



HAL
open science

Affinement de microstructures de métaux par des déformations plastiques extrêmes

Arnaud Pougis

► **To cite this version:**

Arnaud Pougis. Affinement de microstructures de métaux par des déformations plastiques extrêmes. Autre. Université de Lorraine, 2013. Français. NNT : 2013LORR0332 . tel-01750798

HAL Id: tel-01750798

<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01750798>

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.



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>

THÈSE

Pour l'obtention du titre de
DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE LORRAINE

Spécialité : Sciences des Matériaux

présentée par

Arnaud POUGIS

Affinement de microstructures de métaux par des déformations plastiques extrêmes

soutenue publiquement le 23 septembre 2013 à Metz devant le jury composé de :

Matthew Barnett	Deakin University, Australia	Rapporteur
Yannick Champion	ICMPE, France	Rapporteur
Carlos Tomé	Los Alamos National Laboratory, U.S.A.	Examineur
Xavier Sauvage	Université de Rouen, France	Examineur
Werner Skrotzki	TU Dresden, Germany	Examineur
László Tóth	Université de Lorraine, France	Directeur de thèse
Olivier Bouaziz	ArcelorMittal Research, France	Co-directeur de thèse
Roxane Massion	Université de Lorraine, France	Invitée
Benoît Beausir	Université de Lorraine, France	Invité
Sylvain Philippon	ENIM, France	Invité
David Barbier	ArcelorMittal Research, France	Invité

Remerciements

Ce travail a été réalisé au sein du Laboratoire d'Étude des Microstructures et de Mécanique des Matériaux (LEM3) à Metz et du centre ArcelorMittal Research de Maizières-lès-Metz. J'adresse mes remerciements à mes directeurs de thèse, Lászlo Tóth et Olivier Bouaziz pour leur confiance et la liberté dont j'ai pu profiter durant cette étude.

Je remercie Matthew Barnett et Yannick Champion qui m'ont fait l'honneur d'être rapporteur. Merci également à Carlos Tomé, Xavier Sauvage et Werner Skrotzki d'avoir accepté d'examiner ce travail.

Je souhaite exprimer toute ma reconnaissance à Jean-Jacques Fundenberger sans qui ces trois ans n'auraient pu aboutir. Merci pour vos conseils et discussions sur la mécanique, les matériaux, l'expérimental en général, les mesures RX, la programmation... Bref pratiquement tout.

Je ne peux poursuivre sans remercier les membres permanents du LEM3, du centre ArcelorMittal et de l'ENIM et tout particulièrement David Barbier, Benoit Beausir, Bernard Bolle, Laurent Chapuis, Laurent Faure, Nathalie Gey, Roxane Massion, Olivier Perroud et Sylvain Philippon.

Je remercie également le personnel technique et administratif du LEM3 et plus particulièrement les informaticiens Guillaume, Julien, Sylvain et Boris, qui m'ont plus d'une fois sauvés face à un pc sauvage.

Tout au long de ces années, j'ai eu beaucoup de plaisirs à partager ces moments avec les thésards dont Cécile, Elodie, Yu, Julien, Maxime, Haithem, Amandine, Alban, Laurent, Youssef ...

Remerciements

Je tiens à remercier Vincent Lemiale, Yuri Estrin et Rimma Lapovok du CSIRO et Monash University pour m'avoir poussé dans la marmite et engagé dans la voie de la recherche.

Je remercie fortement mes parents et mon frère pour leur soutien et leur confiance qu'ils me témoignent au quotidien.

Enfin, mon dernier remerciement et non des moindres, à Magali d'avoir été à mes côtés durant ces années, d'avoir subi les moments de stress plus difficiles.

Je ne peux terminer ces remerciements sans un petit mot pour Maurice, le cygne, avec qui nous avons partagé de nombreux moments et surtout du pain...

à Jackie

Table des matières

Introduction	1
Chapitre 1 Bibliographie	7
1.1 Procédés d'affinement des microstructures.....	8
1.1.1 Equal Channel Angular Extrusion	8
1.1.2 High Pressure Torsion	10
1.1.3 Autres procédés d'hyperdéformations.....	12
1.1.4 Procédés pour échantillons tubulaires.....	12
1.2 Structure des matériaux à grains ultrafins	15
1.2.1 Effet de la déformation imposée.....	16
1.2.2 Effet de la température sur l'affinement	17
1.2.3 Effet de la vitesse de déformation sur l'affinement.....	20
1.3 Propriétés des matériaux à grains ultrafins	22
1.3.1 Propriétés mécaniques.....	22
1.3.2 Autres propriétés	25
1.4 Modélisations du comportement plastique d'un polycristal.....	27
1.4.1 Cinématique du glissement.....	28
1.4.2 Les critères d'écoulement	29
1.4.3 L'écroutissage et les différents stades de la déformation.....	32
1.4.4 Comportement du polycristal : modèles de changement d'échelle	33
1.5 Fragmentation des grains	36
1.5.1 La formation de cellules de dislocations	36
1.5.2 Modélisations des mécanismes impliqués dans les procédés SPD	37
1.6 Références	44

Chapitre 2 Moyens expérimentaux mis en œuvre	55
2.1 Conception d'un dispositif High Pressure Tube Twisting	56
2.1.1 Définition du besoin	56
2.1.2 Analyse de l'existant	58
2.1.3 Le procédé HPTT.....	59
2.1.4 Solutions technologiques.....	65
2.1.5 Résultats expérimentaux.....	71
2.2 Frottement sec aux hautes pressions apparentes.....	74
2.2.1 Introduction au frottement de glissement	74
2.2.2 Montage expérimental	77
2.2.3 Résultats et discussion.....	84
2.2.4 Conclusion.....	95
2.3 Références	97
Chapitre 3 Modélisation du procédé HPTT.....	101
3.1 Étude analytique du procédé HPTT	102
3.1.1 Calcul de grandeurs moyennes.....	102
3.1.2 Gradient de contrainte et déformation.....	105
3.1.3 Conclusion.....	115
3.2 Modélisation simple par éléments finis	116
3.2.1 Validation de l'élément CGAX4R	116
3.2.2 Comparaison entre le modèle analytique et EF	119
3.2.3 Conclusion.....	122
3.3 Modélisation complète du procédé	123
3.3.1 Présentation du modèle	123
3.3.2 Remaillage	125
3.3.3 Résultats	129
3.4 Conclusion	137
3.5 Références	138
Chapitre 4 Résultats expérimentaux sur l'acier IF (Interstitial-Free).....	141
4.1 Méthodes d'investigation microstructurales	142
4.1.1 La technique EBSD.....	142
4.1.2 Mesures de textures par diffraction de rayons X.....	143
4.1.3 Essais mécaniques.....	147
4.2 Analyse microstructurale	149

4.2.1	Les microstructures	149
4.2.2	Comparaison des tailles de grains	157
4.2.3	Comparaison des axes de désorientation.....	161
4.3	Analyse de texture.....	165
4.4	Comportement mécanique	172
4.4.1	Mesures de dureté.....	172
4.4.2	Essais de compression	174
4.5	Conclusion.....	177
4.6	Références	178
Chapitre 5 Affinement de la microstructure		181
5.1	Modélisation de l'affinement de la microstructure	182
5.1.1	Principe.....	182
5.1.2	Cas d'une orientation.....	186
5.1.3	Modélisation d'un polycristal	194
5.2	Taille limite de grain	202
5.2.1	Effet de la vitesse de déformation.....	202
5.2.2	Saturation de la contrainte d'écoulement.....	204
5.3	Conclusion.....	220
5.4	Références	221
Conclusions générales		225
Annexe A Mise en forme de matériaux UFG.....		229
A.1	Principe	229
A.2	Résultats	232
A.3	Conclusion.....	236
A.4	Références	237
Annexe B Détermination des axes de désorientations.....		239
B.1	Définition	239
B.2	Exemple.....	240
Annexe C Mesures de texture à incidence constante		243
C.1	Introduction	243
C.2	Principe	244
C.3	Vérification.....	246

C.4 Conclusion	249
C.5 Références	251
Annexe D Calcul de température dans HPTT.....	253
D.1 Conditions adiabatiques	253
D.2 Régime permanent.....	254
Annexe E Mesures de taille de domaine cohérent et de la densité de dislocations par rayons X.....	259
E.1 Principe.....	259
E.2 Mesures et résultats	261
E.3 Références	265

Introduction

Choisir la matière dans laquelle un objet va être réalisé, est l'une des plus importantes phases de travail du concepteur. Le choix des matériaux de structure dépend tout particulièrement des sollicitations auxquelles est soumis l'objet. La réponse aux exigences décoratives ou de tenue mécanique est, dans bien des cas, complètement différente. Ce choix s'affine tout au long du processus de conception. La famille (bois, métal, céramique, polymère, composite) est généralement choisie en début de réflexion alors que les définitions techniques (type de métal, nuance, traitement thermique) sont définies plus tard dans le projet.

La pertinence du choix d'un matériau dépend directement de son application ([Ashby et al., 2004](#)). On peut ainsi établir un indice de performance qui va dépendre directement de la sollicitation imposée à la pièce. Par exemple, la figure 0.1a illustre la relation qui existe entre la limite élastique et la densité pour différents métaux et alliages.

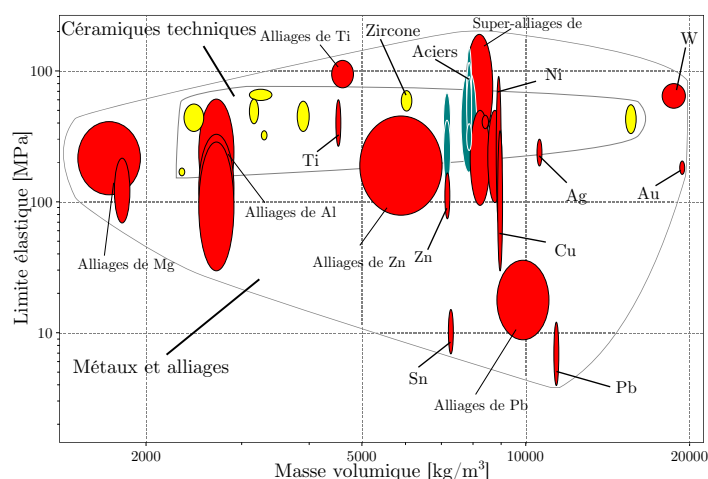


FIG. 0.1 – a) Graphique des propriétés mécaniques résistance – densité et b) indice de performance pour différents métaux et alliages ([Granta Material Intelligence, 2012](#)).

Un matériau peut posséder une haute limite élastique mais être trop dense pour son application. Des indices de performances (Ashby & Bréchet, 2003 - Ashby *et al.*, 2004) sont développés pour les différentes sollicitations et contraintes mécaniques et dépendent des propriétés physiques du matériau (illustrés dans le tableau 0.1).

Géométrie	Sollicitation	Contraintes	Indice de performance	
			Rigidité	Solidité
Poutre	Traction	Longueur fixe	E/ρ	σ_e/ρ
Poutre	Flexion	Forme et longueur fixe	$E^{1/2}/\rho$	$\sigma_e^{2/3}/\rho$
Tube	Torsion	Forme et longueur fixe	$G^{1/2}/\rho$	$\sigma_e^{2/3}/\rho$
Plaque	Flexion	Longueur et largeur fixe	$E^{1/3}/\rho$	$\sigma_e^{1/2}/\rho$

TAB. 0.1 – Indices de performance tabulés.

La limite élastique est un paramètre primordial dans le choix du matériau. En effet, la figure 0.1b illustre l'indice de performance σ_y/ρ pour les métaux et alliages. Tous les matériaux ont un indice différent. Dans cet objectif, il est nécessaire d'améliorer la limite élastique pour obtenir des matériaux plus performants. Le second objectif est la réduction des coûts. Pour un indice de performance équivalent, les propriétés mécaniques doivent être améliorées pour diminuer la quantité de matière nécessaire.

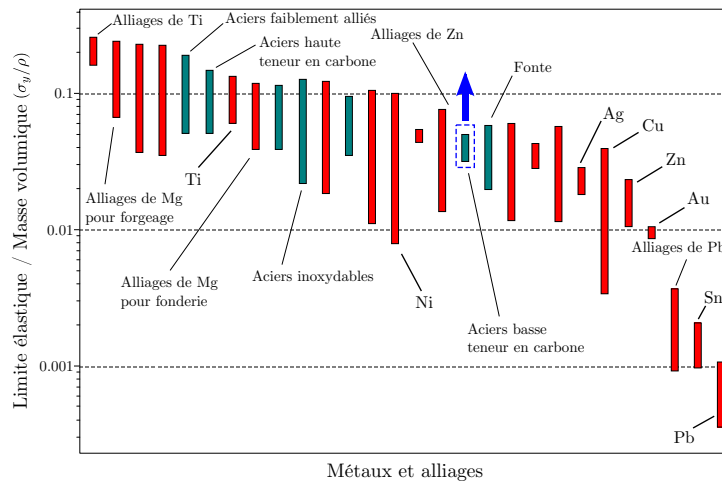


FIG. 0.2 – a) Graphique des propriétés mécaniques résistance – densité et b) indice de performance pour différents métaux et alliages (Granta Material Intelligence, 2012).

La communauté scientifique, aussi bien académique qu'industrielle, est sans cesse à la recherche d'améliorations des performances de la matière. De nombreuses possibilités sont à notre disposition afin d'augmenter la limite d'élasticité :

- par atomes en solution solide (ajout d'éléments d'alliages),
- par dispersion intragranulaire de particules de deuxième phase (traitement thermique ou précipitation),
- par écrouissage (déformation plastique),
- par effet de taille de grain (déplacement des dislocations restreint).

Parmi toutes les familles de matériau disponibles, le travail de cette thèse se concentre sur l'étude des métaux et plus particulièrement des aciers à basse teneur en carbone comme l'acier IF (Interstitial-Free) dans le cadre d'une ANR ('Hypertube') en collaboration avec le centre ArcelorMittal Research.

Deux approches permettent d'obtenir des matériaux nanostructurés :

- l'approche bottom-up. Cette approche consiste à aller du plus petit au plus grand. Cela consiste à faire croître des particules nanométriques sur un substrat. Des atomes s'assemblent de différentes manières pour former des nanoparticules sur la surface. Un exemple de cette approche est la technique CVD (Dépôt Chimique en phase Vapeur). Ce type de technique est très utilisée dans le domaine de la micro-électronique (semi-conducteurs).
- l'approche top-down. Contrairement à l'approche bottom-up, cela consiste à aller du plus grand au plus petit. Les structures initiales sont modifiées pour obtenir des nanoparticules. Dans le cas des métaux, les structures observées ne sont pas nanométriques mais tendent à s'en approcher.
- l'approche mixte. Cela consiste à broyer des métaux sous forme de poudre suivi par une opération de consolidation.

L'inconvénient de l'approche bottom-up est que les épaisseurs réalisées sont très faibles et n'est donc pas adaptée à la fabrication de matériaux massifs pour des pièces de structures. De plus, les temps de fabrication sont excessivement longs et incompatibles avec une production industrielle.

L'approche top-down est une voie prometteuse pour l'élaboration de matériaux massifs. Depuis une vingtaine d'années, des procédés de mise en forme par déformation plastique à froid ont été développés pour affiner la microstructure des métaux afin d'obtenir des tailles de grains submicroniques (Valiev *et al.*, 2006 - Verlinden, 2004 - Estrin & Vinogradov, 2013). Ces procédés permettent d'appliquer une déformation plastique intense (supérieure à 1 en déformation vraie) sans modifier la géométrie de la pièce. Les procédés standards de mise en forme entraînent une localisation de la déformation qui ne permet pas d'atteindre de tels taux de déformations. L'application d'une pression hydrostatique de plusieurs GPa sur l'échantillon rend possible les

méthodes d'hyperdéformations. De plus, la pression générée permet un frottement suffisant pour entraîner en rotation l'échantillon. Cela permet notamment d'obtenir des matériaux ayant une limite élastique élevée sans ajout d'éléments d'alliages ou de traitement thermique. En effet, les moyens standards permettant d'obtenir une haute limite élastique (durcissement par effet de solution solide ou par précipitation) modifient la température de transition ductile-fragile et entraînent une détérioration de l'ensemble soudabilité/recyclabilité. L'affinement de grains ferritiques permet donc d'augmenter simultanément la limite d'élasticité et la résilience du matériau.

Un procédé récent, nommé High Pressure Tube Twisting (HPTT), a été développé au sein du laboratoire LEM3. L'objectif de cette étude est de réaliser un dispositif expérimental HPTT permettant d'affiner la microstructure des échantillons tubulaires. La caractérisation des matériaux obtenus est un aspect important de cette étude pour évaluer le gain apporté par un tel procédé. Une modélisation de cet affinement de microstructure doit permettre de mieux comprendre les mécanismes intervenant.

Ce mémoire est divisé en cinq chapitres.

Le premier chapitre est consacré à un état de l'art des différents procédés de grandes déformations (SPD processes – Severe Plastic Deformation processes). Une vue d'ensemble des microstructures et des propriétés de ces matériaux est proposée. Un ensemble des définitions et théories sont exposées pour une meilleure compréhension du présent travail. Ensuite, une brève description des mécanismes intervenant dans la fragmentation des grains durant les procédés de grandes déformations est abordée.

Le deuxième chapitre a pour objectif de présenter les moyens expérimentaux mis en œuvre dans ce travail pour étudier la fragmentation des grains. Dans un premier temps, la conception et réalisation du dispositif HPTT que nous avons développé est traité. Les solutions technologiques choisies sont détaillées. Puis, un second dispositif que nous avons conçu est exposé. Il permet de caractériser le comportement en frottement sous hautes pressions à l'interface outil-échantillon. Ces résultats sont proposés pour des échantillons d'acier.

Le troisième chapitre permet de modéliser le procédé HPTT. L'état de déformation dans l'échantillon est étudié car il permet de suivre la fragmentation des grains. Une modélisation analytique basée sur des principes simples est exposée dans un premier temps. Ensuite, une modélisation plus complexe par éléments finis permet d'identifier les paramètres importants impliquant une déformation hétérogène dans l'échantillon.

Le quatrième chapitre a pour objectif de détailler les résultats expérimentaux obtenus au travers du procédé HPTT. L'état de la microstructure est observé par microscopie

électronique. Les textures cristallographiques macroscopiques sont comparées aux textures locales. Enfin, le comportement mécanique des tubes nanostructurés est étudié.

Le cinquième chapitre a pour objectif de modéliser l'affinement de la microstructure. Dans un premier temps, nous nous intéressons à la taille limite de grain. Enfin, un modèle d'affinement de grain basé sur un code de Taylor est présenté.

Références

ASHBY M.F. & BRÉCHET Y. (2003), « *Designing hybrid materials* ». Acta Materialia, Vol. 51 (19) pp. 5801–5821.

ASHBY M.F., BRÉCHET Y., CEBON D. & SALVO L. (2004), « *Selection strategies for materials and processes* ». Materials & Design, Vol. 25 (1) pp. 51–67.

ESTRIN Y. & VINOGRADOV A. (2013), « *Extreme grain refinement by severe plastic deformation: A wealth of challenging science* ». Acta Materialia, Vol. 61 (3) pp. 782–817.

GRANTA MATERIAL INTELLIGENCE (2012), « *Granta CES EduPack* ».

VALIEV R.Z., ESTRIN Y., HORITA Z., LANGDON T.G., ZEHETBAUER M.J. & ZHU Y.T. (2006), « *Producing Bulk Ultrafine-Grained Materials by Severe Plastic Deformation* ». JOM, Vol. 58 (4) pp. 33–39.

VERLINDEN B. (2004), « *Severe Plastic Deformation of metals* ». Proc. 2nd International Conference on Deformation Processing and Structure of Materials, pp. 3–18.

Chapitre 1

Bibliographie

Sommaire

1.1	Procédés d'affinement des microstructures	8
1.2	Structure des matériaux à grains ultrafins	15
1.3	Propriétés des matériaux à grains ultrafins.....	22
1.4	Modélisations du comportement plastique d'un polycristal.....	27
1.5	Fragmentation des grains.....	36
1.6	Références.....	44

Ce chapitre a pour objectif de présenter l'état de l'art dans le domaine des procédés aux grandes déformations. La première partie permettra d'introduire quelques-uns de ces principaux procédés. Nous poursuivrons par les différentes microstructures obtenues avec ces méthodes ainsi que les propriétés mécaniques obtenues. Nous continuerons par une brève présentation des différents modèles polycristallins. Pour finir, quelques modèles décrivant l'affinement de la microstructure à travers les procédés de grandes déformations seront décrits.

Etant donné l'étendue des données dans ce domaine, de nombreuses approches seront abordées mais nous mettrons en exergue certains points utiles à la suite de l'étude ou importants à mes yeux.

1.1 Procédés d'affinement des microstructures

Au regard des techniques permettant d'affiner la microstructure, les procédés à grandes déformations plastiques (Severe Plastic Deformation – SPD) sont particulièrement attractifs. L'affinement de grains est possible pour des matériaux massifs qui permettraient des applications industrielles. Les tailles de grains obtenus avec ces procédés sont comprises entre 200 nm et 1 μm .

Les premiers travaux ont été réalisés par Bridgman (1943), Langford & Cohen (1969), et Rack & Cohen (1970) où des aciers soumis à de très importantes déformations combinés à de grandes pressions hydrostatiques ont subi un affinement de leur microstructure (200-500 nm).

Les deux principales caractéristiques des procédés de SPD sont :

- de grandes déformations appliquées à l'échantillon ne changeant pas sa forme initiale.
- une pression hydrostatique imposée (définie par $\sigma_h = \sigma_{ii}/3$ où σ_{ii} est la partie symétrique du tenseur des contraintes). Cette dernière joue deux rôles : (i) assure un contact/frottement suffisant entre les outils et l'échantillon pour appliquer la déformation (dans des procédés SPD pilotés par frottement) et (ii) permet de confiner l'échantillon pour éviter une localisation de la déformation qui entrainerait la rupture du matériau.

Dans cette partie, nous nous intéresserons à la description brève des procédés les plus couramment utilisés.

1.1.1 Equal Channel Angular Extrusion

Le procédé Equal Channel Angular Extrusion (ECAE) a été initialement développé par Segal (1974). Il est aujourd'hui un des procédés les plus utilisés pour l'étude des matériaux à grains ultrafins.

Un échantillon, à section carrée ou circulaire, est inséré dans un canal coudé (figure 1.1). Généralement, les sections rectangulaires ont une dimension de 10×10 mm ou 20×20 mm. La déformation équivalente, au sens de von Mises, appliquée à l'échantillon dépend principalement de l'angle formé par les deux canaux et peut être définie par la formule développée par Iwahashi *et al.* (1996) :

$$\varepsilon_{eq} = \left(\frac{N}{\sqrt{3}} \right) \left[2 \cot \left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) + \psi \csc \left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) \right] \quad (1.1)$$

où N est le nombre de passe, ϕ est l'angle du coude et ψ l'angle extérieur. Usuellement, ϕ est égal à 90° pour obtenir une déformation importante. On obtient donc $\varepsilon_{eq} = 1.15$ pour $\phi = 90^\circ$ et $\psi = 0^\circ$.

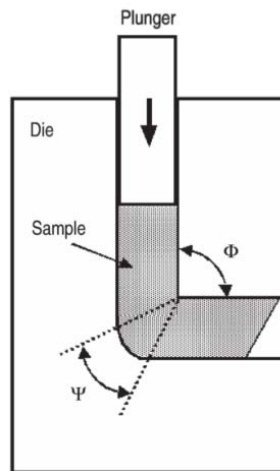


FIG. 1.1 – Principe d'ECAE (Valiev *et al.*, 2006).

L'échantillon en sortie de canal possède la même géométrie qu'avant déformation, sauf une déformation de l'extrémité si une contre pression n'est pas appliquée pour l'aplatir. Ce processus peut donc être répété pour atteindre des déformations très importantes et ainsi obtenir une taille de grains très fine. Après chaque passe, l'échantillon peut être tourné dans différentes directions et ainsi modifier le chemin de déformation dans l'échantillon.

Idéalement, la déformation est localisée dans un plan de cisaillement simple situé à l'intersection des deux canaux. Le frottement entre les matrices outils et l'échantillon doit être minimum pour conserver cet état de déformation « parfait ». Il est constaté expérimentalement que la déformation n'est pas totalement homogène et provoque donc une répartition de la taille de grains dans la section de l'échantillon. Pour éviter de trop grandes disparités, il est possible d'appliquer une contre pression pour confiner l'échantillon de manière plus importante (McKenzie & Lapovok, 2010 - McKenzie *et al.*, 2007 - Djavanroodi & Ebrahimi, 2010). L'angle extérieur entre les deux canaux joue aussi un rôle important dans l'application du cisaillement. Quand l'angle extérieur est petit, et en l'absence d'une contre pression, cette zone n'est pas parfaitement remplie. En

revanche, lorsqu'une BP importante est appliquée, une zone morte se développe. Selon l'équation 1.1, la déformation diminue en fonction de cet angle.

Ce procédé peut être réalisé à différentes températures pour favoriser la déformation d'échantillons plus dur (exemple : le titane). La vitesse d'extrusion n'influence que très peu la taille de grains obtenue (Berbon *et al.*, 1999).

Le principal inconvénient de ce procédé est qu'il n'est pas continu. En effet, pour accroître la déformation, il faut réaliser plusieurs passes. Visant à remédier à cet inconvénient, de nombreuses variantes ont été développées, comme présenté sur la figure 1.2. Le procédé ECAP-Conform est prometteur puisqu'il permet d'affiner des produits longs et est donc adapté à l'industrie.

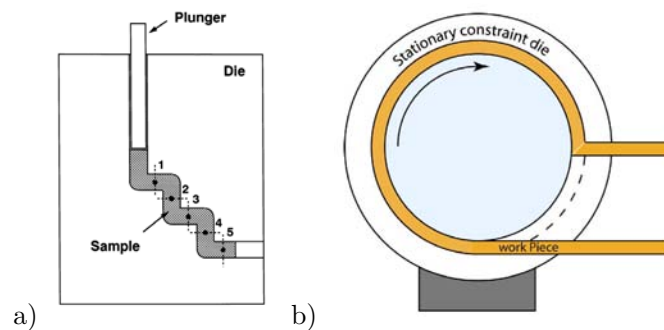


FIG. 1.2 – Schéma du procédé a) ECAP Multi-pass (Nakashima *et al.*, 2000), b) ECAP-Conform (Raab *et al.*, 2004).

1.1.2 High Pressure Torsion

Ce procédé consiste, comme ECAE, à déformer un échantillon par cisaillement sans changement de forme. Les premières études, réalisées par Bridgman (1943), avaient comme objectif l'étude de l'effet du cisaillement combiné à de hautes pressions.

S'inspirant de ces travaux, un procédé d'hyperdéformation nommé High Pressure Torsion a été développé. De nombreuses études ont été réalisées par exemple par Zhorin *et al.* (1982), Smirnova *et al.* (1986), Valiev *et al.* (1988), Zhilyaev *et al.* (2003 - 2008). Ce procédé consiste à placer un échantillon de forme circulaire entre deux matrices : une soumise à une charge et l'autre à une rotation (figure 1.3). Une force axiale permet de mettre l'échantillon sous une pression hydrostatique de l'ordre de plusieurs GPa. Une rotation de la matrice mobile permet de cisailier l'échantillon et ainsi d'affiner sa microstructure. Ce cisaillement est possible grâce au frottement entre les matrices et l'échantillon.

Contrairement à ECAE, HPT est un procédé continu. La déformation équivalente au sens de von Mises peut être définie par :

$$\varepsilon_{eq} = \frac{\theta r}{\sqrt{3}t} = \frac{2\pi Nr}{\sqrt{3}t} \quad (1.2)$$

où θ est l'angle de rotation, N est le nombre de tour effectué, r est le rayon et t l'épaisseur de l'échantillon. La déformation dans l'épaisseur est supposée constante. Un gradient de déformation est donc observé à travers le rayon. Il est possible d'y remédier en accroissant l'épaisseur de l'échantillon avec l'augmentation du rayon pour conserver une déformation constante (Erbel, 1979). La déformation au centre du disque étant nulle, il serait nécessaire d'avoir une épaisseur infinie pour obtenir une déformation constante dans l'épaisseur. Néanmoins, ce qui est important dans un matériau hyper-déformé est l'homogénéité de la limite d'élasticité, pas la déformation. Il a été démontré dans plusieurs études que cela est possible quand la déformation est très élevée car l'écroutissage par déformation plastique sature.

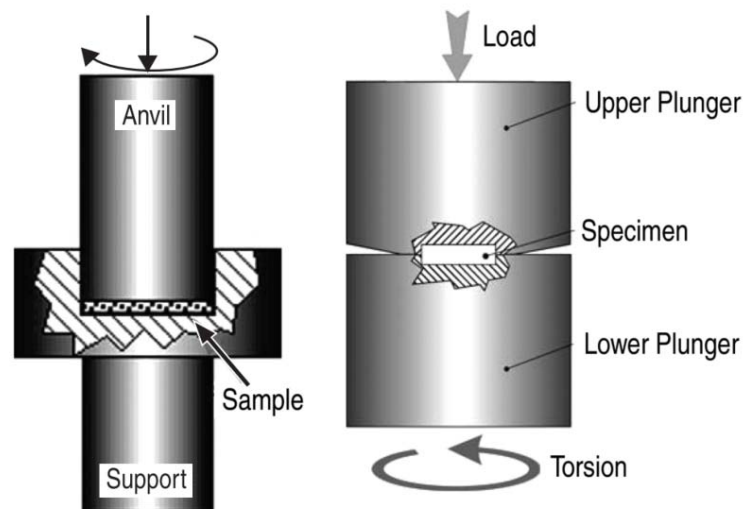
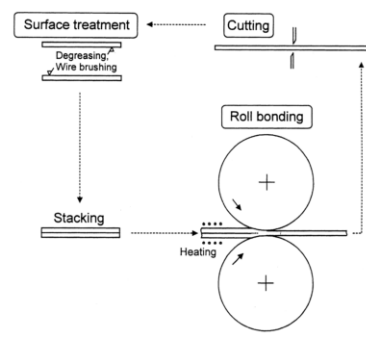
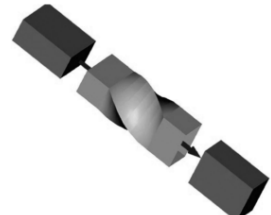
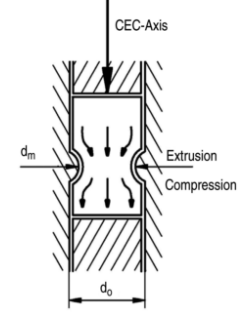


FIG. 1.3 – Principe d'HPT (Valiev *et al.*, 2006).

Ce procédé est très utilisé pour des études académiques car il permet d'affiner des microstructures relativement facilement mais n'est pas encore industrialisable de par les dimensions des échantillons beaucoup trop petites. En effet, les disques utilisées ont généralement une épaisseur de quelques millimètres et un rayon de l'ordre du centimètre.

1.1.3 Autres procédés d'hyperdéformations

De nombreux autres procédés d'hyperdéformation ont été conçus et étudiés comme par exemple Accumulated Roll Bonding (ARB), Twist Extrusion (TE) et Cyclic Extrusion and Compression (CEC). Certains sont synthétisés dans le tableau 1.1.

Procédé	Schéma de principe
Accumulated Roll Bonding (Saito <i>et al.</i> , 1999)	
Twist Extrusion (Beygelzimer <i>et al.</i> , 1999)	
Cyclic Extrusion and Compression (Richert & Richert, 1986)	

TAB. 1.1 – Divers procédés de SPD.

1.1.4 Procédés pour échantillons tubulaires

D'autres procédés permettent de déformer des échantillons de formes tubulaires. En effet, ECAE permet des géométries parallélépipédiques ou cylindriques, HPT des géométries cylindriques. La figure 1.4 présente le procédé High Pressure Tube Twisting. Ce procédé a été développé au sein du LEM3 durant la thèse d'Arzaghi (2010) et publié par Toth *et al.* (2009) permet d'appliquer un cisaillement dans l'épaisseur du tube.

Une grande pression hydrostatique est appliquée sur l'échantillon par l'intermédiaire d'un piston (figure 1.4). Ce dernier se dilate sous l'effet de la force axiale pour comprimer

l'échantillon. La rotation de la matrice extérieure engendre une déformation en cisaillement à travers l'épaisseur du tube. La déformation équivalente, au sens de von Mises, dans l'épaisseur du tube peut être calculée comme suit :

$$\varepsilon_{eq} = \frac{\theta r}{\sqrt{3}t} = \frac{2\pi Nr}{\sqrt{3}t} \quad (1.3)$$

où θ est l'angle de rotation, N est le nombre de tour effectué, r est le rayon et t l'épaisseur de l'échantillon.

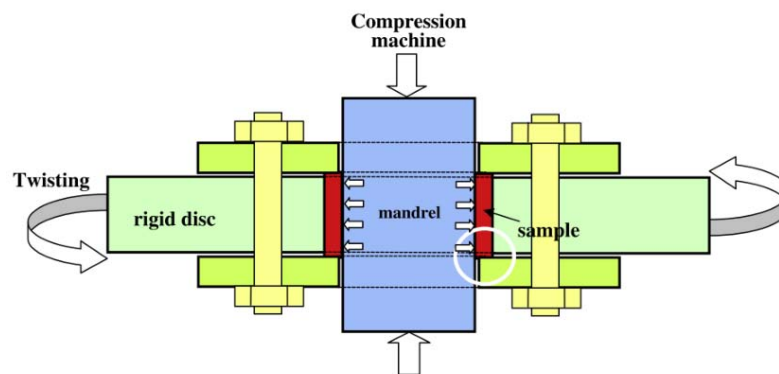


FIG. 1.4 – Schéma d'HPTT (Tóth *et al.*, 2009).

Un procédé de compression torsion a été développé par Saunders & Nutting (1984) permettant d'introduire de grandes déformations plastiques sur des anneaux. L'épaisseur de ce dernier variant avec le rayon, cela permettait de palier au gradient de déformation suivant le rayon. D'autres procédés pour échantillons tubulaires ont vu le jour, comme présenté sur la figure 1.5. Le procédé HPTT modifié (Lapovok *et al.*, 2012) a été étudié et testé pour réaliser des échantillons bi-métallique Cuivre-Aluminium (figure 1.5a). Le procédé TCAP (Faraji *et al.*, 2011) se rapproche quant à lui d'ECAE. En effet, la déformation se fait par extrusion dans un canal axisymétrique (figure 1.5b) à travers 3 coudes. Un dernier procédé développé par Nagasekhar *et al.* (2006) permettant de déformer des tubes, s'apparente plus au procédé ECAE puisque la section carrée du procédé ECAE est remplacée par une section circulaire évidée. L'inconvénient de ce procédé est la déformation non homogène tout autour du tube. En effet, tout comme le procédé ECAE, la déformation n'est pas constante dans toute la hauteur du canal.

