l'évolution du libre parcours moyen L dans la microstructure du polycristal tel que mesuré au § IV.2.2.2., page 147, nous avons réalisé la moyenne suivante :

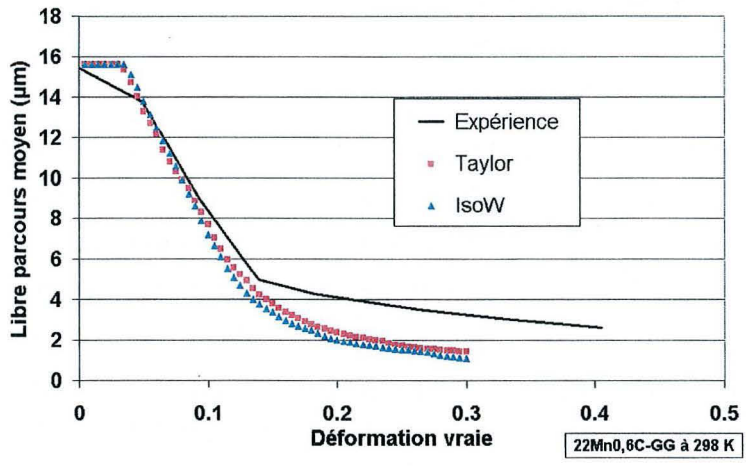
$$L = \left\langle \frac{1}{\frac{1}{D} + \sum_{j=1}^{24} \frac{1}{l_j}} \right\rangle_g \qquad \text{(V.42)}$$

Cette distance L est égale à la taille de grain en début de déformation et diminue avec l'activation des deux systèmes de maclage dans les différents grains.

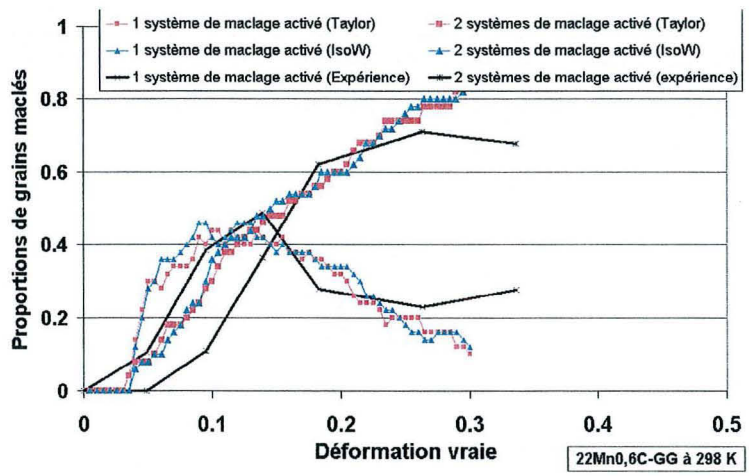
La figure V.8 représente l'évolution de la fraction totale de phase maclée F dans le polycristal telle que définie équation (V.23), l'évolution du libre parcours moyen dans la microstructure L d'après l'équation (V.42), et l'évolution de la fraction de grains maclés avec un ou deux systèmes de maclage activés. Ces deux dernières grandeurs ont pu être comparées directement aux résultats expérimentaux présentés au § IV.2.2.2., page 147 et § IV.2.1.4., page 142 respectivement.



(a)



(b)



(c)

Figure V.8 : Résultats expérimentaux et de simulation selon le modèle de Taylor et IsoW concernant l'évolution de la microstructure de maclage de la nuance 22Mn0,6C-GG à 298 K : (a) cinétique de maclage F, (b) évolution du libre parcours moyen L et (c) évolution de la fraction de grains maclés par un et deux systèmes de maclage respectivement.

La cinétique de maclage présente bien une allure sigmoïdale telle que prévue par les différents modèles de la littérature (cf. § IV.2.2.3., page 149). Les fractions de phase maclée nécessaires

à l'obtention des propriétés mécaniques et de « l'effet Hall & Petch » dynamique sont faibles (environ 10 %). L'évolution du libre parcours moyen simulé montre un très bon accord avec la mesure expérimentale en début de déformation mais les courbes divergent vers 15 %. Les ordres de grandeurs sont toutefois respectés. Le libre parcours moyen final, atteint dans les simulations, est de l'ordre de 1 µm. Cette divergence s'explique par la non prise en compte de macles trop fines pour être observées en microscopie optique. Le taux de germination et la contrainte critique de maclage ont été paramétrés pour obtenir un bon accord au niveau de l'activation séquentielle des systèmes de maclage. L'inversion de population a lieu vers 13 % de déformation comme observé expérimentalement et permet d'obtenir une modification significative du comportement mécanique à ce niveau de déformation.

L'influence de ce phénomène est particulièrement visible sur le taux d'écrouissage. La figure V.9 présente l'évolution du taux d'écrouissage du polycristal (équation (III.3), cf. § III.1.1., page 76) en fonction de la déformation vraie calculé pour la courbe expérimentale et les courbes simulées avec Taylor et IsoW avec l'effet TWIP (cf. figure V.7) et sans effet TWIP (cf. figure V.3(a)).

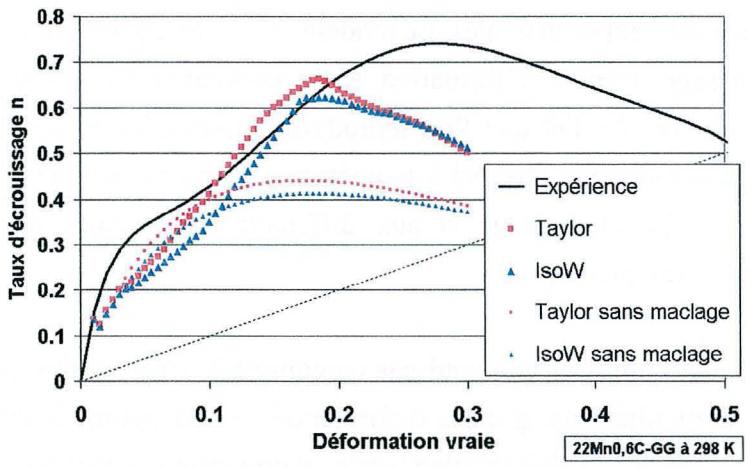


Figure V.9 : Taux d'écrouissage des courbes de traction expérimentale et simulées selon Taylor et IsoW de la nuance 22Mn0,6C-GG à 298 K. Les courbes sans maclage sont obtenues à partir des courbes de traction de la figure V.3(a).

Les allures obtenues sont cohérentes avec l'analyse faite au chapitre IV, décomposant la courbe en quatre stades. Le stade I de multiplication des dislocations n'est pas très bien décrit, le modèle ne permettant pas de traiter le cas du régime transitoire en début de déformation. Dès l'activation du premier système de maclage dans les grains, le taux d'écrouissage est moins fort qu'en l'absence de l'effet TWIP. On observe une moins forte croissance du taux d'écrouissage correspondant au stade II. Le premier système de maclage gêne peu les systèmes de glissement primaires mais empêche le développement des systèmes de glissement secondaires sécants et réduit l'écrouissage latent. Le stade III débute quand le

second système de maclage est activé dans la majorité des grains. Le libre parcours moyen de tous les systèmes de glissement décroît alors rapidement et le taux d'écrouissage augmente de manière significative. À ce moment, la pente de la cinétique de maclage est maximale. Enfin le début du stade IV correspond à la saturation des systèmes de maclage et à la diminution de la pente de la cinétique. Il se déclenche un peu tôt dans la simulation (environ 20 % de déformation) mais reproduit bien la décroissance du taux d'écrouissage au moment où le libre parcours moyen cesse de chuter rapidement.

V.2.4.3. Discussion

Les lois phénoménologiques utilisées pour décrire la cinétique de maclage permettent bien de trouver un jeu de paramètres reproduisant l'activation séquentielle et la décroissance du libre parcours moyen observées expérimentalement. La forme sigmoïdale est due à la diminution progressive du volume des micromacles comme dans le modèle de Rémy [Rémy 77] et à la saturation des différents systèmes de maclage. En couplant cette évolution de la microstructure de maclage avec le modèle de plasticité intragranulaire, nous simulons le comportement mécanique en traction simple de la nuance 22Mn0,6C-GG avec un très bon accord avec les courbes expérimentales. Le modèle reproduit également l'allure de l'évolution du taux d'écrouissage avec la déformation et en particulier l'existence des quatre stades discutés au chapitre IV. Le fait que l'on reproduise simultanément ces évolutions confirme que le bon taux d'écrouissage observé à température ambiante provient d'un effet « Hall & Petch dynamique » dû au maclage et aux différents mécanismes d'interactions avec le glissement au cours des quatre stades.

Cependant, ce modèle uniaxial ne prend pas en compte la rotation des grains au cours de la déformation, en particulier aux grandes déformations. C'est pourquoi toutes les simulations ont été arrêtées à 30 % de déformation vraie, déformation à laquelle la rotation devient réellement significative. Cette rotation ne peut toutefois à elle seule expliqué l'activation séquentielle des systèmes de maclage qui intervient plus tôt au cours de la déformation. Les incompatibilités de déformation aux joints de grains n'ont pas non plus été prises en compte directement. Elles peuvent induire l'activation de systèmes de maclage qui ne respectent pas la loi de Schmid dans des grains voisins (cf. annexe 1). Le paramétrage du modèle devra aussi être reconsidéré afin de reproduire les résultats expérimentaux avec le modèle IsoW, qui permet de simuler une différence de chargement entre les grains plus conforme à la réalité.

Conclusion

Nous avons développé une modélisation micromécanique originale de l'effet TWIP. Ce modèle valide nos hypothèses sur l'origine de l'évolution du taux d'écrouissage dans nos alliages à température ambiante. Le surcroît de contrainte d'écoulement observé en traction simple quand le maclage est activé est principalement dû à la réduction du libre parcours moyen des dislocations du ou des systèmes de glissement primaire par les faisceaux de micromacles du second système de maclage.

Le polycristal a été modélisé comme un agrégat de grains en interaction. Pour simplifier le problème, seul un chargement uniaxial a été considéré, ce qui a permis d'utiliser des lois de transition d'échelles simples (Taylor, Sachs et IsoW). Les différents systèmes de maclage et de glissement d'un grain donné ont été considérés afin d'en distinguer les interactions respectives.

Un modèle de viscoplasticité intragranulaire a été développé dans un premier temps, pour modéliser les propriétés de la matrice austénitique sans maclage. Les paramètres physiques de la loi de viscoplasticité utilisée ont été déterminés à partir des variations des limites d'élasticité de plusieurs alliages Fe-Mn-C avec la température. L'écrouissage dépend de l'augmentation de la densité de dislocations stockées sur les différents obstacles rencontrés par les dislocations mobiles : les joints de grains et les dislocations de la forêt. Ces densités participent à l'augmentation de la contrainte interne athermique. Une contribution due aux joints de grains est explicitement prise en compte par un terme modélisant la contrainte en retour due aux empilements. Les paramètres du modèle sont ajustés par rapport aux courbes de traction des nuances 22Mn0,6C à gros et à petits grains à 673 K et de la nuance à gros grains à 298 K sans maclage. Le modèle prédit de façon satisfaisante la contribution du glissement à l'écrouissage dans la nuance à petits grains à 298 K.

Les contributions spécifiques du maclage mécanique sont incorporées dans un second temps. Les systèmes de maclage participent à la déformation au *prorata* de leur fraction de phase maclée et créent des obstacles considérés comme impénétrables pour les dislocations des systèmes de glissement incidents. Les réductions des libres parcours moyens des dislocations par les faisceaux de micromacles sont incorporées dans le modèle de plasticité intragranulaire. L'originalité de cette étude est de proposer un ensemble d'outils pour calculer en trois dimensions la réduction des libres parcours moyens dans la microstructure et les grandeurs géométriques associées au maclage. Le maclage étant une transformation displacive, l'évolution de la fraction de phase maclée dépend linéairement du taux de germination des micromacles. Ce taux de germination est décrit phénoménologiquement par la loi de Schmid et par une contrainte critique de maclage constante.

Après ajustement des paramètres associés au maclage, le modèle reproduit simultanément pour la nuance 22Mn0,6C-GG la courbe de traction et l'évolution de la microstructure de maclage (cinétique, libre parcours moyen et activation séquentielle). Le bon accord obtenu entre ces simulations et les résultats expérimentaux de différentes natures à différentes échelles confirment l'origine des quatre stades de l'évolution du taux d'écrouissage au cours de la déformation, tels que discutés au chapitre IV.

Le formalisme proposé pour décrire les effets du maclage dans le modèle de plasticité intragranulaire permet de prendre en compte les caractéristiques microstructurales observées dans les chapitres précédents : l'organisation des micromacles en faisceaux plus efficaces pour le blocage des dislocations, la loi d'épaisseur des micromacles obtenue par simulation au chapitre IV et l'organisation en « échelle » résultant de l'activation séquentielle des deux systèmes de maclage.