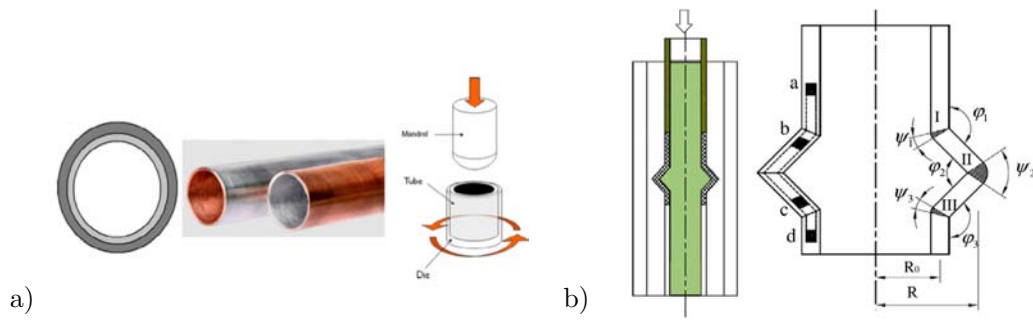


FIG. 1.5 – a) Procédé HPTT modifié (Lapovok *et al.*, 2012), b) Tubular Channel Angular Pressing (TCAP) (Faraji *et al.*, 2011).

Bridgman a aussi proposé un procédé pour cisailer des tubes sous pression axiale (Bridgman, 1935). En revanche, la déformation en cisaillement se situe aux deux extrémités du tube. De plus, le cisaillement ne s'effectue pas dans la même plan, puisque celui de Bridgman s'apparente à de la torsion (cisaillement entre le haut et bas du tube) comme illustré sur la figure 1.6.

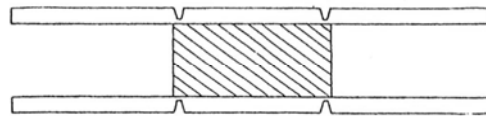


FIG. 1.6 – Section de l'échantillon de torsion avec un pion central pour la stabilité (Bridgman, 1943).

1.2 Structure des matériaux à grains ultrafins

L'affinement de microstructure par les procédés d'hyperdéformations engendre l'apparition de nouveaux joints de grain à fortes désorientations. Différents mécanismes sont responsables de ce phénomène (Sevillano *et al.*, 1980) :

- l'élongation du grain apparaît lors de la déformation plastique entraînant l'augmentation des désorientations entre grains,
- la création de joints à forte désorientation par la subdivision de grains (Barrett & Luvenson, 1940 - Langford & Cohen, 1969 - Sevillano *et al.*, 1980),
- la localisation de bandes de cisaillement entraînant la fragmentation de grains allongés (Ferrasse *et al.*, 1997 - McNelley & Swisher, 2004 - Miyamoto *et al.*, 2004 - Wang *et al.*, 2004).

La subdivision d'un grain commence aux faibles/moyennes déformations, lorsque le grain se fragmente en cellules. Les dislocations commencent alors à s'accumuler dans les joints des cellules. La désorientation croît avec l'augmentation de la déformation pouvant atteindre 15-30°. Des désorientations plus élevées peuvent apparaître par l'effet de la texture (Sun *et al.*, 2011). La rotation générale et uniforme du grain est suffisante pour augmenter la désorientation avec ses voisins.

Pour des chemins de déformation constants, la géométrie des grains évolue de manière continue. Les grains initiaux s'orientent dans la direction de cisaillement et forment une microstructure lamellaire qui s'affine avec l'augmentation de la déformation (Hughes & Hansen, 1997).

Par exemple, les microstructures des aciers à bas taux de carbones après ECAE ont été étudiées par Fukuda *et al.* (2002) et Shin *et al.* (2000). Les grains ont une structure allongée pour les premières passes d'ECAE. Puis des grains équiaxiaux apparaissent lors de la 4^{ème} passe avec une taille moyenne de 0.2-0.3 μm . Les désorientations augmentent avec le nombre de passes.

L'application d'un chemin de déformation constant implique une microstructure lamellaire comme par exemple dans le laminage de tôles à froid. En revanche, un changement régulier du chemin de déformation permet de générer une microstructure contenant des grains équiaxiaux (figure 1.7).

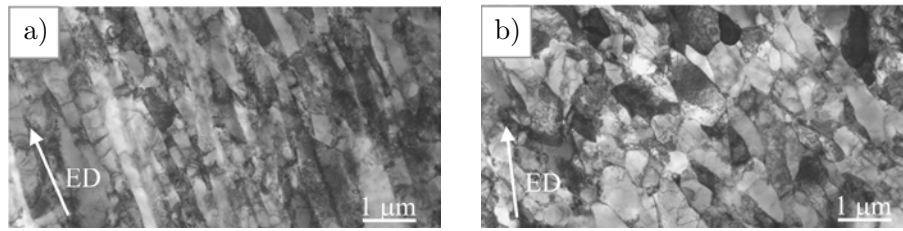


FIG. 1.7 – Micrographies MET d’un acier IF après 8 passes ECAE dans la direction TD (transverse), a) route A et b) route C (de Messemæker *et al.*, 2004).

Après une déformation critique, on n’observe plus d’affinement microstructural et un palier de saturation est atteint. A ce stade, la génération et les mécanismes de restauration sont en équilibre.

L’affinement est influencé par différents paramètres tels que la température, la composition de l’alliage, la vitesse de déformation et le chemin de déformation.

1.2.1 Effet de la déformation imposée

Le paramètre principal contrôlant l’affinement de la microstructure est la déformation imposée. Différents travaux ont été réalisés pour montrer l’affinement de la microstructure sur différents matériaux. Hebesberger *et al.* (2005) ont démontré pour du cuivre pur, la décroissance de la taille de grain en fonction de la déformation (figure 1.8a). Une taille limite d’environ 250 nm est atteinte pour les très grandes déformations.

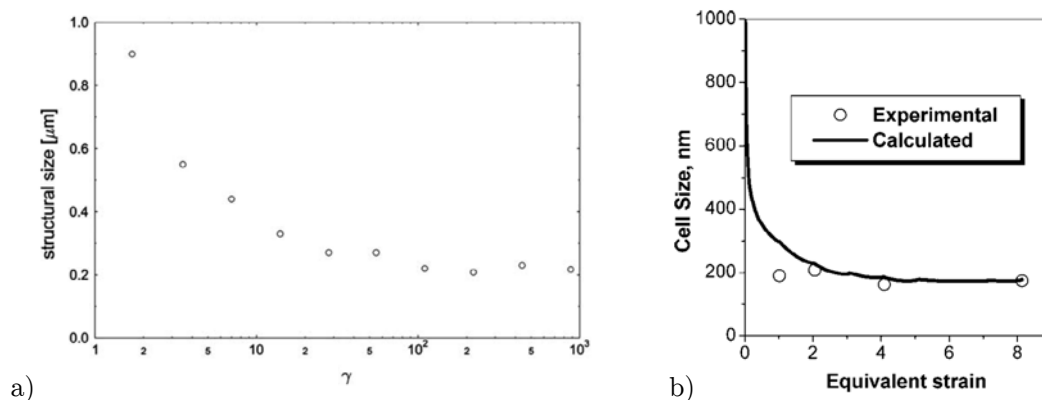


FIG. 1.8 – a) Taille de grains en fonction de la déformation en cisaillement, déterminée à partir de micrographies réalisées à l’aide d’électrons rétro diffusés d’échantillons de cuivre pur déformés par HPT à température ambiante (Hebesberger *et al.*, 2005).

b) Taille de cellules expérimentales et modélisées d’un aluminium pur après déformation avec ECAE en fonction de la déformation (Baik *et al.*, 2003).

La déformation entraîne une augmentation des désorientations à l'intérieur des grains. Cela entraîne la formation de cellules. Ces dernières peuvent devenir des grains lorsque les désorientations deviennent très importantes. La taille de ces cellules atteint, elle aussi, une limite comme le montre Baik *et al.* (2003) après différentes passes d'ECAE d'un cuivre pur (figure 1.8b). D'autres matériaux ont été affinés comme par exemple du chrome pur par HPT (figure 1.9a), du titane (figure 1.9b).

D'autres études ont été réalisées sur des matériaux différents. Par exemple, Zhilyaev *et al.* ont montré que pour un Nickel pur après HPT à une déformation d'environ 6, la taille de grain obtenue est de 170 nm (Zhilyaev *et al.*, 2001 - Zhilyaev & Langdon, 2008). D'autres essais ont été réalisés sur un Nickel pur par Bachmaier *et al.* (2010) et ont déterminé une taille de grain de 225 nm après une déformation de 32 à température ambiante. Dobatkin *et al.* (2005) ont réalisé des tests sur un aluminium 2024. Après déformation par HPT de 5 tours, la taille de grain moyenne était de 0.16 μm à température ambiante.

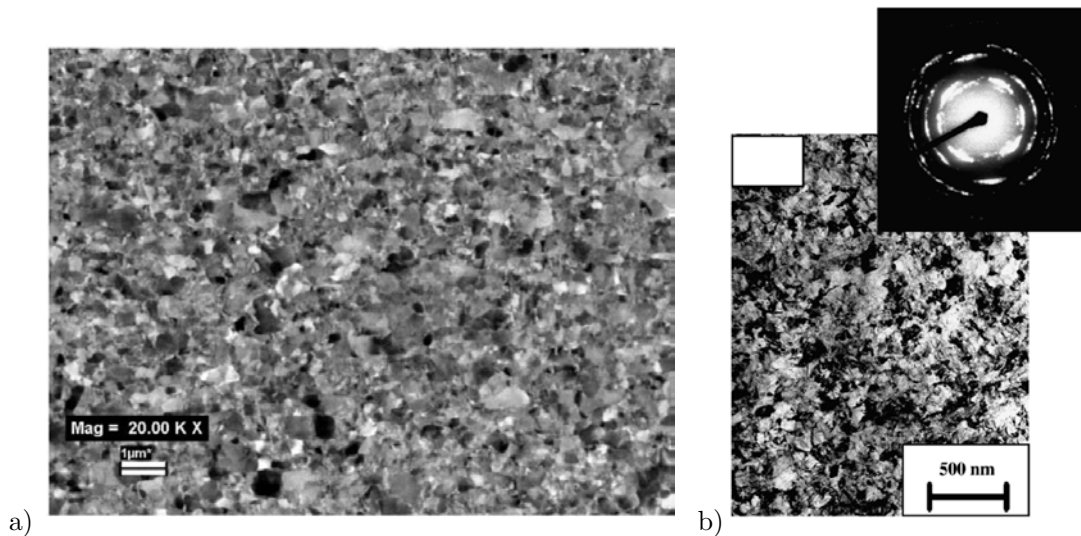


FIG. 1.9 – a) Micrographies (par électrons rétro-diffusés) de chrome pur de microstructures développées par HPT ($\gamma = 25.8$) (Wadsack *et al.*, 2003).

b) Microstructures et clichés de diffraction d'un titane commercialement pur grade 4 à température ambiante après 10 tours de révolution en HPT (Islamgaliev *et al.*, 2008).

1.2.2 Effet de la température sur l'affinement

L'effet de la température a été étudié par Bachmaier *et al.* (2010). La température à laquelle l'essai est réalisé pour un matériau donné est choisie en fonction de la température de fusion de celui-ci. En effet, c'est donc bien le rapport entre ces deux

températures qui implique des changements dans la microstructure. Ainsi, cela affecte la saturation du couple et le décalage de la déformation à saturation (figure 1.10). L'amplitude des températures est importante puisqu'elles sont de -196°C à 450°C . La déformation peut être considérée comme étant suffisante pour saturer la taille de grains puisque les tests s'achèvent pour $\gamma = 45$. On observe que la saturation se produit déjà pour $\gamma = 10$. La taille des grains en est donc modifiée. Il est important de noter que ces effets sont également valables pour des déformations plus faibles et ne sont donc pas spécifiques aux procédés SPD.

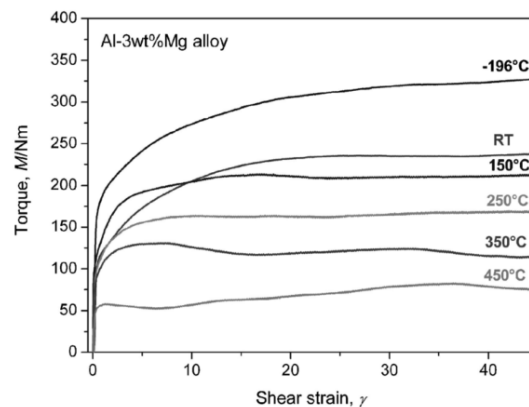


FIG. 1.10 – Mesure du couple in-situ pendant la déformation d'un alliage Al 3% massique Mg en fonction de la déformation plastique pour une vitesse de déformation de 0.4s^{-1} (0.48 rpm). La température varie entre -196°C and 450°C (Bachmaier *et al.*, 2010).

La figure 1.11a montre le changement de la microstructure de saturation, d'un alliage Al/Mg, à différentes températures. La taille de grains croît avec l'augmentation de la température allant de 100 nm (-196°C) à $4\ \mu\text{m}$ (450°C). Ces observations sont confirmées par la figure 1.11b puisqu'on observe clairement que la taille de grain diminue avec la diminution de la température.

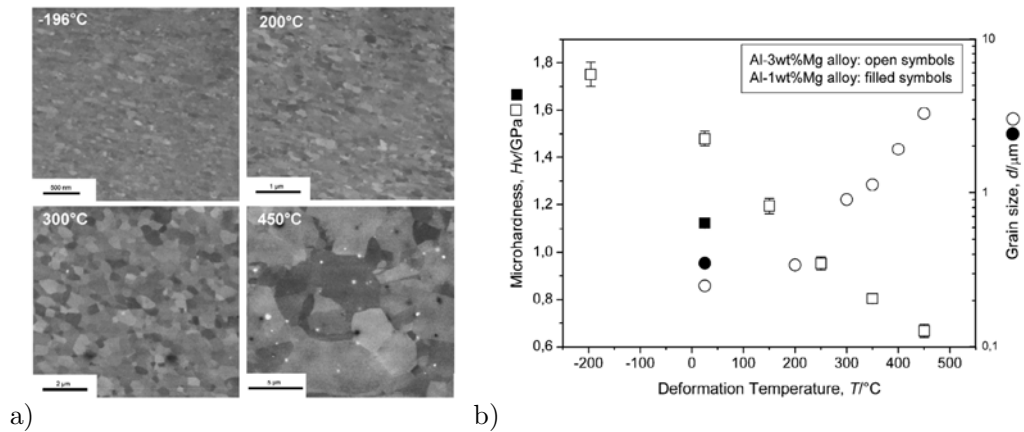


FIG. 1.11 – a) Microstructure dans le plan de cisaillement d'un alliage Al 3% massique Mg déformé à -196°C, 200°C, 300°C and 450°C à une vitesse de déformation de 0.2 s⁻¹ (0.25 rpm) (Bachmaier *et al.*, 2010). b) Micro-dureté Hv et taille des éléments structuraux après une déformation par HPT d'un alliage Al 3% massique Mg à différentes températures et d'un alliage Al 1% massique à température ambiante déterminés par micrographies BSE (Bachmaier *et al.*, 2010).

Il a aussi été montré par Huang *et al.* (2011) que la microstructure a été affinée de manière plus importantes aux températures cryogéniques (figure 1.12) pour de l'Aluminium pur (99.993%). Les températures cryogéniques permettraient de supprimer l'effet de restauration apparaissant aux températures ambiantes ou supérieures.

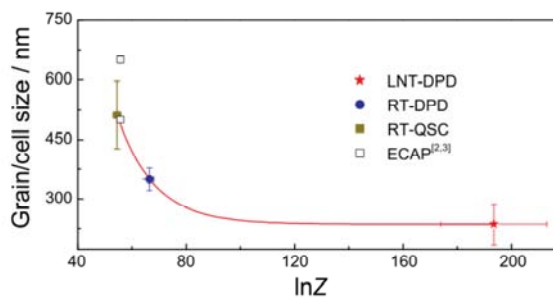


FIG. 1.12 – Variation de la taille de grains/cellules transverses en fonction du paramètre Zener-Hollomon ($Z = \dot{\epsilon} \exp(Q/RT)$) pour un Aluminium pur (Huang *et al.*, 2011)

La taille de grains limite est affectée par la température. Sur la figure 1.13, on peut voir que cette taille limite (à $\epsilon=32$) n'est pas équivalente pour deux températures différentes. Comme précédemment, la microstructure est plus affinée pour une faible température. En effet, à 20°C, la taille de grains pour des déformations de 8 et 32 descend clairement en dessous de 100 nm. Une saturation semble atteinte à partir d'une

déformation de 8 puisque les changements de taille sont très faibles. En revanche, la taille de grains critique n'est pas la seule à être affectée. On peut remarquer qu'à des déformations moins élevées (2 et 8), là où la taille critique de grains n'est pas atteinte, la microstructure est elle aussi différente et affectée par la température.

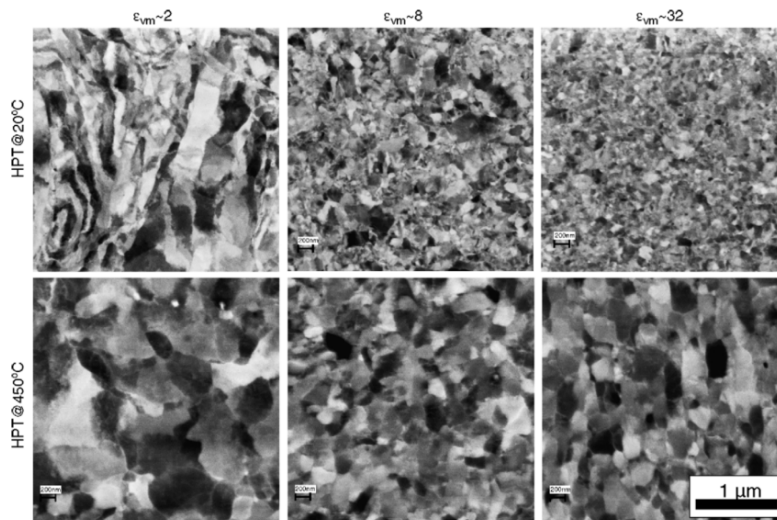


FIG. 1.13 – Comparaison des micrographies BSE d'un acier ferritique après SPD jusqu'à une déformation de 2, 8 et 32 réalisés à 20 et 450°C. Le grossissement est le même pour toutes les micrographies (Vorhauer *et al.*, 2005).

1.2.3 Effet de la vitesse de déformation sur l'affinement

La vitesse de déformation des microstructures a aussi été étudiée pour vérifier la dépendance sur la taille de grains limite. Comme énoncé précédemment pour la température, les effets observés sont également valides pour des déformations plus faibles. Sur la figure 1.14, on voit clairement que la taille caractéristique de la microstructure de saturation diminue avec l'augmentation de la vitesse de déformation du matériau. Cet effet est tout de même moins prononcé que celui de la température vu dans le paragraphe précédent. Cet effet est visible pour des températures élevées. En effet, pour des déformations à température ambiante ou basses températures, cet effet est moins observable.

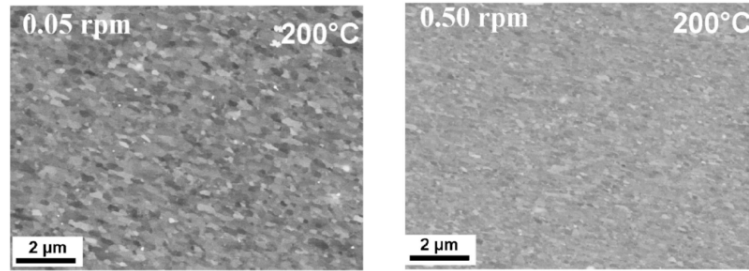


FIG. 1.14 – Micrographies BSE montrant la microstructure d'un alliage Al 3% massique Mg déformé à 200°C à deux vitesses de rotation (Bachmaier *et al.*, 2010).

La figure 1.15 nous permet aussi d'observer ce phénomène sur un alliage Mg AZ31 car la taille de grains diminue avec l'augmentation de la vitesse de déformation. Pour des vitesses allant de 0.08 à 0.3 s⁻¹ (rapport de 3.75), la taille de grains diminue de 450 nm à 350 nm (soit un rapport de 0.8). L'effet produit par l'augmentation de la vitesse de déformation peut être comparée à une diminution de la température. Même si l'effet est moins important, l'évolution est similaire. En effet, la diminution de la température permet d'augmenter la contrainte effective.

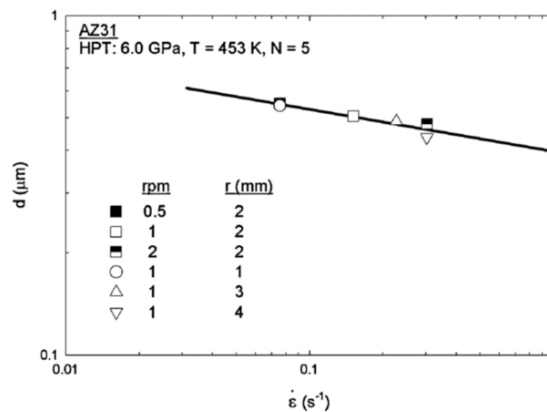


FIG. 1.15 – Tailles de grains moyennes en fonction de la vitesse de déformation locale à différentes distances du centre du disque déformé par HPT à différentes vitesses de rotation (Serre *et al.*, 2011).

1.3 Propriétés des matériaux à grains ultrafins

1.3.1 Propriétés mécaniques

1.3.1.1 Limite élastique et ductilité

La taille de grains des matériaux polycristallins joue un rôle dominant dans les propriétés mécaniques et physiques, principalement sur la limite élastique et la ductilité. Ces deux propriétés sont celles étant principalement affectées par l'affinement de microstructure. Elles sont très différentes de celles des matériaux à gros grains. La limite élastique est directement liée à la taille de grain d , comme le montre la relation Hall-Petch donnée par :

$$\sigma = \sigma_0 + \frac{k_y}{\sqrt{d}} \quad (1.4)$$

où σ_0 représente la limite élastique à taille de grain infinie et k_y une constante liée au matériau. L'équation 1.4 montre bien que la limite élastique du matériau augmente avec la diminution de la taille de grains. La relation Hall-Petch n'est en revanche plus valide lorsqu'on atteint des tailles de grains très petites (<100-200nm) (Chokshi *et al.*, 1989). Différentes tentatives ont été menées pour observer l'origine de cette déviation par Kim *et al.* (2000).

De nombreux travaux ont été réalisés pour évaluer ces améliorations sur différents matériaux et procédés SPD (Valiev *et al.*, 2000 - Gertsman *et al.*, 1994 - Korznikov *et al.*, 2003 - Ferrasse *et al.*, 1997).

La dureté est améliorée après déformation avec ces procédés. Généralement, ces valeurs sont mesurées sur la section transverse (en ECAE) ou suivant le rayon (en HPT). Il est en réalité aussi intéressant de mesurer la dureté suivant la longueur de l'échantillon (en ECAE) ou la surface du disque (en HPT) pour vérifier l'homogénéité de la dureté après ces procédés. Le dernier point important est que le procédé HPT introduit un gradient de déformation suivant le rayon (la déformation théorique étant nulle au centre du disque). La figure 1.16 montre l'amélioration de la dureté ainsi que son homogénéisation avec l'augmentation du nombre de passes ECAE ou du nombre de tours (déformation).

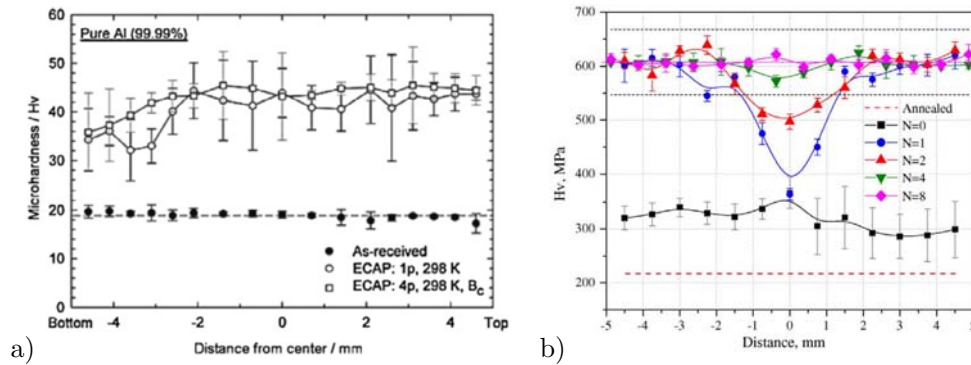


FIG. 1.16 – Micro-dureté Vickers d'un Aluminium pur suivant le rayon de la section transverse a) après 1 et 4 passes d'ECAE (Figueiredo & Langdon, 2009) et b) après différentes déformations en HPT (Zhilyaev *et al.*, 2005).

La réduction de la taille de grains introduit par les procédés de SPD permet donc d'obtenir une amélioration du renforcement du matériau. L'intensité de cette amélioration peut être caractérisée par des essais mécaniques classiques après déformation en SPD (Ohashi *et al.*, 2006 - Horita *et al.*, 2001). On peut par exemple montrer sur la figure 1.17 l'amélioration de la limite élastique pour différentes valeurs d'affinement de microstructure par ECAE, laminage et ARB. L'amélioration de la limite élastique est indéniable après avoir été déformé avec des procédés de SPD. En revanche, il est aussi visible qu'une nette perte de la ductilité et du taux d'érouissage intervient.

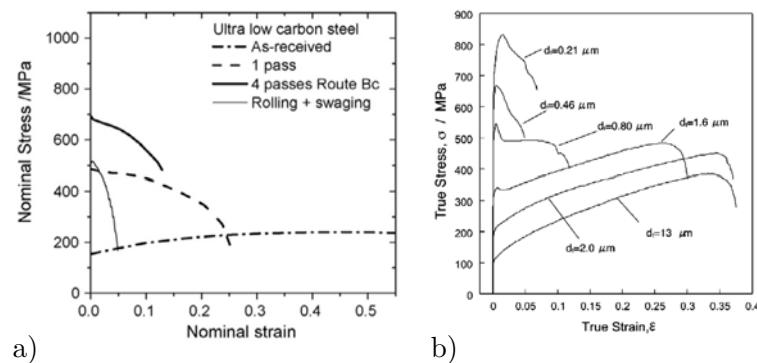


FIG. 1.17 – Courbes contrainte-déformation d'un Acier IF produits par le procédé a) ECAE (Yanagida *et al.*, 2008) et b) ARB (Tsuji *et al.*, 2002).

La figure 1.18 représente les courbes contrainte-déformation après 8 passes d'ECAE obtenues pour différentes conditions de chargements. Cette perte de ductilité peut être attribuée à la combinaison d'une grande contrainte d'écoulement avec une faible capacité d'érouissage des matériaux nanostructurés par ces procédés.

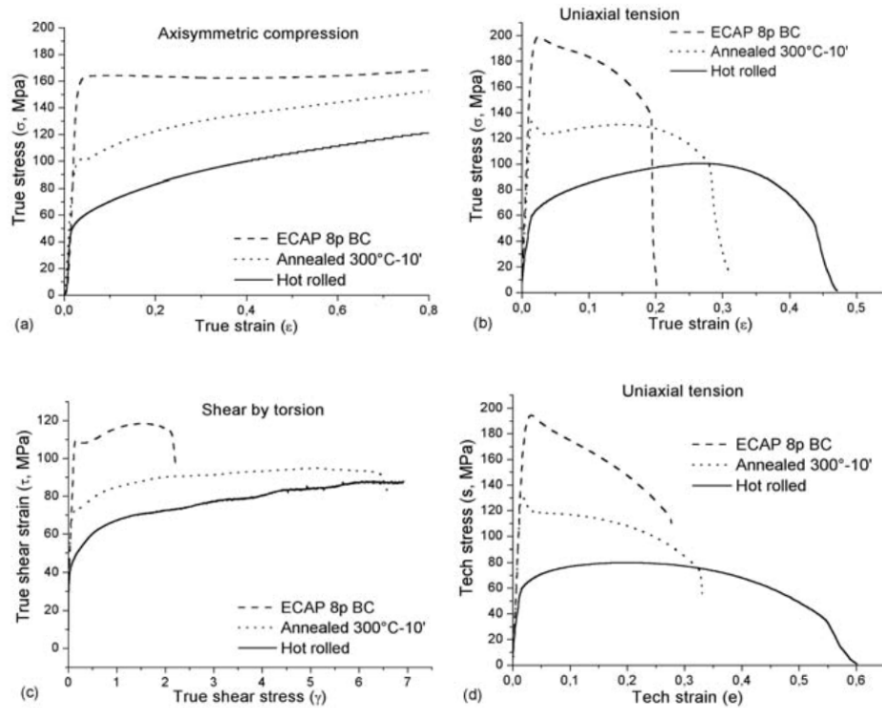


FIG. 1.18 – Courbes contrainte-déformation pour différents chargements monotones d'un alliage d'Aluminium AA1050 (Poortmans & Verlinden, 2005).

La perte de ductilité observée peut être remédiée en ajoutant une seconde phase dans la microstructure. Des aciers biphasés ferrite-martensite à grains ultrafins ont été élaborés par Park *et al.* (2004) par le procédé ECAE suivi d'une trempe. Une forte densité de dislocation a été remarquée dans les grains ferritiques proches de la martensite. La plupart d'entre elles résultent de la transformation de phase durant la trempe. C'est donc cette densité de dislocation qui permet d'augmenter la ductilité du matériau. D'autres exemples d'améliorations de la ductilité ont pu être observés en utilisant par exemple :

- des matériaux à faible énergie de fautes d'empilement en ajoutant des éléments d'alliages (Zhao *et al.*, 2008),
- des alliages de Magnesium (Mukai *et al.*, 2001 - Agnew *et al.*, 2005 - Figueiredo & Langdon, 2008), ayant une structure cristallographie hexagonale compacte, la texture développée sous cisaillement simple améliore la ductilité,
- des matériaux à structures bi-modales : petits et gros grains (Wang *et al.*, 2002)

Ce dernier point suscite toujours des controverses dans la littérature.

1.3.2 Autres propriétés

1.3.2.1 Le comportement en fatigue

La fatigue est un élément important pour un matériau en vue de son industrialisation. Le comportement en fatigue a donc été étudié. Ces propriétés ne sont pas directement dépendantes de la taille de grains mais plutôt de la limite élastique, de la ductilité et de l'homogénéité du matériau.

De nombreux travaux ont été réalisés et synthétisés par Mughrabi (2010), Mughrabi & Hoppel (2010). Ces études concordent avec la littérature sur les facteurs influençant la fatigue (conjonction de la limite élastique et ductilité). On peut noter que la limite d'endurance pour les matériaux nanostructurés est plus élevée comme le montre la figure 1.19. Plus le nombre de passes (taux de déformation) à travers ECAE est élevé, plus l'amplitude de contrainte par rapport au nombre de cycle est importante.

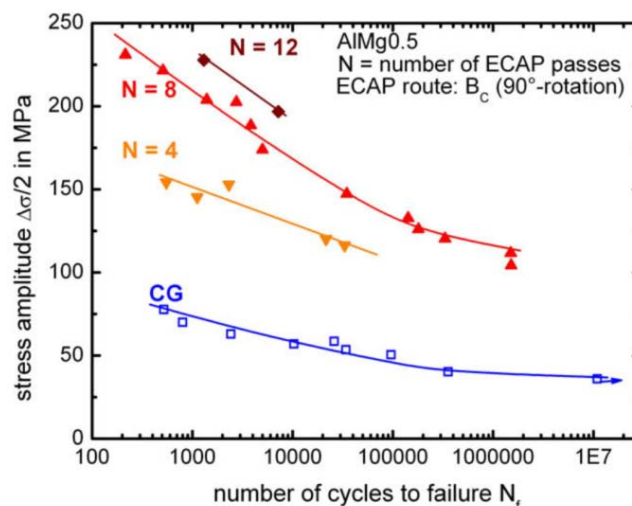


FIG. 1.19 – Graphe Wohler (S-N) des données d'essais de fatigue d'AlMg-0.5 par ECAE (route Bc) pour différents nombres de passes (Mughrabi & Hoppel, 2010).

1.3.2.2 La stabilité thermique

La stabilité thermique de matériaux déformés par ces procédés a été étudiée dans divers travaux pour quantifier cette observation. En effet, l'accumulation très importante des dislocations entraîne une tendance au matériau à vouloir recouvrir son état pour se stabiliser (Vinogradov *et al.*, 2002). Ces observations ont pu être mises en évidence par Islamgaliev *et al.* (1997 - 1997) et Molodova *et al.* (2007) sur du cuivre déformé par ECAE. Cette tendance s'accroît avec l'augmentation de la déformation.

Plusieurs méthodes ont été étudiées pour améliorer la stabilité thermique de ces matériaux comme par exemple :

- la possibilité de restaurer le matériau sans le recristalliser pour équilibrer les contraintes internes et lui redonner de l'écrouissage (Mughrabi *et al.*, 2003 - Patlan *et al.*, 2001 - Park *et al.*, 2000),
- la stabilité induite par des particules (Suzuki *et al.*, 2004 - Vinogradov *et al.*, 2003 - Zhao *et al.*, 2006).

De nombreuses autres propriétés sont affectées par ces procédés d'hyperdéformations.

On peut noter :

- le fluage (Saxl *et al.*, 2009 - Saxl *et al.*, 2010 - Sklenička *et al.*, 2009),
- la conductivité thermique et électrique (Gendelman *et al.*, 2006 - Wei *et al.*, 2011),
- la résistance à la corrosion (Hadzima *et al.*, 2006 - Janecek *et al.*, 2005 - Son *et al.*, 2006 - Balyanov *et al.*, 2004),
- les propriétés magnétiques (Lapovok *et al.*, 2010).

1.4 Modélisations du comportement plastique d'un polycristal

Dans cette partie, nous nous intéressons aux mécanismes de déformation au niveau microscopique. Ces mécanismes peuvent être de plusieurs sortes comme la diffusion de défauts ponctuels, le glissement de défauts linéaires, le glissement aux joints de grains, le maclage, la transformation martensitique. Les procédés vus précédemment permettant d'affiner la microstructure de matériaux polycristallins agissent principalement sur la déformation plastique. Nous nous focaliserons donc sur le glissement cristallographique.

Les métaux étudiés (indépendamment de leur structure cristallographique) ont un domaine plastique dans leur comportement. Des bandes de glissement dans les grains sont généralement observées après une déformation plastique. Ces bandes permettent de dire que la déformation plastique de matériaux ductiles est induite par un glissement de plans cristallographiques particuliers causé par le mouvement de dislocations.

Une dislocation est une discontinuité dans la structure cristallographique du matériau. Un déplacement plastique est généré et appelé vecteur de Burgers \vec{b} . Ce vecteur correspond à la direction de glissement.

Le tableau 1.2 présente, pour différents métaux, leurs plans et directions de glissement principaux. Ces groupes de plans, pour chaque structure cristallographique, sont appelés système de glissement. Durant la déformation plastique, certains plans sont activés, suivant lesquels les atomes se déplacent pour accommoder la déformation.

Structure cristalline	Métaux	Plans de glissement	Direction de glissement
c.f.c.	Al, Cu, Ni	$\{111\}$	$\langle 110 \rangle$
c.c.	Fe _α , Mo	$\{011\}, \{112\}, \{123\}$	$\langle 111 \rangle$
h.c.	Ti, Zn, Mg	Basale $\{0001\}$	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$
		Prismatique $\{1010\}$	$\langle \bar{1}1\bar{2}0 \rangle$
		Pyramidale $\{1011\}$	$\langle \bar{1}2\bar{1}0 \rangle$
		Pyramidale $\{01\bar{1}1\}$	$\langle 2\bar{1}\bar{1}3 \rangle$
		Pyramidale $\{11\bar{2}2\}$	$\langle \bar{2}113 \rangle$

TAB. 1.2 – Directions et plans de glissement pour différents métaux.

1.4.1 Cinématique du glissement

Le mouvement des dislocations (dû à l'application d'une déformation macroscopique) va entraîner un cisaillement suivant un plan cristallographique précis.

Lorsqu'on cherche à étudier le comportement d'un polycristal sous un chargement donné, le champ de vitesse $\underline{\underline{L}}$ est supposé connu. Il peut être défini par :

$$\underline{\underline{L}} = \underline{\underline{\dot{\epsilon}}} + \underline{\underline{\dot{\beta}}} \quad \text{avec} \quad \begin{cases} \underline{\underline{\dot{\epsilon}}} = \frac{1}{2}(L_{ij} + L_{ji}) \\ \underline{\underline{\dot{\beta}}} = \frac{1}{2}(L_{ij} - L_{ji}) \end{cases} \quad (1.5)$$

où $\underline{\underline{\dot{\epsilon}}}$ est le tenseur de vitesse de déformation et $\underline{\underline{\dot{\beta}}}$ est le tenseur des vitesses de rotation rigide.

Soit un cisaillement $\dot{\gamma}$ du cristal suivant la direction \underline{b} (\underline{n} étant la normale), on peut écrire le champ eulérien des vitesses :

$$\underline{v}^g = (\underline{r} \cdot \underline{n}) \underline{b} \dot{\gamma} \quad (1.6)$$

où \underline{r} est le vecteur d'un point matériel.

Le gradient eulérien des vitesses s'écrit alors :

$$L_{ij}^g = \frac{\partial v_i}{\partial x_j} = b_i n_j \dot{\gamma} \quad (1.7)$$

La normale au plan et la direction de glissement définissent le tenseur de Schmid :

$$m_{ij} = b_i n_j \quad (1.8)$$

Le gradient eulérien des vitesses et le tenseur des vitesses de déformations obtenus s'écrivent alors :

$$L_{ij}^g = m_{ij} \dot{\gamma} \quad (1.9)$$

$$\dot{\epsilon}_{ij}^g = \frac{1}{2}(L_{ij}^g + L_{ji}^g) = \frac{1}{2}(m_{ij} + m_{ji}) \dot{\gamma} \quad (1.10)$$

Durant un incrément de déformation, l'orientation du plan cristallographique peut évoluer. Ce changement est pris en compte après l'incrément mais reste valide lorsque ce dernier est petit.

La déformation étant produite par le glissement, pour une vitesse de déformation $\underline{\underline{L}}$, la partie symétrique de $\underline{\underline{L}}$ doit être égale à $\underline{\underline{\dot{\epsilon}}}$ définie par l'équation 1.10, soit :

$$\dot{\epsilon}_{ij} = \dot{\epsilon}_{ij}^g \quad (1.11)$$

En général, le champ de déformation imposé par $\underline{\underline{L}}$ ne peut être réalisé sans une rotation des vecteurs $\underline{\underline{b}}$ et $\underline{\underline{n}}$. La différence entre les deux gradients de vitesses est appelée tenseur de rotation noté :

$$\underline{\underline{\dot{\Omega}}} = \underline{\underline{L}} - \underline{\underline{L}}^g \quad (1.12)$$

Dans les polycristaux, nous avons précédemment vu que plusieurs systèmes de glissements peuvent être actifs. On peut alors écrire :

$$L_{ij}^g = \sum_s^N m_{ij}^{(s)} \dot{\gamma}^{(s)} \quad (1.13)$$

$$\dot{\epsilon}_{ij} = \sum_s^N \frac{1}{2} (m_{ij}^{(s)} + m_{ji}^{(s)}) \dot{\gamma}^{(s)} \quad (1.14)$$

$$\dot{\Omega}_{ij} = L_{ij} - \sum_s^N m_{ij}^s \dot{\gamma}^s \quad (1.15)$$

$\underline{\underline{\dot{\Omega}}}$ est la vitesse de rotation du réseau. Cette quantité nous permettra d'accéder à l'évolution de la texture cristallographique. On peut alors écrire la relation suivante :

$$\underline{\underline{\dot{\Omega}}} = \underline{\underline{\dot{\beta}}} - \underline{\underline{\dot{\omega}}}^g \quad \text{avec} \quad \begin{cases} \dot{\beta}_{ij} = L_{ij} - \dot{\epsilon}_{ij} \\ \dot{\omega}_{ij}^g = L_{ij}^g - \dot{\epsilon}_{ij}^g \end{cases} \quad (1.16)$$

où $\underline{\underline{\dot{\beta}}}$ est la vitesse de rotation rigide et $\underline{\underline{\dot{\omega}}}^g$ est la vitesse de rotation plastique.

Il ne faut pas oublier que les déformations auxquelles nous nous intéressons sont des déformations plastiques très importantes. La déformation élastique est ainsi négligée.

1.4.2 Les critères d'écoulement

Durant la déformation d'un cristal, nous recherchons les valeurs du glissement pour chaque plan. L'équation 1.14 permet d'évaluer ces quantités. Il persiste en revanche une incertitude car cette équation est en réalité un système d'équations à 5 inconnues. Il faut donc 5 systèmes de glissement indépendants pour résoudre ce système. Pour un matériau ayant plus de 5 systèmes de glissement actifs en même temps, il est nécessaire

de prendre d'autres hypothèses physiques pour en sélectionner 5. De nombreux critères ont été définis et sont présentés ci-dessous. La liste n'est pas exhaustive.

1.4.2.1 Critère de Taylor

Ce critère proposé par Taylor (1938), permet de choisir les systèmes actifs par un principe de minimisation :

$$\sum_{s=1}^5 \|\dot{\gamma}^{(s)}\| = \min \quad (1.17)$$

Cette méthode, malgré sa simplicité de mise en place, ne propose pas forcément de solution unique. Il faut donc compléter cela par des critères exprimés en termes de contrainte.

1.4.2.2 Critère de Schmid

Schmid (1924) a montré que le glissement d'un cristal sur un plan donné nécessite une contrainte de cisaillement particulière. Un seuil nommé τ_c doit être atteint :

$$\tau^{(s)} - \tau_c = 0 \quad (1.18)$$

Il n'y a donc pas de glissement si et seulement si la contrainte de cisaillement appliquée est inférieure à τ_c . Ce critère doit être satisfait pour le glissement multiple (plusieurs systèmes de glissement actifs en même temps). Cette équation permet donc de définir une hypersurface de charge (S) qui contient les états de contraintes admissibles (voir figure 1.20). Comme on peut le voir, cette surface est discontinue et des ambiguïtés subsistent en termes de contrainte et déformation.

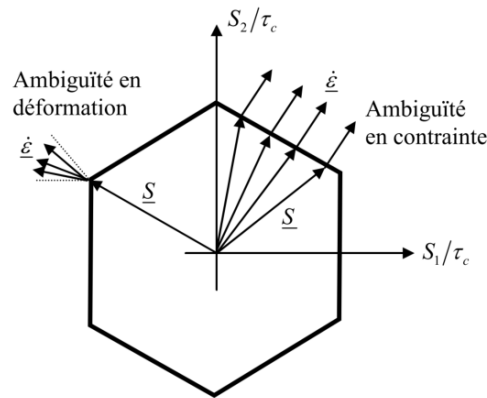


FIG. 1.20 – Ambiguïté de la surface de charge produit par le critère de Schmid.

1.4.2.3 Critère d'écoulement viscoplastique

Les critères précédents ne prennent pas en compte la sensibilité du matériau aux changements de vitesse. Il est donc possible de considérer ce phénomène en utilisant d'autres critères.

Les matériaux répondant à ce type de comportement correspondent à la loi de comportement suivante :

$$\sigma = \sigma_0 \left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} \right)^m \quad \text{avec } \varepsilon \text{ constante avec } m = \frac{d \ln \sigma}{d \ln \dot{\varepsilon}} \quad (1.19)$$

On peut donc écrire l'équivalent de cette relation pour une déformation produite par un glissement par la relation :

$$\tau_r^{(s)} = \tau_0^{(s)} \left(\frac{\dot{\gamma}_r}{\dot{\gamma}_r^{(0)}} \right)^m \quad (1.20)$$

où $\tau_0^{(s)}$ est la contrainte de cisaillement résolue correspondant au taux de cisaillement de référence $\dot{\gamma}_r^{(0)}$. $\tau_0^{(s)}$ représente donc la quantité de contrainte nécessaire pour ce taux de cisaillement de référence. On peut donc le faire varier pour représenter aussi l'écrouissage du matériau.

La contrainte de cisaillement résolue peut être calculée à partir de la projection du tenseur appliqué au cristal :

$$\tau_r^{(s)} = \underline{S} \cdot \underline{M}^{(s)} \quad (1.21)$$

En inversant l'équation 1.20, en appliquant cette relation à plusieurs systèmes de glissement et en utilisant l'équation 1.21, on peut écrire la relation liant la vitesse de déformation avec la contrainte appliquée :

$$\dot{\varepsilon}_i = \sum_{s=1}^N M_i^{(s)} \dot{\gamma}_r^{(s)} = \dot{\gamma}_r^{(0)} \sum_{s=1}^N M_i^{(s)} \frac{|\underline{S} \cdot \underline{M}^{(s)}|^{1/m}}{(\tau_0^{(s)})^{1/m}} \quad (1.22)$$

On remarque que les problèmes d'ambiguïté sont résolus. En revanche, cela est au prix d'une résolution d'équations fortement non linéaires donc plus complexes à résoudre.

1.4.3 L'écrouissage et les différents stades de la déformation

L'écrouissage des mono et polycristaux représente la capacité d'un matériau à se durcir sous l'effet d'une déformation. Dans le but de modéliser cet effet, il est nécessaire de comprendre les phénomènes physiques responsables de ce durcissement. Le principal phénomène est dû à la capacité des dislocations à rendre plus difficile le déplacement d'une dislocation évoluant au milieu des dislocations d'un autre système. D'une manière générale, on peut observer différents stades de la déformation (figure 1.21) :

- Stade I : Stade au cours duquel le taux d'écrouissage est faible. Les dislocations ne sont pas gênées et glissent sur leur plan (glissement simple) sans obstacle majeur. Ce stade est observé pour des déformations très faibles, inférieures à 0.05 sur des monocristaux. Il n'est pas observable sur des polycristaux.
- Stade II : Stade au cours duquel on observe une augmentation des dislocations sans annihilation significative (glissement multiple). Ce stade s'opère pour des déformations comprises entre 0.05 à 0.2.
- Stade III : Stade au cours duquel le taux d'écrouissage diminue par l'effet de l'annihilation des dislocations. Ce stade est observé jusqu'aux déformations d'environ 0.5.
- Stade IV : Stade au cours duquel l'annihilation des dislocations par restauration dynamique n'équilibre pas le taux de création des dislocations. On observe un écrouissage faible mais constant.
- Stade V : Stade au cours duquel l'écrouissage est nul (égal à 0).

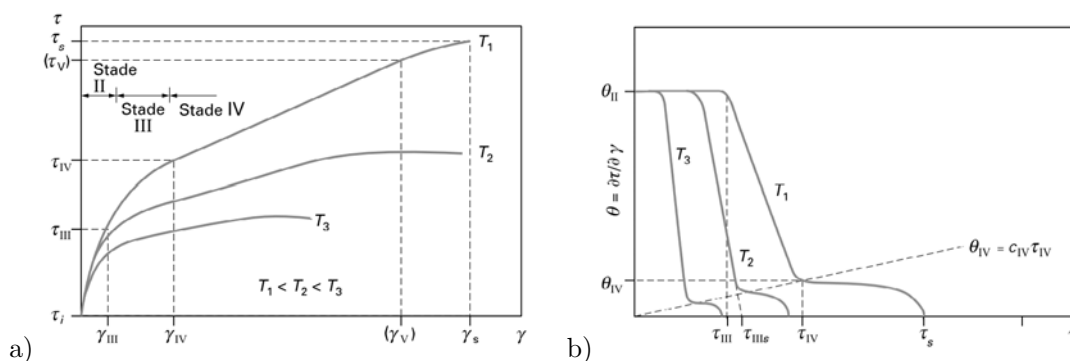


FIG. 1.21 – Courbes schématiques d'écrouissage (Chenal & Driver, 2013).

1.4.4 Comportement du polycristal : modèles de changement d'échelle

Les équations de plasticité précédentes sont valables pour des monocristaux. Dans cette partie nous nous intéresserons à des polycristaux (ensemble de monocristaux). Des modèles micromécaniques ont été développés pour répondre à ce besoin. On cherche à définir le comportement d'un polycristal à partir de la connaissance du comportement à l'échelle microscopique de chaque cristal et des conditions aux limites connues au niveau macroscopique. Il est donc nécessaire d'établir des relations entre le niveau macroscopique et microscopique. L'échelle de représentation du comportement est par définition hétérogène. Cette hétérogénéité peut être représentée par une distribution de défauts à l'intérieur d'un grain, une distribution de familles de grains d'orientations cristallographiques différentes.

Nous allons donc présenter différents modèles décrivant cette transition.

1.4.4.1 Modèle de Taylor

Ce modèle proposé par Taylor (1938) prévoit le fait que chaque cristal du matériau reçoit la même déformation que l'échantillon. Le gradient de déformation local $\underline{\underline{l}}^{(g)}$ est donc égal au gradient de déformation macroscopique $\underline{\underline{L}}$:

$$\underline{\underline{l}}^{(g)} = \underline{\underline{L}} \quad (1.23)$$

Ce modèle est aussi appelé *Full Constraint* (FC). Chaque grain reçoit la même déformation. Il n'est donc pas prévu pour définir des contraintes intragranulaires. La position de chaque grain (donc leur interaction) n'est donc pas prise en compte. Les contraintes peuvent être en revanche différentes entre chaque grain à cause de l'orientation cristallographique de chacun. Les contraintes sont donc constantes dans chaque grain. Un saut de contrainte apparaît donc entre chacun; la condition d'équilibre, satisfaite dans le grain, ne peut l'être aux joints de grains. Il est possible de connaître l'état de contrainte globale en sommant l'état de contrainte pour chaque grain pondéré par la fraction volumique $f^{(g)}$ des grains :

$$\underline{\underline{\sigma}} = \sum_{g=1}^n \underline{\underline{\sigma}}^{(g)} f^{(g)} \quad (1.24)$$

Des modèles dérivés de celui de Taylor, assouplissant les contraintes, ont été développés. Ces modèles, aussi appelés *relaxed constraints*, permettent d'adoucir les textures calculées par le modèle de Taylor. En effet, l'hypothèse de l'équation 1.23 n'est plus imposée dans toutes les directions.

1.4.4.2 Modèle autocohérent

Ce type de modèle prend en compte la forme des grains par la connaissance de l'interaction entre chaque grain. Ce modèle nécessite la résolution du problème de l'inclusion d'Eshelby. La loi viscoplastique vue précédemment est utilisée dans le traitement suivant. On peut montrer qu'une relation lie le tenseur de contrainte macroscopique S et le tenseur des vitesses de déformation plastique D :

$$S = A^s : D \quad (1.25)$$

où A^s est appelé le module sécant macroscopique qui est une fonction de D . Il est possible de définir un autre module appelé module tangent A^t . On peut alors définir localement la loi de comportement du polycristal :

$$S(D) = A^t : D + S^0(D) \quad (1.26)$$

où $S^0(D)$ est une contrainte extrapolée.

Pour un gradient de vitesse L donné appliqué à l'infini, ce problème doit être résolu pour déterminer les déformations locales d et la vitesse de rotation du réseau. Deux approches peuvent être considérées :

- l'approche sécante :

$$S'(D) = A^s : D' \quad \forall D' \quad (1.27)$$

- l'approche tangente :

$$S'(D) = A^t : D' + S^0(D) \quad \forall D' \quad (1.28)$$

La différence entre ces deux méthodes est montrée sur la figure 1.22.

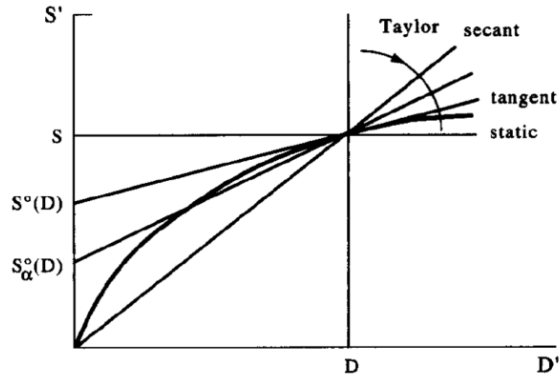


FIG. 1.22 – Différences entre les différentes approches proposées.

En utilisant l'approche présentée par Molinari *et al.* (1987), les équations d'interaction pour la méthode tangente et sécante obtenues sont respectivement :

$$\begin{cases} S^g - S = (\Gamma^{tgg^{-1}} + A^t)(d^g - D) \\ S^g - S = (\Gamma^{sgg^{-1}} + A^s)(d^g - D) \end{cases} \quad (1.29)$$

où d^g et S^g représentent les tenseurs de vitesses de déformation et des contraintes déviatoriques, respectivement, dans le grain g (constant pour un grain). Γ représente le tenseur d'interaction prenant en compte la forme du grain.

1.5 Fragmentation des grains

Il a été démontré que certains matériaux peuvent voir leur microstructure fragmentée par l'intermédiaire de nombreux procédés de grandes déformations. Les mécanismes conduisant à cet affinement de microstructure sont en revanche mal connus et sont toujours controversés.

La fragmentation des grains due aux grandes déformations a été découverte en 1940 par Barrett & Luvenson. Ces phénomènes ont pu être mis en évidence grâce à la microscopie électronique à balayage et transmission. La subdivision des grains se fait à plusieurs échelles allant de plusieurs millimètres aux nanomètres.

1.5.1 La formation de cellules de dislocations

De nombreux travaux réalisés par l'équipe de Hansen ([Bay et al., 1989](#) - [Hughes et al., 1997](#) - [Hughes & Hansen, 1995](#) - [Pantleon & Hansen, 2001](#) - [Hansen et al., 2004](#) - [Lu & Hansen, 2009](#) - [Hughes & Hansen, 2000](#) - [Bay et al., 1992](#)) ont permis de classifier les différentes structures de grain produites durant la déformation plastique.

Sous l'effet de faibles déformations, des dislocations se déplacent et se multiplient. Ces structures ne sont pas encore organisées en cellules (figure 1.23a).

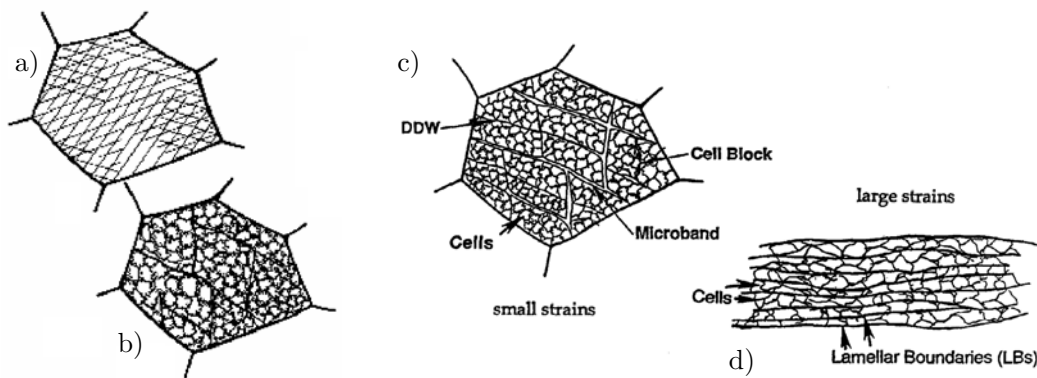


FIG. 1.23 – Schéma de l'affinement des microstructures et de la subdivision en sous-grains ([Bay et al., 1992](#) - [Hughes & Hansen, 1997](#)).

Sous l'effet d'une déformation plus importante, les grains subissent un changement de forme. Les grandes déformations imposent donc une plus grande accommodation géométrique des grains. En réalité, les grains ne se déforment pas indéfiniment et se fragmentent donc pour créer de nouveaux grains.

L'affinement progressif des grains se fait par l'apparition de sous-structures. La déformation imposée entraîne des hétérogénéités de microstructures intra et inter-granulaires. Ces hétérogénéités peuvent être dues à différents paramètres physiques tels que la taille des grains, la texture, la déformation (et la vitesse) imposée, l'énergie de faute d'empilement.

Bay et al (1989 - 1992) ont montré que les grains se subdivisent en nouveaux grains appelés blocs de cellules. Les cellules de dislocations sont de l'ordre de quelques centaines de nanomètres alors que les grains initiaux sont de plusieurs dizaines (voire centaines) de micromètres. La figure 1.23b montre le schéma d'affinement des grains. Des blocs de cellules se forment dans lesquels le grain se subdivise. Des joints de grains sont créés par des murs de dislocations et microbandes dans lesquels les angles de désorientations s'accroissent. On appelle des angles de désorientations petits et moyens des angles compris entre 0 et 15°, alors que des grands angles de désorientations sont considérés comme étant supérieurs à 15°.

Aux grandes déformations, les microstructures évoluant en blocs de cellules de dislocations ont un large panel d'angles de misorientations. La subdivision continue des grains en cristallites entourés par des frontières de dislocation conduit à une grande diffusion d'orientations basées sur un processus d'accumulation des dislocations. Différentes parties d'un même grain peuvent s'orienter de façons différentes et atteindre chacun des orientations stables. Si ces orientations sont éloignées les unes des autres, on trouve des angles de désorientations très élevés (>15-20°) à l'intersection de ces nouveaux grains.

Avec l'augmentation de la déformation, les grains initiaux se déformant en sous-grains (cellules de dislocations) constituent un ensemble d'orientations parfois très différentes à cause de l'importante étendue des contraintes appliquées par les grains environnants. Il en résulte des bandes de déformation (figure 1.23c) se développant suivant différents plans de glissement.

1.5.2 Modélisations des mécanismes impliqués dans les procédés SPD

La fragmentation des grains étant le principal mécanisme apparaissant dans les procédés de grandes déformations, différents modèles ont vu le jour pour expliquer ce phénomène.

1.5.2.1 Modèles d'écroûissage

Les premiers modèles sont basés sur l'évolution des dislocations et permettent de modéliser l'écroûissage du matériau jusqu'au stade IV. Des cellules de dislocations sont formées dès les premiers stades de la déformation plastique pour créer la structure finale du matériau nanostructuré. La taille de grain va donc s'affiner en accumulant des désorientations aux joints de grains (Pantleon, 2002 - Estrin *et al.*, 2006). Les premiers modèles ont été développés par Kocks et Mecking (Kocks, 1976 - Kocks & Mecking, 2003) où la densité de dislocations est la seule variable agissant sur l'affinement par la relation :

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = \frac{k_0}{bL} - k_1\rho \quad (1.30)$$

où L est la taille de cellule, k_0 est une constante, k_1 est un paramètre dépendant de la vitesse de déformation et de la température et ρ est la densité de dislocation. Ce modèle est performant pour modéliser les stades II et III de l'écroûissage. En revanche, les procédés de grandes déformations présentés précédemment impliquent des déformations pouvant aller jusqu'au stade V. Dans cet objectif, l'évolution des dislocations est scindée en deux parties : les dislocations évoluant dans les cellules de dislocations ρ_c , et les dislocations évoluant dans les « murs » ρ_w (aux bords). Estrin *et al.* ont proposé un modèle prenant en compte ces deux évolutions (Estrin *et al.*, 1998 - Tóth *et al.*, 2002); ce modèle est présenté par la suite.

La taille des cellules d peut être estimée par la relation :

$$d = \frac{K}{\sqrt{\rho_t}} \quad (1.31)$$

où K est une constante du matériau, ρ est la densité totale de dislocation définie par la loi des mélanges :

$$\rho_t = f\rho_w + (1-f)\rho_c \quad (1.32)$$

où f est la fraction volumique de la densité de dislocation dans les murs.

Cette fraction volumique évolue de façon exponentielle décroissante par la relation :

$$f = f_\infty + (f_0 - f_\infty) \exp\left(\frac{-\gamma}{\tilde{\gamma}}\right) \quad (1.33)$$

où f_0 et f_∞ sont les fractions volumiques initiales et finales (à saturation), $\tilde{\gamma}$ est la vitesse de variation de f avec la déformation plastique en cisaillement γ .

Les contraintes de cisaillement résolues sont liées à la vitesse de déformation en cisaillement résolue $\dot{\gamma}^r$ par les relations :

$$\tau_c^r = \alpha G b \sqrt{\rho_c} \left(\frac{\dot{\gamma}_c^r}{\dot{\gamma}_0} \right)^{1/m} \quad (1.34)$$

$$\tau_w^r = \alpha G b \sqrt{\rho_w} \left(\frac{\dot{\gamma}_w^r}{\dot{\gamma}_0} \right)^{1/m} \quad (1.35)$$

où G est le module de cisaillement, b est le vecteur de Burgers, $1/m$ est la sensibilité à la vitesse de déformation, α est une constante (généralement égale à 0.25). L'état de contrainte général des deux « phases » est défini comme précédemment en utilisant la loi des mélanges.

Dans l'évolution des densités de dislocations, les GND ont été prises en compte par Tóth *et al.* (2010) conduisant à trois équations différentielles de la façon suivante :

$$\dot{\rho}_c = \alpha^* \frac{1}{\sqrt{3}} \frac{\sqrt{\rho_{ws} + \rho_{wg}}}{b} - \beta^* \frac{6\dot{\gamma}_c}{bd(1-f)^{1/3}} - k_0 \left(\frac{\dot{\gamma}_c}{\dot{\gamma}_0} \right)^{-1/n} \dot{\gamma}_c \rho_c \quad (1.36)$$

$$\dot{\rho}_{ws} = (1 - \xi_1) \frac{6\beta^* \dot{\gamma}_c (1-f)^{2/3}}{bdf} + (1 - \xi_2) \frac{\sqrt{3}\beta^* \dot{\gamma}_c (1-f) \sqrt{\rho_{ws} + \rho_{wg}}}{fb} - k_0 \left(\frac{\dot{\gamma}_w}{\dot{\gamma}_0} \right)^{-1/n} \dot{\gamma}_w \rho_{ws} \quad (1.37)$$

$$\dot{\rho}_{wg} = \xi_1 \frac{6\beta^* \dot{\gamma}_c (1-f)^{2/3}}{bdf} + \xi_2 \frac{\sqrt{3}\beta^* \dot{\gamma}_c (1-f) \sqrt{\rho_{ws} + \rho_{wg}}}{fb} \quad (1.38)$$

où α^* et β^* sont des constantes, ρ_{ws} et ρ_{wg} sont les dislocations statistiques et géométriquement nécessaires, respectivement.

Le premier terme de l'équation 1.37 et le deuxième de l'équation 1.38 représentent la perte des dislocations intérieures vers les murs. Le second terme de l'équation 1.37 et le premier de l'équation 1.38 représentent la génération des dislocations par les sources de Frank-Read. Le dernier terme des deux équations représente la restauration dynamique.

Une modification du modèle a été réalisée par McKenzie *et al.* (2007) permettant de prendre en compte l'effet de la pression hydrostatique sur le terme de restauration dynamique.

Ce modèle est très utilisé dans la littérature pour modéliser le comportement des matériaux dans ces procédés (Baik *et al.*, 2003 - Lemiale *et al.*, 2010 - Ding *et al.*, 2011). Ce modèle permet donc de modéliser l'écroûissage de la microstructure. Ce modèle part

donc du principe que des cellules sont déjà créées/présentes dans le matériau, ce qui n'est pas le cas lors des tous premiers stades de la déformation. En revanche, la taille de grains se saturant à une certaine valeur observée expérimentalement est relativement bien représentée par ce modèle. Malgré la saturation de la taille de grains/cellules, les angles de désorientations évoluent toujours et ne tendent donc pas à se saturer en même temps.

1.5.2.2 Taille limite des grains

La taille de grain ne peut être affinée indéfiniment. Il a en effet été observé expérimentalement qu'il est impossible d'amorphiser un matériau avec un procédé SPD. Une taille limite est obtenue après des déformations très intenses. Des modèles ont été développés pour déterminer cette taille de grain limite. Une première hypothèse est qu'à partir de l'équation 1.31, Estrin et Vinogradov (2013) ont défini la plus petite taille de grain atteignable d_s par :

$$\frac{d_s}{b} \approx KM\alpha \frac{G}{\sigma_m} \quad (1.39)$$

où M est le facteur de Taylor, σ_m est la contrainte limite atteignable. Cette relation implique que la taille de cellule correspond à la taille de grain limite car l'équation 1.31 lie la densité de dislocation à la taille de cellule.

Le deuxième modèle (Bouaziz *et al.*, 2010) est basé sur la diffusion des atomes dans les grains et permet d'écrire :

$$d_c = \left(\frac{D_{GB}b}{\dot{\gamma}} \right)^{1/3} \quad (1.40)$$

où D_{GB} est la diffusivité aux joints de grains. La taille de grain limite doit donc saturer à la plus grande valeur des deux quantités d_s et d_c .

Un modèle a été proposé par Mohamed & Dheda (2012). Ce modèle a été initialement proposé pour décrire la taille de grain minimum d_{min} obtenue durant le broyage mécanique (Mohamed, 2003). Ce modèle est basé sur le principe d'un équilibre entre la génération de dislocations produites par l'écroutissage et la restauration provenant de l'annihilation et recombinaison des dislocations :

$$\left(\frac{\delta d}{\delta t} \right)^+ = \left(\frac{\delta d}{\delta t} \right)^- \quad (1.41)$$

Le modèle est décrit par une équation liant des paramètres matériaux, la limite d'élasticité σ , la température de fusion T et l'énergie de faute d'empilement γ :

$$\frac{d_{\min}}{b} = A_3 \exp\left(\frac{-\beta Q}{4RT}\right) \left(\frac{D_{PO} G b^2}{v_0 k T}\right)^{0.25} \left(\frac{\gamma}{G b}\right)^{0.5} \left(\frac{G}{\sigma}\right)^{1.25} \quad (1.42)$$

Un modèle basé sur la recristallisation dynamique continue a été proposé par Gourdet & Montheillet (2003). Les trois mécanismes proposés sont l'écroissage, la restauration dynamique et la migration des joints de grains à grands angles. La désorientation aux joints de grains s'accumule pour former des grands angles. La contrainte d'écoulement sature aux grandes déformations et une limite apparaît associée à la migration aux joints de grain. La relation est définie par :

$$\sigma = Gb \left(A_1 \sqrt{\rho_i} + \frac{A_2}{\sqrt{d}} \right) \quad (1.43)$$

où G est le module d'élasticité en cisaillement, A_1 est une constante proche de 1, A_2 est une constante d'au moins un ordre inférieur, ρ_i est la densité de dislocations dans les sous-grains, et d est la taille de grains. Cet état stabilisé est représenté par une saturation de la taille de grains dans le matériau.

1.5.2.3 Modèles d'affinement de la microstructure

Des modèles permettant de comprendre l'affinement de la microstructure ont été développés et basés sur les effets de l'orientation initiale d'un grain et ses voisins. Barnett and Montheillet (2002) et Raabe *et al.* (2002) ont utilisés la nature asymétrique convergente/divergente du champ de déformation dans l'espace d'orientation pour la représentation du gradient d'orientation. Raabe *et al.* (2002) ont démontré que l'orientation initiale du grain a une importance prépondérante.

D'autres modèles ont été développés sur le principe des disclinaisons par Romanov & Vladimirov (1992), Klimanek *et al.* (2001), Seefeldt *et al.* (2001).

Les modèles vus précédemment ne prennent pas en compte la distribution de la taille de grain, la distribution de la désorientation et l'évolution de texture. Un nouveau modèle a donc vu le jour pour palier à ce manque. Ce modèle est basé sur le fait que la rotation du réseau cristallin est « retardée » par les grains environnants. La rotation est donc moins importante en périphérie qu'au centre du grain. Cette courbure nécessite l'existence de dislocations géométriquement nécessaires (GND). On peut les appeler 'curvature induced dislocations' (CID). La courbure apparaît principalement dans la zone

extérieure du grain (proche des grains voisins) comme le montre la figure 1.24a. Lorsque la courbure devient importante, les CID se regroupent et un joint de grain est créé. Les GND ou CID sont donc supposées responsables de la fragmentation.