Même si ce type de modèle à loi de transition d'échelles simple ne permet pas de traiter les incompatibilités de déformation aux joints de grains, ni de tenir compte de la rotation des grains aux grandes déformations, ils offrent le précieux avantage de tester différentes hypothèses sur les mécanismes physiques de plasticité et d'écrouissage. Des lois telles que IsoW permettent d'éviter d'avoir à commencer par développer des codes de calcul lourds au début d'une étude, avant de pouvoir tester différents modèles microscopiques, sans garantie de résultat.

Conclusion Générale et Perspectives

Conclusion générale et perspectives

Conclusion

Nous avons étudié expérimentalement et par modélisation les mécanismes de déformation et d'écrouissage d'aciers austénitiques Fe-Mn-C à différentes températures et nous avons en particulier modélisé l'effet TWIP dû au maclage mécanique. Les modèles développés reposent sur nos observations expérimentales à différentes échelles et sur une large bibliographie. Trois modèles ont ainsi été développés dans des domaines aussi différents que la thermochimie, la physique des dislocations et la plasticité des alliages polycristallins. Ils ont été conçus de façon à constituer une base d'outils indépendants, utiles pour la prévision des mécanismes de déformation et de leur influence sur les propriétés mécaniques de ces alliages. L'ensemble de ces outils constitue une approche globale vers une prévision des caractéristiques mécaniques de ces alliages connaissant simplement leur composition chimique et leurs caractéristiques microstructurales après élaboration. Ce travail se distingue enfin par la réalisation d'expériences originales pour ces alliages comme la mesure de l'émission acoustique lors d'essais de traction ou les cartographies EBSD.

L'étude bibliographique du chapitre I a montré que les aciers Fe-Mn-C sont austénitiques dans un large domaine de composition qui a été défini. Leurs qualités mécaniques exceptionnelles sont liées à l'activation de mécanismes de déformation subsidiaires au glissement. Après avoir décrit ces différents mécanismes à l'échelle microscopique et localisé le domaine de composition dans lequel ils sont susceptibles d'apparaître, nous avons montré pourquoi le paramètre métallurgique qui contrôle leur activation est l'énergie de défaut d'empilement. Si l'EDE est élevée, les alliages se déforment par glissement de dislocations parfaites ou peu dissociées. Lorsqu'elle diminue et s'approche de 18 $mJ.m^{-2}$, sous une contrainte d'écoulement suffisante, le maclage mécanique entre en compétition avec le glissement, mécanisme connu sous le nom d'effet TWIP. Au-dessous de cette valeur, la formation de martensite ϵ athermique se substitue peu à peu au maclage pour des valeurs d'EDE décroissantes. Pour des valeurs très faibles de l'EDE, de la martensite α' est aussi susceptible d'apparaître au cours de la déformation. L'intensité de l'activation de ces différents mécanismes de déformation dépend de l'EDE mais aussi de l'état métallurgique de l'alliage et du chargement appliqué.

L'EDE est fonction de la température et de la composition de l'alliage car elle dépend linéairement de l'enthalpie libre de transformation $\gamma \rightarrow \epsilon$. Un modèle de prévision de cette grandeur thermochimique a donc été développé à partir de formalismes proposés dans la littérature et paramétré à partir d'un grand nombre de données expérimentales sur les

températures de transformation martensitique des alliages binaires Fe-Mn et ternaires Fe-Mn-C. Ce modèle intègre explicitement les effets de la transition antiferro- / paramagnétique à laquelle ces alliages sont sujets aux températures intermédiaires. Un modèle de prévision de cette température, dite de Néel, est proposé. Le modèle thermochimique une fois paramétré a été appliqué avec succès pour prévoir l'occurrence des différents mécanismes de déformation d'alliages Fe-Mn-C en fonction de la température.

Cette étude des propriétés thermochimiques des alliages Fe-Mn-C a permis de choisir deux compositions susceptibles de montrer un effet TWIP à température ambiante. Trois alliages se différenciant par leur composition ou leur taille de grains ont été élaborés sous forme de tôles minces pour se rapprocher des conditions d'utilisation finale. Les études métallurgiques du chapitre II réalisées sur la nuance de référence 22Mn0,6C brute d'élaboration avant les essais mécaniques, montrent qu'elle est bien austénitique, non texturée, et présente une anomalie de module de cisaillement isotrope, localisée à la température de Néel, comme prévu par la littérature.

Des essais de traction quasistatique ont été réalisés sur les trois nuances à différentes températures de 77 K à 673 K et présentés chapitre III. Les trois nuances présentent un comportement mécanique similaire en température : (i) un pic d'allongement homogène et le plus fort taux d'écrouissage à température ambiante, (ii) une résistance mécanique élevée à basse température mais un allongement à rupture plus faible et (iii) un allongement homogène et une résistance mécanique faibles à haute température. L'allongement à rupture est contrôlé par le taux d'écrouissage, nos alliages présentant un très bon accord avec le critère de Considère. La résistance en traction dépend en revanche du taux d'écrouissage et de l'activation thermique du glissement, révélée par l'évolution de la limite d'élasticité avec la température. Les mécanismes physiques sous-jacents de cette activation thermique ont été identifiés et caractérisés au chapitre V.

À haute température (673 K), le seul mécanisme de déformation observé dans les nuances de l'étude est le glissement planaire de dislocations, avec une activation thermique faible certainement due au traînage de crans. Les taux d'écrouissage sont comparativement faibles car ils sont uniquement dus à l'écrouissage latent. Une striction diffuse intervient au cours de la déformation et réduit l'allongement homogène ainsi que les niveaux de résistance mécanique atteints.

Le meilleur compromis allongement à rupture / résistance mécanique est obtenu pour les trois nuances à température ambiante, quand le maclage mécanique est activé de manière intensive. Deux mécanismes contribuent au fort taux d'écrouissage : l'écrouissage latent et un effet « Hall & Petch dynamique » dû à la création de macles qui réduisent le libre parcours moyen

des dislocations au cours de la déformation. La rupture est ductile à cette température et intervient à la vérification du critère de Considère par un mécanisme de striction localisée. Un mécanisme de vieillissement dynamique a toutefois été observé et caractérisé à cette température. Ce mécanisme est étroitement associé au maclage et à la présence de carbone. Son énergie d'activation a été mesurée et est insuffisante pour correspondre à un effet PLC classique (13 $kJ.mol^{-1}$).

A basse température (< 250 K environ), la formation de plaquettes de martensite ϵ réduit également le libre parcours moyen des dislocations mais le glissement des dislocations est difficile car il nécessite une activation thermique forte liée à la présence de carbone en insertion, ce qui réduit l'écrouissage latent. Les taux d'écrouissage obtenus sont moins forts qu'à l'ambiante et l'allongement à rupture diminue en conséquence. Des ruptures prématurées observées avant la vérification du critère de Considère s'expliquent par la présence de précipités de MnS peu ductiles. Les résistances mécaniques sont les plus élevées à cette température grâce à la combinaison du bon taux d'écrouissage et du glissement thermiquement activé.

Nous avons plus particulièrement étudié le comportement de nos alliages à température ambiante. L'étude microstructurale présentée au chapitre IV a montré que le maclage se produit sous la forme de micromacles organisées en faisceaux dans les grains. L'épaisseur des micromacles est d'une dizaine de nanomètres alors que les faisceaux sont environ dix fois plus épais. Pour interpréter cette microstructure, un modèle de formation de micromacles à l'échelle des interactions élastiques entre dislocations a été développé. Il montre que l'épaisseur d'une micromacle isolée dépend linéairement de l'EDE et de la taille de grain. Une simulation des micromacles en interaction dans un faisceau a permis d'obtenir une loi similaire tenant compte du nombre de macles. Les ordres de grandeurs obtenus sont en bon accord avec les résultats expérimentaux mais restent à être confirmés par des études systématiques de l'épaisseur des macles dans les alliages Fe-Mn-C ou dans les intermétalliques, par exemple Ti-Al dans lesquelles les joints de macles sont techniquement plus faciles à observer.

L'étude en microscopie optique de la nuance à gros grains a montré que deux systèmes de maclage sont activés séquentiellement au cours de la déformation, le second système apparaissant vers 15 % de déformation dans la plupart des grains. Ce résultat a été confirmé par les mesures d'émission acoustique qui présentent un changement de régime au moment de l'activation du second système. Les systèmes de maclage sont sécants et réduisent graduellement le libre parcours moyen des dislocations au fur et à mesure que la fraction de phase maclée augmente. Ce libre parcours moyen a été mesuré expérimentalement et utilisé pour calculer une cinétique de maclage de façon approchée. Cette activation séquentielle

conduit à l'apparition de quatre stades dans l'évolution du taux d'écrouissage avec la déformation qui s'interprètent en terme d'intersections des systèmes de maclage activés avec les systèmes de glissement primaires. La plus forte augmentation du taux d'écrouissage due au maclage est obtenue à l'activation du second système.

Sur la base de ces observations expérimentales, une modélisation du comportement mécanique en traction des nuances de l'étude est proposée et présentée au chapitre V. Elle repose sur des lois de transition d'échelles simples et considère le polycristal comme un agrégat de grains. Le comportement mécanique de chaque grain est décrit par un modèle de viscoplasticité par glissement des dislocations. Les variables internes qui contrôlent l'écrouissage sont les densités de dislocations stockées sur les différents systèmes de glissement. L'intégration de l'effet TWIP à ce schéma a nécessité le développement d'outils spécifiques pour traiter l'organisation de la microstructure de maclage en trois dimensions et l'activation séquentielle des systèmes de maclage. La cinétique de maclage utilisée repose sur une description phénoménologique de l'étape de germination et sur une loi de Schmid.

Le modèle présente des résultats avec un très bon accord avec l'ensemble des données expérimentales disponibles. Il reproduit les courbes de traction à différentes températures, l'évolution de la microstructure de maclage au cours de la déformation à température ambiante (cinétique de maclage, libre parcours moyen et activation séquentielle) et les différents stades d'écrouissage dus au maclage. Il confirme que c'est l'activation du second système qui provoque le fort taux d'écrouissage en bloquant les systèmes de glissement primaires.

Perspectives

Les alliages Fe-Mn-C se déclinent souvent sous la forme Fe-Mn-Al-Si-C dans les différentes études proposées dans la littérature. Ces alliages complexes présentent des qualités différentes des ternaires simples, et en particulier des effets mémoire de forme. Les différentes interactions entre éléments d'alliages conduisant à ces propriétés sont mal comprises. Il serait donc intéressant d'introduire leurs effets thermochimiques dans le modèle d'EDE afin de pouvoir prévoir et maîtriser dans un premier temps l'apparition des mécanismes de déformation de ces alliages.

Cette étude a montré que les alliages Fe-Mn-C de l'étude sont de bons candidats pour répondre à la demande de l'industrie automobile. Ils présentent simultanément un fort allongement à rupture et une haute résistance mécanique après déformation. Toutefois, il conviendra de vérifier qu'ils présentent aussi une bonne emboutissabilité (trajets de

déformation complexes). Un chargement plus complexe peut en effet modifier l'activation séquentielle des systèmes de maclage observée durant un essai de traction et responsable de la très bonne ductilité et ainsi altérer le taux d'écrouissage. Un premier élément de réponse est toutefois apporté en annexe 2 qui montre que les propriétés mécaniques de la nuance de référence sont similaires lors d'essais de cisaillement plan et ne dépendent donc pas de la pression hydrostatique. Différents types de chargements et chemins de chargements devront être testés afin de déterminer la courbe limite de formage, probablement atypique dans ces aciers.

Cette étude a posé les bases pour introduire la microstructure de maclage et ses effets dans des modèles de viscoplasticité intragranulaire. La cinétique de maclage utilisée reste phénoménologique et la description de la contrainte critique est très simplifiée. Des efforts devront être engagés pour affiner la description de ces grandeurs. Une fois les nouvelles hypothèses testées avec le modèle uniaxial, il sera nécessaire de les introduire dans une modélisation à trois dimensions selon un schéma de transition d'échelles autocohérent, pour tester l'influence de chargements complexes. Cette démarche a été initiée durant cette étude et sera développée.

Bibliographie

Bibliographie

Ouvrages de Référence

[1] : Rémy L., Thèse, Université Paris Sud, Paris, (1975)

[2] : Christian J.W. & Mahajan S., *Progress in Materials Science*, **39** (1995) p 1-157

[3] : Proceedings of the 1st International Conference on TRIP-aided High Strength Ferrous Alloys, Ghent, Belgique (juin 2002), publié par GRIPS, Bad Harzburg, Allemagne, (2002)

[4] : Proceedings of the 13th International Conference on Strength of Materials, Budapest, Hongrie (août 2002), en cours de publication dans une édition spéciale de Materials Science and Engineering A

[5] : Deformation Twinning, Proceedings of a Metallurgical Society Conference, Gainesville, Floride, E.-U.A. (mars 1963), publié par Gordon and Breach Science, New-York, E.-U.A., (1964)

A

[Abrassart 73] : Abrassart F., *Metallurgical Transactions A*, **4** (1973) p 2205-2216

[Adler *et al.* 86] : Adler P.H., Olson G.B. & Cohen M., *Metallurgical Transactions A*, **17** (1986) p 1725-1737

[Allain 00] : Rapport de DEA, Etude des caractéristiques mécaniques et métallurgiques d'alliages Fe-Mn-C, Ecole doctorale EMMA, Nancy, (2000)

[Allain *et al.* 02b] : Allain S., Chateau J.P. & Bouaziz O., dans [3], (2002) p 75-78

[Allain *et al.* 02a] : Allain S., Chateau J.P. & Bouaziz O., *Steel Research*, **73** (2002) p 299-302

[Allain *et al.* 04a] : Allain S., Chateau J.P., Bouaziz O., Migot S. & Guelton N., dans [4], (2004)

[Allain *et al.* 04b] : Allain S., Chateau J.P., Dahmoun D. & Bouaziz O., dans [4], (2004)

[Allain *et al.* 04c] : Allain S., Chateau J.P. & Bouaziz O., dans [4], (2004)

[ASTM 88] : E112, Annual Book of ASTM Standards, **3.01**, Metals – Mechanical Testing ; Elevated and Low-Temperature ; Metallography, publié par l'ASTM, Philadelphie, E.-U.A., (1988) p 277-297

[Azzaz *et al.* 96] : Azzaz M., Michel J.P. & George A., *Philosophical Magazine A*, **73** (1996) p 601-624

B

[Baik *et al.* 97] : Baik S.H., Kim J.C., Jee K.K., Shin M.S. & Choi C.S., *ISIJ International*, **37** (1997) p 519-522

[Baruj *et al.* 96] : Baruj A., Cotes S., Sade M. & Fernàndez Guillermet A., *Zeitschrift für Metallkunde*, **87** (1996) p 765-772

[Bataronov *et al.* 95] : Bataronov I.L., Dzigrashvili T.A. & Roschupkin A.M., Zeitschrift für Kristallographie, **210** (1995) p 167-172

[Bénard *et al.* 84] : Bénard J., Michel A., Philibert J. & Talbot J., Métallurgie Générale, 2nde édition, publié par Masson, Paris, France, (1984)

[Bergström 69] : Bergström Y., *Materials Science and Engineering A*, **5** (1969) p 193

[Bergström & Roberts 73] : Bergström Y. & Roberts W., *Acta Metallurgica*, **21** (1973) p 741-745

[Bildinger *et al.* 99] : Bildinger T., Wanner A., Dehm G. & Clemens H., *Zeitschrift für Metallkunde*, **90** (1999) p 581-588

[Blanc 90] : 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

[Bouaziz & Guelton 01] : Bouaziz O. & Guelton N., *Materials Science and Engineering A*, **319-321** (2001) p 246-249

[Bouaziz & Buessler 02] : Bouaziz O. & Buessler P., *La Revue de Métallurgie CIT*, (2002) p 71-77

[Breedis & Kaufman 71] : Breedis J.F. & Kaufman L., *Metallurgical Transactions A*, **2** (1971) p 2359-2371

[Brewer *et al.* 73] : Brewer L., Chipman J. & Chang S.G., Fe-Mn-C, dans : Metals Handbook, Metallography and Phase Diagrams, 8th Edition, Lyman T. (Ed.) publié par l'ASM, Metals Parks, Ohio, E.-U.A., (1973) p 407-408

[Brousseau 92] : Brousseau M., Physique du Solide, publié par Masson, Paris, France (1992)

[Byun 03] : Byun T.S., *Acta Materialia*, **51** (2003) p 3063-3071

C

[Cailletaud *et al.* 03] : Cailletaud G., Forest S., Jeulin D., Feyel F., Galliet I., Mounoury V. & Quilici S., *Computational Materials Science*, **27** (2003) p 351-374

[Champier & Saada 68] : Champier G. & Saada G., Déformation Plastique des Métaux et Alliages, publié par Masson, Paris, France, (1968)

[Chen *et al.* 99] : Chen S., Chung C.Y., Yan C. & Hsu T.Y., *Materials Science and Engineering A*, **264** (1999) p 262-268

[Cherkaoui 03] : Cherkaoui M., *Philosophical Magazine A*, **31-34** (2003) p 3945-3958

[Cherkaoui *et al.* 03] : Cherkaoui M., Allain S., Chateau J. P. & Bouaziz O., Dans : Proceedings of PLASTICITY 2003, Quebec City, Canada, (juillet 2003), à paraître.

[Choi *et al.* 99] : Choi H.C., Ha T.K., Shin H.C. & Chang Y.W., *Scripta Metallurgica*, **40** (1999) p 1171-1177

[Christian & Mahajan 95a] : Christian J.W. & Mahajan S., dans [2], (1995) p 48

[Christian & Mahajan 95b] : Christian J.W. & Mahajan S., dans [2], (1995) p 63

[Christian & Mahajan 95c] : Christian J.W. & Mahajan S., dans [2], (1995) p 78

[Christian & Mahajan 95d] : Christian J.W. & Mahajan S., dans [2], (1995) p 91

[Christian & Mahajan 95e] : Christian J.W. & Mahajan S., dans [2], (1995) p 140

[Christian & Mahajan 95f] : Christian J.W. & Mahajan S., dans [2], (1995) p 91

[Christian & Mahajan 95g] : Christian J.W. & Mahajan S., dans [2], (1995) p 112

[Christian & Mahajan 95h] : Christian J.W. & Mahajan S., dans [2], (1995) p 100

[Christian 69] : 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

[Cina 58] : Cina B., *Acta Metallurgica*, **6** (1958) p 748-762

[Cohen & Weertman 63a] : Cohen J.B. & Weertman J., *Acta Metallurgica*, **11** (1963) p 996-998

[Cohen & Weertman 63b] : Cohen J.B. & Weertman J., *Acta Metallurgica*, **11** (1963) p 1368-1369

[Conte 70] : Conte R.R., Eléments de Cryogénie, publié par Masson & Cie, Paris, France (1970)

[Conrad 03] : Conrad H., *Materials Science and Engineering A*, **341** (2003) p 216-228

[Conrad & Narayan 02] : Conrad H. & Narayan J., *Acta Materialia*, **50** (2002) p 5067-5078

[Cotes *et al.* 98] : Cotes S., Fernàndez Guillermet A. & Sade M., *Journal of Alloys and Compounds*, **278** (1998) p 231-238

[Cotes *et al.* 95] : Cotes S., Sade M. & Fernàndez Guillermet A., *Metallurgical and Materials Transactions A*, **26** (1995) p 1957-1969

[Coujou 83] : Coujou A., *Acta Metallurgica*, **31** (1983) p 1505-1515

[Coujou *et al.* 88] : Coujou A., Beneteau A., Alcouffe G. & Lours P., dans : Proceedings of the 8th International Conference on Strength of Materials, Tempere, Finlande (Aout 88), publié par Pergamon Press, Oxford, Angleterre, (1988) p 133-137

[Coujou *et al.* 91] : Coujou A., de Mauduit B. & Benyoucef M., dans : Proceedings of the 9th International Conference on Strength of Materials, Haïfa, Israël (Juillet 1991), publié par Freund Publishing House Ltd, Angleterre, (1991) p 991-997

[Coujou *et al.* 92] : Coujou A., Beneteau A. & Clement N., *Acta Metallurgica et Materialia*, **40** (1992) p 337-344

[Coupeau *et al.* 99] : Coupeau C., Tranchant F., Vergnol J. & Grilhé J., *European Journal of Applied Physics*, **6** (1999) p 1-6

D

[Dastur & Leslie 81] : Dastur Y.N. & Leslie W.C., *Metallurgical Transactions A*, **12** (1981) p 749-759

[Dinsdale 91] : Dinsdale A.T., *Calphad*, **15** (1991) p 317-425

E

[Edington 75a] : Edington J.W., Pratical Electron Microscopy in Materials Science, monograph 2, publié par Macmillan Philips Technical Library, Eindhoven, Pays-Bas, (1975)

[Edington 75b] : Edington J.W., Pratical Electron Microscopy in Materials Science, monograph 5, publié par Macmillan Philips Technical Library, Eindhoven, Pays-Bas, (1975)

[El-Danaf *et al.* 01] : El-Danaf E., Kalidindi S.R. & Doherty R.D., *International Journal of Plasticity*, **17** (2001) p 1245-1265

[Estrin *et al.* 98] : Estrin Y., Tòth L. S., Molinari A. & Bréchet Y., *Acta Materialia*, **46** (1998) p 5509-5522

F

[Fang & Berkovits 95] : Fang D. & Berkovits A., *Journal of Materials Science*, **30** (1995) p 3552-3560

[Farenc *et al.* 93] : Farenc S., Coujou A. & Couret A., *Philosophical Magazine A*, **67** (1993) p 127-142

[Farenc 92] : Farenc S., Thèse, Université des Sciences Paul Sabatier, Toulouse, (1992)

[Feaugas 99] : Feaugas X., *Acta Materialia*, **47** (1999) p 3617-3632

[Feiereisen *et al.* 03] : Feiereisen J.P., Ferry O., Jacques A. & George A., *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, **200** (2003) p 339-345

[Ferreira & Müllner 98] : Ferreira P.J. & Müllner P., *Acta Materialia*, **46** (1998) p 4479-4484

[Fischer *et al.* 03] : Fisher F.D., Schaden T., Appel F. & Clemens H., *European Journal in Mechanics*, **22** (2003) p 709-726

[Franciosi 84] : Franciosi P., Thèse, Université Paris XIII, Paris, (1984)

[Franciosi *et al.* 93] : Franciosi P., Tranchant F. & Vergnol J., *Acta Metallurgica et Materialia*, **41** (1993) p 1543-1550

[Fréchard 03] : Fréchard S., Thèse, Institut National Polytechnique de Lorraine, Nancy,

(2003)

[Friedel 64] : Friedel J., Dislocations, publié par Pergamon Press Ltd., Oxford, Angleterre, (1964)

[Fujita & Ueda 1972] : Fujita H. & Ueda S., *Acta Metallurgica*, **20** (1972) p 759-767

G

[Gaspérini *et al.* 96] : Gaspérini M., Pinna C. & Swiatnicki W., *Acta Materialia*, **44** (1996) p 4195-4208

[Ghosh & Olson 02] : Ghosh G. & Olson G.B., *Acta Materialia*, **50** (2002) p 2655-2675

[Grässel *et al.* 00] : Grässel O., Krüger L., Frommeyer G. & Meyer L.W., *International Journal of Plasticity*, **16** (2000) p 1391-1409

H

[Hall 54] : Hall E.O., Twinning and Diffusionless Transformations in Metals, publié par Butterworths Scientific Publications, Londres, Angleterre, (1954)

[Hansen 58] : Hansen M., Constitution of Binary Alloys, Metallurgy and Metallurgical engineering Series, 2nd edition, publié par McGraw-Hill Book Company Inc, New York, E.-U.A., (1958) p 664-668

[Hertz 99] : Hertz J., *Techniques de l'Ingénieur, traité Etude et Propriétés des Métaux*, **M70**, p 159

[Hillert & Jarl 78] : Hillert M. & Jarl M., *Calphad*, **2** (1978) p 227-238

[Hillert & Waldenström 77] : Hillert M. & Waldenström M., *Metallurgical Transactions A*, **8** (1977) p 5-13

[Hirth J.P. 70] : Hirth J.P., *Metallurgical Transactions A*, **1** (1970) p 2367-2374

[Hoc & Forest 01] : Hoc T. & Forest S., *International Journal of Plasticity*, **17** (2001) p 65-85

[Hocheid & Poupeau 78] : Hocheid B. & Poupeau P., *Techniques de l'Ingénieur, traité Etude et Propriétés des Métaux*, **M70**, p 2

[Hong & Han 95] : Hong S.H. & Han Y.S., *Scripta Metallurgica et Materialia*, **32** (1995) p 1489-1494

[Huang 89] : Huang W., *Calphad*, **3** (1989) p 243-252

[Hull 64] : Hull D., Growth of Twins and Associated Dislocation Phenomena, dans [5], (1964) p 121-155

I

[Ishida & Nishizawa 74] : Ishida K. & Nishizawa T., *Materials Transactions JIM*, **15** (1974) p 225-231

J

[Jacques *et al.* 02] : Jacques P., Petein A. & Harlet P., dans [3], (2002) p 281-285

[James & Carpenter 71] : James D.R. & Carpenter S.H., *Journal of Applied Physics*, **42** (1971) p 4685-4697

[Jin & Bieler 95] : Jin Z. & Bieler T.R., *Materials Science and Engineering A*, **192** (1995) p 729-732

[Jun & Choi 98] : Jun J.H. & Choi C.S., *Materials Science and Engineering A*, **257** (1998) p 353-356

K

[Kalidindi 98a] : Kalidindi S.R., *Journal of Mechanic and Physic of Solids*, **46** (1998) p 267-290

[Kalidindi 98b] : Kalidindi S.R., *International Journal of Plasticity*, **14** (1998) p 1265-1277

[Kamat *et al.* 96] : Kamat V.S., Hirth J.P. & Müllner P., *Philosophical Magazine A*, **73** (1996) p 669-680