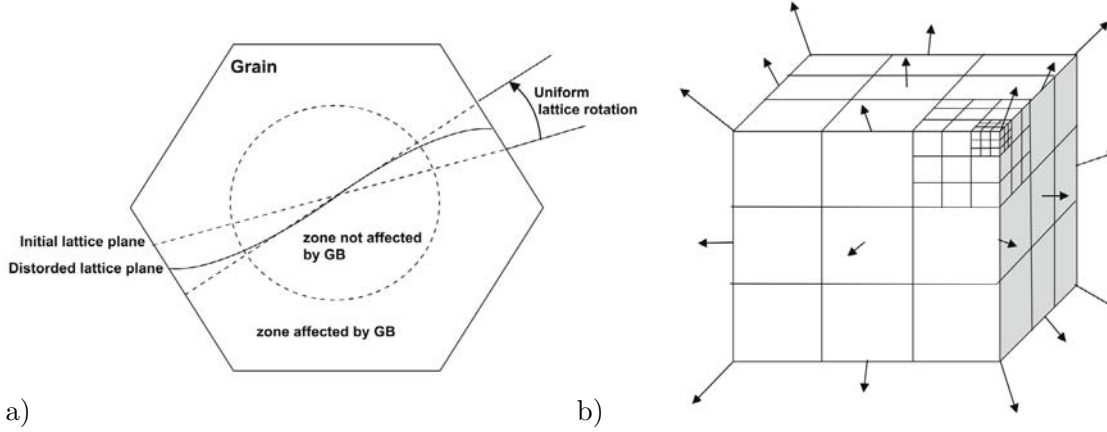


FIG. 1.24 – a) Courbure du réseau dans un grain et b) subdivision d'un grain (Tóth *et al.*, 2010).

La densité de dislocations induite par la courbure du réseau est définie par :

$$\rho_{CID} = k \frac{12 \sin(\mu\Omega)}{bD \left[-\cos(\mu\Omega) + \sqrt{\cos^2(\mu\Omega) + 8} \right]}, \quad k = 1, 2 \text{ ou } 3 \quad (1.44)$$

où D est le diamètre du grain, μ est un coefficient (apparenté à un coefficient de frottement) permettant de ralentir la rotation du réseau Ω . k est un coefficient permettant de prendre en compte la position des sous grains dans un grain initial (figure 1.24b). Par exemple, un grain placé dans un coin est plus retardé qu'un grain placé au centre d'une face.

La densité de dislocations totale définie par la relation 1.32 devient alors :

$$\rho_{total} = \rho_{CID} + f(\rho_{ws} + \rho_{wg}) + (1-f)\rho_c \quad (1.45)$$

Lorsque le seuil permettant de définir un joint de grain est atteint, le grain se subdivise en 27 nouveaux grains (figure 1.24b) comme un « Rubik's cube ». Ce modèle comporte actuellement 3 étages de fragmentation. Un grain initial peut donc se fragmenter en $27 \times 27 \times 27 = 19683$ nouveaux grains.

Les sous grains ont une vitesse de rotation $\dot{\Omega}_{SG}$ définie par :

$$\dot{\Omega}_{SG} = \dot{\Omega}_G + \dot{\Omega}_{SG}^{GB} \quad (1.46)$$

Ici, $\underline{\dot{\Omega}}_G$ est la vitesse de rotation du réseau du grain central et $\underline{\dot{\Omega}}_{SG}^{GB}$ est la vitesse de rotation du réseau du sous-grain causée par le joint de grain.

Ce modèle est intégré dans un code polycristallin de Taylor (1.4.3).

1.6 Références

AGNEW S.R., MEHROTRA P., LILLO T.M., STOICA G.M. & LIAW P.K. (2005), « *Texture evolution of five wrought magnesium alloys during route A equal channel angular extrusion - experiments and simulations* ». *Acta Materialia*, Vol. 53 pp. 3135–3146.

ARZAGHI M. (2010), « *Nouveau procédé d'Hyperdeformation pour les tubes* ». Thèse de doctorat, Université de Metz.

BACHMAIER A., HAFOK M. & PIPPAN R. (2010), « *Rate Independent and Rate Dependent Structural Evolution during Severe Plastic Deformation* ». *Materials Transactions*, Vol. 51 (1) pp. 8–13.

BACHMAIER A., HAFOK M., SCHUSTER R. & PIPPAN R. (2010), « *Limitations in the refinement by Severe Plastic Deformation : the effect of processing* ». *Reviews on Advanced Materials Science*, Vol. 25 pp. 16–22.

BAIK S.C., ESTRIN Y. & KIM H.S. (2003), « *Modeling of deformation behavior of copper under Equal Channel Angular Pressing* ». *Z. Metallkd.*, Vol. 94 pp. 1–7.

BAIK S.C., ESTRIN Y., KIM H.S. & HELLMIG R.J. (2003), « *Dislocation density-based modeling of deformation behavior of aluminium under Equal Channel Angular Pressing* ». *Materials Science and Engineering A*, Vol. 351 pp. 86–97.

BALYANOV A., KUTNYAKOVA J., AMIRKHANOVA N.A., STOLYAROV V. V, VALIEV R.Z., LOAO X.Z., ZHAO Y.H., JIANG Y.B., XU H.F., LOWE T.C. & ZHU Y.T. (2004), « *Corrosion resistance of ultra fine-grained Ti* ». *Scripta Materialia*, Vol. 51 (3) pp. 225–229.

BARNETT M.R. & MONTHEILLET F. (2002), « *The generation of new high-angle boundaries in aluminium during hot torsion* ». *Acta Materialia*, Vol. 50 (9) pp. 2285–2296.

BARRETT C.S. & LUVENSON L.H. (1940), « *Determination of Orientations by etch pits* ». *Transactions of the American Institute of mining and metallurgical engineers*, Vol. 137 pp. 76–83.

BAY B., HANSEN N., HUGHES D.A. & KUHLMANN-WILSDORF D. (1992), « *Overview no. 96 evolution of f.c.c. deformation structures in polyslip* ». *Acta metallurgica et materialia*, Vol. 40 (2) pp. 205–219.

BAY B., HANSEN N. & KUHLMANN-WILSDORF D. (1989), « *Deformation structures in lightly rolled pure aluminium* ». *Materials Science and Engineering A*, Vol. 113 pp. 385–397.

BERBON P.B., FURUKAWA M., HORITA Z., NEMOTO M. & LANGDON T.G. (1999), « *Influence of pressing speed on microstructural development in equal-channel angular pressing* ». *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 30 (8) pp. 1989–1997.

BEYGELZIMER Y., VARYUKHIN V., SYNKOV S.G., SAPRONOV A.N. & SYNKOV V.G. (1999), « *Twist Extrusion Process for Strain Accumulation* ». *Physics in technology*, Vol. 9 pp. 109–111.

BOUAZIZ O., ESTRIN Y., BRÉCHET Y. & EMBURY J.D. (2010), « *Critical grain size for dislocation storage and consequences for strain hardening of nanocrystalline materials* ». *Scripta Materialia*, Vol. 63 (5) pp. 477–479.

BRIDGMAN P.W. (1943), « *On torsion combined with pression* ». *Journal of applied physics*, Vol. 14 pp. 273–283.

BRIDGMAN P.W. (1935), « *Effects of High Shearing Stress Combined with High Hydrostatic Pressure* ». *Physical review*, Vol. 48 pp. 825–847.

CHENAL B. & DRIVER J. (2013), « *Écrouissage d'alliages d'aluminium* ». *Techniques de l'ingénieur*, Vol. 33 (0)

CHOKSHI A.H., ROSEN A., KARCH J. & GLEITER H. (1989), « *On the validity of the Hall-Petch relationship in nanocrystalline materials* ». *Scripta Metallurgica*, Vol. 23 pp. 1679–1684.

DING H., SHEN N. & SHIN Y.C. (2011), « *Modeling of grain refinement in aluminum and copper subjected to cutting* ». *Computational Materials Science*, Vol. 50 (10) pp. 3016–3025.

DJAVANROODI F. & EBRAHIMI M. (2010), « *Effect of die channel angle, friction and back pressure in the equal channel angular pressing using 3D finite element simulation* ». *Materials Science and Engineering A*, Vol. 527 (4-5) pp. 1230–1235.

DOBATKIN S., BASTARACHE E.N., SAKAI G., FUJITA T., HORITA Z. & LANGDON T.G. (2005), « *Grain refinement and superplastic flow in an aluminum alloy processed by High-Pressure Torsion* ». *Materials Science and Engineering A*, Vol. 408 (1-2) pp. 141–146.

ERBEL S. (1979), « *Mechanical Properties and Structure of Extremely Strain-hardened Copper* ». *metals technology*, Vol. 6 pp. 482–486.

ESTRIN Y., TÓTH L.S., BRECHET Y. & KIM H.S. (2006), « *Modelling of the Evolution of Dislocation Cell Misorientation under Severe Plastic Deformation* ». *Proc. of the 3rd Intl. Conf. on Nanomaterials by Severe Plastic Deformation*, *Materials Science Forum*, Vol. 503-504 pp. 675–680.

ESTRIN Y., TÓTH L.S., MOLINARI A. & BRÉCHET Y. (1998), « *A dislocation-based model for all hardening stages in large strain deformation* ». *Acta Metallurgica*, Vol. 46 (15) pp. 5509–5522.

ESTRIN Y. & VINOGRADOV A. (2013), « *Extreme grain refinement by severe plastic deformation: A wealth of challenging science* ». *Acta Materialia*, Vol. 61 (3) pp. 782–817.

FARAJI G., MASHHADI M.M. & KIM H.S. (2011), « *Tubular channel angular pressing (TCAP) as a novel severe plastic deformation method for cylindrical tubes* ». *Materials Letters*, Vol. 65 (19-20) pp. 3009–3012.

FERRASSE S., HARTWIG K.T., GOFORTH R.E. & SEGAL V.M. (1997), « *Microstructure and properties of copper and aluminum alloy 3003 heavily worked by equal channel angular extrusion* ». Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 28 (4) pp. 1047–1057.

FIGUEIREDO R.B. & LANGDON T.G. (2009), « *Using Severe Plastic Deformation for the Processing of Advanced Engineering Materials* ». Materials Transactions, Vol. 50 (7) pp. 1613–1619.

FIGUEIREDO R.B. & LANGDON T.G. (2008), « *Influence of Number of Passes in ECAP on Superplastic Behavior in a Magnesium Alloy* ». Materials Science Forum, Vol. 584-586 pp. 170–175.

FUKUDA Y., OH-ISHI K., HORITA Z. & LANGDON T.G. (2002), « *Processing of a low-carbon steel by equal-channel angular pressing* ». Acta Materialia, Vol. 50 (6) pp. 1359–1368.

GENDELMAN O. V, SHAPIRO M., ESTRIN Y., HELLMIG R.J. & LEKHTMAKHER S. (2006), « *Grain size distribution and heat conductivity of copper processed by equal channel angular pressing* ». Materials Science and Engineering A, Vol. 434 (1-2) pp. 88–94.

GERTSMAN V.Y., BIRNINGER R., VALIEV R.Z. & GLEITER H. (1994), « *On the structure and strength of ultrafine-grained copper produced by severe plastic deformation* ». Scripta Metallurgica et Materialia, Vol. 30 (2) pp. 229–234.

GOURDET S. & MONTHEILLET F. (2003), « *A model of continuous dynamic recrystallization* ». Acta Materialia, Vol. 51 (9) pp. 2685–2699.

HADZIMA B., JANECEK M., HELLMIG R.J., KUTNYAKOVA Y. & ESTRIN Y. (2006), « *Microstructure and corrosion behaviour of ultrafine-grained copper* ». Materials Science Forum, Vol. 503-504 pp. 883–888.

HANSEN N., HUANG X., UEJI R. & TSUJI N. (2004), « *Structure and strength after large strain deformation* ». Materials Science and Engineering A, Vol. 387-389 pp. 191–194.

HEBESBERGER T., STUWE H.P., VORHAUER A., WETSCHER F. & PIPPAN R. (2005), « *Structure of Cu deformed by High Pressure Torsion* ». Acta Materialia, Vol. 53 (2) pp. 393–402.

HORITA Z., FUJINAMI T., NEMOTO M. & LANGDON T.G. (2001), « *Improvement of mechanical properties for Al alloys using equal-channel angular pressing* ». Journal of Materials Processing Technology, Vol. 117 (3) pp. 288–292.

HUANG F., TAO N.R. & LU K. (2011), « *Effects of Strain Rate and Deformation Temperature on Microstructures and Hardness in Plastically Deformed pure Copper* ». Journal of Materials Science and Technology, Vol. 27 pp. 1–7.

HUGHES D.A. & HANSEN N. (1997), « *High angle boundaries formed by grain subdivision mechanisms* ». Acta Materialia, Vol. 45 (9) pp. 3871–3886.

- HUGHES D.A. & HANSEN N.** (1995), « *High angle boundaries and orientation distributions at large strains* ». Scripta Metallurgica et Materialia, Vol. 33 (2) pp. 315–321.
- HUGHES D.A. & HANSEN N.** (2000), « *Microstructure and strength of Nickel at large strains* ». Acta Materialia, Vol. 48 pp. 2985–3004.
- HUGHES D.A., LIU Q., CHRZAN D.C. & HANSEN N.** (1997), « *Scaling of microstructural parameters: Misorientations of deformation induced boundaries* ». Acta Materialia, Vol. 45 (1) pp. 105–112.
- ISLAMGALIEV R.K., CHMELIK F. & KUZEL R.** (1997), « *Thermal stability of submicron grained copper and nickel* ». Materials Science and Engineering A, Vol. 237 (1) pp. 43–51.
- ISLAMGALIEV R.K., CHMELIK F. & KUZEL R.** (1997), « *Thermal structure changes in copper and nickel processed by severe plastic deformation* ». Materials Science and Engineering A, Vol. 234-236 pp. 335–338.
- ISLAMGALIEV R.K., KAZYHANOV V., SHESTAKOVA L., SHARAFUTDINOV A. V & VALIEV R.Z.** (2008), « *Microstructure and mechanical properties of titanium (Grade 4) processed by high-pressure torsion* ». Materials Science and Engineering A, Vol. 493 (1-2) pp. 190–194.
- IWAHASHI Y., WANG J.T., HORITA Z., NEMOTO M. & LANGDON T.G.** (1996), « *Principle of Equal-Channel Angular Pressing for the processing of ultrafine grained materials* ». Vol. 35 (2) pp. 143–146.
- JANECEK M., HADZIMA B., HELLMIG R.J. & ESTRIN Y.** (2005), « *The influence of microstructure on the corrosion properties of Cu polycrystals prepared by ECAP* ». KOVOVE MATERIALY-METALLIC MATERIALS, Vol. 43 (4) pp. 258–271.
- KIM H.S., ESTRIN Y. & BUSH M.B.** (2000), « *Plastic deformation behaviour of fine-grained materials* ». Acta Materialia, Vol. 48 pp. 493–504.
- KLIMANEK P., KLEMM V., ROMANOV A.E. & SEEFELDT M.** (2001), « *Disclinations in Plastically Deformed Metallic Materials* ». Advanced Engineering Materials, Vol. 3 (11) pp. 877.
- KOCKS U.F.** (1976), « *Laws for Work-Hardening and Low-Temperature Creep* ». Journal of Engineering Materials and Technology, Vol. 98 (1) pp. 76.
- KOCKS U.F. & MECKING H.** (2003), « *Physics and phenomenology of strain hardening: the FCC case* ». Progress in Materials Science, Vol. 48 (3) pp. 171–273.
- KORZNIKOV A. V, MULYUKOV R.R. & VALIEV R.Z.** (2003), « *Structure and properties of ultrafine-grained materials produced by severe plastic deformation* ». Materials Science and Engineering A, Vol. 168 (2) pp. 141–148.
- LANGFORD G. & COHEN M.** (1969), « *Strain hardening of iron by severe plastic deformation* ». ASM Transactions quarterly, Vol. 62 (3) pp. 623.

LAPOVOK R., ESTRIN Y., DJUGUM R. & LERK A. (2010), « *Severe Plastic Deformation Processes with Friction Induced Shear* ». Materials Science Forum, Vol. 667-669 pp. 25–30.

LAPOVOK R., NG H.P., TOMUS D. & ESTRIN Y. (2012), « *Bimetallic copper–aluminium tube by severe plastic deformation* ». Scripta Materialia, pp. 8–11.

LEMIALE V., ESTRIN Y., KIM H.S. & O'DONNELL R. (2010), « *Grain refinement under high strain rate impact: A numerical approach* ». Computational Materials Science, Vol. 48 (1) pp. 124–132.

LU K. & HANSEN N. (2009), « *Structural refinement and deformation mechanisms in nanostructured metals* ». Scripta Materialia, Vol. 60 (12) pp. 1033–1038.

MCKENZIE P.W.J. & LAPOVOK R. (2010), « *ECAP with back pressure for optimum strength and ductility in aluminium alloy 6016. Part 2: Mechanical properties and texture* ». Acta Materialia, Vol. 58 (9) pp. 3212–3222.

MCKENZIE P.W.J., LAPOVOK R. & ESTRIN Y. (2007), « *The influence of back pressure on ECAP processed AA 6016: Modeling and experiment* ». Acta Materialia, Vol. 55 (9) pp. 2985–2993.

MCNELLEY T.R. & SWISHER D.L. (2004), « *Deformation banding and grain refinement during ECAP of aluminum* ». Ultrafine grained materials III, pp. 89–94.

DE MESSEMAEKER J., VERLINDEN B. & VAN HUMBEECK J. (2004), « *Mechanical Behavior of IF Steel Processed by Equal Channel Angular Pressing* ». Ultrafine Grained Materials III ed. Y.T. Zhu et al., TMS, pp. 595–600.

MIYAMOTO H., ERB U., KOYAMA T., MIMAKI T., VINOGRADOV A. & HASHIMOTO S. (2004), « *Microstructure and texture development of copper single crystals deformed by equal-channel angular pressing* ». Philosophical Magazine Letters, Vol. 84 (4) pp. 235–243.

MOHAMED F.A. (2003), « *A dislocation model for the minimum grain size obtainable by milling* ». Acta Materialia, Vol. 51 (14) pp. 4107–4119.

MOHAMED F.A. & DHEDA S. (2012), « *On the minimum grain size obtainable by high-pressure torsion* ». Materials Science and Engineering A, Vol. 558 pp. 59–63.

MOLINARI A., CANOVA G. & AHZI S. (1987), « *A self consistent approach of the large deformation polycrystal viscoplasticity* ». Acta Metallurgica, Vol. 35 (12) pp. 2983–2994.

MOLODOVA X., GOTTSTEIN G., WINNING M. & HELLMIG R.J. (2007), « *Thermal stability of ECAP processed pure copper* ». Materials Science and Engineering A, Vol. 460-461 pp. 204–213.

MUGHRABI H. (2010), « *Fatigue, an everlasting materials problem - still en vogue* ». Procedia Engineering, Vol. 2 (1) pp. 3–26.

MUGHRABI H. & HOPPEL H.W. (2010), « *Cyclic deformation and fatigue properties of very fine-grained metals and alloys* ». International Journal of Fatigue, Vol. 32 pp. 1413–1427.

MUGHRABI H., HOPPEL H.W., KAUTZ M. & VALIEV R.Z. (2003), « *Annealing treatments to enhance thermal and mechanical stability of ultrafine-grained metal's produced by severe plastic deformation* ». Z. Metallkd., Vol. 94 (10) pp. 1079–1083.

MUKAI T., YAMANOI M., WATANABE H. & HIGASHI K. (2001), « *Ductility enhancement in AZ31 magnesium alloy by controlling its grain structure* ». Scripta Materialia, Vol. 45 (1) pp. 89–94.

NAGASEKHAR A. V, CHAKKINGAL U. & VENUGOPAL P. (2006), « *Candidature of equal channel angular pressing for processing of tubular commercial purity-titanium* ». Journal of Materials Processing Technology, Vol. 173 (1) pp. 53–60.

NAKASHIMA K., HORITA Z., NEMOTO M. & LANGDON T.G. (2000), « *Development of a multi-pass facility for equal-channel angular pressing to high total strains* ». Materials Science and Engineering A, Vol. 281 (1-2) pp. 82–87.

OHASHI K., FUJITA T., KANEKO K., HORITA Z. & LANGDON T.G. (2006), « *The aging characteristics of an Al–Ag alloy processed by equal-channel angular pressing* ». Materials Science and Engineering A, Vol. 437 (2) pp. 240–247.

PANTLEON W. (2002), « *Formation of disorientations in dislocation structures during plastic deformation* ». Solid State Phenomena, Vol. 87 pp. 73–92.

PANTLEON W. & HANSEN N. (2001), « *Disorientations in dislocation boundaries: formation and spatial correlation* ». Materials Science and Engineering A, Vol. 309-310 pp. 246–250.

PARK K.T., HAN S.Y., AHN B.D., SHIN D.H., LEE Y.K. & UM K.K. (2004), « *Ultrafine grained dual phase steel fabricated by equal channel angular pressing and subsequent intercritical annealing* ». Scripta Materialia, Vol. 51 (9) pp. 909–913.

PARK K.T., KIM Y.-S., LEE J.G. & SHIN D.H. (2000), « *Thermal stability and mechanical properties of ultrafine grained low carbon steel* ». Materials Science and Engineering A, Vol. 293 pp. 165–172.

PATLAN V., VINOGRADOV A., HIGASHI K. & KITAGAWA K. (2001), « *Overview of fatigue properties of fine grain 5056 Al-Mg alloy processed by equal-channel angular pressing* ». Materials Science and Engineering A, Vol. 300 (1-2) pp. 171–182.

POORTMANS S. & VERLINDEN B. (2005), « *Mechanical properties of fine-grained AA1050 after ECAP* ». Proc. 3th Int. Conf. On Nano-SPD, pp. 847–852.

RAAB G., VALIEV R.Z., LOWE T.C. & ZHU Y.T. (2004), « *Continuous processing of ultrafine grained Al by ECAP-Conform* ». Materials Science and Engineering A, Vol. 382 pp. 30–34.

RAABE D., ZHAO Z. & MAO W. (2002), « *On the dependence of in-grain subdivision and deformation texture of aluminum on grain interaction* ». *Acta Materialia*, Vol. 50 (17) pp. 4379–4394.

RAABE D., ZHAO Z., PARK S.J. & ROTERS F. (2002), « *Theory of orientation gradients in plastically strained crystals* ». *Acta Materialia*, Vol. 50 (2) pp. 421–440.

RACK H.J. & COHEN M. (1970), « *Strain hardening of iron-titanium alloys at very large strains* ». *Materials Science and Engineering A*, Vol. 6 (5) pp. 320–326.

RICHERT J. & RICHERT M. (1986), « *A New Method for Unlimited Deformation of Metals and Alloys* ». *Aluminium*, Vol. 62 (8) pp. 604–607.

ROMANOV A.E. & VLADIMIROV V.I. (1992), « *Disclinations in Crystalline Solids In: Dislocations in Solids* ». Ed. F. R. N. Nabarro, North Holland, Elsevier Science Publishers, Amsterdam etc, Vol. 9 pp. 191–402.

SAITO Y., UTSUNOMIYA H., TSUJI N. & SAKAI T. (1999), « *Novel ultra-high straining process for bulk materials - development of the accumulative roll-bonding (ARB) process* ». *Acta Materialia*, Vol. 47 (2) pp. 579–583.

SAUNDERS I. & NUTTING J. (1984), « *Deformation of metals to high strains using combination of torsion and compression* ». *Metal Science*, Vol. 18 (12) pp. 6.

SAXL I., SKLENIČKA V., ILUCOVA L., SVOBODA M., DVOŘÁK J. & KRÁL P. (2009), « *The link between microstructure and creep in aluminum processed by equal-channel angular pressing* ». *Materials Science and Engineering A*, Vol. 503 (1-2) pp. 82–85.

SAXL I., SKLENIČKA V., ILUCOVA L., SVOBODA M., KRÁL P. & DVOŘÁK J. (2010), « *Characterization of creep behavior and microstructure changes in pure copper processed by equal channel angular pressing* ». *Reviews on Advanced Materials Science*, Vol. 25 (3) pp. 233–240.

SCHMID E. (1924), « *Zn - Normal stress law* ». *Proc. Int. Congr. Appl. Mech. (Delft)*, pp. 342.

SEEFELDT M., DELANNAY L., PEETERS B., KALIDINDI S.R. & VAN HOUTTE P. (2001), « *A disclination-based model for grain subdivision* ». *Materials Science and Engineering A*, Vol. 319-321 pp. 192–196.

SEGAL V.M. (1974), « *PhD Thesis* ».

SERRE P., FIGUEIREDO R.B., GAO N. & LANGDON T.G. (2011), « *Influence of strain rate on the characteristics of a magnesium alloy processed by high-pressure torsion* ». *Materials Science and Engineering A*, Vol. 528 pp. 3601–3608.

SEVILLANO J.G., VAN HOUTTE P. & AERNOUDT E. (1980), « *Large strain work-hardening and textures* ». *Progress in Materials Science*, Vol. 25 (2-4) pp. 69–412.

SHIN D.H., KIM B.C., KIM Y.-S. & PARK K.T. (2000), « *Microstructural evolution in a commercial low carbon steel by equal channel angular pressing* ». *Acta Materialia*, Vol. 48 (9) pp. 2247–2255.

SKLENIČKA V., DVOŘÁK J., KRÁL P., SVOBODA M. & SAXL I. (2009), « *Some factors affecting the creep behaviour of metallic materials processed by equal-channel angular pressing* ». International Journal of Materials Research (formerly Zeitschrift fuer Metallkunde), Vol. 100 (06) pp. 762–766.

SMIRNOVA N.A., LEVIT V.I., PILYUGIN V.I., KUZNETSOV R.I., DAVYDOVA L.S. & SAZONOVA V.A. (1986), « *Evolution of the fcc single-crystal structure during severe plastic-deformations* ». Fizika metallov I metallovedenie, Vol. 61 (6) pp. 1170–1177.

SON I.J., NAKANO H., OUE S., KOBAYASHI S., FUKUSHIMA H. & HORITA Z. (2006), « *Effect of equal-channel angular pressing on the pitting corrosion resistance of Al alloy* ». Materials Science Forum, Vol. 503-504 pp. 487–492.

SUN L., MUSZKA K., WYNNE B.P. & PALMIERE E.J. (2011), « *The effect of strain path reversal on high-angle boundary formation by grain subdivision in a model austenitic steel* ». Scripta Materialia, Vol. 64 (3) pp. 280–283.

SUZUKI T., VINOGRADOV A. & HASHIMOTO S. (2004), « *Strength Enhancement and Deformation Behavior of Gold after Equal-Channel Angular Pressing* ». MATERIALS TRANSACTIONS, Vol. 45 (7) pp. 2200–2208.

TAYLOR G.I. (1938), « *Plastic strain in metals* ». Journal institute of metals, Vol. 62 pp. 307.

TÓTH L.S., ARZAGHI M., FUNDENBERGER J.-J., BEAUSIR B., BOUAZIZ O. & ARRUFFAT R. (2009), « *Severe plastic deformation of metals by high-pressure tube twisting* ». Scripta Materialia, Vol. 60 (3) pp. 175–177.

TÓTH L.S., ESTRIN Y., LAPOVOK R. & GU C.F. (2010), « *A model of grain fragmentation based on lattice curvature* ». Acta Materialia, Vol. 58 (5) pp. 1782–1794.

TÓTH L.S., MOLINARI A. & ESTRIN Y. (2002), « *Strain Hardening at Large Strains as Predicted by Dislocation Based Polycrystal Plasticity Model* ». Journal of Engineering Materials and Technology, Vol. 124 (1) pp. 71–77.

TSUJI N., ITO Y., SAITO Y. & MINAMINO Y. (2002), « *Strength and ductility of ultrafine grained aluminum and iron produced by ARB and annealing* ». Scripta Materialia, Vol. 47 pp. 893–899.

VALIEV R.Z., ESTRIN Y., HORITA Z., LANGDON T.G., ZEHETBAUER M.J. & ZHU Y.T. (2006), « *Producing Bulk Ultrafine-Grained Materials by Severe Plastic Deformation* ». Journal of Metals, Vol. 58 (4) pp. 33–39.

VALIEV R.Z., ISLAMGALIEV R.K. & ALEXANDROV I. (2000), « *Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation* ». Progress in Materials Science, Vol. 45 pp. 103–189.

VALIEV R.Z., KAIBYSHEV O.A., KUZNETSOV R.I., MUSALIMOV R.S. & TSENEV N.K. (1988), « *The low-temperature superplasticity of metallic materials* ». Soviet Physics Doklady, Vol. 301 (4) pp. 864.

VINOGRADOV A., MIYAMOTO H., MIMAKI T. & HASHIMOTO S. (2002), « *Corrosion, stress corrosion cracking and fatigue of ultra-fine grain copper fabricated by severe plastic deformation* ». *Annales de Chimie - Science des Matériaux*, Vol. 27 (3) pp. 65–75.

VINOGRADOV A., WASHIKITA A., KITAGAWA K. & KOPYLOV V.I. (2003), « *Fatigue life of fine-grain Al–Mg–Sc alloys produced by equal-channel angular pressing* ». *Materials Science and Engineering A*, Vol. 349 (1-2) pp. 318–326.

VORHAUER A., KLEBER S. & PIPPAN R. (2005), « *Influence of processing temperature on microstructural and mechanical properties of high alloyed single phase steels subjected to SPD* ». *Materials Science and Engineering A*, Vol. 410-411 pp. 281–284.

WADSACK R., PIPPAN R. & SCHEDLER B. (2003), « *Structural refinement of chromium by severe plastic deformation* ». *Fusion Engineering and Design*, Vol. 66-68 pp. 265–269.

WANG J., KANG S.-B. & KIM H.-W. (2004), « *Shear features during equal channel angular pressing of a lamellae eutectic alloy* ». *Materials Science and Engineering A*, Vol. 383 (2) pp. 356–361.

WANG Y., CHEN M., ZHOU F. & MA E. (2002), « *High tensile ductility in a nanostructured metal* ». *Nature*, Vol. 419 pp. 912–914.

WEI K.X., WEI W., WANG F., DU Q.B., ALEXANDROV I. & HU J. (2011), « *Microstructure, mechanical properties and electrical conductivity of industrial Cu–0.5%Cr alloy processed by severe plastic deformation* ». *Materials Science and Engineering A*, Vol. 528 (3) pp. 1478–1484.

YANAGIDA A., JOKO K. & AZUSHIMA A. (2008), « *Formability of steels subjected to cold ECAE process* ». *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 201 (1-3) pp. 390–394.

ZHAO Y.H., LIAO X.Z., HORITA Z., LANGDON T.G. & ZHU Y.T. (2008), « *Determining the optimal stacking fault energy for achieving high ductility in ultrafine-grained Cu–Zn alloys* ». *Materials Science and Engineering A*, Vol. 493 (1-2) pp. 123–129.

ZHAO Y.H., ZHU Y.T., LIAO X.Z., HORITA Z. & LANGDON T.G. (2006), « *Tailoring stacking fault energy for high ductility and high strength in ultrafine grained Cu and its alloy* ». *Applied Physics Letters*, Vol. 89 (12) pp. 121906.

ZHILYAEV A.P. & LANGDON T.G. (2008), « *Using high-pressure torsion for metal processing: Fundamentals and applications* ». *Progress in Materials Science*, Vol. 53 (6) pp. 893–979.

ZHILYAEV A.P., LEE S., NURISLAMOVA G. V, VALIEV R.Z. & LANGDON T.G. (2001), « *Microhardness and microstructural evolution in pure Nickel during High-Pressure Torsion* ». *Scripta Materialia*, Vol. 44 pp. 2753–2758.

ZHILYAEV A.P., NURISLAMOVA G. V, KIM B.-K., BARÓ M.D., SZPUNAR J.A. & LANGDON T.G. (2003), « *Experimental parameters influencing grain refinement and microstructural evolution during high-pressure torsion* ». *Acta Materialia*, Vol. 51 (3) pp. 753–765.

ZHILYAEV A.P., OHISHI K., LANGDON T.G. & MCNELLEY T. (2005), « *Microstructural evolution in commercial purity aluminum during high-pressure torsion* ». Materials Science and Engineering A, Vol. 410-411 pp. 277–280.

ZHORIN V.A., KUSHNEREV M.Y., SHASHKIN D.P., NAGORNYI V.G. & ENIKOLOPYAN N.S. (1982), « *Structural-changes in graphite, due to combined effects of high-pressure and shift deformations* ». Zhurnal fizicheskoi khimii, Vol. 56 (10) pp. 2486–2490.

Chapitre 2

Moyens expérimentaux mis en œuvre

Sommaire

2.1	Conception d'un dispositif High Pressure Tube Twisting.....	56
2.2	Frottement sec aux hautes pressions apparentes	74
2.3	Références.....	97

Ce chapitre a pour objectif de présenter les deux principaux moyens expérimentaux utilisés. Ces dispositifs sont conçus en respectant un cahier des charges spécifiques à cette étude. Ils sont par la suite réalisés, calibrés puis validés pour répondre à notre besoin. Ils sont, pour finir, exploités en réalisant des essais expérimentaux.

Dans un premier temps, un dispositif expérimental permettant l'exploitation du procédé HPTT est présenté. Les résultats seront exploités dans les chapitres suivants. Dans un deuxième temps, un second dispositif permettant l'étude du frottement sec en condition quasi-statique sous hautes pressions apparentes est exposé.

2.1 Conception d'un dispositif High Pressure Tube Twisting

2.1.1 Définition du besoin

Parmi les différents procédés d'hyperdéformation présentés précédemment, « High Pressure Tube Twisting » est choisi. Le premier dispositif d'hyperdéformation HPTT a été développé au sein du laboratoire et est récent au regard d'autres procédés plus courants comme ECAE ou HPT. Il permet d'affiner la microstructure de pièces de forme tubulaire. Une première version du procédé a été conçue comme indiqué dans la section 1.1.4 du chapitre précédent. Le schéma est à nouveau représenté sur la figure 2.1.

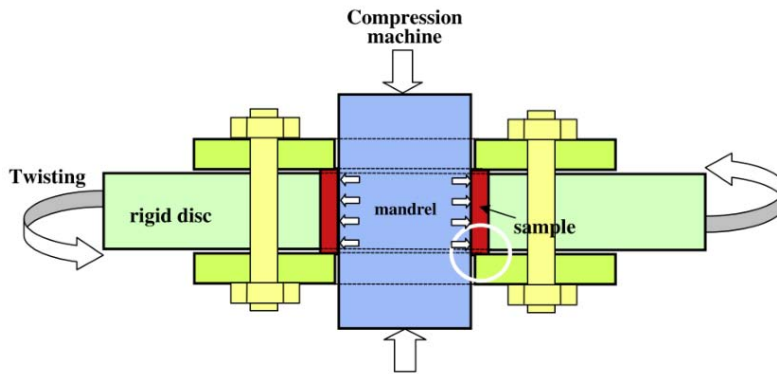


FIG. 2.1 – Schéma d'HPTT (Tóth *et al.*, 2009).

Un tube est cisailé dans l'épaisseur pour affiner sa microstructure. Le cisaillement est réalisé par le déplacement relatif de la paroi externe par rapport à la paroi interne. Cela est possible grâce à la mise sous pression hydrostatique (de l'ordre de 1 GPa) préalable de l'échantillon entre un piston et une matrice. Dans la deuxième partie de l'essai, une rotation de la partie mobile (matrice extérieure) est appliquée pour permettre une déformation en cisaillement dans l'épaisseur du tube. La rotation de la matrice extérieure peut être de l'ordre de quelques degrés à plusieurs tours. La normale au plan de cisaillement produit dans la paroi du tube est dans la direction radiale et la direction de cisaillement est tangentielle. La déformation dans l'épaisseur du tube est continue (comme HPT et contrairement à ECAE où la déformation est séquentielle). L'entraînement en rotation entre les deux parois du tube et la matrice et piston est possible grâce aux frottements mis en jeu par la pression hydrostatique qui permet de

développer de grandes contraintes radiales. Le frottement à ces pressions sera étudié dans la deuxième partie de ce chapitre. Il a été étudié dans le chapitre bibliographique que la vitesse de déformation a un effet sur la microstructure. Nous nous plaçons dans le cas où cette dernière est faible soit 30°/min. Il est clair que ces vitesses ne sont pas utilisables dans le milieu industriel.

Il est important d'établir une analyse précise des fonctions à satisfaire pour répondre à notre besoin. La figure 2.2 propose un diagramme issu de la méthode APTE (APplication aux Techniques d'Entreprise) définissant les différentes fonctions que le dispositif doit satisfaire.

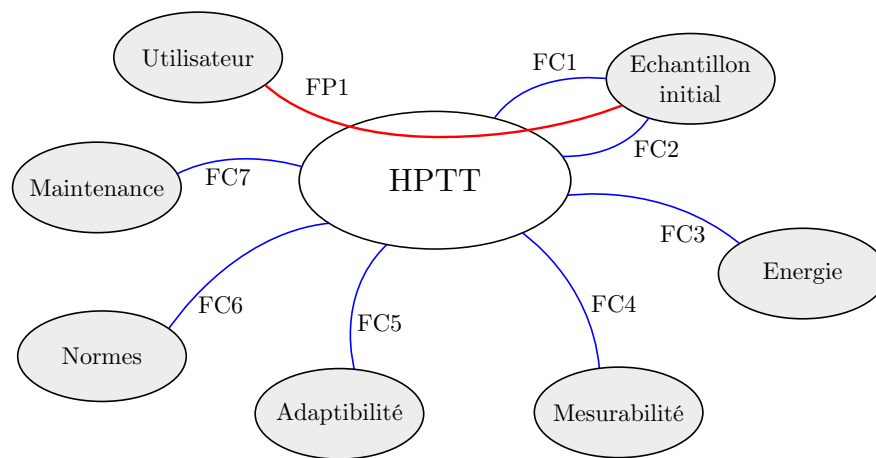


FIG. 2.2 – Diagramme pieuvre issu de la méthode APTE du dispositif HPTT.

La fonction principale FP1 du dispositif est « déformer des échantillons tubulaires par cisaillement simple ».

Les fonctions contraintes auxquelles doit répondre le dispositif sont :

- FC1 : Appliquer une pression hydrostatique à l'échantillon.
- FC2 : Cisailer l'échantillon confiné.
- FC3 : S'adapter sur un dispositif énergétique externe existant.
- FC4 : Contrôler les paramètres appliqués (mesure du couple, angle de rotation, pression).
- FC5 : S'adapter au procédé HPTT (High Pressure Tube Twisting) ainsi que d'autres procédés d'hyperdéformation (ex : HPT).
- FC6 : Respecter les normes, notamment en matière de sécurité.
- FC7 : Respecter une maintenance des appareils électriques utilisés.

2.1.2 Analyse de l'existant

Comme nous l'avons indiqué, une première version du dispositif a été développée au sein du laboratoire. Une analyse critique de cette première version doit conduire à améliorer les performances (et les capacités) et ainsi tendre vers les objectifs fixés.

Trois points sont à souligner :

- Le précédent dispositif était « utilisable » sur une machine de compression standard. L'inconvénient était l'obligation du démontage/remontage entre chaque session d'essai. La nouvelle version du dispositif doit être intégrée dans un dispositif global dédié au procédé.
- La phase de mise sous pression hydrostatique est réalisée par l'intermédiaire d'un piston (mandrin). En effet, sur le schéma du dispositif HPTT (figure 2.1), une force de compression appliquée sur le piston permet d'appliquer la pression en utilisant l'élasticité de ce dernier. La force à exercer sur le piston pour obtenir une pression hydrostatique de l'ordre de 1 GPa est très importante. Une autre solution technologique a été envisagée et présentée sur la figure 2.3a. La pression est appliquée directement sur la surface supérieure du tube. De plus, la machine de compression, sur laquelle était positionné le dispositif, ne disposait pas de régulation de la force axiale. La régulation étant manuelle, des variations de l'ordre de 300 MPa sont observées pour une pression visée de 1 GPa durant la déformation. La figure 2.3b permet de visualiser cette perte de pression (courbe rouge). L'entraînement en rotation de l'échantillon étant directement lié à la pression hydrostatique appliquée, il est très important de contrôler ce paramètre pour éviter le glissement.

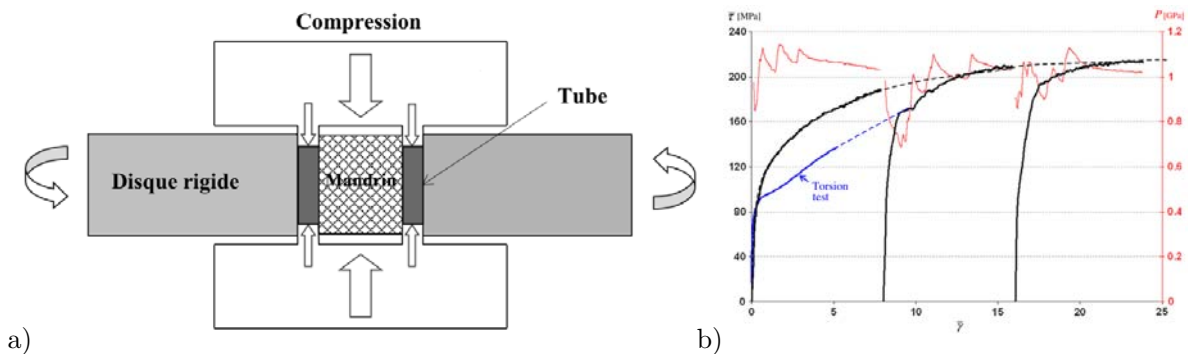


FIG. 2.3 – a) Seconde configuration du dispositif HPTT et b) Courbes contrainte-déformation en cisaillement obtenues après HPTT pour de l'aluminium commercialement pur après 3 chargements consécutifs (Arzaghi, 2010).

- La rotation de la matrice extérieure permettant d'entraîner en rotation la paroi externe du tube. Comme on peut le voir sur la figure 2.3, la courbe de contrainte en cisaillement (directement proportionnelle au couple) est constituée de trois courbes distinctes (courbes noires) au cours de la déformation. Le dispositif est, comme indiqué précédemment, placé sur une machine de traction standard avec un module de torsion associé. Ce dernier ne pouvant effectuer plus de 90° de rotation, l'échantillon est donc extrait après chaque rotation puis replacé pour effectuer la rotation suivante. La pression hydrostatatique est donc annulée puis réappliquée sur l'échantillon à chaque nouveau passage. Le couple maximal pouvant être développé par ce module est de 1500 Nm. Cela est suffisant pour l'aluminium mais devient trop limitant pour déformer des échantillons d'acier.

Ces points doivent être pris en compte dans la recherche de solutions technologiques précédant la conception.

2.1.3 Le procédé HPTT

En prenant en compte les remarques énoncées précédemment, un nouveau schéma de principe du dispositif HPTT a été défini en vue d'en réaliser la conception (figure 2.4).

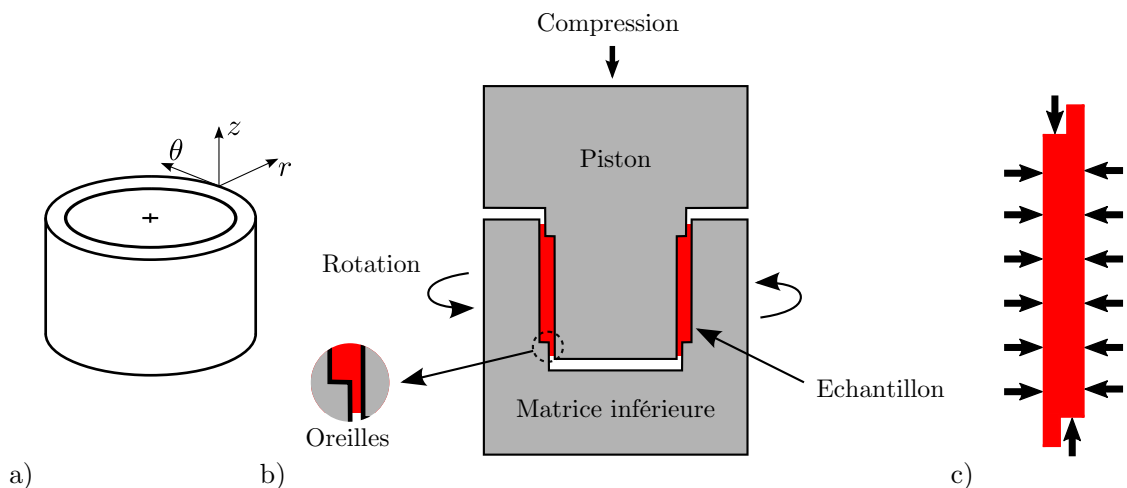


FIG. 2.4 – a) Forme initiale du tube, b) schéma du procédé HPTT et c) pression s'exerçant sur une section (r-z) du tube.

Dans cette nouvelle configuration, seul l'échantillon se déforme sous l'application de la force axiale puisqu'elle s'exerce par l'intermédiaire de la surface supérieure de

l'échantillon. L'élasticité du piston n'est plus utilisée pour appliquer la pression hydrostatique. La hauteur de l'échantillon va donc diminuer légèrement durant la mise sous pression. La pression transmise directement à l'échantillon (et non plus en utilisant l'élasticité du piston) permet :

- de déformer une seule pièce, l'échantillon,
- de réduire la force à appliquer pour atteindre des pressions de l'ordre de 1 GPa dans l'échantillon.

Le jeu entre le piston et la matrice inférieure (illustré sur la figure 2.4) est nécessaire à la déformation plastique de l'échantillon. On observe la formation d'une enveloppe mince correspondant à l'écoulement de la matière dans ce jeu. Cette formation a été observée et nommée oreille (« ears ») par Tóth *et al.* (2009). Les oreilles ainsi créées vont engendrer une pression hydrostatique répartie de façon constante dans le volume de l'échantillon (voir le chapitre suivant traitant de la modélisation du procédé).

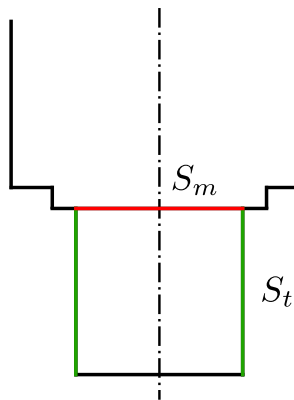


FIG. 2.5 – Schéma de la section du piston simplifié.

Le piston est une pièce ayant des changements de sections abruptes (figure 2.4). Cela est inévitable pour permettre l'application de la pression hydrostatique à l'échantillon. En revanche, lorsqu'il y a entrainement en rotation, le matériau est fragilisé par des concentrations de contrainte excessive. La géométrie de l'échantillon ne peut donc être aléatoire et des limitations sont nécessaires. Le détail des calculs est présenté ci-dessous.

Le cisaillement se transmet à travers la section S_m (figure 2.5). On peut donc définir une limite pour la taille de l'échantillon pour éviter la rupture du piston. Le couple est transmis de la matrice extérieure à la surface S_t . Le couple transmis à travers S_m est limité par la limite d'élasticité du piston. On peut écrire l'inégalité permettant au piston de ne pas être endommagé :

$$\int_0^{r_i} 2\pi \frac{r}{r_i} \tau_0^m r^2 dr \leq \int_0^L 2\pi \tau_0^t r_i^2 dh \quad (2.1)$$

où r_i est le rayon interne du tube (soit aussi le rayon du piston), L est la longueur du tube, τ_0^m est la limite d'élasticité en cisaillement du piston et τ_0^t est celle du tube. On peut noter que pour la surface S_m , l'intégrale s'effectue sur le rayon alors que pour la surface S_t , elle se fait sur la hauteur de l'échantillon.

Après intégration, on obtient la relation :

$$\frac{L}{r_i} \leq \frac{1}{4} \frac{\tau_0^m}{\tau_0^t} \quad (2.2)$$

Un matériau-outil communément utilisé (45NCD16) après traitement thermique possède une limite d'élasticité comprise entre 1800 et 2000 MPa. On peut donc évaluer la contrainte de cisaillement de l'échantillon admissible pour un rapport L/r_i donné (figure 2.6). Pour un acier IF, un rapport de 1 est nécessaire pour éviter la casse du piston.

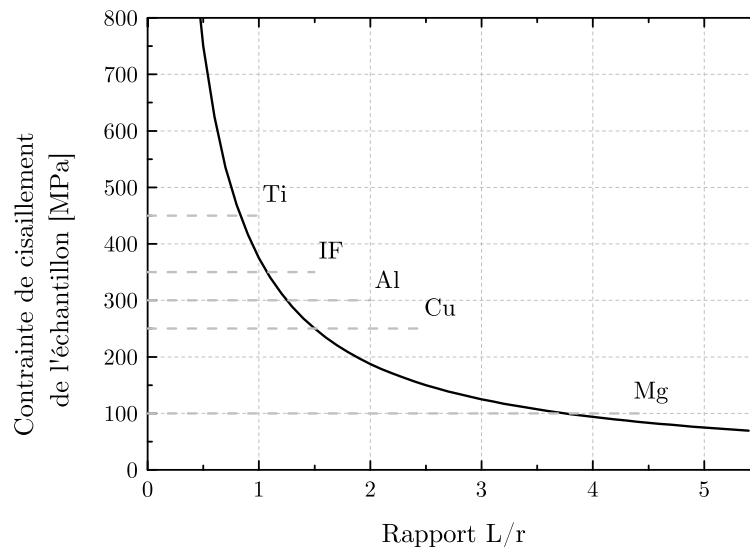


FIG. 2.6 – Courbe représentant la contrainte de cisaillement de l'échantillon admissible en fonction du rapport L/r_i .

L'échantillon ne peut donc dépasser une limite d'élasticité en cisaillement de 350 MPa pour un ratio L/r_i égale à 1. Il est donc nécessaire de connaître le comportement mécanique de l'échantillon.

La limitation dans la géométrie de l'échantillon contraint à imaginer des solutions pour mettre en forme ces matériaux nanostructurés. Une voie possible est le procédé de

fluotournage (ou repoussage). La mise en place de ce type d'échantillon tubulaire étant difficile, une étude a été réalisée sur des échantillons hyperdéformés par d'autres procédés SPD ayant une géométrie plus conventionnelle (ECAP et HPT pour réaliser des disques). Les résultats sont présentés en annexe A.

2.1.3.1 Matériau étudié

Dans cette étude, le principal matériau utilisé est un acier IF (Interstitial Free) provenant des usines d'ArcelorMittal. La composition de ce matériau est de 0.0018 C, 0.095 Mn, 0.026 Cu, 0.023 Cr, 0.06 Al, 0.046 Ti, Fe balance, en pourcentage massique. Les aciers IF contiennent du carbone en faible quantité (<0.005%), les interstitiels sont stabilisés par l'ajout du titane. Ce matériau est très utilisé dans l'industrie automobile pour son bon compromis entre emboutissabilité et résistance mécanique. Il est notamment utilisé pour des pièces de structures comme longerons, traverses, pieds de milieu ou capots. Sa facilité de mise en forme est due aux coefficients d'écrouissage et d'anisotropie élevés permettant l'emboutissage profond. Le fort coefficient d'écrouissage est fortement apprécié car cela entraîne un durcissement des pièces pendant leur mise en forme.

2.1.3.2 Essais de torsion

Des essais de torsion à extrémités libres sont réalisés sur une machine de torsion TMM-04. L'essai de torsion permet de définir le comportement plastique d'un matériau aux grandes déformations et ainsi observer le stade IV. Cela est rendu possible car il n'y a pas de localisation de la déformation (contrairement à un essai de traction où la striction apparaît).

Il est bien entendu nécessaire de connaître le comportement du matériau à ces déformations puisque les procédés d'hyperdéformations nécessitent de grandes déformations pour affiner la microstructure. Dans la machine TMM-04, la rotation se fait par l'intermédiaire d'un moteur pas à pas. Les mesures sont réalisées à température ambiante. La contrainte de cisaillement $\tau(\theta, r)$ dans la barre est déterminée par la formule de Nadai (1950) suivante :

$$\tau(\theta, r) = \frac{T(\theta)}{2\pi r^3} \left[3 + \frac{\partial \ln T(\theta)}{\partial \ln \theta} + \frac{\partial \ln T(\theta)}{\partial \ln \dot{\theta}} \right] \quad (2.3)$$

où $T(\theta)$ est le couple mesuré en fonction de l'angle de rotation θ et r est le rayon externe de l'éprouvette. Dans cette expression, le deuxième terme représente l'écroutissage du matériau alors que le troisième représente la sensibilité à la vitesse de déformation. Cette expression est valide pour les déformations élastiques et plastiques jusqu'à rupture. Les essais sont réalisés sur des éprouvettes de torsion de rayon 3 mm et de longueur 33 mm. Les résultats sont présentés sur la figure 2.7 pour différentes vitesses de rotation (0.1, 0.5, 0.7 et 1 rad.s⁻¹) correspondant respectivement à des vitesses de déformation $\dot{\gamma}$ de 0.01, 0.045, 0.06 et 0.09 s⁻¹.

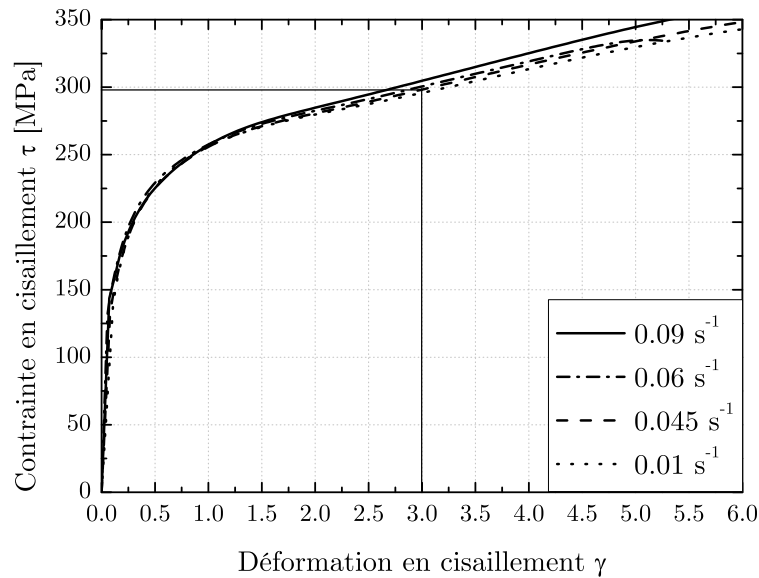


FIG. 2.7 – Courbes contrainte-déformation de l'acier IF en cisaillement après des essais de torsion à différentes vitesses de déformation.

On observe une faible sensibilité à la vitesse de déformation puisque la pente de la courbe croît avec l'augmentation de la vitesse. Pour une déformation $\gamma = 4$, la contrainte de cisaillement augmente de 25 MPa pour un rapport de vitesse de 10. Cet effet est défini négligeable dans la suite de l'étude et la courbe correspondant à une déformation de 0.06 s⁻¹ sera utilisée. En effet, cette vitesse de déformation correspond à celle produite durant HPTT. On peut observer que la limite établie précédemment ($\tau_0^t = 290$ MPa) permet de déformer le tube jusqu'à $\gamma = 3$.

Les dimensions choisies pour l'échantillon tubulaire sont un rayon intérieur de 7 mm, une hauteur de 7 mm et une épaisseur de 1 mm. Ces dimensions permettent de définir des contraintes dimensionnelles sur les matrices et piston. Le plan du dispositif HPTT

est présenté sur la figure 2.8a (vue de détail A correspondant au plan de la figure 2.13). Contrairement au schéma de la figure 2.4, la matrice extérieure est réalisée en deux parties : matrice extérieure et intermédiaire. Cela permet d'extraire l'échantillon lorsque l'essai est terminé puisque l'épaulement peut être supprimé. La figure 2.8b permet de visualiser l'emplacement du jeu J , entre le piston et les matrices, permettant la formation des oreilles et l'accommodation à la pression hydrostatique. Ce jeu est de cinq centièmes de millimètres. Les matrices et piston sont réalisés en 45NCD16 trempé à l'huile pour atteindre une résistance mécanique de 1760 MPa (540 HV). Ce matériau possède une limite d'élasticité et une ductilité suffisantes pour ne pas rompre sous l'effet du couple. Les surfaces de la matrice et du piston en contact avec l'échantillon sont sablées pour augmenter l'adhérence avec l'échantillon.

Il a été choisi d'entraîner en rotation les matrices avec l'arbre du moteur par des cannelures à 6 pans, alors que le piston est arrêté en rotation par un axe (28). Notons que le rôle de l'axe (28) est double. Lors de la phase de compression, l'effort est transmis au piston par la tige intermédiaire (7), l'axe du piston ne subit donc aucune contrainte puisque l'effort est directement transmis au piston. C'est donc lors de la phase de traction que cette goupille va entraîner le piston.

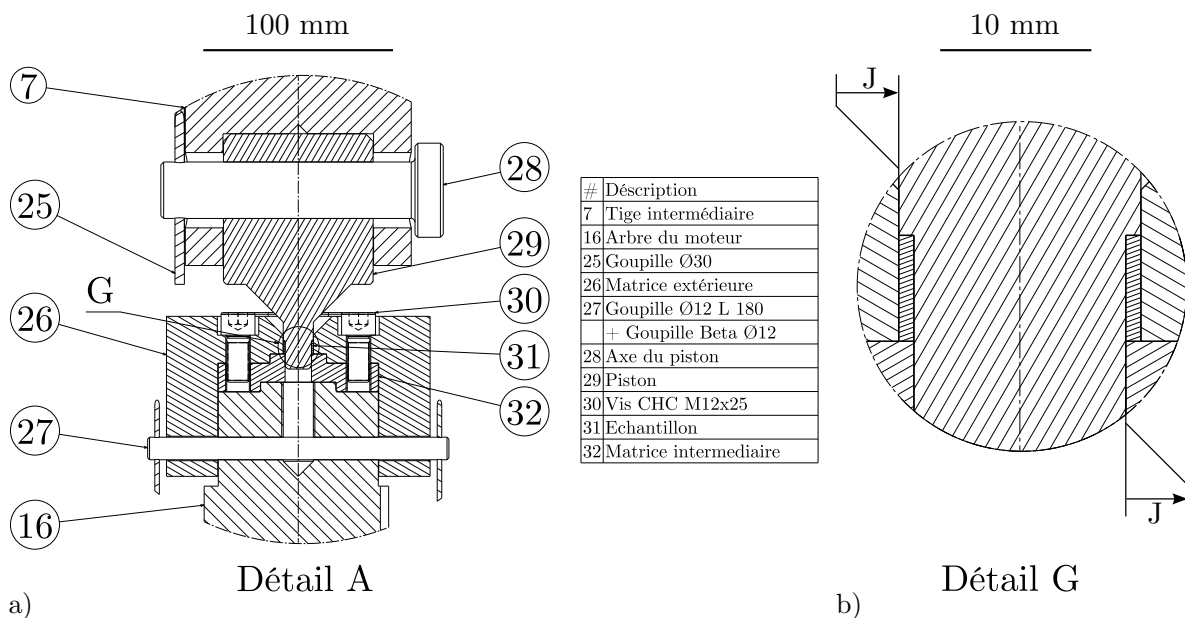


FIG. 2.8 – a) Plan du dispositif HPTT, b) Vue de l'échantillon tubulaire entre les matrices.

2.1.4 Solutions technologiques

Les contraintes imposées et présentées précédemment définissent un cahier des charges du dispositif qui supportera le procédé HPTT :

- Une force permettant la mise sous pression doit être exercée. Une force maximum de 750kN est requise. L'effort de compression doit utiliser un dispositif de puissance hydraulique existant au laboratoire. Ce dernier dispose d'un module d'asservissement permettant la régulation de la force appliquée.
- Un couple permettant d'entraîner en rotation une matrice doit être développé. Le couple maximum requis est de 6000 Nm. Ce module ne doit pas supporter la charge axiale permettant la mise sous pression.
- Des capteurs de mesure (capteur de couple statique, capteur angulaire, variateur permettant le contrôle du temps et de la vitesse du moteur, capteur de pression) doivent être implantés.
- Le pilotage et l'enregistrement des données du dispositif doit se faire par l'intermédiaire d'une interface graphique à réaliser en interne pour une meilleure adaptabilité.

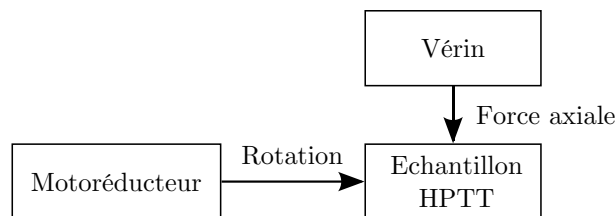


FIG. 2.9 – Schéma de principe du dispositif complet

Le procédé HPTT nécessite donc l'apport d'une charge axiale et d'un couple. La figure 2.9 représente l'emplacement de ces deux dispositifs par rapport à l'échantillon. Ces deux éléments principaux sont :

- Un vérin hydraulique à double effet ENERPAC RR-7513 de 700 bars de pression, peut développer jusqu'à 79.6 tonnes de compression et 17.6 tonnes de traction. La fonction double effet permet d'extraire l'échantillon. L'alimentation du vérin se fait par un groupe hydraulique existant. Un capteur de pression P101 pouvant travailler jusqu'à 1000 bars est positionné sur la face arrière du vérin. Il permet de contrôler la pression appliquée dans la chambre du vérin et ainsi évaluer la pression appliquée sur l'échantillon.

- Un motoréducteur SEW-USOCOME à couple conique KAF127 est associé à un variateur MDX61B. Un moteur de faible puissance (1.5 kW) est suffisant car les vitesses de rotation nécessaires aux procédés de grandes déformations sont relativement faibles (≈ 30 °/min). En revanche, le réducteur peut développer un couple de 8000 Nm avec un rapport de réduction de 899 pour un poids de 500 kg. Le moteur est instrumenté d'un codeur DEH11B 2048 bits qui permet de contrôler la position dans le temps et donc la vitesse de rotation. La précision angulaire au niveau du moteur est de 0.18°.

Étant donné les efforts mis en jeu, notamment la force appliquée pour atteindre une pression hydrostatique suffisante dans l'échantillon, le dispositif doit être maintenu par quatre colonnes. Ces dernières (6) doivent être précontraintes et ainsi appliquer une prétension de la structure. Cela permet de rigidifier la structure et de reprendre les efforts variables d'utilisation. L'effort de prétension doit être au moins supérieur à l'effort dû à la mise sous pression. Le type de précontrainte choisi est réalisé par dilatation thermique.

2.1.4.1 Arrêt axial et mesure de l'angle de rotation

L'effort axial fourni par le vérin ne peut être supporté par le motoréducteur à renvoi conique à arbre creux. Il est ainsi nécessaire de concevoir un dispositif permettant de reprendre cet effort sans s'appuyer sur les roulements du réducteur. Ce dispositif est présenté sur la figure 2.10; correspondant à la vue de détail B de la figure 2.13. Deux roulements à rouleaux coniques montés en « O » garantissent un contact bilatéral (mise sous pression et extraction de l'échantillon). Ils permettent d'encaisser les efforts du vérin. Ces derniers ne sont pas transmis au motoréducteur comme imposé dans le cahier des charges. Ce type de montage permet d'augmenter la rigidité de la liaison pivot.

Un codeur incrémental Hengstler RI58D à axe creux est positionné au niveau de la vis (22) (non représenté sur la figure 2.10). Celui-ci permet de connaître la position angulaire de l'arbre principal avec une résolution angulaire maximale de 0.036°.

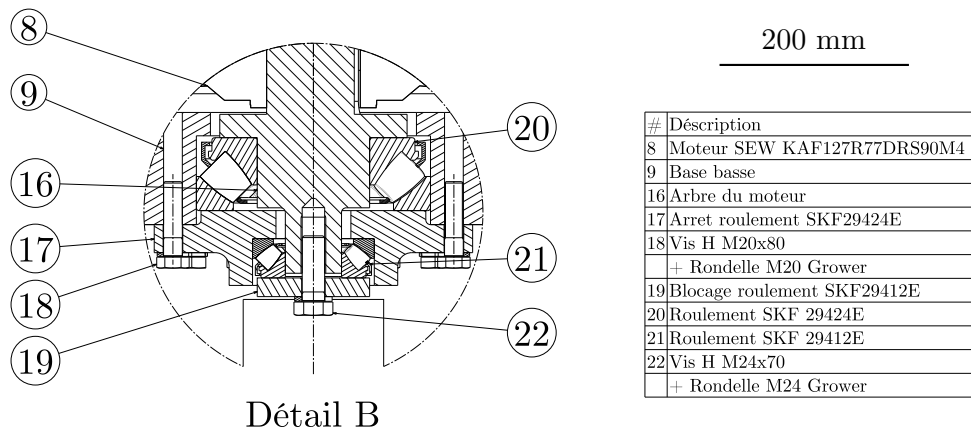


FIG. 2.10 – Plan de l'arrêt axial du dispositif expérimental.

2.1.4.2 Mesure du couple

Un couplemètre statique CS1210 est utilisé pour mesurer le couple résultant sur la tige intermédiaire (liée au piston) introduit par le motoréducteur. Ce couplemètre peut mesurer des couples pouvant atteindre 7000 Nm. La reprise de l'effort entre le bâti et la tige intermédiaire se fait par une bride (voir figure 2.11). Un conditionneur pour capteur à jauges de déformation avec afficheur est utilisé pour récupérer et afficher le couple mesuré. Un découplage actif des jauges de déformation assure une faible sensibilité transverse.

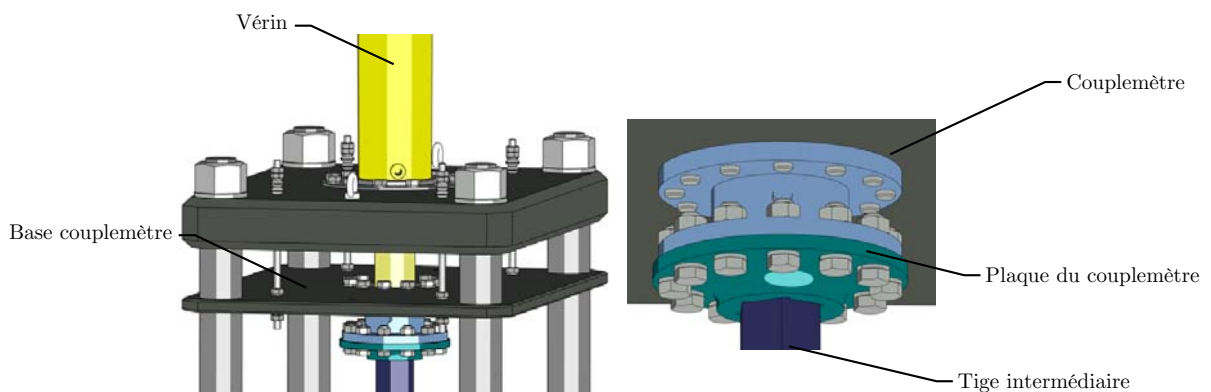


FIG. 2.11 – Vue de la partie supérieure du dispositif expérimental.

2.1.4.3 Mesure de la pression

Pour l'application de la pression hydrostatique, la force est appliquée par le vérin vertical. Un capteur de pression de type P101 pouvant mesurer des pressions variant jusqu'à 1000 bars est utilisé suivi d'un conditionneur de signal pour capteur à jauges de

déformation. Il permet d'obtenir une mesure précise de la pression dans le vérin et donc de la force de poussée. Le dispositif hydraulique alimentant le vérin permet d'asservir la pression pour que cette dernière reste constante sur l'échantillon durant l'essai. Sur le dispositif précédent, on observe des grandes variations de pression (figure 2.3). Ce dispositif permet d'obtenir une force axiale mesurée beaucoup plus constante durant la déformation de l'échantillon.

2.1.4.4 Le dispositif général

Dans l'objectif de répondre à ces exigences, le dispositif expérimental est conçu et réalisé. La figure 2.12 représente une vue du dispositif dans son ensemble. Le dispositif a une envergure de 1.3×1.5 m et une hauteur de 2.7 m.