[Karaman *et al.* 00a] : Karaman I., Sehitoglu H., Gall K., Chumlyakov Y.I. & Maier H.J., *Acta Materialia*, **48** (2000) p 1345-1359

[Karaman *et al.* 00b] : Karaman I. Sehitoglu H., Beaudoin A.J., Chumlyakov Y.I., Maier H.J. & Tomé C.N., *Acta Materialia*, **48** (2000) p 2031-2047

[Karaman *et al.* 01] : Karaman I., Sehitoglu H. Chumlyakov Y.I., Maier H.J. & Kireeva I.V., *Scripta Materialia*, **44** (2001) p 337-343

[Kim *et al.* 86] : Kim Y.G., Han J.M. & Lee J.S., *Metallurgical Transactions A*, **17** (1986) p 2097-2098

[Kocks & Mecking 03] : Kocks U.F. & Mecking H., *Progress in Materials Science*, **48** (2003) p 171-273

[Kubaschewski 82] : Kubaschewski O., Iron-binary Phase diagrams, publié par Verlag Stahleisen mbH, Düsseldorf, Allemagne, (1982) p 61-63

L

[Lai & Wan 89] : Lai H.J. & Wan C.M., *Journal of Materials Science*, **24** (1989) p 2449-2453

[Lebensohn & Tomé 93a] : Lebensohn R.A. & Tomé C.N., *Philosophical Magazine A*, **67** (1993) p 187-206

[Lebensohn & Tomé 93b] : Lebensohn R.A. & Tomé C.N., *Acta Metallurgica et Materialia*, **41** (1993) p 2611-2624

[Lecroisey & Pineau 72] : Lecroisey F. & Pineau A., *Metallurgical Transactions A*, **3** (1972) p 387-396

[Lee & Choi 00] : Lee Y.K. & Choi C.S., *Metallurgical and Materials Transactions A*, **31** (2000) p 355-360

[Lee *et al.* 96] : Lee Y.K., Jun J.H. & Choi C.S., *Scripta Materialia*, **35** (1996) p 825-830

[Lee *et al.* 97] : Lee Y.K., Jun J.H. & Choi C.S., *ISIJ International*, **37** (1997) p 1023-1030

[Li & Hsu 97] : Lin L. & Hsu T.Y., *Calphad*, **21** (1997) p 443-448

[Lim & Kim 91] : Lim C.Y. & Kim Y.G., *Materials Science and Engineering A*, **141** (1991) p 67-72

[Lubenets *et al.* 85] : Lubenets S.V., Starsev V.I. & Fomenko L.S., *Physic State solidii*, **95** (1985) p 11-55

[Lukàc *et al.* 97] : Lukàc P., Balìk J. & Chmelik F., *Materials Science and Engineering A*, **234-236**, (1997) p 45-51

M

[Madec *et al.* 03] : Madec R., Devincre B., Jubin L., Hoc T. & Rodney D., *Science*, **301** (2003) p 1879-1882

[Mahajan & Chin 73] : Mahajan S. & Chin C.Y., *Acta Metallurgica*, **21** (1973) p 173-179

[Mahajan *et al.* 77] : Mahajan S., Green L. & Brasen D., *Metallurgical Transactions A*, **8** (1997) p 283

[Marcinkowski & Sree Harsa 68] : Marcinkowski M.J. & Sree Harsa K.S., *Journal of Applied Physics*, **39** (1968) p 6063-6070

[Marinelli *et al.* 99] : Marinelli P., Baruj A., Cotes S., Fernàndez Guillermet A. & Sade M., *Materials Science and Engineering A*, **273-275** (1999) p 498-502

[Martin *et al.* 02] : Martin J.L., Lo Piccolo B., Kruml T. & Bonneville J., *Materials Science and Engineering A*, **322** (2002) p 118-125

[Mecking & Lücke 70] : Mecking H. & Lücke K., *Scripta Metallurgica*, **4** (1970) p 427

[Mecking & Kocks 81] : Mecking H. & Kocks U. F., *Acta Metallurgica*, **29** (1981) p 1865-1875

[Meyers *et al.* 01] : Meyers M.A., Vöhringer O. & Lubarda V.A., *Acta Materialia*, **49** (2001) p 4025-4039

[Miettinen 01] : Miettinen J., *Calphad*, **25** (2001) p 43-58

[Miodownik 98] : Miodownik A.P., *Zeitschrift für Metallkunde*, **89** (1998) p 840-846

[Mitchell & Hirth 91] : Mitchell T.E. & Hirth J.P., *Acta Metallurgica et Materialia*, **39** (1991) p 1711-1717

[Mori & Fujita 80] : Mori T. & Fujita H., *Acta Metallurgica*, **28** (1980) p 771-776

[Müllner & Romanov 00] : Müllner P. & Romanov A.E., *Acta Materialia*, **48** (2000) p 2323-2337

[Müllner & Romanov 94] : Müllner P. & Romanov A.E., *Scripta Metallurgica et Materialia*, **31** (1994) p 1657-1662

[Müllner & Solenthaler 94] : Müllner P. & Solenthaler C., *Philosophical Magazine Letters*, **69** (1994) p 171-175

[Müllner & Solenthaler 97] : Müllner P. & Solenthaler C., *Materials Science and Engineering A*, **230** (1997) p 107-115

[Müllner 02] : Müllner P., *Solid State Phenomena*, **87** (2002) p 227-238

N

[Nes & Marthinsen 02] : Nes E. & Marthinsen K., *Materials Science and Engineering A*, **322** (2002) p 176-193

O

[Olson & Cohen 75] : Olson G. & Cohen M., *Metallurgical Transactions A*, **6** (1975) p 791-795

[Olson & Cohen 76a] : Olson G. & Cohen M., *Metallurgical Transactions A*, **7** (1976) p 1897-1904

[Olson & Cohen 76b] : Olson G. & Cohen M., *Metallurgical Transactions A*, **7** (1976) p 1905-1914

[Olson & Cohen 76c] : Olson G. & Cohen M., *Metallurgical Transactions A*, **7** (1976) p 1915-1923

[Ono *et al.* 98] : Ono Y., Tsuchiyama T. & Takaki S., *Tetsu-To-Hagané*, **84** (1998) p 309

[Owen & Grujicic 99] : Owen W.S. & Grujicic M., *Acta Materialia*, **47** (1999) p 111-126

P

[Parisot *et al.* 00] : Parisot R., Forest S., Gourges A.F., Pineau A. & Mareuse D., *Computational Materials Science*, **19** (2000) p 189-204

[Pascual 74] : Pascual R., *Scripta Metallurgica*, **8** (1974) p 1461-1466

[Peeters *et al.* 02] : Peeters B., Kalidindi S.R., Teodosiu C., Van Houtte P. & Aernoudt E., *Journal of Mechanics and Physics of Solids*, **50** (2002) p 783-807

[Perlade *et al.* 03] : Perlade A., Bouaziz O. & Furnémont Q., *Materials Science and Engineering A*, **356** (2003) p 145-152

R

[Randle 01] : Randle V., *Materials Characterization*, **47** (2001) p 411-416

[Rauch 88] : Rauch E.F., *Materials Science and Engineering A*, **241** (1988) p179-183

[Raynor & Rivlin 88] : Raynor G.V. & Rivlin V.G., Phase Equilibria in Iron Ternary Alloys, publié par l'Institute of Materials, Londres, Angleterre, (1988)

[Reed-Hill 64] : Reed-Hill R.E., Role of Deformation Twinning in the Plastic Deformation of a Polycristalline Anisotropic Metal, dans [5], (1964)

[Rémy 75a] : Rémy L., dans [1], (1975) p 14

[Rémy 75b] : Rémy L., dans [1], (1975) p 63

[Rémy 75c] : Rémy L., dans [1], (1975) p 61

[Rémy 75d] : Rémy L., dans [1], (1975) p 10

[Rémy 75e] : Rémy L., dans [1], (1975) p 12

[Rémy 75f] : Rémy L., dans [1], (1975) p 59

[Rémy 75g] : Rémy L., dans [1], (1975) p 104

[Rémy 75h] : Rémy L., dans [1], (1975) p 159

[Rémy 75i] : Rémy L., dans [1], (1975) p 97

[Rémy 75j] : Rémy L., dans [1], (1975) p 30

[Rémy 75k] : Rémy L., dans [1], (1975) p 37

[Rémy 75l] : Rémy L., dans [1], (1975) p 45

[Rémy 75m] : Rémy L., dans [1], (1975) p 47

[Rémy 75n] : Rémy L., dans [1], (1975) p 133

[Rémy 75o] : Rémy L., dans [1], (1975) p 81

[Rémy 77] : Rémy L., *Metallurgical Transactions A*, **8** (1977) p 253-258

[Rémy 78] : Rémy L., *Acta Metallurgica*, **26** (1978) p 443-451

[Roget] : Roget J., *Techniques de l'Ingénieur, traité Mesures et Contrôle*, R3200, p 1-4

[Rosenbaum 64] : Rosenbaum H.S., Nonbasal Slip in hcp Metals and its Relation to Mechanical Twinning, dans [5], (1964) p 43-76

S

[Sahin & Margolin 91] : Sahin O. & Margolin H., *Acta Metallurgica et Materialia*, **39** (1991) p 2445-2459

[Saunders *et al.* 88] : Saunders N., Miodownik A.P. & Dinsdale A.T., *Calphad*, **12** (1988) p 351-374

[Schaarwächter & Ebener 90] : Schwaarwächter W. & Ebener H., *Acta Metallurgica et Materialia*, **38** (1990) p 195-205

[Schumann 72] : Schumann V.H., *Neue Hütte*, **17** (1972) p 605-609

[Shun *et al.* 92] : Shun T., Wan C.M. & Byrne J.G., *Acta Metallurgica et Materialia*, **40** (1992) p 3407-3412

[Sipos *et al.* 75] : Sipos K., Rémy L. & Pineau A., *Scripta Metallurgica*, **9** (1975) p 927-930

[Sipos *et al.* 76] : Sipos K., Rémy L. & Pineau A., *Metallurgical Transactions A*, **7** (1976) p 857-864

[Song & Gray 95] : Song S.G. & Gray III G.T., *Philosophical Magazine A*, **71** (1995) p 661-670

[Stepakoff & Kaufman 68] : Stepakoff G. & Kaufman L., *Acta Metallurgica*, **16** (1968) p 13

[Stringfellow *et al.* 92] : Stringfellow R.G., Parks D.M. & Olson G.B., *Acta Metallurgica et Materialia*, **40** (1992) p 1703-1716

[Szcerba & Bajor 04] : Szcerba & Bajor, dans [4], (2004)

T

[Takaki *et al.* 93] : Takaki S., Nakatsu H. & Tokunaga Y., *Materials Transactions JIM*, **34** (1993) p 489-495

[Tomé 04] : Tomé C., *International Journal of Plasticity*, à paraître

[Tomita & Iwamoto 95] : Tomita Y. & Iwamoto T., *International Journal of Mechanical Sciences*, **37** (1995) p 1295-1305

[Tomota *et al.* 86] : Tomota Y., Strum M. & Morris Jr J.W., *Metallurgical Transactions A*, **17** (1986) p 537-547

[Tomota *et al.* 87] : Tomota Y., Strum M. & Morris Jr J.W., *Metallurgical Transactions A*, **18** (1987) p 1073-1081

[Tomota *et al.* 88] : Tomota Y., Strum M. & Morris Jr J.W., *Metallurgical Transactions A*, **19** (1988) p 1563-1568

[Tomota *et al.* 98] : Tomota Y., Morioka Y. & Nakagawara W., *Acta Materialia*, **46** (1998) p 1419-1426

[Tranchant *et al.* 83] : Tranchant F., Vergnol J. & Grilhé J., *Scripta Metallurgica*, **17** (1983) p 175-178

[Tranchant *et al.* 87] : Tranchant F., Vergnol J., Denanot M.F. & Grilhé J., *Scripta Metallurgica*, **21** (1987) p 269-272

[Tranchant *et al.* 93] : Tranchant F., Vergnol J. & Franciosi P., *Acta Metallurgica et Materialia*, **41** (1993) p 1531-1541

[Tsakiris & Edmonds 99] : Tsakiris V. & Edmonds D.V., *Materials Science and Engineering A*, **273-275** (1999) p 430-436

[Turner 64] : Turner F.J., Some Geometric Aspects of Experimentally Induced Twinning in Minerals, dans [5], (1964) p 156-176

V

[Vandershaeve & Escaig 84] : Vandershaeve G. & Escaig B., dans : **P**roceedings of the Yamada Conference IX on Dislocations in Solids, Yamada, Japon (Août 1984), publié par University of Tokyo Press, Japon, (1984) p 319-322

[Van Liempt *et al.* 02] : Van Liempt P., Onink M. & Bodin A., *Advanced Engineering Materials*, **4** (2002) p 225-232

[Venables 62] : Venables J.A., *Philosophical Magazine A*, **7** (1962) p 35-44

[Venables 63] : Venables J.A., *Acta Metallurgica*, **11** (1963) p 1368

[Venables 64] : Venables J.A., Deformation Twinning in fcc Metals, dans [5], (1964) p 77-116

[Venables 74] : Venables J.A., *Philosophical Magazine A*, **30** (1974) p 1165-1169

[Verdier *et al.* 99] : Verdier M., Bréchet Y. & Guyot P., *Acta Materialia*, **47** (1999) p 127-134

[Vercammen *et al.* 02] : Vercammen S., De Cooman B.C., Akdut N., Blanpain B. & Wollants P., dans [3], (2002) p 55-60

[Vergnol & Grilhé 84] : Vergnol J.F.M. & Grilhé J., *Journal de Physique IV*, (1984) p 1479-1490

W

[Weertman & Weertman 70] : Weertman J. & Weertman J.R., Théorie Elémentaire des Dislocations, publié par Masson & Cie, Paris, France, (1970)

[Wu & Hsu 00] : Wu X. & Hsu T.Y., *Materials Characterization*, **45** (2000) p 137-142

Y

[Yang & Wan 90] : Yang W.S. & Wan C.M., *Journal of Materials Science*, **25** (1990) p 1821-1823

Z

[Zhang *et al.* 02] : Zhang Y.S., Lu X., Tian X. & Qin Z., *Materials Science and Engineering A*, **334** (2002) p 19-27

[Zuidema *et al.* 87] : Zuidema B.K., Subramanyam D.K. & Leslie W.C., *Metallurgical Transactions A*, **18** (1987) p 1629-1639

Annexes

Annexe 1 : Vérification expérimentale de la loi de Schmid pour le maclage

Introduction

L'objet de cette annexe est de proposer les premiers résultats d'une étude engagée pour vérifier la validité de la loi de Schmid pour les systèmes de maclage dans les polycristaux de Fe-Mn-C déformés en traction uniaxiale.