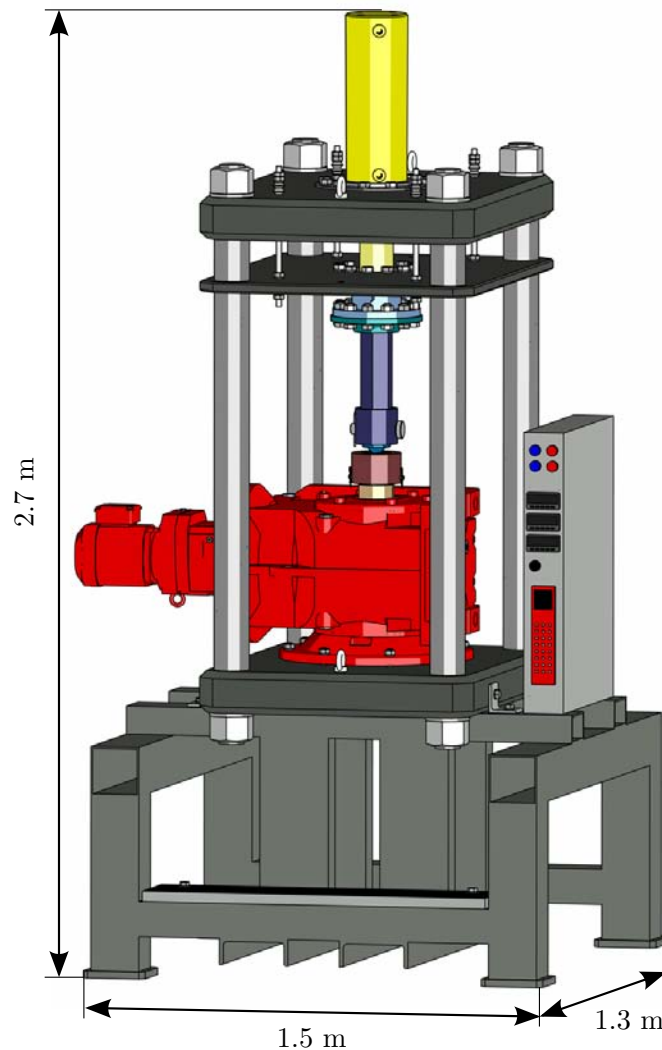
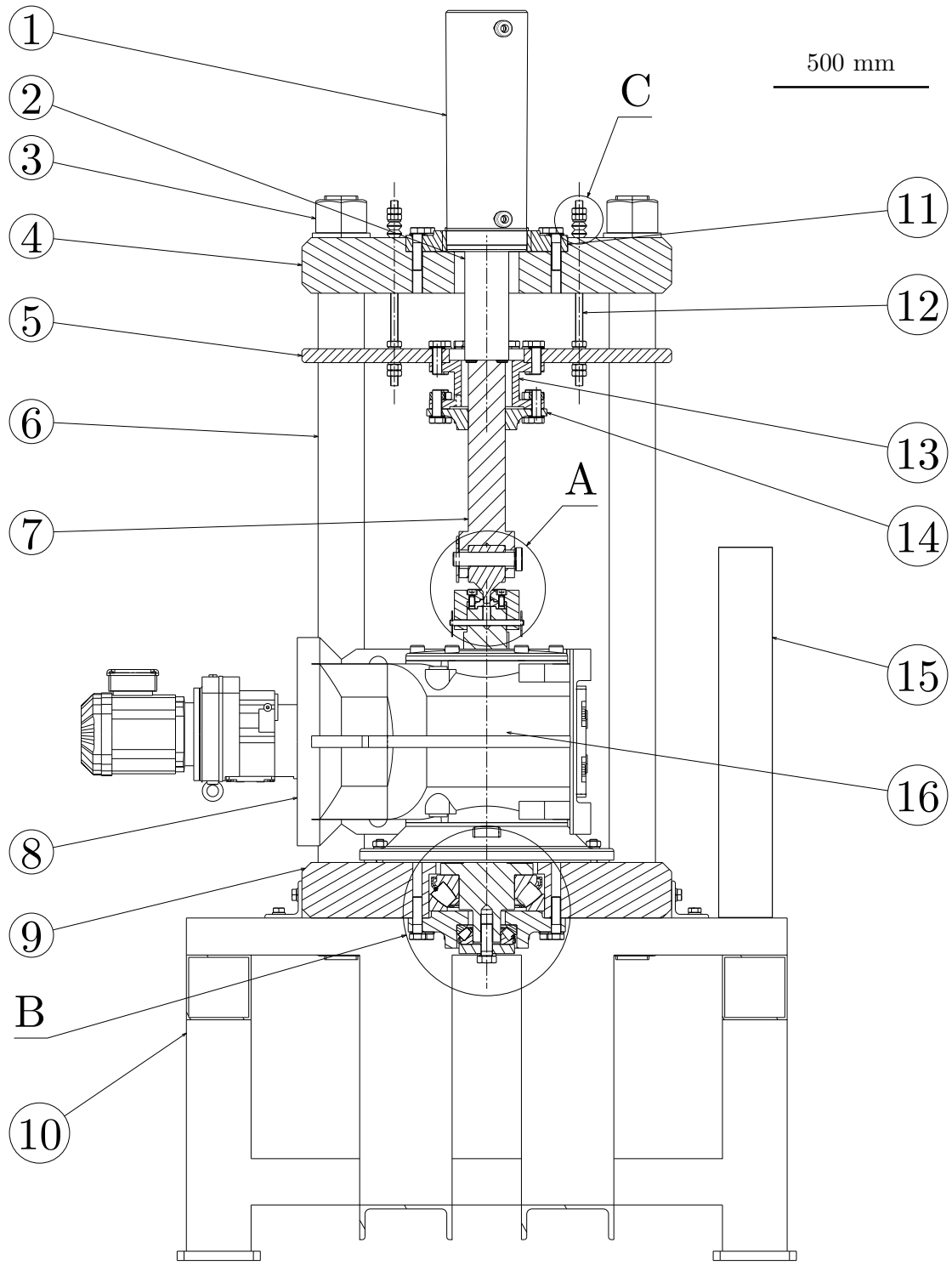


FIG. 2.12 – Vue générale du dispositif expérimental.

La figure 2.13 est une vue en coupe du dispositif. On peut retrouver les principaux éléments :

- le vérin (1) et le motoréducteur (8),
- le dispositif HPTT (initialement présenté sur la figure 2.8) correspondant à la vue de détail A,
- l'arrêt axial correspondant à la vue de détail B (figure 2.1),
- la mesure du couple par l'intermédiaire du couplemètre (13),
- les quatre colonnes (6) précontraintes,
- l'armoire de commande électrique (15).



#	Description
1	Vérin Enerpac RR-7513
2	Tige du vérin
3	Ecrou M72
+	Rondelle M72
4	Base haute
5	Base couplemetre
6	Colonne
7	Tige intermédiaire
8	Moteur SEW KAF127R77DRS90M4

#	Description
9	Base basse
10	Chassis
11	Support vérin
12	Tige filetée M16x400
13	Couplemetre CS1210
14	Plaque du couplemetre
15	Armoire de commande
16	Arbre du moteur

Figure 2.13 – Plan général du dispositif expérimental.

Ce dispositif imposant permet d'utiliser des échantillons tubulaires de dimensions variables. A titre d'exemple, on peut définir la géométrie maximum réalisable avec ce dispositif expérimental. Il a été défini que le ratio L/r_i est égal à 1. Ainsi, pour un couple maximum de 7000 Nm, un effort axial de 750 kN et une pression hydrostatique de 1.5 GPa, le tube doit avoir pour dimensions : une longueur de 15.5 mm, un rayon intérieur et extérieur de 15.5 et 20 mm respectivement. Comme il a été précisé précédemment, d'autres dimensions ont été choisies dans la suite de l'étude (longueur de 7 mm, un rayon intérieur et extérieur de 7 et 8 mm).

2.1.5 Résultats expérimentaux

Une interface graphique a été réalisée afin de régler les paramètres d'entrée et enregistrer les mesures des différents capteurs. Pour cela, une carte d'acquisition National Instrument NI USB-6211 à 16 bits est utilisée pour traiter les données et les transmettre à un ordinateur de contrôle. L'interface est programmée en Visual Basic 6. Cela permet une grande flexibilité et adaptabilité à nos besoins. La figure 2.14 montre un enregistrement typique des paramètres d'entrée en fonction du temps. L'angle de rotation imposé (courbe noire) est une rampe monotone. La vitesse de rotation imposée est de 30 °/min. La force axiale (i.e. la pression hydrostatique) appliquée, quant à elle, est constante (courbe rouge). On n'observe plus de variation importante de la force au cours de l'essai comme présenté précédemment (figure 2.3). Cela est dû à la régulation hydraulique. C'est une amélioration importante par rapport au précédent dispositif. Pour cet essai, la pression hydrostatique appliquée à l'échantillon est de 1.5 GPa.

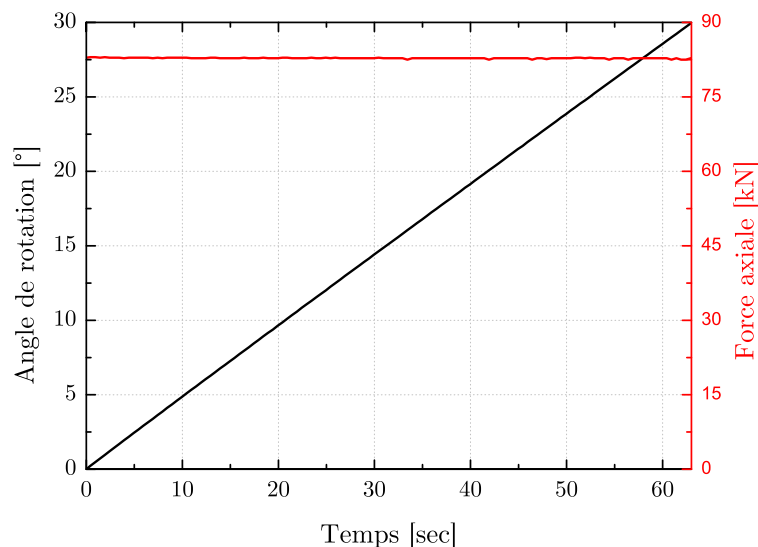


FIG. 2.14 – Enregistrement typique des paramètres d'entrée.

Des mesures utilisant la technique de tomographie par rayons X permet de mettre en évidence la déformation dans l'épaisseur du tube. Cette technique non destructive permet de reconstruire un objet en trois dimensions. Des rayons X sont émis et interagissent avec la matière (ici le tube). Le faisceau est enregistré par des détecteurs après avoir traversé l'objet. Chaque point de mesure correspond à l'atténuation du faisceau par la matière. Ce type de mesure permet par exemple d'identifier deux objets ayant une densité différente. En conséquence, un ou plusieurs « pin » en étain avaient été inséré dans la paroi du tube en magnésium avant la déformation par le procédé HPTT. La figure 2.15 illustre deux tubes déformés par le procédé. La figure 2.15a permet de visualiser le cisaillement produit par la rotation de la matrice extérieure. On remarque tout de même une zone (paroi extérieure) peu déformée. De plus, sur la position diamétralement opposée, sont insérés deux pins (tiges cylindriques) dans la hauteur du tube. Ainsi, ces derniers ne sont que très peu décalés dans la direction radiale. Cela traduit une homogénéité de la déformation dans la hauteur. L'état de la déformation dans l'épaisseur du tube sera étudié dans le chapitre suivant. La figure 2.15b illustre une déformation réalisée par une rotation de $\pm 30^\circ$ (soit un aller-retour de la matrice extérieure). Cela est équivalent en termes de déformation à une rotation de 60° . La tige s'est déformée mais a ensuite repris sa forme initiale.

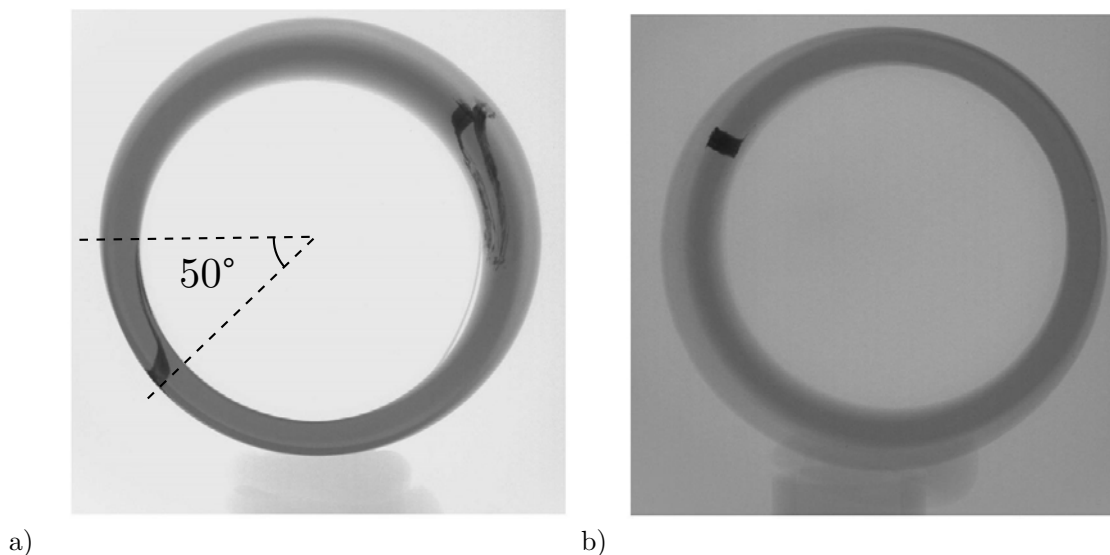


Fig. 2.15 – Images par tomographie à rayons X de deux tubes en magnésium en vue de dessus déformés par HPTT a) 60° et b) $\pm 30^\circ$ de rotation.

Les données de sortie mesurées sont le couple résultant (introduit par la rotation de la matrice extérieure) et le déplacement axial du vérin. Les résultats de l'essai précédent

sont représentés sur la figure 2.16. La mesure du déplacement axial du vérin permet de connaître la variation de longueur de l'échantillon durant la mise sous pression et la rotation. Le capteur de déplacement étant à l'arrière du vérin, cette mesure prend en compte la déformation élastique répartie entre ce capteur et l'échantillon, donc dans toute la colonne. On observe, par exemple, que durant la rotation, un déplacement axial de -0.6 mm est mesuré; cela correspond à la diminution de hauteur de l'échantillon.

La mesure du couple permettra, quant à elle, d'évaluer l'état de contrainte dans le matériau. L'évolution du couple traduit l'écroutissage du matériau de l'échantillon durant la rotation (i.e. la déformation en cisaillement). Bien entendu, ce raisonnement est valable si la pression hydrostatique est suffisante pour permettre à l'échantillon d'adhérer aux parois des matrices et du piston. S'il y a glissement, des « sauts » dans la courbe du couple peuvent apparaître. Il est donc nécessaire de connaître les propriétés à ces interfaces qui garantissent le succès d'une déformation dans l'épaisseur du tube. Dans cet objectif, une étude a été menée pour déterminer les coefficients de frottement sec aux hautes pressions apparentes. Cette dernière est présentée dans la section suivante.

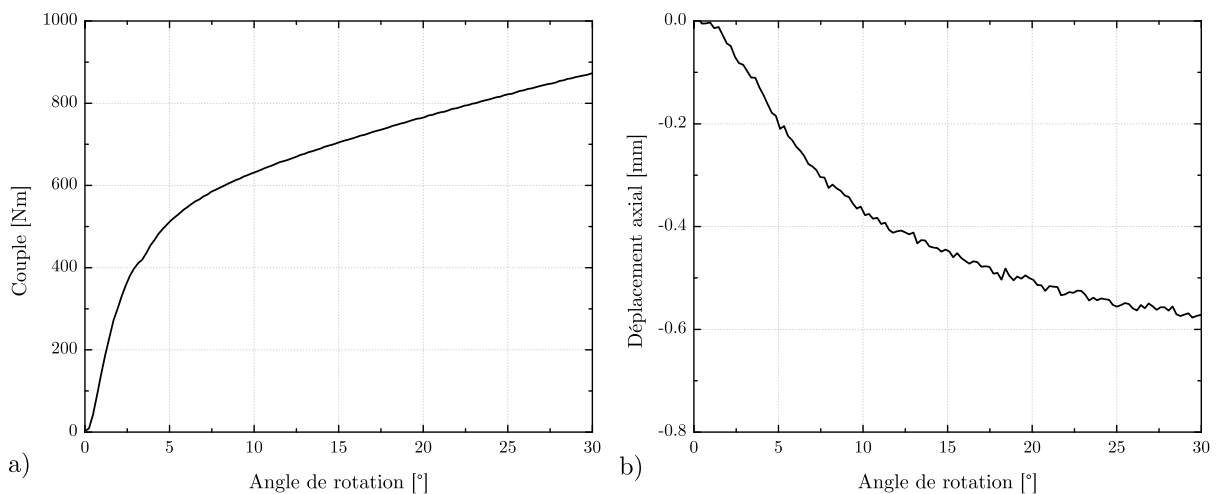


FIG. 2.16 - Enregistrement typique des paramètres de sortie.

2.2 Frottement sec aux hautes pressions apparentes

2.2.1 Introduction au frottement de glissement

Le frottement entre des surfaces métalliques est un enjeu important dans la mise en forme des métaux, en particulier dans les procédés de grandes déformations plastiques (SPD), où de grands états de contraintes hydrostatiques sont appliqués (Valiev *et al.*, 2006). Une pression hydrostatique élevée implique d'importantes forces de contact qui peuvent être bénéfiques pour le succès de la déformation. En effet, il existe des procédés SPD pilotés par le frottement, comme High Pressure Torsion (HPT) (Valiev, 1997 - Ito & Horita, 2009) ou High Pressure Tube Twisting (HPTT) (Arzaghi *et al.*, 2012 - Tóth *et al.*, 2009 - Pougis *et al.*, 2012) où la déformation est possible grâce à des forces de frottement qui sont générées par la pression hydrostatique appliquée. D'autre part, le frottement peut créer des hétérogénéités de déformation non désirées dans divers autres procédés SPD, comme Equal Channel Angular Extrusion (ECAE) (Valiev *et al.*, 2006) ou Accumulated Roll Bonding (ARB) (Saito *et al.*, 1999). La connaissance du coefficient de frottement est également importante dans les simulations numériques où ce coefficient est généralement adapté pour obtenir de bonnes prédictions. Il joue souvent le rôle d'un paramètre de recalage (Nagasekhar *et al.*, 2009 - Li *et al.*, 2004 - Balasundar & Raghu, 2010 - Djavanroodi & Ebrahimi, 2010 - Dumoulin *et al.*, 2005 - Yang & Lee, 2003).

De manière générale, la littérature montre que le frottement de glissement dépend de la vitesse, de la pression, de la température au contact ou de la nature des matériaux, pour ne citer que les facteurs les plus importants. Par exemple, Balasundar & Raghu (2010) ont montré que, dans le procédé ECAE, la charge de poussée peut chuter d'un maximum de 170 kN à 70 kN en fonction de la valeur du coefficient de frottement et le type de modèle de frottement (Coulomb - $\mu = 0.1$ et Tresca - $m = 0.025$, respectivement). Il apparaît donc nécessaire d'obtenir des données expérimentales relatives au frottement sous hautes pressions entre deux surfaces métalliques.

Le coefficient de frottement peut être considéré comme étant adhérent (μ_s) ou glissant (μ_k), selon le procédé (respectivement, HPTT ou ECAE). Il est généralement observé que la force nécessaire pour maintenir un corps immobile par rapport à l'autre est souvent supérieure à celle qui permet le mouvement relatif (Rabinowicz, 1951). Les coefficients de frottement correspondants sont appelés coefficients statique et cinématique, respectivement.

Beaucoup de tribomètres sont dédiés à l'étude du rôle de chaque paramètre tel que la pression normale apparente, la vitesse de glissement, la rugosité de l'interface, et la nature des matériaux. Un essai typique consiste à appliquer une force normale entre deux corps en contact et à mesurer la force tangentielle nécessaire au glissement (Xie *et al.*, 2000). Dans de telles expériences, une phase transitoire est observée avant que le glissement se produise. La force et le déplacement avec précision tout au long de l'essai (Dunkin & Kim, 1996).

La littérature abonde de tribomètres différents et il ne s'agit pas dans ce document de faire un état de l'art complet. Néanmoins, quelques dispositifs sont énoncés. Pour la mesure de coefficient de frottement statique entre deux surfaces planes, une expérience originale - appelée Centrifugal Friction Apparatus (CFA) - a été proposée pour de très faibles charges normales (Dunkin & Kim, 1996). Plus récemment, une étude propose un dispositif permettant de mesurer le frottement entre les tôles d'acier au cours d'un crash test (Lai *et al.*, 2012) où des pressions relativement élevées (jusqu'à 100 MPa) dans des conditions statiques et dynamiques. Les mesures obtenues lors d'expériences diverses dans des conditions de contact sec mettant en jeu des matériaux acier-acier montrent deux comportements différents (Xie *et al.*, 2000 - Lim *et al.*, 1989). Pour les faibles vitesses de glissement ($V < 1$ m/s), μ ne dépend pas de V . Une grande dispersion des données expérimentales, de 0.05 à 1.0, a été observée, principalement due à la rugosité des surfaces de contact. En revanche, pour des vitesses élevées ($V > 1$ m/s); μ dépend fortement de la vitesse de glissement et de la force de contact (Lim *et al.*, 1989 - Faure *et al.*, 2012).

Un tribomètre a été développé au sein du LaBPS (LABoratoire de mécanique Biomécanique Polymère Structures) à Metz. Ce dernier a été développé et utilisé pour des applications différentes (Philippon *et al.*, 2011 - Faure *et al.*, 2012 - Lodygowski *et al.*, 2011). Cela a permis d'étudier les effets de plusieurs paramètres expérimentaux, comme la pression normale, la vitesse de glissement ou la rugosité de surface de glissement sur le coefficient de frottement cinématique sec (Loi de Coulomb). Il a été spécialement conçu pour être utilisé dans une large gamme de vitesses; de 10 m/s à 150 m/s et pour des pressions normales jusqu'à 150 MPa. Les conditions correspondent à nos besoins mais les gammes ne correspondent. Les pressions ne sont pas suffisantes et les vitesses de glissement sont trop élevées.

Le dispositif expérimental doit reproduire les conditions de frottement observés dans les procédés SPD d'aussi près que possible, c'est à dire à haute pression apparente (jusqu'à 1 GPa) pour de très faibles vitesses de glissement et différentes rugosités de

surfaces (Dubois *et al.*, 1996 - Guerin *et al.*, 1999 - Page *et al.*, 2000 - Pal, 1973 - Ma *et al.*, 2010).

La technique expérimentale mise en œuvre dans cette section est conforme à ces exigences. De plus, un confinement de l'échantillon est assuré, tout comme pour un échantillon dans ECAE ou pour un tube dans HPTT. L'objectif de cette étude est d'évaluer les coefficients de frottement statique μ_s et cinématique μ_k pour un acier IF dans différentes conditions de chargement.

Cette étude s'appuie sur un nouveau dispositif conçu pour appliquer de fortes pressions sur des surfaces planes de glissement. Les tribomètres présentés précédemment ne sont pas adaptés à notre étude; c'est pourquoi la conception d'un dispositif capable de prendre en compte ces facteurs expérimentaux caractéristiques aux procédés SPD est initiée. La figure 2.17 présente schématiquement les deux configurations : la solution classiquement mise en œuvre dans les tribomètres de type « Pin On Disk » et la solution offrant le confinement d'un échantillon frottant contre deux matrices fixes. Le pion est tenu par une extrémité dans la première solution et se déforme lors de la mise sous pression. En revanche la deuxième solution évite ce problème et des pressions plus importantes peuvent être atteintes.

Les pressions obtenues dans un procédé SPD sont proches de 1-2 GPa et des vitesses de glissement de quelques millimètres par minute. L'échantillon doit être totalement confiné afin d'appliquer une pression hydrostatique en utilisant la deuxième solution.

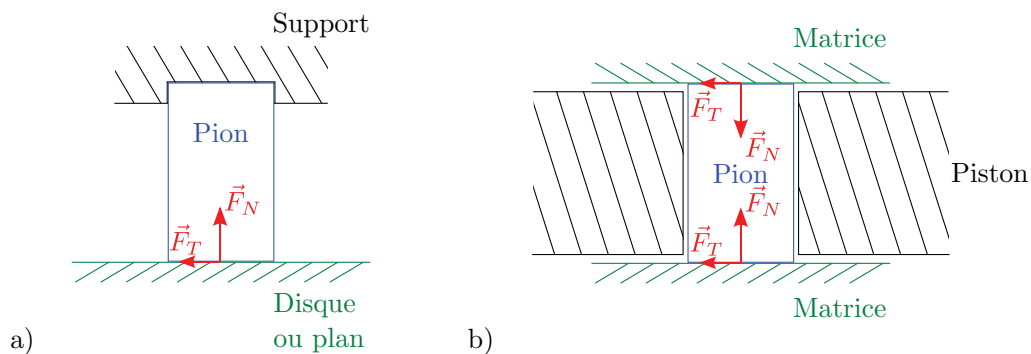


FIG. 2.17 – a) Solution de type « Pin On Disk » ou « Pin On Plane » et b) Solution proposant le confinement d'un échantillon (pion).

2.2.2 Montage expérimental

2.2.2.1 Principe de fonctionnement du dispositif

La figure 2.18 montre différentes vues du dispositif mis au point pour cette étude expérimentale. Son principe de fonctionnement s'apparente à celui d'un étau. Deux parallélépipèdes massifs (02) transmettent la charge sur deux matrices (03) placées symétriquement sur les deux extrémités de l'échantillon confiné dans le piston (01). Deux ensembles de serrage constitués par deux longues vis (05), des écrous (08), des rondelles convexe-concave (07) et un empilement de rondelles élastiques (06) permettant d'atteindre avec précision une charge (F_{N1} et F_{N2}) de près de 10 kN. Une force maximale de 20 kN, en raison de leur agencement par rapport à l'échantillon, peut ainsi être appliquée à l'interface de frottement. Le diamètre de l'échantillon de 5 millimètres combiné à la charge imposée par les vis, permet une large gamme de pression apparente normale sur les surfaces de contact pouvant varier de 250 MPa à 1 GPa.

L'empilement des rondelles élastiques (06) fournit un serrage progressif et adaptable pour un contrôle précis de la force appliquée. De plus, les rondelles convexes-concaves (08) permettent de réduire le défaut d'alignement possible des différentes parties de serrage du dispositif.

Le chargement se fait par le serrage simultané des deux écrous. Pour vérifier le parallélisme des deux bâtis (2) au cours de cette étape, la distance entre les deux matrices est contrôlée en permanence par deux comparateurs situés de chaque côté de l'appareil (non représentés sur l'illustration). La différence maximale tolérée entre les deux extrémités est de 0.05 mm. Par conséquent, la déviation angulaire relative à la surface de contact est de l'ordre de 0.024°.

Le dispositif est positionné sur une machine d'essai de traction standard équipée d'une cellule de charge de 10 kN ou 100 kN avec un contrôle électronique du mouvement de la traverse de la machine d'essai. Le déplacement du piston génère le frottement à l'interface matrice-échantillon.

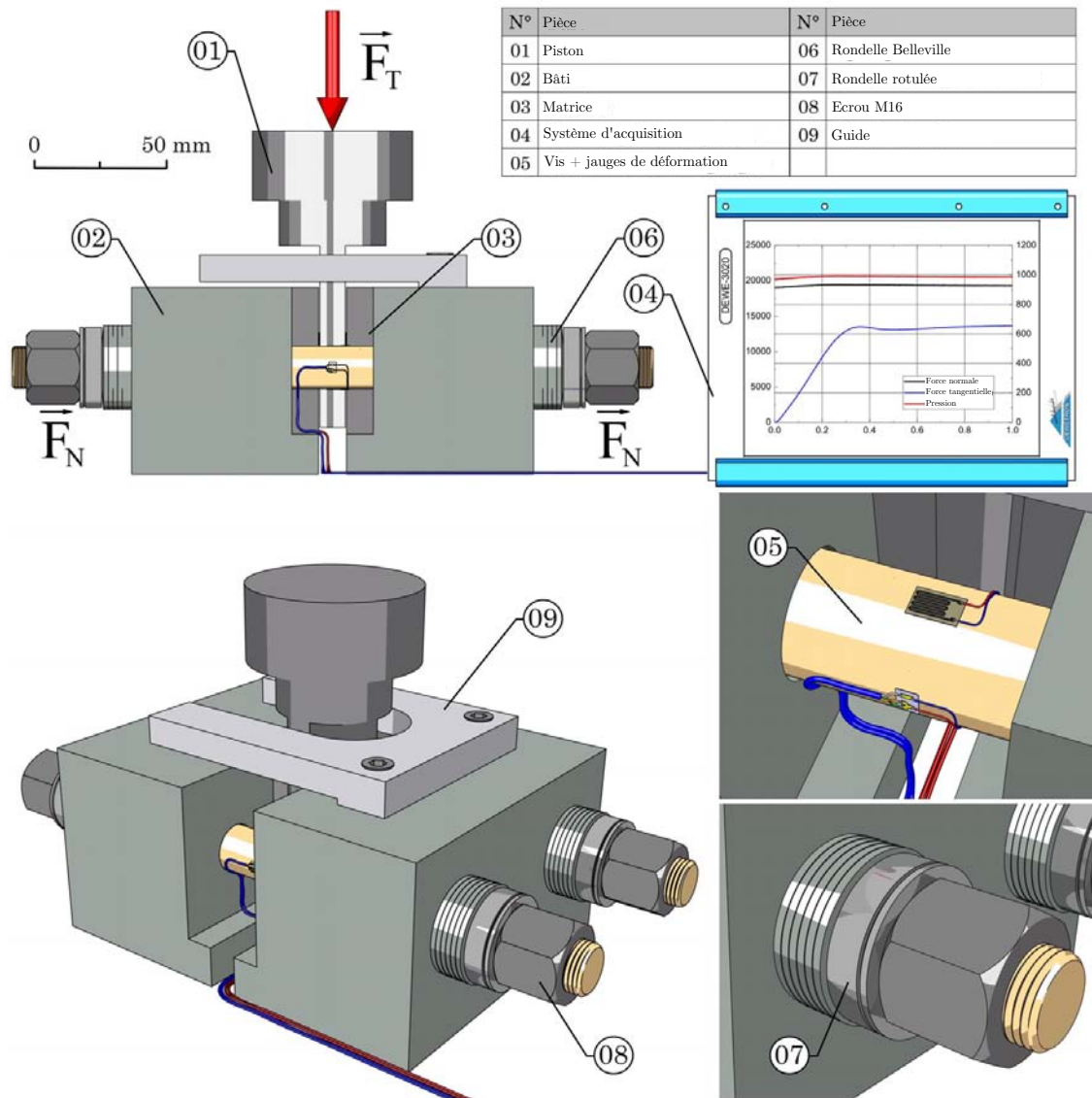


FIG. 2.18 – Dispositif expérimental développé pour l'étude du frottement sec.

Des mesures de topologie 3D sont effectuées à l'aide d'un microscope confocal Alicona pour examiner les surfaces de contact après le test. Des mesures de texture cristallographique sont également réalisées à l'aide d'un goniomètre de texture avec une anode Co K α . Les résultats des mesures de texture sont analysés avec la toolbox Mtex (Hielscher & Schaeben, 2008) intégrée dans le logiciel Matlab. Le principe de mesure sera présenté plus tard lors de l'étude complète concernant les textures de déformation.

2.2.2.2 Confinement

Le confinement de l'échantillon dans les précédés SPD génère, tel que présenté dans la section précédente, une très forte pression normale à l'interface de frottement. Ainsi, un trou circulaire dans le support est usiné pour reproduire cette exigence (figure 2.17b).

La figure 2.19a illustre sa position dans le support, nommé piston. La répartition et l'intensité de la pression normale sont évaluées numériquement. Un modèle axisymétrique par éléments finis de l'échantillon est réalisé en utilisant le code commercial d'éléments finis ABAQUS / Standard (version 6.11). La matrice et le piston sont supposés indéformables et donc constitués de parties analytiques dans cette approche numérique (figure 2.19b). L'échantillon est discrétisé avec 3500 éléments linéaires à 3-noeuds. Enfin, l'écroûissage du matériau est pris en compte à l'aide de la courbe contrainte-déformation en cisaillement mesurée lors de tests de torsion (figure 2.7).

Expérimentalement, l'échantillon est placé dans un trou usiné dans le piston ayant un léger serrage entre les deux parties. En conséquence, l'espace entre le piston et l'échantillon n'est pas considéré dans la modélisation par élément finis.

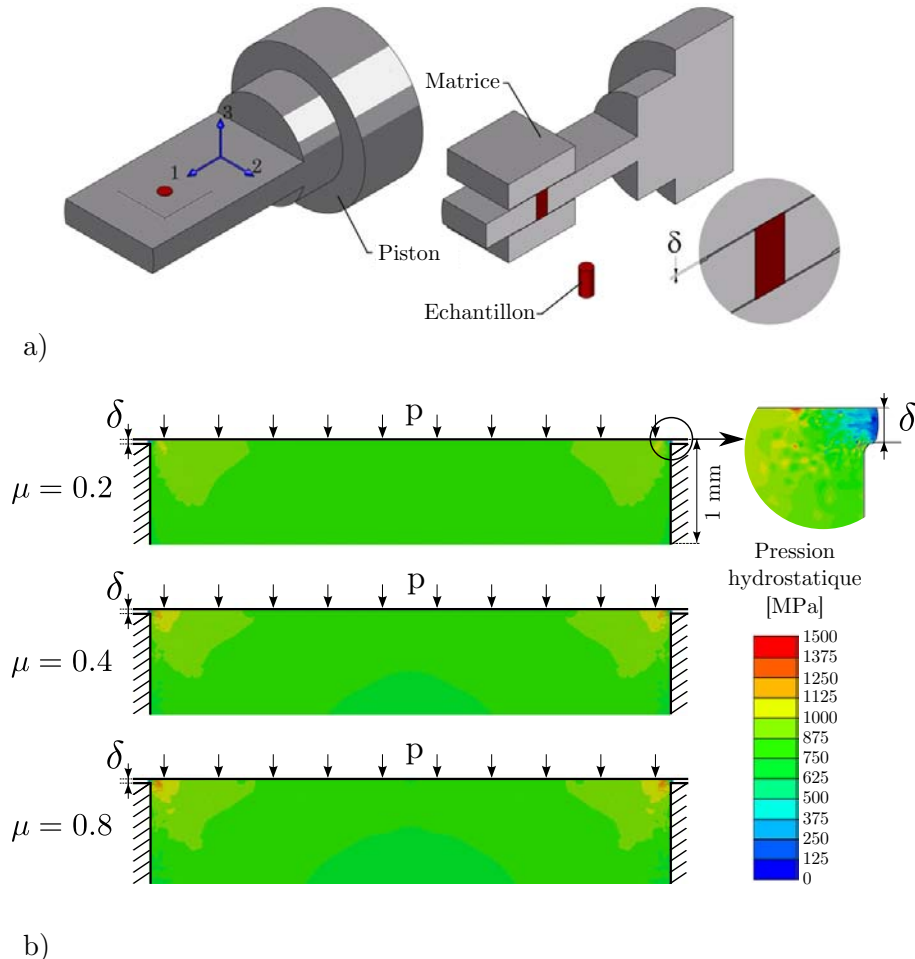


FIG. 2.19 – a) Confinement de l'échantillon, b) Distribution de la pression hydrostatique à l'interface de frottement.

Une attention particulière est portée à la longueur de l'échantillon. En effet, après le chargement, l'échantillon doit être suffisamment long pour éviter le contact entre la matrice et le piston. Un écart δ , nécessaire entre ces parties, comme illustré sur la figure 2.19b, doit être maintenu tout au long de l'essai. Par le biais de ces simulations numériques, l'écart δ initial est déterminé égal à 0.4 mm pour éviter tout contact après chargement. Le modèle est développé dans le but de comprendre la distribution de la pression dans l'échantillon après application de la pression. Ainsi, le déplacement du piston sur la matrice n'est pas modélisé.