Ce type d'étude a déjà été menée dans le cas de monocristaux de différents matériaux sous différents types de sollicitations (traction ou compression) [Tranchant *et al.* 83][Karaman *et al.* 01][Karaman *et al.* 00][Vergnol & Grihlé 84]. Les résultats présentés dans la littérature ne convergent pas et ne permettent pas d'établir de règle générale. Ces études sont très utiles pour confirmer ou infirmer des modèles de germination mais se révèlent difficilement transposables aux polycristaux et particulièrement aux modèles micromécaniques de plasticité polycristalline.

Nous nous proposons d'étudier directement la validité au premier ordre de la loi dans les polycristaux. Cette étude a été rendue possible grâce aux développements récents de techniques de cartographie EBSD (Electron Back-Scattering Diffraction pour diffraction des électrons rétro-diffusés), qui permettent d'orienter localement les grains en surface d'un polycristal.

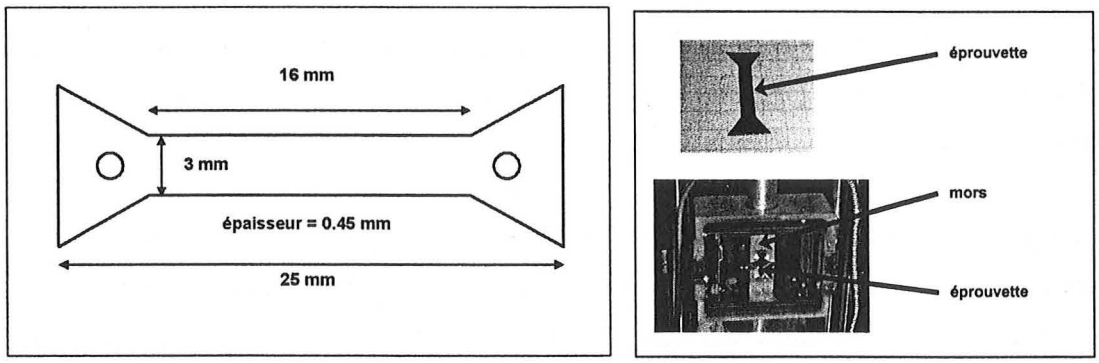
Le principe de cette étude est de réaliser un essai de traction sur une éprouvette polie finement, puis une cartographie EBSD et d'observer (au MEB ou en microscopie optique) la trace des systèmes de maclage qui apparaissent en relief à la surface sur la même zone. La cartographie EBSD permet d'orienter les grains et de calculer les facteurs de Schmid des différents systèmes dans chaque grain. Nous pouvons ainsi vérifier statistiquement si le système subissant le facteur de Schmid maximum correspond aux traces observées en surface.

Protocole expérimental

Une éprouvette de traction plus petite a été conçue pour cette étude afin de pouvoir l'introduire dans le MEB FEG sans avoir à découper un échantillon après traction. La machine de traction utilisée est développée par l'équipe Plasticité des Matériaux Inorganique du laboratoire pour des essais de déformation *in situ* sur des lignes de rayonnement synchrotron (cf. figure A1.1(b)), adaptée à de petites éprouvettes [Feiereisen *et al.* 03].

La nuance 22Mn0,6C-GG a été choisie en raison de sa taille de grain, suffisamment grande par rapport au pas de la cartographie (0,8 µm). L'éprouvette de traction a été usinée avec une meule de forme au carborundum 400 dans une chute de découpe laser. Les faces ont ensuite été polies afin d'obtenir une épaisseur finale de 0,45 mm environ. Le protocole de polissage mécanique est identique à celui proposé au § II.3.1.1., page 37, avec des étapes de polissage au papier SiC 4000 et à l'alumine 0,05 µm toutefois plus longues (30 min et 10 min respectivement) afin de minimiser l'écrouissage de surface. Les figures A1.1(a) et (b) présentent les dimensions de l'éprouvette finale et une photographie de l'éprouvette avant traction.

Le dispositif de traction utilisé n'est pas équipé en extensométrie mais permet un contrôle précis de la vitesse de traverse et est équipé de mors étudiés pour le maintien d'éprouvettes de petite taille. Pour éviter l'extrusion des têtes d'éprouvette, celles-ci sont transpercées par une tringle de tungstène rigide maintenue de part et d'autre dans les mors. L'essai de traction est réalisé à une vitesse de traverse de 10 $\mu m.min^{-1}$, jusqu'à une charge de 50 kg. Cette charge correspond à une déformation vraie de 5 % environ et permet d'activer un seul système de maclage dans la plupart des grains. L'éprouvette est ensuite déchargée lentement et analysée par EBSD.



(a) *(b)*

Figure A1.1 : (a) Dimensions de l'éprouvette de la nuance 22Mn0,6C-GG usinée spécifiquement pour être cartographiée dans le MEB FEG (b) Photo de l'éprouvette et du dispositif de traction.

Les cartographies EBSD sont réalisées avec le MEB FEG équipé d'un dispositif *TSL OIM* et du logiciel *TSL OIM Data Collection v3.5*. Leur taille est d'environ 100 µm x 100 µm et le maillage est hexagonal avec un pas de 0,8 µm. Compte tenu de la précision souhaitée, la durée d'acquisition est d'environ quinze heures. Les résultats ont été post-traités sur le logiciel *TSL OIM Analysis v 3.08*.

Les reliefs en surface de l'éprouvette ont été observés en microscopie électronique directement dans le MEB FEG, mais de meilleurs résultats du point de vue du contraste ont été obtenus en microscopie optique, à cause de la différence de profondeur de champ. Durant toutes les opérations, la direction de traction a été conservée la plus horizontale possible.

Résultats expérimentaux

Les figures A1.2, A1.3 et A1.4 présentent les trois cartographies EBSD réalisées dans 3 zones différentes de la partie utile (respectivement 1, 2, et 3) après filtrage pour éliminer les points incohérents. Les couleurs correspondent à l'orientation cristallographique normale à la surface de l'échantillon. Sont également représentés les figures de pôles des axes <111> de l'ensemble des points et les clichés de microscopie optique et électronique des mêmes zones. Le contour de la zone analysée par EBSD est reporté approximativement sur ces micrographies. Durant le temps d'acquisition de la cartographie point par point, la platine du microscope est sujette à une importante dérive non régulière qui explique la différence de morphologie entre les grains observés sur les cartographies et les clichés de microscopie. Cette dérive n'engendre toutefois aucune erreur au niveau de l'indexation. Les grains utilisés dans la statistique sont numérotés sur les cartographies et les clichés.

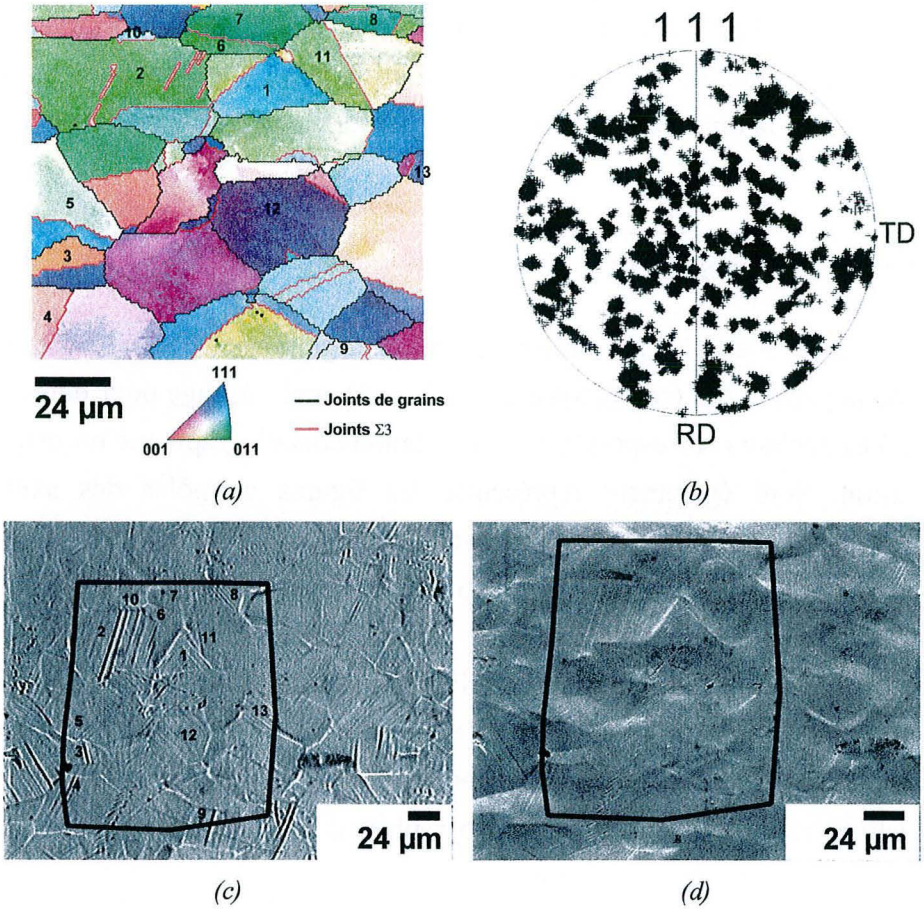


Figure A1.2 : Zone 1 : (a) Cartographie en orientation cristallographique normale à la surface de l'échantillon, plan (TD, RD). Les joints de grains sont tracés en noir et les joints de type Σ3 en rouge. (b) Figure de pôle des axes <111> des grains de la cartographie. Micrographies (c) optique et (d) MEB SE de la même zone. La position approximative de la cartographie (a) est reportée sur (c) et (d). La direction de traction est horizontale (direction TD).

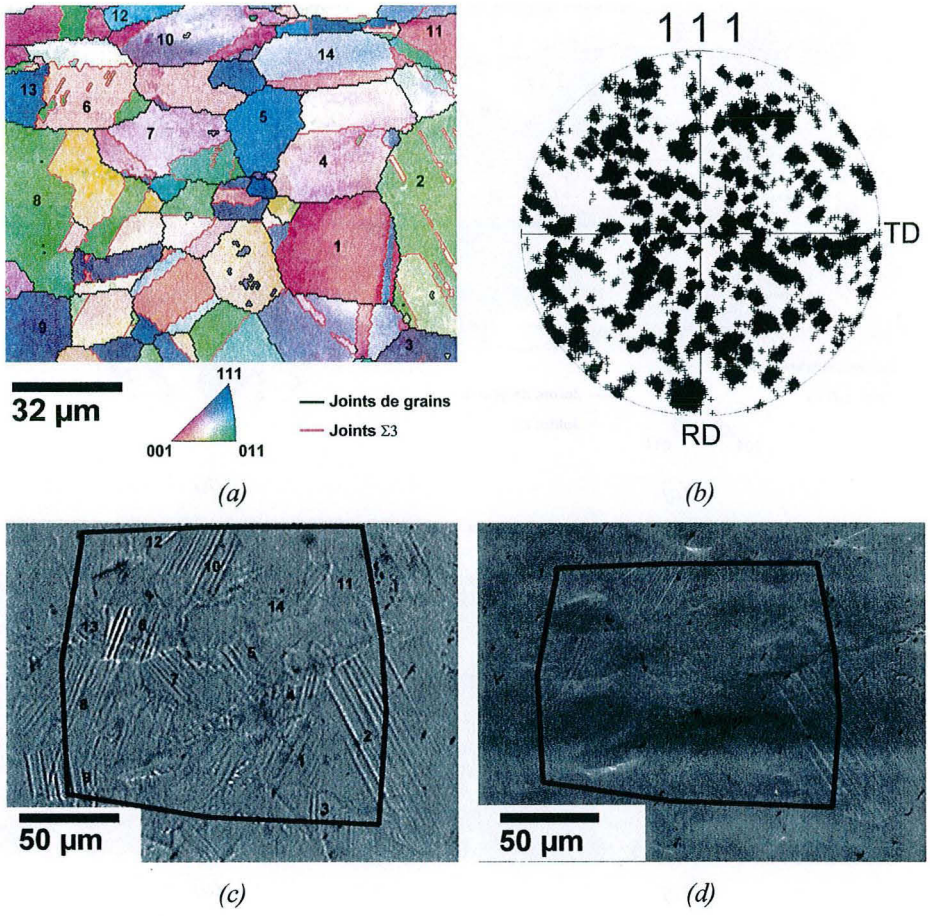


Figure A1.3 : Zone 2 : (a) Cartographie en orientation cristallographique normale à la surface de l'échantillon, plan (TD, RD). Les joints de grains sont tracés en noir et les joints de type Σ3 en rouge. (b) Figure de pôle des axes <111> des grains de la cartographie. Micrographies (c) optique et (d) MEB SE de la même zone. La position approximative de la cartographie (a) est reportée sur (c) et (d). La direction de traction est horizontale (direction TD).