Dans le but de vérifier l'homogénéité de la répartition de la pression, différentes valeurs de coefficient de frottement entre l'échantillon-matrice et l'échantillon-piston sont introduits arbitrairement dans ces simulations numériques. L'influence du frottement sur la répartition de la pression à l'interface de frottement est observée. Les résultats numériques montrent une influence négligeable des valeurs du coefficient de frottement choisies ($\mu = 0.2, 0.4$ et 0.8) sur l'homogénéité de la pression, voir figure 2.19b.

2.2.2.3 Détermination du coefficient de frottement

La pression normale apparente appliquée à l'aide des deux ensembles de serrage décrits ci-dessus est calculée à partir de la relation suivante :

$$P = \frac{F_{N1} + F_{N2}}{S_{apparent}} \quad (2.4)$$

où $S_{apparent}$ est la surface apparente mesurée de l'échantillon et F_{Ni} la force normale fournie par chacun des ensembles de serrage. Afin de contrôler avec précision la force normale appliquée sur les surfaces de l'échantillon, chaque vis est équipée d'un ensemble de deux jauges de déformation connectées à deux demi-ponts de Wheatstone distincts avec le système de conditionnement de signaux DEWETRON 3020. Un agencement symétrique (à 180°) des jauges de déformation est utilisé pour éliminer la composante de flexion dans la mesure et ainsi fournir uniquement la composante de traction pour le calcul de la pression normale. En effet, sous des charges excessives, les pièces se déforment et introduisent de la flexion. Cela parasite la mesure mais ne représente pas les conditions à l'interface.

Un enregistrement typique lors d'un essai est illustré sur la figure 2.20. Les deux forces normales et la force tangentielle sont représentées en fonction du déplacement de la traverse de la machine de traction (i.e. le piston). Un déplacement total du piston est

imposé à 1 mm. Deux commentaires peuvent être exposés concernant les forces normales :

- Les deux forces normales ne sont pas parfaitement égales et diffèrent de 5%. Cela est dû au fait que l'application des efforts se fait de manière séparées.
- La force normale 2 varie légèrement au cours du déplacement. Cet effet est plus important lorsque les charges normales sont faibles. Cela est dû au fait que le système est plus sensible car les rondelles Belleville sont dans le domaine d'élasticité.

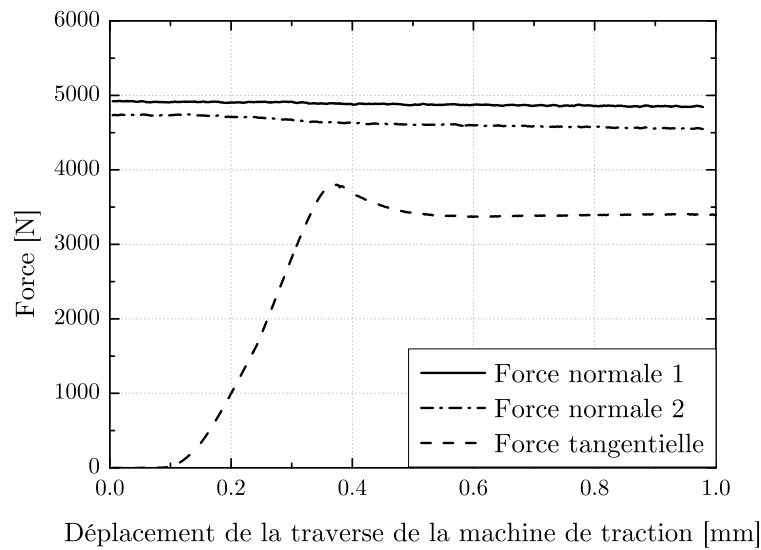


FIG. 2.20 – Enregistrement typique des évolutions des forces (essai DC-SB-535, voir le tableau 2.2).

Lors des essais de frottement, une baisse de la pression normale apparente est observée, comme présentée la figure 2.20. Cette perte de charge varie de 0.2% à 36.5% suivant la pression normale appliquée. La valeur la plus basse est enregistrée pour la plus grande pression normale, voir tableau 2.3. Ce résultat est prometteur dans l'objectif d'utiliser le dispositif pour des essais à grandes pressions normales. La pression dans l'échantillon reste constante pour des valeurs élevées de pression. Deux comportements du système sont observés : celui dû à la raideur des rondelles Belleville permet de contrôler les faibles efforts normaux alors que celui dû aux deux vis contrôle les valeurs élevées d'effort. Ainsi, la perte de la force normale dans le cas des faibles pressions est principalement causée par la sensibilité des forces F_{N1} et F_{N2} .

La figure 2.21 représente le placement de l'échantillon par rapport à l'axe des vis. Le déplacement de 1 mm de l'échantillon commence 0.5 mm au-dessus de l'axe des vis pour

finir 0.5 mm après. L'objectif est de conserver au maximum la coplanarité des forces pour éviter les composantes de flexion.

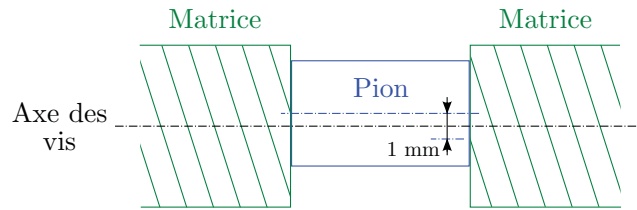


FIG. 2.21 – Schéma de l'emplacement du piston

En utilisant la loi de Coulomb comme modèle de frottement dans cette étude, le coefficient de frottement à sec est défini comme le rapport entre l'effort tangentiel F_T induit par le frottement et la somme des forces normales apparentes F_{Ni} imposées par chacune des vis de serrage :

$$\mu = \frac{F_T}{2(F_{N1} + F_{N2})} \quad (2.5)$$

La force tangentielle F_T est enregistrée durant le déplacement du piston par la cellule de charge de la machine d'essai. Les poids du piston et de l'échantillon sont négligés au regard des forces appliquées dans le calcul de μ .

2.2.2.4 Conditions de frottement

Afin de reproduire les conditions des procédés SPD (ECAE et HPTT), les mêmes matériaux sont utilisés dans les essais de frottement : acier IF pour l'échantillon (voir composition ci-dessus) et un acier 45NiCrMo16 (EN10027, AISI 6F7) pour les matrices. Les tests sont effectués à température ambiante (20° C), dans des conditions sèches. Les surfaces des échantillons sont polies en utilisant un papier de polissage de granulométrie 2400 et ne sont pas sablées. Deux essais sont réalisés pour chaque jeu de paramètres pour vérifier la reproductibilité.

Deux types de tests sont réalisés : le test à Force-Contrôlée (FC) permettant de définir le coefficient de frottement statique μ_s alors que le test à Déplacement-Contrôlé (DC) est utilisé pour déterminer le coefficient de frottement cinématique μ_K .

Deux vitesses de déplacement de la traverse, $V1 = 0.5 \text{ mm/min}$ et $V2 = 4 \text{ mm/min}$, sont utilisées pour les essais à déplacement contrôlé. Pour les essais à force contrôlée, deux vitesses de chargement, $F1 = 4000 \text{ N/min}$ et $F2 = 16000 \text{ N/min}$, sont choisies. Avec ces deux conditions, la pression apparente normale est réglée entre 250 MPa et 1 GPa. Ces conditions se rapprochent des conditions dans les procédés d'hyperdéformation comme ECAE ou HPTT.

Afin de caractériser la qualité de la surface de la matrice, des mesures de rugosité sont effectuées sur la surface ($A = 19.63 \text{ mm}^2$). Deux types de matrices contre lesquelles frotte l'échantillon sont utilisées : une surface rectifiée (G) et une surface sablée (SB). Les résultats suivants sont obtenus pour S_a , pour les deux états considérés: $S_a = 0.49 \text{ }\mu\text{m}$ pour la surface rectifiée et $S_a = 3.3 \text{ }\mu\text{m}$ pour la surface sablée. La hauteur arithmétique moyenne (S_a) permet de donner une description générale de la variation des hauteurs de la surface mais de décrire des changements dans le profil. D'autres paramètres sont disponibles pour décrire ces états comme le facteur de dissymétrie (S_{sk}) ou le facteur d'aplatissement (S_{ku}). Le paramètre S_{sk} est utilisé pour déterminer la symétrie du profil par rapport à la ligne moyenne. Une valeur négative de S_{sk} indique une prédominance des creux, alors qu'une valeur positive indique une surface ayant les creux et pics remplis. Le paramètre S_{ku} permet de déterminer l'acuité du profil autour d'une ligne moyenne. Une forte acuité de la surface entraîne un facteur S_{ku} élevé ($S_{ku} > 3$) alors qu'une surface aléatoire entraîne une valeur de 3. Le tableau 2.1 présente les différentes valeurs des paramètres S_a , S_{sk} et S_{ku} pour deux échantillons testés à une pression proche de 500 MPa (test DC-G-516 – échantillon frotté contre une surface rectifiée ; DC-SB-516 – échantillon frotté contre une surface sablée). Les valeurs initiales de l'échantillon poli montrent une distribution symétrique des pics et des creux ainsi qu'une surface « pointue ».

Références		DC-G-516	DC-SB-535
Matrices		Rectifiée	Sablée
	S_a	0.49	3.3
	S_{sk}	-0.1	0.23
	S_{ku}	3.8	5.1
Echantillons		Initial	Frotté
	S_a	0.17	0.32
	S_{sk}	0.08	0.07
	S_{ku}	6.98	3.9
	μ_K	-	0.19

TAB. 2.1 – Évolution des paramètres de topologie des matrices et de l'échantillon sous des pressions proches de 500 MPa.

Le temps de contact entre la matrice et l'échantillon peut affecter le coefficient de frottement, en particulier le coefficient statique (Rabinowicz, 1958 - Ferrero & Barrau, 1997). Pour cette raison, la force tangentielle est appliquée dans les 10 minutes après le premier contact dans chaque test.

2.2.3 Résultats et discussion

La figure 2.22 montre les résultats des efforts enregistrés pour quatre essais dont les conditions sont décrites dans le tableau 2.2. Ces essais permettent d'obtenir les coefficients de frottement statique μ_s dans les conditions de chargement à force contrôlée. Les contraintes normales apparentes appliquées sont 510 MPa, 1003 MPa et 1008 MPa (tableau 2.2). Les tests sont effectués pour deux vitesses de chargement tangentiel (4000 N/min et 16000 N/min). Les courbes obtenues peuvent être analysées de la manière suivante. Deux phases sont définissables. Dans la première phase, l'échantillon ne glisse pas sur la matrice : il y a adhérence. La force tangentielle augmente presque linéairement; il n'y a que des déformations élastiques qui dépendent de la rigidité de la machine de traction, du tribomètre ainsi que de la nature du contact (aspérités, rugosités de surface). La deuxième étape de la courbe correspond au glissement de l'échantillon sur la matrice. Après avoir atteint la force maximale tangentielle, le glissement se produit et l'échantillon glisse; μ_s est défini à ce point. Les forces normales et tangentielles mesurées à ce pic permettent de calculer la valeur de μ_s en utilisant l'équation 2.5. Dans la deuxième phase, il y a glissement. La vitesse de glissement devient très élevée et la vitesse de chargement ne peut être maintenue constante, voir la figure 2.22b.

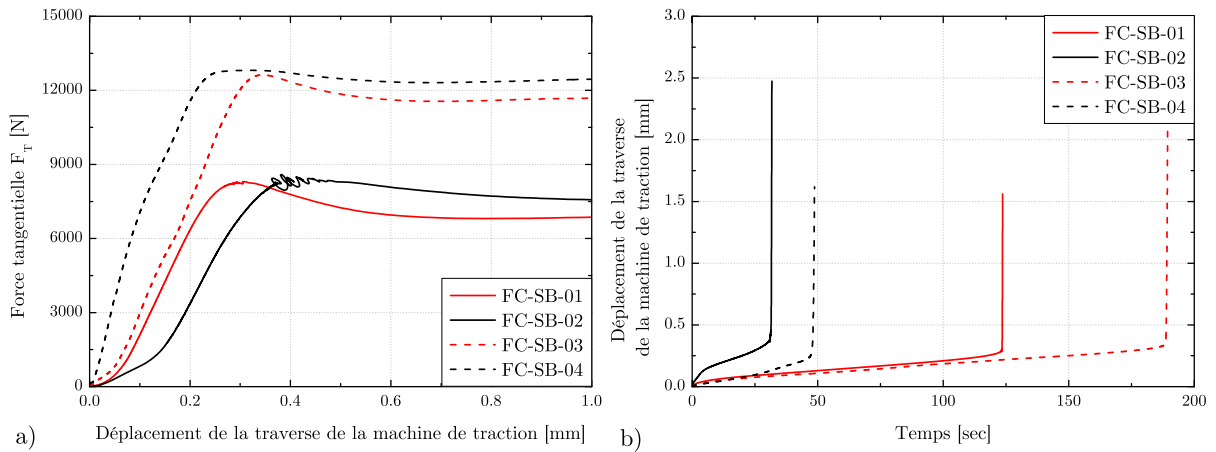


FIG. 2.22 – a) Evolution des forces tangentielles pour quatre essais et b) Déplacement de la traverse de la machine obtenu à partir des essais à force contrôlée (voir tableau 2.2).

Référence	Vitesse de chargement [N/min]	Pression apparente [MPa]	F_T max [N]	μ_S
FC-SB-01	4000	510	8243	0.41
FC-SB-02	16000	510	8319	0.42
FC-SB-03	4000	1003	12803	0.33
FC-SB-04	16000	1008	12811	0.33

TAB. 2.2 – Données expérimentales pour les essais à force contrôlée.

D'après les résultats de la figure 2.22a, pour les deux vitesses de chargement et dans ces gammes de pressions normales, les deux vitesses de chargement n'affectent pas la force tangentielle maximale. On peut noter que pour une pression de 510 MPa et une vitesse de chargement de 16000 N/min, lorsque le glissement se produit avec une vitesse élevée, une instabilité de type « stick-slip » est observée. Ce phénomène n'est pas induit par le comportement du matériau, mais par la régulation de la machine de traction lors de ce type de test. Cette instabilité est moins prononcée pour une vitesse de chargement inférieure (4000 N/min) à la même pression. Ce phénomène n'a pas été détecté pour des pressions plus élevées.

En utilisant les équations 2.4 et 2.5, le coefficient de frottement statique est calculé et les résultats obtenus sont résumés dans le tableau 2.2. Pour $p = 510$ MPa et une vitesse de charge de 16000 N/min, en raison de l'instabilité observée, la courbe est lissée avec une fonction puissance pour calculer une valeur moyenne de μ_S .

Pour mesurer le coefficient de frottement cinématique μ_K , des tests à déplacement contrôlé sont réalisés. Un même déplacement de 1 mm est imposé avec une vitesse de 0.5 mm/min. La figure 2.23 représente l'évolution du coefficient de frottement en fonction du

déplacement du piston. Le tableau 2.3 rapporte les valeurs des coefficients de frottement obtenus (calculés à partir de l'équation 2.5) pour une gamme de pression et pour les deux conditions de rugosité de surface. Le coefficient statique μ_S n'est pas mesuré directement par cet essai à déplacement contrôlé, mais peut être estimé à partir de la première étape des courbes enregistrées dans la figure 2.23 (correspondant à la première valeur maximale du coefficient de frottement juste avant sa diminution). En conséquence, on remarque que les valeurs ainsi obtenues " μ_S " sont équivalentes à celles obtenues à partir des essais à force contrôlée (figure 2.22 et tableau 2.2).

On peut observer sur la figure 2.23 que les essais pour des surfaces sablées génèrent des coefficients de frottement beaucoup plus élevés par rapport aux surfaces rectifiées. En outre, pour les cas sablés et rectifiés, μ_S et μ_K diminuent avec l'augmentation de la pression normale. D'autre part, cet effet de la pression est moins prononcé pour les surfaces rectifiées par rapport à celles sablées. En effet, pour une même gamme de pression, le coefficient de frottement varie dans un intervalle de 0.51 ($\mu_{K(avg)} = 0.33$ jusqu'à 0.84) pour les surfaces sablées tandis qu'un intervalle de 0.07 ($\mu_{K(avg)} = 0.18$ jusqu'à 0.25) pour les surfaces rectifiées est observé. Une augmentation de μ_K est observée pour le cas des faibles pressions. Sa valeur moyenne est supérieure au μ_S correspondant. Cela peut être expliqué par le comportement intrinsèque du tribomètre (raideur du système différente aux faibles et hautes pressions).

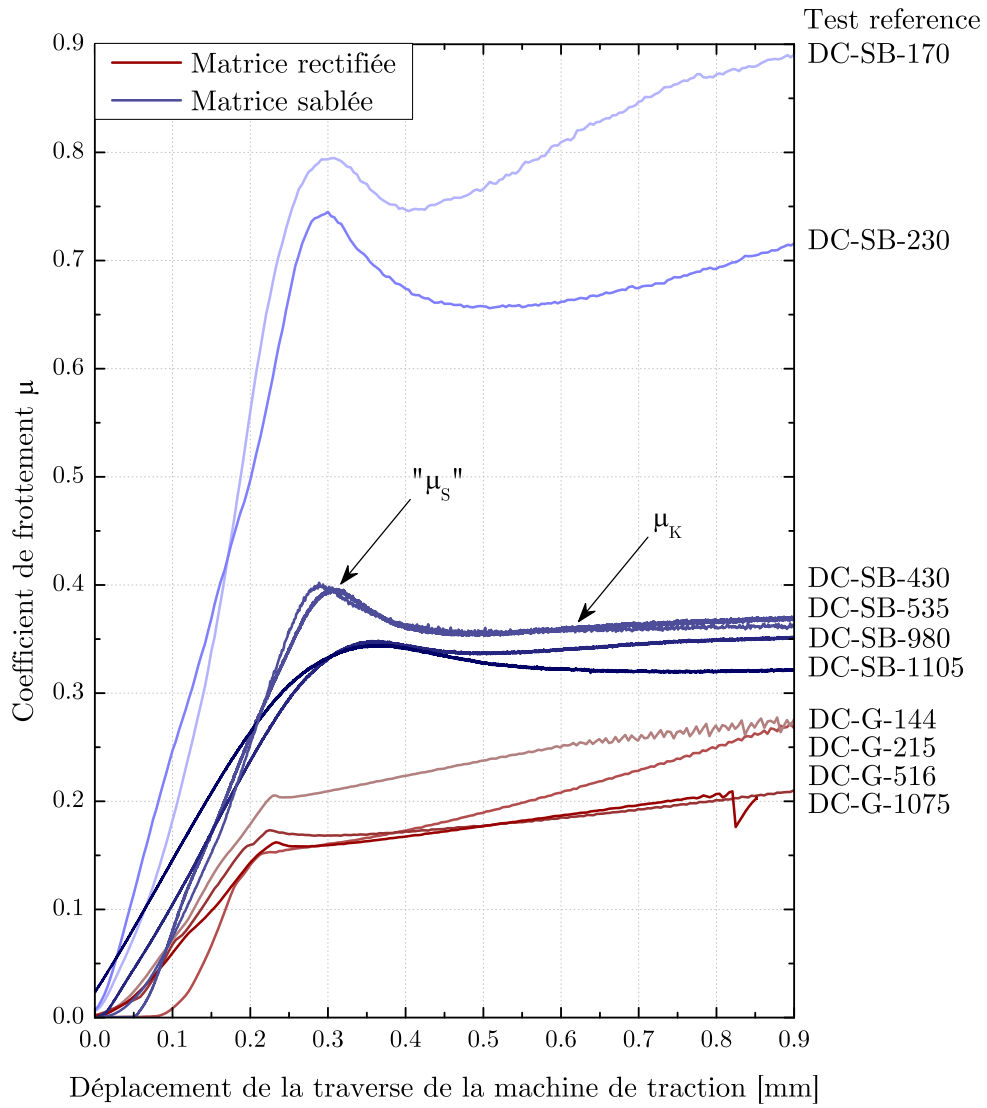


FIG. 2.23 – Évolution des coefficients de frottement obtenus pour les essais à déplacement contrôlé (voir tableau 2.3). La vitesse de chargement est de 0.5 mm/min.

Référence	Surface	Pression apparente [MPa]	" μ_s "	$\mu_K(ave)$	Perte de pression %
DC-G-144	Rectifiée (G)	123	0.15	0.22	20
DC-G-215		215	0.21	0.25	2.4
DC-G-516		516	0.17	0.19	1.2
DC-G-1075		1075	0.16	0.18	0.2
DC-SB-170	Sablée (SB)	170	0.79	0.84	36.5
DC-SB-230		230	0.74	0.70	3.9
DC-SB-430		430	0.40	0.36	2.
DC-SB-535		535	0.40	0.37	4.5
DC-SB-980		980	0.35	0.35	1.7
DC-SB-1105		1105	0.34	0.33	4.6

TAB. 2.3 – Données expérimentales pour les essais à déplacement contrôlé à $V = 0.5$ mm/min.

Les topologies des surfaces des échantillons testés sont montrées sur la figure 2.24 où les lignes en pointillés représentent la forme circulaire de la surface initiale de l'échantillon. Les observations montrent que les échantillons ayant frottés contre des surfaces sablées sont fortement déformés. Le matériau est étiré en raison de la rugosité de surface de la matrice. La rugosité est significativement plus faible sur la surface rectifiée et n'a donc pas d'incidence sur la géométrie initiale de l'échantillon.

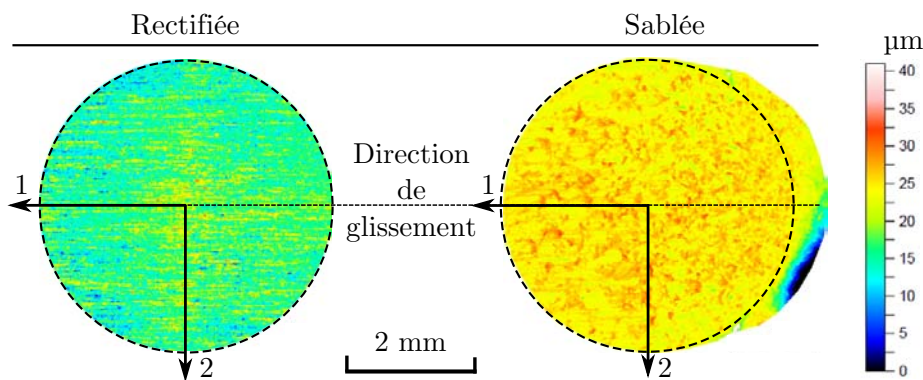


FIG. 2.24 – Topologie 3D des surfaces des échantillons frottés sur une matrice rectifiée (DC-G-516) et sablée (DC-SB-535).

Les textures des surfaces frottées sont représentées sur la figure FIG. 2.25 où le repère utilisé est le même que celui présenté sur la figure 2.19a. La direction de glissement est l'axe 1 et le plan de projection des figures de pôles est le plan perpendiculaire à la surface de l'échantillon ayant la normale comme axe 2. Le détail de ce type de mesure sera explicité plus tard dans le chapitre 4 où une étude complète sur les mesures de textures sera réalisée. La profondeur approximative de pénétration est de $20 \mu m$ pour les

mesures de texture à l'aide de rayons X. Seules les textures de surface sont donc mesurées. Tout d'abord, on remarque que les textures sont faibles, mais une texture de cisaillement, caractéristique des matériaux BCC (Williams, 1962), peut être observée pour l'échantillon ayant frotté contre la surface sablée. Ces textures de cisaillement apparaissent avec une rotation significative de leur position par rapport à la position de symétrie des orientations idéales en cisaillement. Cet effet est connu dans les textures de cisaillement et est dû à l'asymétrie du champ de rotation dans l'espace d'orientation (Tóth *et al.*, 1989). Pour l'échantillon frotté sur la surface rectifiée, une texture de compression peut être identifiée. Dans les deux cas présentés, l'amplitude de la pression n'affecte pas la texture: la même texture est obtenue pour des pressions de 500 MPa et 1000 MPa.

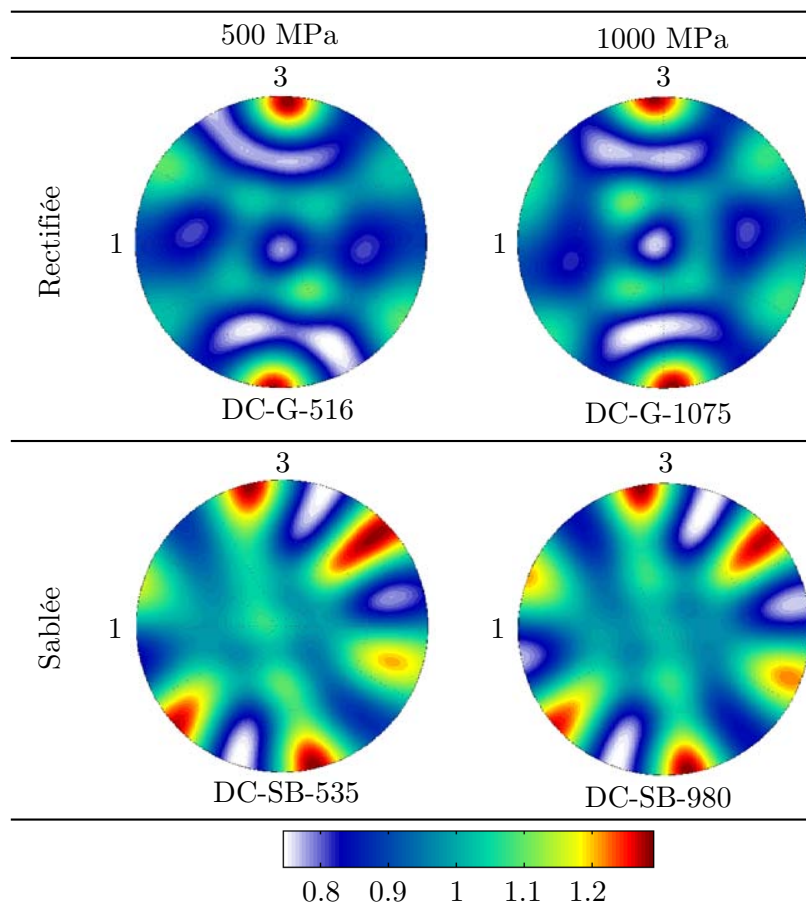


FIG. 2.25 – Figures de pôle (110) pour les échantillons frottés sur des surfaces sablées pour deux différentes pressions et rugosités de surface.

Des micrographies réalisées à l'aide d'un Microscope Électronique à Balayage (MEB) sont présentées sur la figure 2.26 pour les échantillons frottés sur une surface sablée. Plusieurs zones déformées peuvent être ainsi observées en fonction de la pression

appliquée. Pour la plus faible pression (230 MPa), seule une zone de cisaillement peut être définie. Le matériau est fortement affecté par le mouvement relatif des surfaces, la profondeur affectée par le frottement est d'environ 20 μm . Pour une pression plus élevée (1105 MPa), une seconde zone, appelée "zone entraînée", peut être identifiée. L'épaisseur des zones de cisaillement varie de 20 μm à 40 μm de profondeur. Dans la deuxième zone, la structure initiale est beaucoup moins déformée. La largeur de cette zone est d'environ 80 μm . La profondeur totale affectée est proche de 120 μm .

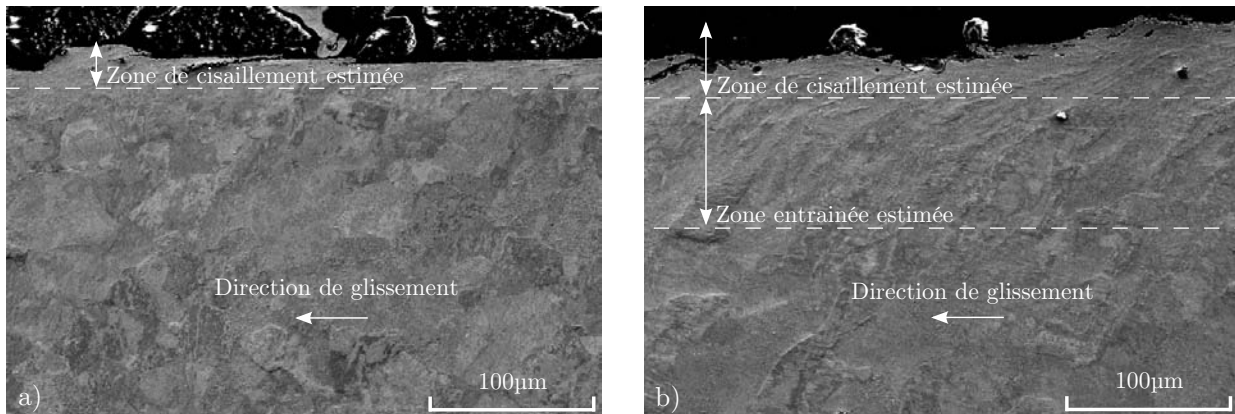


FIG. 2.26 – Micrographies MEB pour deux échantillons frottés sur des surfaces sablées a) DC-SB-230 et b) DC-SB-1105.

Sur la figure 2.27, μ_S et μ_K sont tracés en fonction de la pression appliquée. Comme indiqué précédemment, le coefficient de frottement diminue avec la pression. Sur la figure 2.27b, les barres d'erreur indiquent les valeurs minimales et maximales des coefficients μ_K enregistrés au cours de l'essai.

Il n'est pas aisé de comparer ces résultats avec la littérature car les paramètres des essais sont très sensibles sur les valeurs de coefficients obtenues. En 1960, un programme de recherche a permis de comparer la variabilité des résultats de mesures des coefficients de frottement par le groupe FIMRT (Federal Institute for Materials Research and Testing). Les efforts de contact, les états de surfaces et les géométries des échantillons étaient imposés. Le dispositif utilisé était du type « Ball-On-Disk ». La reproductibilité des résultats varie de $\pm 9\%$ à $\pm 13\%$ intra laboratoire et de $\pm 18\%$ à $\pm 20\%$ inter laboratoire.

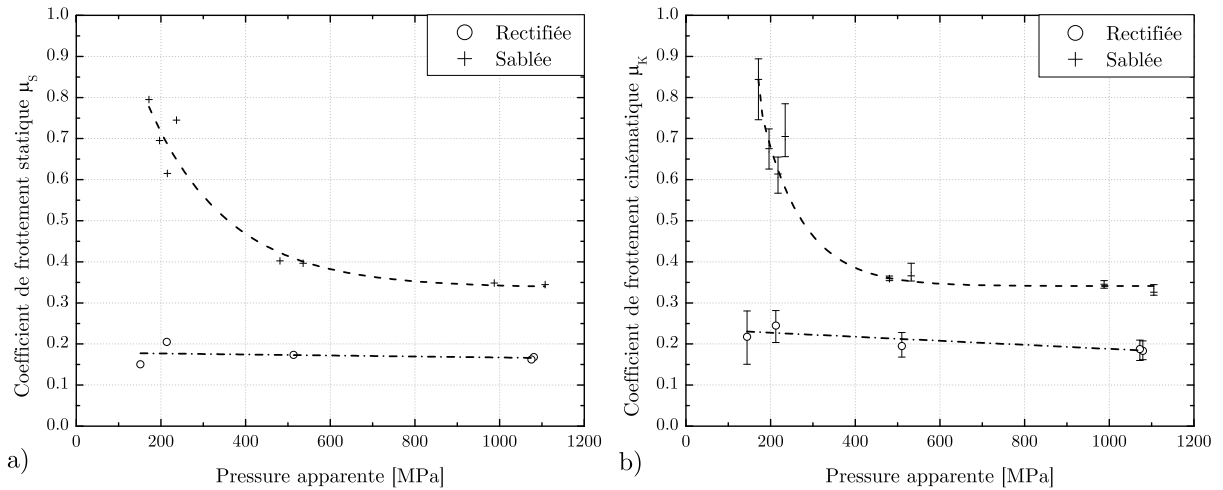


FIG. 2.27 – Coefficients de frottements a) statiques et b) cinématiques en fonction de la pression normale apparente pour les surfaces rectifiées (cercles) et sablées (croix) pour les tests à déplacement contrôlé.

Influence de la rugosité

Le coefficient de frottement contre une surface sablée augmente fortement la rugosité de la surface de l'échantillon frotté jusqu'à $S_a = 4.6 \mu\text{m}$ pour approcher la valeur correspondante à la matrice. Le coefficient de dissymétrie de l'échantillon est de 0.6. Cela représente une asymétrie de la surface avec une prédominance des sommets. Le paramètre d'aplatissement augmente jusqu'à une valeur de 9.1 correspondant à une surface ayant une acuité plus importante. La matrice sablée possède une dureté élevée au regard de l'échantillon. Cela permet d'expliquer les variations de profil de surface de l'échantillon. La topographie de l'échantillon frotté est fortement affectée par la surface de la matrice sous ces hautes pressions. Les mesures réalisées pour les essais contre des surfaces rectifiées montrent des changements moins prononcés dans l'évolution des paramètres de surface. Seul le facteur d'aplatissement évolue fortement puisqu'il diminue jusqu'à une valeur de 3. La matrice rectifiée modifie faiblement la surface de l'échantillon.

Pour la même pression, les coefficients de frottement μ_s et μ_k pour les surfaces sablées sont plus élevées que pour les rectifiées. En effet, étant donné que les expériences sont réalisées à basse vitesse, la rugosité et la forme des contacts individuels (Ma *et al.*, 2010) contrôlent le coefficient de frottement, comme indiqué par Lim *et al.* (Lim *et al.*, 1989 - Lim & Ashby, 1987) et Sedlacek *et al.* (2009). Au contraire, à grande vitesse, la température aurait un effet plus important sur le coefficient de frottement.

Influence de la pression normale - prédiction théorique du coefficient de frottement cinématique

Les coefficients de frottement μ_s et μ_k ont tendance à diminuer avec l'augmentation de pression. La décroissance est plus grande pour les surfaces sablées (60%) que les rectifiées (28%). Par conséquent, l'effet de l'augmentation de pression est moins important pour les surfaces rectifiées à ces pressions élevées. Au cours du frottement, le changement de la topologie des surfaces en contact est moins importante pour les surfaces rectifiées que pour les sablées. En effet, lorsque la pression augmente, le matériau pénètre mieux dans les aspérités de la matrice, résultant d'une modification de la géométrie initiale de l'échantillon. Ma *et al.* (2010) ont proposé un modèle numérique pour l'évaluation du coefficient de frottement en fonction de la charge appliquée. Il a été démontré que le coefficient de frottement s'accroît avec l'augmentation de la rugosité de surface et que la valeur asymptotique est atteinte pour une pression normale élevée. Cette tendance dépend du facteur de cisaillement à l'interface (i.e. la « résistance » de l'interface). Nos résultats expérimentaux confirment les prévisions de Ma *et al.* (voir figure 2.27).