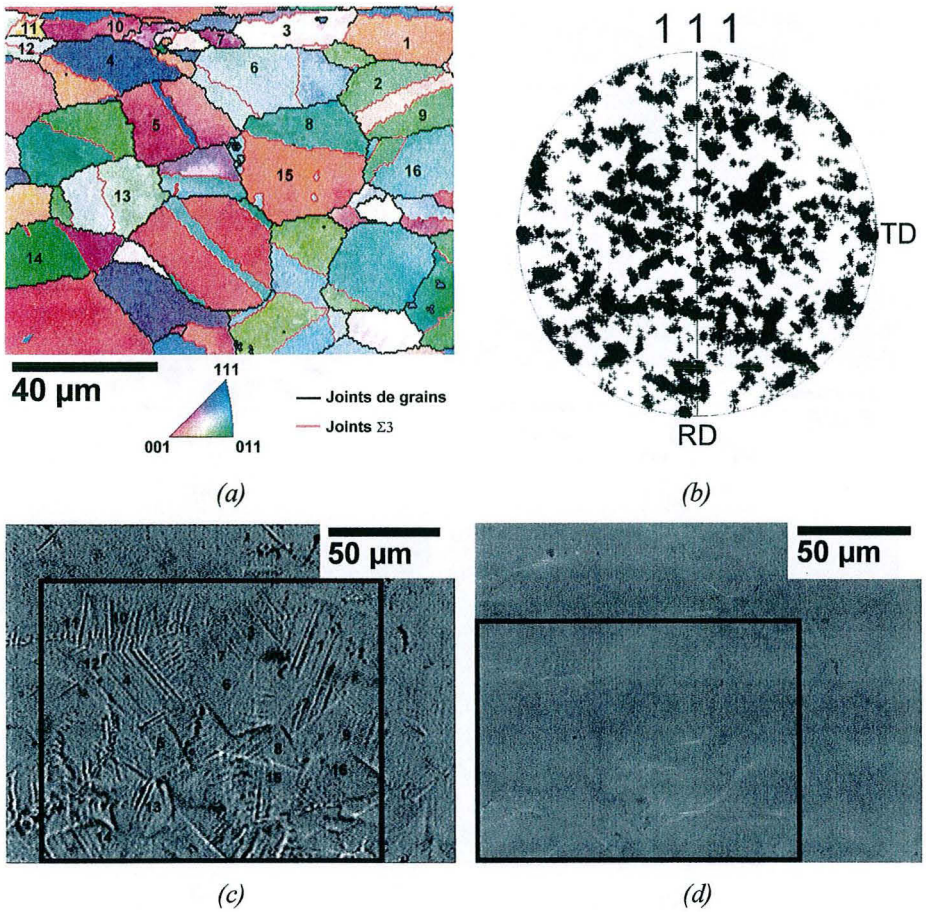


Figure A1.4 : Zone 3 : (a) Cartographie en orientation cristallographique normale à la surface de l'échantillon, plan (TD, RD). Les joints de grains sont tracés en noir et les joints de type Σ3 en rouge. (b) Figure de pôle des axes <111> des grains de la cartographie. Micrographies (c) optique et (d) MEB SE de la même zone. La position approximative de la cartographie (a) est reportée sur (c) et (d). La direction de traction est horizontale (direction TD).

Au cours de la déformation, les systèmes de maclage et de glissement laissent des traces rectilignes en surface, correspondant à leurs plans de maclage ou de glissement respectifs. Compte tenu de la précision des microscopes, seuls les reliefs les plus marqués sont observables et la mesure de leur morphologie est impossible. Nous pouvons supposer que ces reliefs sont dus aux macles et non aux bandes de glissement qui ne peuvent engendrer de tels défauts à ce taux de déformation.

Cette hypothèse est confirmée par l'indexation de certains reliefs suffisamment épais pour apparaître sur les cartographies comme on peut le voir dans le grain 2 de la zone 1 et les grains 2 et 6 de la zone 2. Ces « grains » rectilignes ont une désorientation de type Σ3 avec la matrice de part et d'autres, caractéristique de macles mécaniques.

Pour confirmer ce résultat, les orientations respectives des directions <111> de la matrice et des macles de ces grains ont été représentées en projection stéréographique sur la figure A1.5. Pour chaque grain, la direction commune K_1 est indiquée. La désorientation entre les zones maclées et la matrice correspond bien à une rotation de 180° autour de K_1. Cette direction commune permet de prévoir la trace en surface du plan de maclage normal à K_1. Dans les trois grains considérés, elle correspond bien aux observations faites au MEB et en microscopie optique. Une légère différence d'angle apparaît sur les cartographies EBSD à cause de la dérive de la platine. La position de la trace de macles mécaniques en surface devra donc être mesurée uniquement sur les micrographies et non sur les cartographies.

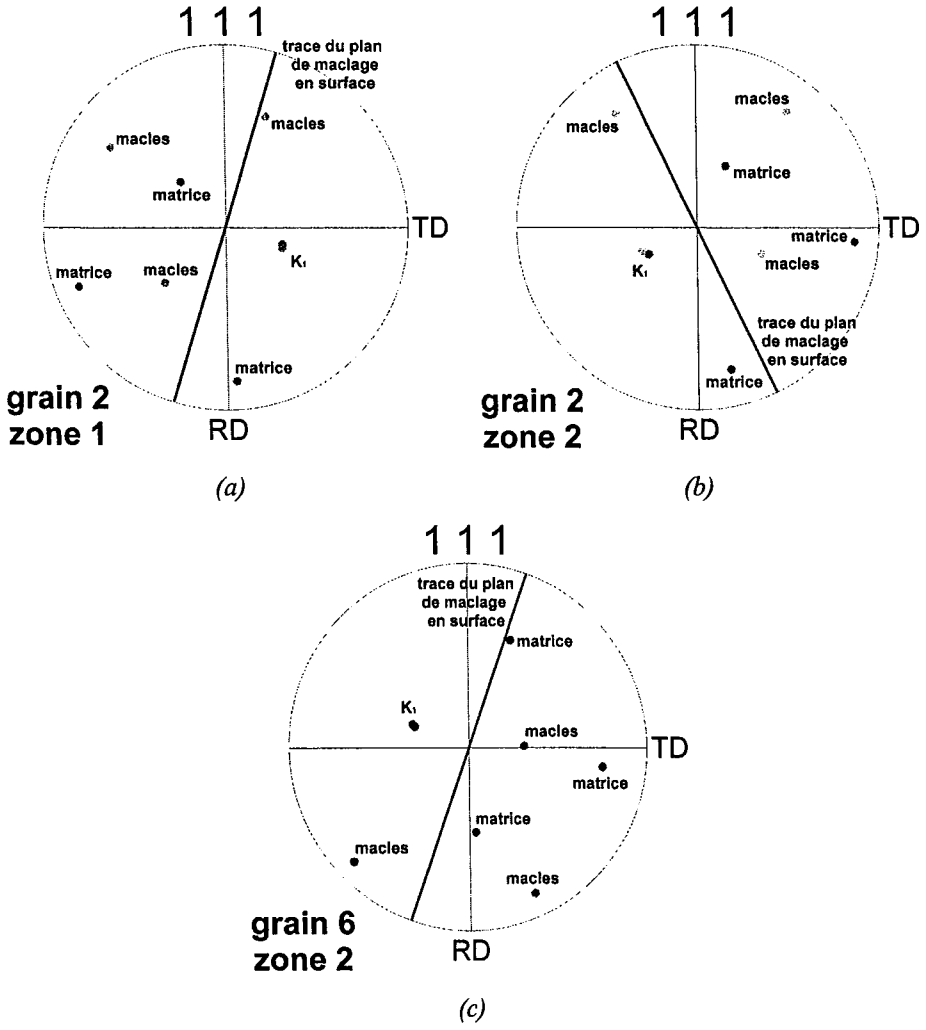


Figure A1.5 : Figure de pôles des directions <111> dans les grains et les macles du (a) grain 2 de la zone 1, (b) grain 2 de la zone 2 et (c) grain 6 de la zone 2. La direction <111> commune K_1 a été repérée ainsi que la trace du plan de maclage en surface. L'angle de cette trace correspond bien à celui observé sur les micrographies optiques et MEB des figures A1.2 et A1.3.

L'indexation des macles dans les autres grains n'a pas été possible lors de la cartographie à cause de fractions de macles plus faibles et du pas d'acquisition trop grand (0,8 µm). Par

contre, connaissant la direction de la trace des macles dans le plan (RD, TD) sur les micrographies et l'orientation de la matrice, il possible de déterminer avec précision pour chaque grain quel est le plan de maclage (direction K_1).

Exploitation statistique

Les mesures ont été effectuées sur 43 grains (13 de la zone 1, 14 de la zone 2 et 16 de la zone 3). Dans un premier temps, nous avons vérifié que les traces observées en microscopie correspondaient bien systématiquement à des plans de type {111}.

Prenons par exemple le grain 1 de la zone 1. Dans ce grain, l'orientation EBSD montre que la direction cristallographique normale à la surface est [13 5 14] et celle parallèle à l'axe de RD est [1 -11 3]. Ces deux directions permettent de reconstruire la figure de pôles des axes <111> de la matrice dans le plan (TD, RD) présentée figure A1.6(a). Les directions <111> ont été indexées. Les angles que font les traces des plans (111), $(1\bar{1}1)$, $(\bar{1}11)$ et $(11\bar{1})$ dans le plan (TD, RD) avec la direction de traction TD sont respectivement de 2°, 9°, 63° et 49°. La figure A1.6(b) présente une micrographie optique du grain sur laquelle les joints du grain et les traces des macles ont été surlignées. Ces traces font un angle de $\omega = 48°$ avec TD. Parmi les quatre plans de maclage possible, seul le plan $(11\bar{1})$ peut correspondre, avec un angle $\omega' = 49°$.

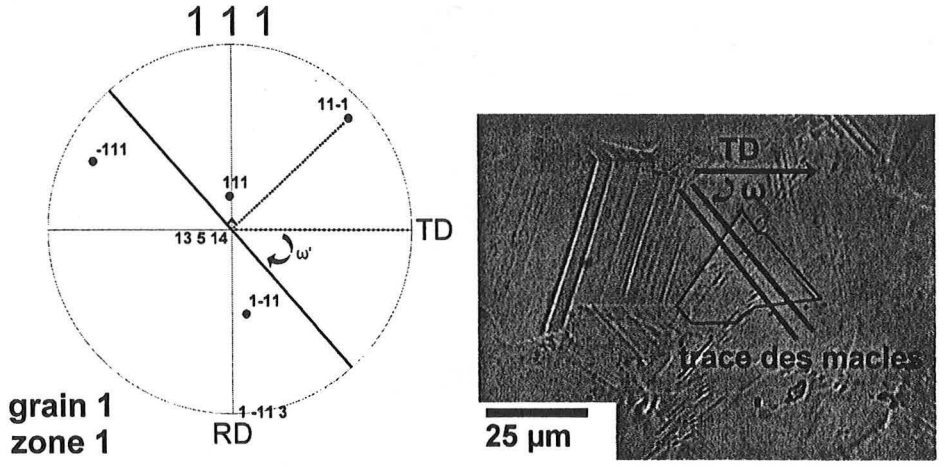


Figure A1.6 : (a) Figure de pôle des directions <111> du grain 1 de la zone 1. L'indexation a été réalisée connaissant la direction normale [13 5 14] au plan (TD, TD) et la direction [1 -11 3] parallèle à RD. (b) Micrographie optique de la zone 1. Le grain 1 et la trace de ces macles ont été surlignés. L'angle entre cette trace et la direction de traction parallèle à TD est noté ω. Par comparaison, seul le plan de maclage $(11\bar{1})$ permet d'obtenir un angle ω' équivalent. Dans ce cas, $\omega = 48°$ et $\omega' = 49°$.

La figure A1.7 montre la corrélation obtenue entre les valeurs absolues des angles ω, mesurés sur les micrographies, et ω' déterminés par EBSD pour les 43 grains de l'étude. La bonne corrélation entre les deux mesures montre que les cartographies et les micrographies sont correctement orientées les unes par rapport aux autres et que la sélection du plan de maclage parmi les quatre possibles se fait sans ambiguïté. Cette mesure sur une quarantaine de grains montre que la trace des macles fait un angle minimum de 25° avec la direction de traction.

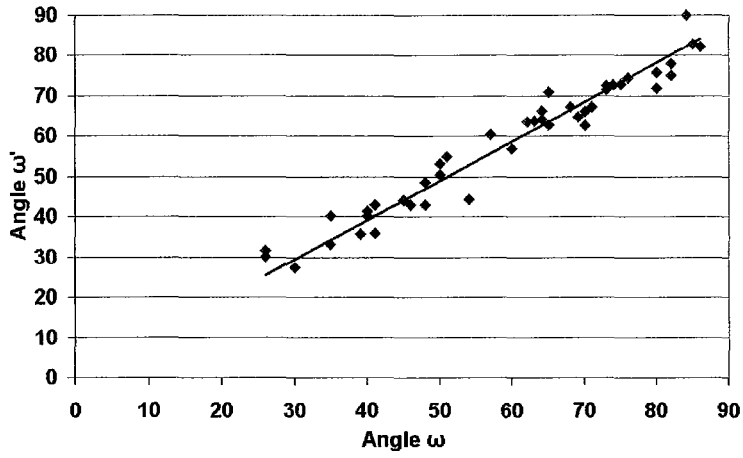


Figure A1.7 : Corrélation entre les angles ω, mesurés sur les micrographies, et ω' déterminés par EBSD.

Le problème pour vérifier la loi de Schmid est que les micrographies ne permettent pas de déterminer les plans de maclage mais pas les directions (de type <112>), indispensable pour calculer le facteur de Schmid de chaque système. Cette information serait accessible si la morphologie du relief était connue avec précision par microscopie en champ proche par exemple. Cette technique a déjà été employée avec succès dans le cas de monocristaux de Cu-Al [Coupeau *et al.* 99].

Pour palier ce manque, la stratégie adoptée consiste à vérifier de manière statistique si le facteur de Schmid maximum, calculé connaissant l'orientation d'un grain est bien obtenu pour un des systèmes appartenant au plan de maclage connaissant sa trace en surface. Si la loi de Schmid n'est pas vérifiée, un taux de corrélation de 25 % seulement devrait être obtenu, par contre si la loi est vérifiée, ce taux doit s'approcher de 100 %.

Le facteur de Schmid *ms* est calculé pour les 24 systèmes de maclage possible du grain, sans tenir compte de la nature intrinsèque ou extrinsèque des macles. Il dépend de l'angle χ entre le plan {111} du système considéré et TD, et de l'angle λ entre la direction <112> appartenant à ce plan et TD :

$$ms = sin(\lambda)cos(\chi) \qquad \text{(A1.1)}$$

Par exemple pour le grain de la zone 1 précédent, les facteurs de Schmid maximaux calculés dans les plans (111), $(1\bar{1}1)$, $(\bar{1}11)$ et $(11\bar{1})$ sont respectivement 0,01, 0,1, 0,42 et 0,49. Dans ce grain, le plan de maclage $(11\bar{1})$ observé en surface contient bien le système ayant le plus fort facteur de Schmid.

La figure A1.8 compare le facteur de Schmid maximal des systèmes appartenant au plan de maclage observé en surface au facteur de Schmid maximal parmi tous les systèmes possibles dans les 43 grains considérés. Le taux de vérification obtenu est de 86 % (37 grains sur 43).

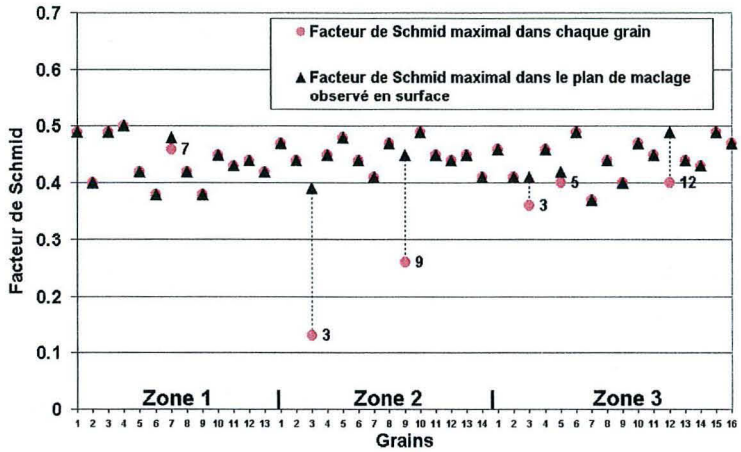


Figure A1.8 : Corrélation entre le facteur de Schmid maximal des systèmes de maclage de chaque grain et le facteur de Schmid maximal des systèmes du plan observé en surface. Les numéros des grains ne vérifiant pas le critère sont indiqués.

Conclusion

Cette annexe propose une méthode originale pour vérifier la validité de la loi de Schmid pour les systèmes de maclage, méthode développée grâce à des progrès techniques récents en microscopie électronique.

Les premiers résultats de cette étude montrent que les macles du système primaire apparaissent dans la grande majorité des cas sur un plan contenant le système ayant le plus fort facteur de Schmid. Ce résultat démontre de manière statistique la validité de la loi de Schmid pour les systèmes de maclage. Toutefois, ce résultat demande à être confirmé sur d'autres zones afin d'augmenter le nombre de grains considérés dans la statistique.

Cette étude a été menée pour les macles du premier système activé. La loi de Schmid a également été utilisée dans notre modèle pour les macles du système secondaire. La même

démarche expérimentale pourrait être utilisée pour ces systèmes avec une difficulté plus grande d'observation en microscopie optique.

Annexe 2 : Essais de cisaillement plan sur la nuance 22Mn0,6C-GG

Introduction

Des essais de cisaillement plan [Rauch 88][Gaspérini *et al.* 96] ont été réalisés sur la nuance 22Mn0,6C-GG pour étudier l'influence d'un autre type de chargement sur les propriétés de la nuance. L'objectif est de vérifier que l'absence de pression de hydrostatique ne modifie pas de façon significative le comportement mécanique de l'alliage à température ambiante, les macles n'induisant aucune variation de volume (contrairement aux transformations martensitiques). Ces résultats fournissent aussi des données expérimentales supplémentaires sur lesquelles le modèle de prévision de propriétés mécaniques pourra être testé à terme.

Les essais ont été conduits au laboratoire de Génie Physique et Mécanique des Matériaux (GPM2) de Grenoble avec l'aide d'Edgar Rauch. Dans une première partie, le dispositif expérimental et le protocole suivi seront présentés. Ces essais demandent un post-traitement particulier afin de pouvoir interpréter les résultats et de pouvoir les comparer avec les essais de traction. Ces techniques seront détaillées dans une seconde partie. Enfin les résultats seront présentés et discutés.

Protocole expérimental

Les échantillons utilisés sont tirés des chutes de découpe laser des éprouvettes de traction et se présentent sous la forme de parallélogrammes de dimension : 24,7 mm x 17,5 mm x 0,7 mm environ. Les deux côtés du parallélogramme insérés dans les mors sont bruts de découpe laser et les deux cotés latéraux ont été découpés à l'électroérosion et polis finement comme le montre la figure A2.1. Des traits parallèles ont été gravés sur les échantillons perpendiculairement à la direction de cisaillement, afin de déterminer la valeur du cisaillement après essai.

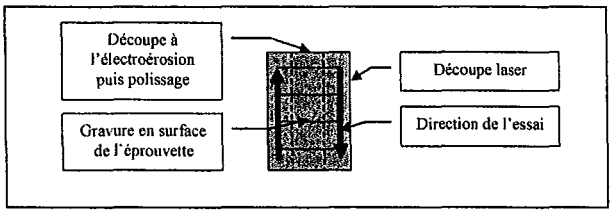


Figure A2.1 : Schéma de l'éprouvette utilisée. Les longueurs ont été découpées au laser et les largeurs à l'électroérosion. Seuls les bords découpés à l'électroérosion font partie de la zone utile, délimitée par des tirets. Quatre gravures parallèles permettent de mesurer le cisaillement post-mortem.

Le dispositif de cisaillement est monté sur une machine de traction classique. L'échantillon est fixé sur des mors rainurés mobiles. Le serrage d'un mors est assuré par trois boulons à 15 $N.m^{-1}$. Le déplacement des deux côtés de l'échantillon l'un par rapport à l'autre est suivi par un LVDT mécanique. La vitesse de déplacement de la traverse est constante à 7 10^{-3} $mm.s^{-1}$. Chaque essai est suivi d'une décharge lente.

En fin d'essai, le cisaillement au niveau de chaque gravure est mesuré à l'aide d'un micromètre optique. Ces mesures permettent de calculer directement le glissement γ, sachant que :

$$\gamma = tan(\theta) \tag{A2.1}$$

avec θ l'angle de cisaillement (cf. figure A2.2). Sept essais interrompus à différents taux de cisaillement ont été réalisés. Ces différents taux de cisaillement correspondent à des déplacements u des mors l'un par rapport à l'autre, respectivement de 0,33 / 0,66 / 1 / 1,5 / 2 / 2,6 / 3,2 mm pour les sept essais.

Post-traitement des essais

L'espacement entre les mors reste constant au cours de la déformation et égal à l_m = 3 mm. Toutefois durant l'essai, l'éprouvette se déforme légèrement sous ces mors. La contribution au déplacement total mesuré est assez significative pour ne pas être négligée. La largeur de la zone utile augmente donc avec la déformation. La principale difficulté est donc de déterminer expérimentalement la largeur de cette zone.

La largeur utile calculée post-mortem sera appelée « largeur efficace » et dénommée l_e par la suite. L et e sont la longueur et l'épaisseur de la partie utile respectivement et sont considérées constantes. Pour chaque échantillon, 4 mesures de θ ont été réalisées pour déterminer un angle de cisaillement moyen θ^m. La figure A2.2 récapitule l'ensemble des repères géométriques utilisés.

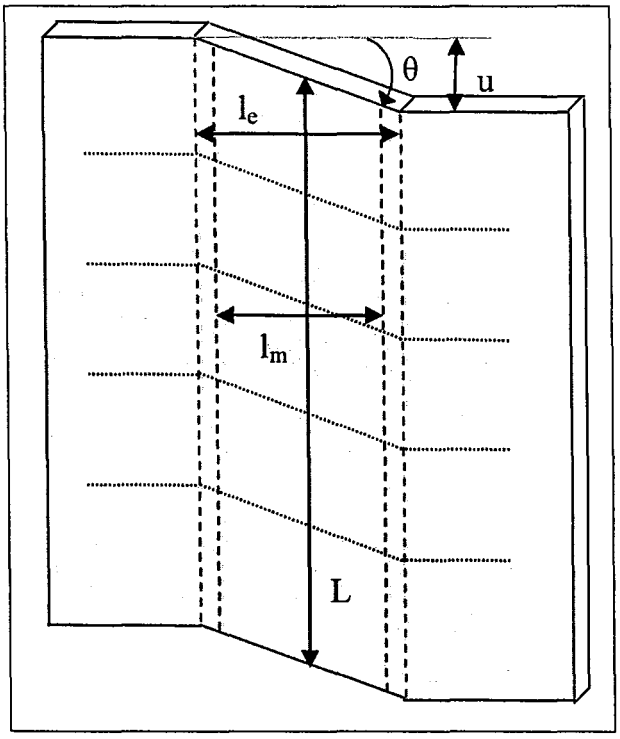


Figure A2.2 : Représentation schématique d'une éprouvette déformée, pour un déplacement final u. L est la longueur de la partie utile, l_e la largeur efficace de la partie utile, l_m correspond à l'espacement entre les empreintes des mors et θ est l'angle de cisaillement.

Connaissant le déplacement total u pour chaque échantillon en fin d'essai, l_e est égale à :

$$l_e = \frac{u}{tan(\theta^m)} \tag{A2.2}$$

Cette valeur a été déterminée pour les 7 essais et donc pour différents déplacements u. Les résultats sont représentés sur la figure A2.3. Généralement, la largeur efficace prise en compte est la moyenne de ces différentes mesures mais nous proposons d'interpoler ces résultats par une fonction sigmoïdale $l_{eff}(u)$ valable sur tout le domaine de déplacement. En début de déformation, la largeur efficace est égale à l'espacement entre les mors, donc $l_{eff}(0)=l_m$. Après ajustement des paramètres, la fonction s'écrit :

$$l_e = l_{eff}(u) = l_m + 0.77\left(1 - e^{\left(0.47\ u^{2.11}\right)}\right) \tag{A2.3}$$

Cette approche permet d'améliorer significativement la précision des résultats. La fonction après ajustement est tracée sur la figure A2.3.

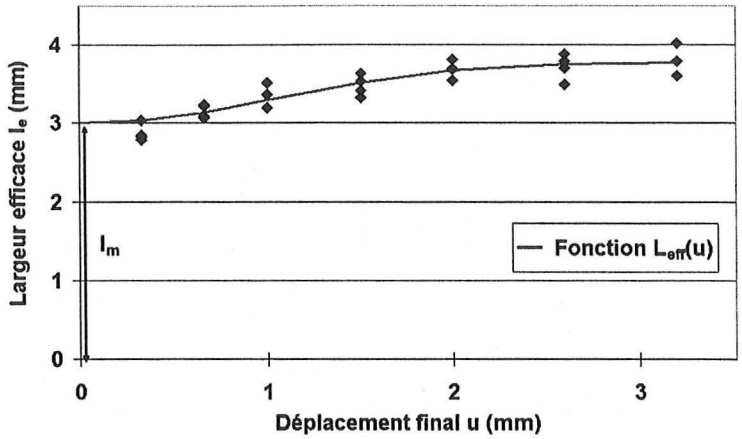


Figure A2.3 : Largeur efficace l_e calculées d'après l'équation A2.2 à partir des 4 mesures expérimentales de θ par échantillon pour différentes valeurs de déplacement final u. La courbe représente la fonction d'interpolation l_{eff} définie équation (A2.3).

Une autre inconnue du problème est l'inhomogénéité de la déformation dans la partie utile. Seule la partie centrale de la zone utile est sollicitée en cisaillement pur. Les effets de cette hétérogénéité sont particulièrement visibles sur les bords de l'éprouvette. La figure A2.4 montre les clichés des éprouvettes après déformation. Les bords de la zone utile présentent une courbure caractéristique indiquant que le cisaillement n'est pas plan au niveau de la surface libre. Ces effets de bords sont moyennés dans le calcul de θ_m.

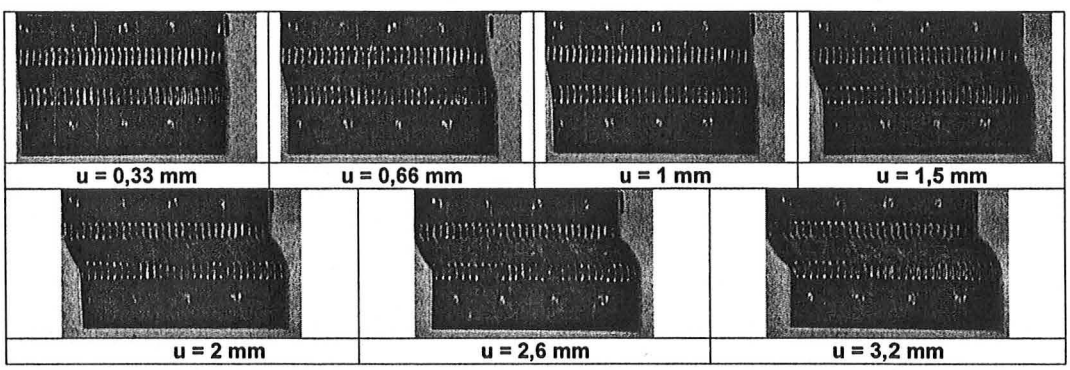


Figure A2.4 : Clichés des 7 éprouvettes après essais. Le déplacement final est indiqué pour chaque cliché. L'inhomogénéité de la déformation est visible sur les bords de l'éprouvette (courbure).

Les résultats expérimentaux sur le déplacement u et sur la force F appliquée sont traités pour obtenir la cission τ en fonction du glissement γ.

$$\tau = \frac{F}{L\,e} \tag{A2.4}$$

$$\gamma = \frac{u}{l_e} = \frac{u}{l_{eff}(u)} \tag{A2.5}$$

Les courbes contrainte vraie / déformation vraie équivalente sont obtenues par homothétie selon les deux axes :

$$\sigma_{vraie} = \sqrt{3}\tau \quad \text{(A2.6)}$$

$$\varepsilon_{vraie} = \frac{\gamma}{\sqrt{3}} \quad \text{(A2.7)}$$

Résultats et discussion

La vitesse de déformation équivalente a été évaluée post-mortem à 8 10^{-4} s^{-1}. La figure A2.5 représente les courbes expérimentales contrainte vraie / déformation vraie équivalentes des 7 échantillons précédents. La courbe de traction de la nuance 22Mn0,6C-GG à température ambiante a été rappelée. La vitesse de déformation pour cet essai est de 7 10^{-4} s^{-1}. Etant donné la faible sensibilité à la vitesse de déformation de l'alliage (cf. chapitre III), les courbes peuvent être comparées en l'état.

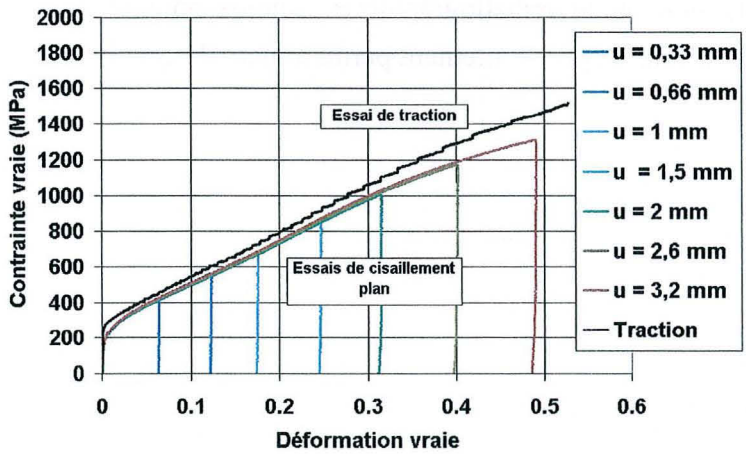


Figure A2.5 : Courbes contrainte vraie / déformation vraie équivalentes pour les essais de cisaillement interrompus et courbe de traction de la nuance 22Mn0,6C-GG à température ambiante.

Aucun des échantillons n'a montré de signes d'amorce de rupture ni glissé dans les mors de serrage. Les différentes courbes se superposent à tous les niveaux de déformation ce qui montre la reproductibilité de l'expérience.

Les courbes de cisaillement simple et de traction simples présentent des différences sensibles, mais l'allure générale et les courbures sont quasiment identiques. Les mécanismes de déformation sont donc identiques ; le maclage est nécessairement activé pour atteindre ces niveaux de contraintes. L'absence de pression hydrostatique n'influe donc pas ou peu sur ce

mécanisme de déformation. Les sauts de contrainte caractéristiques dans le cas de la traction simple ne sont pas visibles dans le cas du cisaillement. Cette absence est attribuée à la sensibilité de la cellule et à la mollesse du dispositif expérimental.

Les niveaux de contraintes atteints sont moins élevés dans le cas du cisaillement (diminution de 150 MPa à 50 % de déformation). Le taux d'écrouissage moyen est donc plus faible sous ce type de chargement. La limite élastique est moins bien définie mais les courbes de traction et de cisaillement se superposent au début de la déformation. La divergence des courbes intervient au-delà de 10 % de déformation vraie équivalente.

Cette diminution du taux d'écrouissage peut avoir différentes origines. Les hypothèses envisagées sont :

- des textures de déformation différentes,
- la non prise en compte des rotations pour le calcul de la contrainte et de la déformation équivalente,
- une cinétique de maclage différente, et en particulier une activation moins forte des systèmes de maclages secondaires.
- Seuls une étude métallographique (microscopie et RX) et des calculs plus poussés lors du post-traitement permettraient de conclure.

INSTITUT NATIONAL
POLYTECHNIQUE
DE LORRAINE

AUTORISATION DE SOUTENANCE DE THESE DU DOCTORAT DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

o0o

Service Commun de la Documentation
INPL
Nancy-Brabois

VU LES RAPPORTS ETABLIS PAR :
Monsieur Luc RÉMY, Directeur de Recherche, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, Evry

Monsieur Pascal JACQUES, Chercheur, PCIM, Université Catholique de Louvain, Belgique

Le Président de l'Institut National Polytechnique de Lorraine, autorise :

Monsieur ALLAIN Sébastien

NANCY BRABOIS
2, AVENUE DE LA
FORET-DE-HAYE
BOITE POSTALE 3
F - 54501
VANŒUVRE CEDEX

à soutenir devant un jury de l'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE, une thèse intitulée :

« **Caractérisation et modélisation thermomécaniques multi-échelles des mécanismes de déformation et d'écrouissage d'aciers austénitiques à haute teneur en manganèse – application à l'effet TWIP** »

en vue de l'obtention du titre de :

DOCTEUR DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

Spécialité : « **Science et Ingénierie des Matériaux** »

Fait à Vandoeuvre, le 29 janvier 2004

Le Président de l'I.N.P.L.,

L. SCHUFFENECKER

Service Commun de la Documentation
INPL
Nancy-Brabois

TEL. 33/03.83.59.59.59
FAX. 33/03.83.59.59.55

Les aciers austénitiques FeMnC à haute teneur en manganèse ont une faible énergie de défaut d'empilement (EDE). Ils se déforment donc par glissement, mais aussi par maclage ou par transformation martensitique ε. Le modèle thermochimique développé, incluant la transition magnétique de Néel, détermine l'EDE et les mécanismes de déformation activés en fonction de la température et de la composition.

Les essais de traction réalisés sur des nuances Fe22Mn0,6C et 1,0C de 77 K à 673 K montrent que l'allongement homogène est contrôlé par le taux d'écrouissage, en accord avec le critère de Considère. Le meilleur compromis allongement / résistance est obtenu à 298 K quand le maclage est activé (effet TWIP). A haute température, l'écrouissage latent seul conduit à un allongement et une résistance mécanique faibles. A basse température, la transition martensitique ε se substitue au maclage, le glissement est thermiquement activé et la résistance mécanique est maximale.

A 298 K, l'étude MET montre que le maclage se produit sous forme de faisceaux de micromacles qui sont des obstacles forts au glissement. Leur épaisseur a été déterminée par simulation 2D à l'échelle des dislocations. A l'échelle des grains, deux systèmes de maclage sécants sont activés séquentiellement. Seule l'activation du second système vers 15 % de déformation contribue efficacement à l'écrouissage en réduisant le libre parcours moyen des dislocations mobiles.

Un modèle de plasticité polycristalline à loi de transition d'échelle simple est proposé. Le comportement viscoplastique de chaque grain est calculé à partir des densités de dislocations stockées sur chaque système de glissement. L'activation de deux systèmes de maclage est contrôlée par une loi de Schmid et induit une réduction du libre parcours moyen des systèmes de glissement sécants. Le modèle reproduit avec une très bonne corrélation le lien entre la microstructure de maclage et les propriétés mécaniques.

Multiscale characterization and modeling of the thermomechanical deformation and hardening mechanisms of high manganese austenitic steels - Focus on the TWIP effect

The high manganese austenitic steels have a low stacking fault energy (SFE). Their plastic deformation is achieved by slip, but also by twinning or by ϵ martensitic transformation. Our thermochemical modeling including the Néel magnetic transition determines the value of the SFE and the deformation mechanisms activated as a function of the temperature and the composition.

Tensile tests performed on Fe22Mn0.6C and 1.0C grades between 77 K and 673 K show that the homogeneous elongation is controlled by the work hardening rate through Considère's criterion. The best compromise between elongation and tensile strength is obtained at 298 K when twinning is activated (TWIP effect). At high temperature, the mere latent hardening leads to a low elongation and tensile strength. At low temperature, twinning is replaced by the ϵ martensitic transformation, gliding is thermally activated and the tensile strength is maximal.

At 298 K, the TEM study reveals that twinning occurs by formation of microtwins gathered into stacks which are strong obstacles for dislocation gliding. Their thickness is determined by a 2D simulation at the scale of the dislocations. At the scale of the grains, two secant twinning systems are sequentially activated along with strain. Only the second twinning system, which appears at about 15 % strain, contributes efficiently to work hardening by reducing the mean free path of mobile dislocations.

A crystal plasticity framework which is based on simple scale transition laws has been developed. The viscoplastic behavior of each grain depends on the dislocation densities stored on each slip system. The activation of two twinning systems is triggered by a Schmid law and leads to a rapid decrease of the mean free path for the secant slip systems. The model well reproduces the link between the twinning microstructure and the mechanical properties.

Discipline : Science et Ingénierie des Matériaux

Mots clés : Fe-Mn-C, énergie de défauts d'empilement, maclage mécanique, transformation martensitique, écrouissage, plasticité polycristalline, émission acoustique

Laboratoire de Physique des Matériaux, UMR CNRS 7556, École des Mines de Nancy,
Parc de Saurupt, 54042 Nancy Cedex