La loi de Coulomb écrite dans l'équation 2.5 peut être exprimée comme suit :

$$\mu = \frac{F_T}{F_N} = \frac{\tau_f}{\sigma} \frac{S}{A} \quad (2.6)$$

où τ_f est la contrainte d'écoulement en cisaillement au cours du glissement, S est la surface réelle de contact, σ est la pression appliquée, et A est la surface apparente (Bowden & Tabor, 1950). Le rapport S/A , change en fonction de la pression appliquée et se rapproche de 1 pour une pression très élevée. Selon les résultats présentés dans les références (Wanheim, 1973 - Bay & Wanheim, 1976 - Bay & Wanheim, 1976), dans le cas où une matrice « dure » glisse sur un échantillon mou à de fortes pressions normales, les rapports de surface pour des pressions de 250 MPa et 1000 MPa peuvent être estimés comme suit :

$$\left. \frac{S}{A} \right|_{p=250} = 0.4 \quad \text{et} \quad \left. \frac{S}{A} \right|_{p=1000} = 0.9 \quad (2.7)$$

De toute évidence, ces ratios dépendent de la rugosité de la surface, qui est en réalité plus faible dans (Wanheim, 1973 - Bay & Wanheim, 1976 - Bay & Wanheim, 1976) à l'égard du sablage réalisé sur les matrices. Cependant, ce sont les seuls résultats

disponibles et des études supplémentaires sont nécessaires pour évaluer cette dépendance.

En utilisant les équations 2.6 et 2.7, ainsi que la courbe d'écrouissage représentée sur la figure 2.70, on peut faire une estimation théorique du coefficient de frottement cinématique. Les matrices rectifiées et sablées peuvent être considérées. Pour les matrices rectifiées, on peut supposer que la déformation imposée à l'échantillon est faible, ainsi la contrainte d'écoulement de l'échantillon est restée à la limite d'élasticité initiale, indépendamment de la pression. Selon la figure 2.7, le seuil d'élasticité en cisaillement de l'acier IF est de 130 MPa. En utilisant les équations 2.6 et 2.7, les valeurs théoriques du coefficient de frottement cinématique sont de 0.24 et 0.11 pour les pressions de 215 et 1075 MPa, respectivement. On peut noter que les ratios S/A sont connus pour des pressions 250 MPa et 1000 MPa (équation 2.7), qui ne sont pas exactement les mêmes que dans nos mesures. Néanmoins, un accord raisonnable peut être obtenu en ce qui concerne les coefficients de frottement mesurés (tableau 2.4). Dans le cas des matrices sablées, la matrice déforme la surface de l'échantillon à des contraintes de cisaillement beaucoup plus importantes (voir figure 2.26), par conséquent, la contrainte d'écoulement à la rupture peut être considérée comme τ_f qui est de 315 MPa (à partir de la figure 2.7). En utilisant à nouveau les équations 2.6 et 2.7, on obtient 0.55 et 0.29 pour μ_k^* . Cela est en accord raisonnable avec les valeurs mesurées: 0.70 et 0.35, aux pressions de 230 MPa et 980 MPa, respectivement. L'équation 2.7 reproduit le coefficient de frottement pour une faible pression contre une surface rectifiée. En revanche, les valeurs pour les trois autres conditions ne correspondent pas parfaitement avec les mesures en utilisant cette relation 2.7. De plus, on peut noter que les ratios de surface considérés sont relevés dans la littérature et les ratios réels peuvent être inférieurs puisque la rugosité de la matrice sablée est supérieure à celle de l'article. En conséquence, la différence entre les coefficients mesurés et calculés est plus importante. Pour ces trois conditions, la relation 2.7 n'est plus valide car ces mesures peuvent être assimilées à de l'usinage et non plus des mesures de frottement standard. Les conditions extrêmes comme les hautes pressions ou une surface sablée sont trop éloignées des conditions valides pour cette relation. Par exemple, la figure 2.26b montre que la sous-surface est également affectée par le frottement. Le matériau cisailé est non seulement la surface en contact avec les aspérités mais également la sous-surface beaucoup plus profonde. Les mesures de texture confirment également ce cisaillement de la sous-surface.

Matrices Type de surface	Contrainte en cisaillement τ_f [MPa]	Pression appliquée σ [MPa]	Ratio de surfaces S/A	μ_K^* calculé	μ_K mesuré
Rectifiée	130	215	0.4 (à 250 MPa)	0.24	0.25
		1075	0.9 (à 1.0 GPa)	0.11	0.18
Sablée	315	230	0.4 (à 250 MPa)	0.55	0.70
		980	0.9 (à 1.0 GPa)	0.29	0.35

TAB. 2.4 – Coefficients de frottement cinématiques μ_K^* calculés à partir de l'équation

2.6, et mesurés μ_K .

2.2.4 Conclusion

Un nouveau dispositif expérimental a été mis au point pour mesurer le coefficient de frottement dans les conditions de procédés SPD (quasi-statique, glissement sec, hautes pressions). Ce dispositif a été conçu dans le cadre de cette étude pour répondre à des conditions de contact particulières. Deux rugosités de surface et une large gamme de pression normale ont été étudiées. Les résultats de cette étude conduisent aux conclusions suivantes :

- Les coefficients de frottement μ_S et μ_K sont plus élevés pour les surfaces sablées que rectifiées.
- Les échantillons frottés sur des surfaces sablées présentent de grande déformation en cisaillement à la surface. La profondeur de la zone plastique affectée augmente avec l'augmentation de la pression.
- Le coefficient de frottement montre une forte dépendance de la rugosité et de la pression. La valeur moyenne des coefficients de frottement μ_S et μ_K diminuent avec l'augmentation de la pression normale pour les deux rugosités de surface considérées. La dépendance de la pression est plus forte pour les surfaces sablées que rectifiées.
- Une estimation théorique a été effectuée pour calculer le coefficient de frottement cinématique μ_K en fonction de la pression normale.

Cette étude nous a permis de comprendre le comportement à l'interface matrice/échantillon durant le procédé HPTT notamment. Le coefficient de frottement est augmenté par le sablage des matrices. Il est donc nécessaire d'appliquer ce traitement avant tout essai. Nous avons également observé que le coefficient diminue avec l'augmentation de la pression. En revanche, une pression trop faible ne permettrait pas d'avoir un contact suffisamment rigide pour entraîner l'échantillon en rotation. Il y a donc une compétition entre ces deux effets. Pour déterminer la pression suffisante, des modélisations sont réalisées dans le chapitre suivant pour évaluer le glissement à l'interface.

Comme nous l'avons vu précédemment, le dispositif est performant pour les hautes pressions et les matériaux ayant une limite élastique suffisamment haute.

Les essais ont été réalisés sur un acier IF car c'est l'objet de notre étude. En revanche, il est tout à fait possible d'étudier d'autres matériaux. Par exemple, des essais sur l'acier Stub (100C6) sont présentés sur la figure 2.28. On peut remarquer que les coefficients de

frottements sont différents entre l'acier IF et le Stub, principalement pour les essais sur surface sablée. En effet, l'acier stub a une limite élastique beaucoup plus importante que l'acier IF. Il est ainsi plus difficile à l'acier Stub qu'à l'acier IF de s'insérer dans les aspérités de la surface sablée.

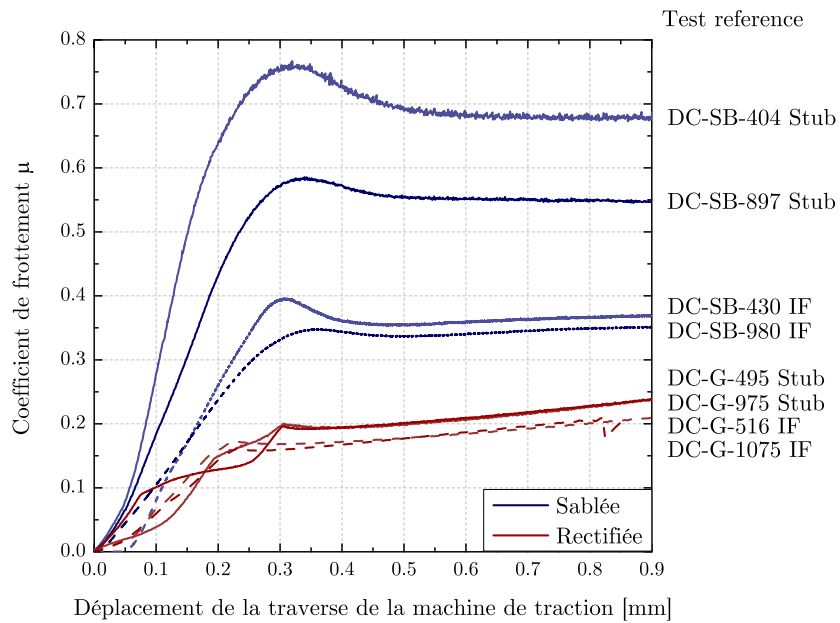


FIG. 2.28 – Évolution des coefficients de frottement obtenus pour les essais à déplacement contrôlé (la vitesse de chargement est de 0.5 mm/min) pour l'acier IF et l'acier 100C6 (Stub).

2.3 Références

ARZAGHI M. (2010), « *Nouveau procédé d'Hyperdeformation pour les tubes* ». Thèse de doctorat, Université de Metz.

ARZAGHI M., FUNDENBERGER J.-J., TÓTH L.S., ARRUFFAT R., FAURE L., BEAUSIR B. & SAUVAGE X. (2012), « *Microstructure, texture and mechanical properties of aluminum processed by high-pressure tube twisting* ». *Acta Materialia*, Vol. 60 (11) pp. 4393–4408.

BALASUNDAR I. & RAGHU T. (2010), « *Effect of friction model in numerical analysis of equal channel angular pressing process* ». *Materials & Design*, Vol. 31 (1) pp. 449–457.

BAY N. & WANHEIM T. (1976), « *Real area of contact and friction stress at high pressure sliding contact* ». *Wear*, Vol. 38 pp. 201–209.

BAY N. & WANHEIM T. (1976), « *Real area of contact between a rough tool and a smooth workpiece at high normal pressures* ». *Wear*, Vol. 38 pp. 225–234.

BOWDEN F.P. & TABOR D. (1950), « *The Friction and Lubrication of Solids* ».

DJAVANROODI F. & EBRAHIMI M. (2010), « *Effect of die channel angle, friction and back pressure in the equal channel angular pressing using 3D finite element simulation* ». *Materials Science and Engineering A*, Vol. 527 (4-5) pp. 1230–1235.

DUBOIS A., OUDIN J. & PICART P. (1996), « *Elastoplastic finite element analyses of an upsetting-sliding test for the determination of friction at medium and high contact pressure* ». *Tribology International*, Vol. 29 (7) pp. 603–613.

DUMOULIN S., ROVEN H.J., WERENSKIOLD J.C. & VALBERG H.S. (2005), « *Finite element modeling of equal channel angular pressing: Effect of material properties, friction and die geometry* ». *Materials Science and Engineering A*, Vol. 410-411 pp. 248–251.

DUNKIN J.E. & KIM D.E. (1996), « *Measurement of static friction coefficient between flat surfaces* ». *Wear*, Vol. 193 pp. 186–192.

FAURE L., BOLLE B., PHILIPPON S., SCHUMAN C., CHEVRIER P. & TIDU A. (2012), « *Friction Experiments for titanium alloy tribopairs sliding in dry conditions: Sub-surface and surface analysis* ». *Tribology International*, Vol. 54 pp. 17–25.

FERRERO J.F. & BARRAU J.J. (1997), « *Study of dry friction under small displacements and near-zero sliding velocity* ». *Wear*, Vol. 209 (1-2) pp. 322–327.

GUERIN J.D., BARTYS H., DUBOIS A. & OUDIN J. (1999), « *Finite element implementation of a generalized friction model: application to an upsetting - sliding test* ». *Finite elements in analysis and design*, Vol. 31 pp. 193–207.

HIELSCHER R. & SCHAE BEN H. (2008), « *A novel pole figure inversion method: specification of the MTEX algorithm* ». *Journal of Applied Crystallography*, Vol. 41 pp. 1024–1037.

ITO Y. & HORITA Z. (2009), « *Microstructural evolution in pure aluminum processed by high-pressure torsion* ». *Materials Science and Engineering A*, Vol. 503 (1-2) pp. 32–36.

LAI X., XIA Y., WU X. & ZHOU Q. (2012), « *An experimental method for characterizing friction properties of sheet metal under high contact pressure* ». *Wear*, Vol. 289 pp. 82–94.

LI S., BOURKE M., BEYERLEIN I.J., ALEXANDER D. & CLAUSEN B. (2004), « *Finite element analysis of the plastic deformation zone and working load in equal channel angular extrusion* ». *Materials Science and Engineering A*, Vol. 382 (1-2) pp. 217–236.

LIM S.C. & ASHBY M.F. (1987), « *Wear-mechanism maps* ». *Acta Metallurgica*, Vol. 35 (1) pp. 1–24.

LIM S.C., ASHBY M.F. & BRUNTON J.H. (1989), « *The effects of sliding conditions on the dry friction of metals* ». *Acta Metallurgica*, Vol. 37 (3) pp. 767–772.

LODYGOWSKI A., FAURE L., VOYIADJIS S. & PHILIPPON S. (2011), « *Dry sliding friction experiments at elevated velocities* ». *Strain*, Vol. 47 pp. 436–453.

MA X., DE ROOIJ M. & SCHIPPER D. (2010), « *A load dependent friction model for fully plastic contact conditions* ». *Wear*, Vol. 269 (11-12) pp. 790–796.

NADAI A. (1950), « *Theory of flow and fracture of solids, 2nd Ed.* ».

NAGASEKHAR A. V., YOON S.C., TICK-HON Y. & KIM H.S. (2009), « *An experimental verification of the finite element modelling of equal channel angular pressing* ». *Computational Materials Science*, Vol. 46 (2) pp. 347–351.

PAGE N.W., YAO M., KEYS S., MCMILLAN W. & CENNA A. (2000), « *A high-pressure shear cell for friction and abrasion measurements* ». *Wear*, Vol. 241 (2) pp. 186–192.

PAL A.J. (1973), « *A study of metallic friction phenomena with high normal pressure* ». *Wear*, Vol. 26 pp. 261–272.

PHILIPPON S., VOYIADJIS G.Z., FAURE L., LODYGOWSKI A., RUSINEK A., CHEVRIER P. & DOSSOU E. (2011), « *A Device Enhancement for the Dry Sliding Friction Coefficient Measurement Between Steel 1080 and VascoMax with Respect to Surface Roughness Changes* ». *Experimental Mechanics*, Vol. 51 (3) pp. 337–358.

POUGIS A., TÓTH L.S., BOUAZIZ O., FUNDENBERGER J.-J., BARBIER D. & ARRUFFAT R. (2012), « *Stress and strain gradients in high-pressure tube twisting* ». *Scripta Materialia*, Vol. 66 (10) pp. 773–776.

RABINOWICZ E. (1951), « *The nature of the static and kinetic coefficients of friction* ». *Journal of applied physics*, Vol. 22 pp. 1373–1379.

RABINOWICZ E. (1958), « *The Intrinsic Variables affecting the Stick-Slip Process* ». *Proceedings of the Physical Society*, Vol. 71 pp. 668.

SAITO Y., UTSUNOMIYA H., TSUJI N. & SAKAI T. (1999), « *Novel ultra-high straining process for bulk materials - development of the accumulative roll-bonding (ARB) process* ». *Acta Materialia*, Vol. 47 (2) pp. 579–583.

SEDLAČEK M., PODGORNIK B. & VIŽINTIN J. (2009), « *Influence of surface preparation on roughness parameters, friction and wear* ». *Wear*, Vol. 266 (3-4) pp. 482–487.

TÓTH L.S., ARZAGHI M., FUNDENBERGER J.-J., BEAUSIR B., BOUAZIZ O. & ARRUFFAT R. (2009), « *Severe plastic deformation of metals by high-pressure tube twisting* ». *Scripta Materialia*, Vol. 60 (3) pp. 175–177.

TÓTH L.S., NEALE K.W. & JONAS J.J. (1989), « *Stress response and persistence characteristics of the ideal orientations of shear textures* ». *Acta Metallurgica*, Vol. 37 (8) pp. 2197–2210.

VALIEV R.Z. (1997), « *Structure and mechanical properties of ultrafine-grained metals* ». *Materials Science and Engineering A*, Vol. 234-236 pp. 59–66.

VALIEV R.Z., ESTRIN Y., HORITA Z., LANGDON T.G., ZEHETBAUER M.J. & ZHU Y.T. (2006), « *Producing Bulk Ultrafine-Grained Materials by Severe Plastic Deformation* ». *Journal of Metals*, Vol. 58 (4) pp. 33–39.

WANHEIM T. (1973), « *Friction at high normal pressures* ». *Wear*, Vol. 25 pp. 225–244.

WILLIAMS R. (1962), « *Shear textures in copper, brass, aluminium, iron, and zirconium* ». *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, Vol. 224 pp. 129–139.

XIE W., DE METER E.C. & TRETHERWEY M.W. (2000), « *An experimental evaluation of coefficients of static friction of common workpiece - fixture element pairs* ». *Machine tools and manufacture*, Vol. 40 pp. 467–488.

YANG Y.-L. & LEE S. (2003), « *Finite element analysis of strain conditions after equal channel angular extrusion* ». *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 140 (1-3) pp. 583–587.

Chapitre 3

Modélisation du procédé HPTT

Sommaire

3.1	Étude analytique du procédé HPTT.....	102
3.2	Modélisation simple par éléments finis	116
3.3	Modélisation complète du procédé.....	123
3.4	Conclusion.....	137
3.5	Références.....	138

Ce chapitre a pour objectif de modéliser le procédé HPTT. L'état de contrainte et déformation dans l'échantillon est important pour l'étude de la microstructure. Cette connaissance permet de prédire le comportement des pièces étudiées. Dans un premier temps, une étude analytique du procédé sera mise en œuvre pour déterminer un gradient de déformation dans l'épaisseur du tube. Dans un second temps, une modélisation plus approfondie par un modèle par éléments finis permettra de définir plus précisément cet état de déformation. Ces modèles seront confrontés à des expérimentations pour déterminer leur domaine de validité.

3.1 Étude analytique du procédé HPTT

3.1.1 Calcul de grandeurs moyennes

Le principe du procédé HPTT a été présenté dans le chapitre précédent. Le schéma de fonctionnement est à nouveau représenté sur la figure 3.1.

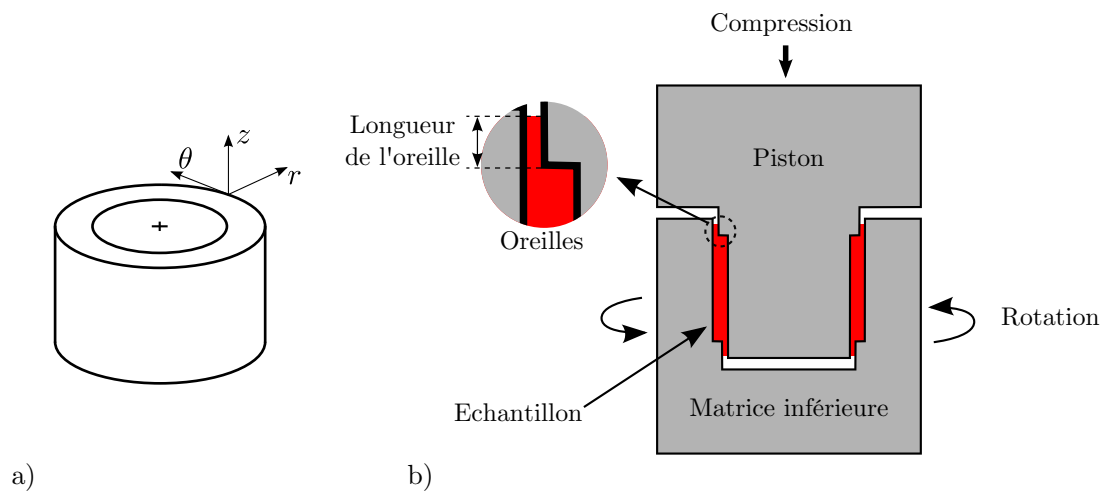


FIG. 3.1 – a) Forme initiale du tube et b) schéma du procédé HPTT

Il a été rapporté, par Tóth *et al.* (2009), qu'un gradient de déformation apparaît à travers l'épaisseur du tube. La figure 3.2 permet de visualiser ce gradient sur la micrographie d'un tube d'aluminium déformé par HPTT.

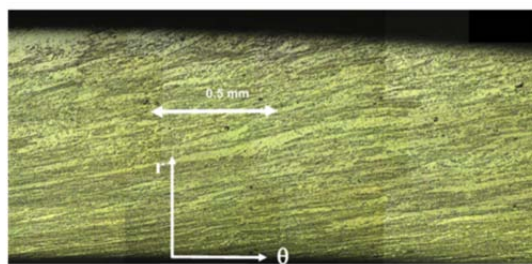


FIG. 3.2 – Micrographie optique d'un échantillon d'aluminium déformé par HPTT (Tóth *et al.*, 2009)

On peut clairement voir le cisaillement par l'observation des lignes formées par les joints de grains. L'objectif de cette partie est d'étudier l'hétérogénéité de contrainte et de déformation induite par le procédé HPTT et d'en déterminer les causes à travers une

modélisation. Une deuxième étude sur le sujet a été complétée et publiée par moi-même et mes coauteurs. Elle sera incorporée dans la présentation par la suite (Pougis *et al.*, 2012).

Concernant la déformation moyenne $\bar{\gamma}$ dans l'épaisseur, une formule a d'abord été publiée par Tóth *et al.* (2009), basée sur la formule en HPT, soit :

$$\bar{\gamma} = \frac{\theta \cdot r_0}{t} \quad (3.1)$$

où θ est l'angle de rotation de la paroi extérieure, r_0 est le rayon moyen du tube et t est l'épaisseur du tube. Cette relation est en réalité un cas particulier pour des parois minces ($b/a \approx 1$).

Une formule plus générale peut être développée. On écrit pour cela la relation décrivant la déformation en cisaillement $\gamma(r)$ pour un rayon donné :

$$\gamma(r) = \frac{dS}{dr} \text{ avec } dS = rd\theta \quad (3.2)$$

où dS est l'incrément de déplacement, dr est la variation de rayon. La figure 3.3 représente l'épaisseur du tube et les variables en jeu. La variation d'angle $d\theta$ peut alors s'écrire :

$$d\theta = \frac{\gamma(r)}{r} dr \quad (3.3)$$

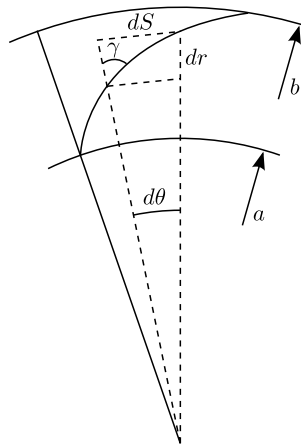


FIG. 3.3 – Schéma des paramètres de cisaillement dans la paroi du tube

Par intégration de l'équation 3.3, l'angle de rotation θ de la paroi extérieure par rapport à l'intérieure s'écrit donc :

$$\theta = \int_a^b \frac{\gamma(r)}{r} dr \quad (3.4)$$

où a et b sont, respectivement, les rayons interne et externe du tube.

Dans le but d'obtenir une expression de la déformation en cisaillement moyenne, $\gamma(r)$ est remplacée par une constante $\bar{\gamma}$. En intégrant dans l'équation 3.4, on obtient :

$$\bar{\gamma} = \frac{\theta}{\ln(b/a)} \quad (3.5)$$

On peut noter que cette formule est générale, valable pour toute géométrie des tubes. Pour un tube à paroi mince ($b/a \approx 1$), cette formule se réduit alors à $\bar{\gamma} = \theta \cdot \left(\frac{b+a}{2} \right) / (b-a)$, soit l'équivalent de l'équation 3.1.

Après avoir défini la déformation en cisaillement moyenne (équation 3.5), une contrainte de cisaillement moyenne $\bar{\tau}$ peut également être déterminée. A cet effet, l'égalité du travail plastique interne et externe est utilisée. Lors d'un incrément de rotation $\Delta\theta$, l'incrément du travail externe appliqué ΔW est défini par :

$$\Delta W = T \times \Delta\theta \quad (3.6)$$

où T est le couple résultant.

Dans le même temps, l'augmentation du travail plastique dans le volume V du tube est définie par l'intégrale sur le volume du tube. On peut ainsi écrire en supposant une déformation et contrainte moyenne dans l'épaisseur :

$$\Delta W = \int_V \tau(r) \Delta\gamma(r) dV = \bar{\tau} \Delta\bar{\gamma} \int_V dV = \bar{\tau} \Delta\bar{\gamma} (b^2 - a^2) \pi h \quad (3.7)$$

où h est la hauteur du tube. Cette relation, avec l'aide de l'équation 3.5, permet d'écrire la formule suivante pour la contrainte de cisaillement moyenne $\bar{\tau}$:

$$\bar{\tau} = \frac{T \ln(b/a)}{(b^2 - a^2) \pi h} \quad (3.8)$$

La déformation (équation 3.5) et la contrainte (équation 3.8) moyenne sont déterminées sur une base physique. Ces quantités sont, en conséquence, appropriées pour évaluer les courbes contrainte-déformation à partir de l'essai HPTT.

3.1.2 Gradient de contrainte et déformation

L'état de contrainte dans le tube au cours d'HPTT peut être représenté par le tenseur des contraintes suivantes σ :

$$\sigma = \begin{pmatrix} \sigma_{rr} & \tau & 0 \\ \tau & \sigma_{\theta\theta} & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_{zz} \end{pmatrix}_{(r,\theta,z)} \quad (3.9)$$

La base utilisée est un repère cylindrique comme indiqué sur la figure 3.1. L'équation d'équilibre est $div(\sigma) = 0$ qui, après simplifications (en coordonnées cylindriques) permet d'écrire les relations différentielles suivantes :

$$\frac{d\sigma_{rr}}{dr} + \frac{\sigma_{rr} - \sigma_{\theta\theta}}{r} = 0 \quad (3.10)$$

$$\frac{d\tau(r)}{dr} + 2\frac{\tau(r)}{r} = 0 \quad (3.11)$$

En résolvant l'équation 3.11, on obtient :

$$\tau(r) = \frac{K}{r^2} \quad (3.12)$$

où K représente une constante d'intégration. Les conditions limites sur les parois du tube permettent de définir cette contrainte de cisaillement liée au couple T :

$$\tau(b) = \frac{T}{2\pi hb^2} \quad (3.13)$$

En utilisant l'équation 3.13 dans 3.12, la relation suivante permet de décrire la variation de la contrainte de cisaillement dans l'épaisseur du tube :

$$\tau(r) = \frac{T}{2\pi hr^2} \quad (3.14)$$

Comme on peut le voir à partir de cette relation, la contrainte de cisaillement diminue en fonction du rayon. La contrainte est plus importante sur la surface interne qu'externe. C'est une différence fondamentale entre un essai de torsion classique et HPTT.

Il est maintenant important d'analyser la forme du tenseur de la vitesse de déformation. La démonstration qui suit permet de démontrer que l'état de contrainte provenant de la charge axiale peut être considéré comme hydrostatique.

Dans la deuxième phase de l'essai HPTT, le tube est cisailé par l'application du couple externe qui donne lieu à une composante de vitesse de déformation en cisaillement $\dot{\epsilon}_{r\theta} = \dot{\gamma} / 2$. Une vitesse de déformation axiale très faible doit également être considérée en raison de l'écoulement de la matière en continu dans les « oreilles ». Pour cette raison, la hauteur du tube diminue légèrement au cours de l'essai, ainsi une baisse d'environ 0.6 mm a été détectée lors d'un essai avec une rotation de 30° de la matrice extérieure (hauteur initiale 7 mm). En ce qui concerne la déformation dans la direction circonférentielle ($\dot{\epsilon}_{\theta\theta}$), sa valeur doit être rigoureusement nulle. La vitesse de déformation axiale peut être écrite comme étant une fraction du taux de cisaillement $\dot{\epsilon}_{zz} = k\dot{\gamma}$ où $k \ll 1$. Ainsi, le tenseur de vitesse de déformation peut être construit comme suit :

$$\dot{\epsilon} = \begin{pmatrix} k\dot{\gamma} & \dot{\gamma}/2 & 0 \\ \dot{\gamma}/2 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -k\dot{\gamma} \end{pmatrix}_{(r,\theta,z)} \quad (3.15)$$

Par la suite, le critère de plasticité de von Mises sera utilisé. Ce critère et les lois d'écoulement pour les trois composantes de la vitesse de déformation normales sont les suivantes :

$$f(\sigma) = \frac{1}{6} [(\sigma_{rr} - \sigma_{\theta\theta})^2 + (\sigma_{\theta\theta} - \sigma_{zz})^2 + (\sigma_{zz} - \sigma_{rr})^2] + \tau^2 - \tau_0^2 = 0 \quad (3.16)$$

$$\begin{cases} \dot{\epsilon}_{rr} = \lambda \frac{\partial f(\sigma)}{\partial \sigma_{rr}} = \lambda(2\sigma_{rr} - \sigma_{\theta\theta} - \sigma_{zz}) = k\dot{\gamma} \\ \dot{\epsilon}_{\theta\theta} = \lambda \frac{\partial f(\sigma)}{\partial \sigma_{\theta\theta}} = \lambda(2\sigma_{\theta\theta} - \sigma_{rr} - \sigma_{zz}) = 0 \\ \dot{\epsilon}_{zz} = \lambda \frac{\partial f(\sigma)}{\partial \sigma_{zz}} = \lambda(2\sigma_{zz} - \sigma_{rr} - \sigma_{\theta\theta}) = -k\dot{\gamma} \end{cases} \quad (3.17)$$

En l'absence de déformation axiale (si $k = 0$), les équations 3.17 peuvent être remplies uniquement si :

$$\sigma_{rr} = \sigma_{\theta\theta} = \sigma_{zz} \quad (3.18)$$

Cette relation exprime le fait que pour $k = 0$, la contrainte axiale appliquée induit un état de contrainte hydrostatique dans le tube pendant HPTT. En utilisant ce résultat dans l'équation 3.10, on obtient $\partial\sigma_{rr}/\partial r = 0$. Ainsi, la composante radiale du tenseur des contraintes est indépendante du rayon, c'est une constante.

Dans le cas où $k \neq 0$ (ce qui est effectivement le cas dans cette présente expérience), la deuxième équation 3.17 permet d'écrire :

$$\sigma_{\theta\theta} = \frac{\sigma_{rr} + \sigma_{zz}}{2} \quad (3.19)$$

En utilisant cette relation et la définition de la contrainte hydrostatique ($\sigma_h = \sigma_{ii}/3$), il s'en suit qu'à partir du tenseur décrit dans l'équation 3.9, la pression hydrostatique pendant HPTT est $\sigma_h = \sigma_{\theta\theta}$. Ainsi, la partie déviatorique du tenseur des contraintes $\underline{\underline{S}}$ est de la forme :

$$\underline{\underline{S}} = \begin{pmatrix} \sigma_{rr} - \sigma_{\theta\theta} & \tau & 0 \\ \tau & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_{zz} - \sigma_{\theta\theta} \end{pmatrix}_{(r,\theta,z)} \quad (3.20)$$

La loi d'écoulement en relation avec le critère de von Mises fournit la relation simple suivante pour la vitesse de déformation :

$$\dot{\epsilon}_{ij} = \lambda S_{ij} \quad (3.21)$$

En utilisant cette relation, il est possible de réécrire le tenseur de la contrainte déviatorique :

$$\underline{\underline{S}} = \frac{\dot{\gamma}}{\lambda} \begin{pmatrix} k & 1/2 & 0 \\ 1/2 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -k \end{pmatrix}_{(r,\theta,z)} \quad (3.22)$$

En appliquant le critère de von Mises à la contrainte déviatorique, on peut développer les éléments suivants :

$$\frac{1}{2} S_{ij} S_{ij} - \tau_0^2 = \frac{1}{2} (S_{rr}^2 + S_{zz}^2 + 2S_{\theta z}^2) - \tau_0^2 = S_{zz}^2 + S_{\theta z}^2 - \tau_0^2 = 0 \quad (3.23)$$

où τ_0 représente la contrainte d'écoulement en cisaillement. En remplaçant maintenant les composantes de la contrainte par leurs expressions de l'équation 3.22, nous obtenons :

$$\frac{\dot{\gamma}^2}{\lambda^2} \left(k^2 + \frac{1}{4} \right) = \tau_0^2 \quad (3.24)$$

En comparaison avec les équations 3.20 et 3.22, il est possible d'identifier dans cette dernière relation une contrainte effective (non hydrostatique) axiale ($\sigma_{zz} - \sigma_h$) et la contrainte de cisaillement (τ) :

$$4(\sigma_{zz} - \sigma_h)^2 + \tau^2 = \tau_0^2 \quad (3.25)$$

En utilisant la relation 3.24, la contribution relative des deux composantes de contrainte (σ et τ) de l'écoulement plastique peut être exprimée par le rapport :

$$4(\sigma_{zz} - \sigma_h)^2 / \tau^2 = 4k^2 \quad (3.26)$$

La valeur de k estimée à partir de l'expérience est de 0.026 (0.6 mm de compression pour un tube de longueur 7 mm, divisé par le cisaillement total de $\bar{\gamma} = 3.74$), de sorte que la contribution relative de l'effort axial de l'écoulement plastique par rapport à la contribution de la contrainte de cisaillement ($4k^2$) est de 2×10^{-3} , ce qui est négligeable. En conclusion, on peut dire que, dans la présente expérience, l'état de contrainte provenant de la charge axiale peut être considéré comme hydrostatique ($\sigma_{zz} - \sigma_h \cong 0$), soit $\sigma_h \cong \sigma_{zz}$.

Ainsi, le tenseur des vitesses de déformations s'écrit :

$$\dot{\epsilon} = \begin{pmatrix} 0 & \dot{\gamma}/2 & 0 \\ \dot{\gamma}/2 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}_{(r,\theta,z)} \quad (3.27)$$

La figure 3.4 illustre l'évolution du couple appliqué en fonction de l'angle de rotation de la matrice externe pour l'échantillon d'acier IF. L'angle de rotation total est de 30.8° , conduisant à un cisaillement moyen $\bar{\gamma} = 3.74$. La contrainte axiale est également représentée avec une valeur moyenne constante de 1700 MPa.

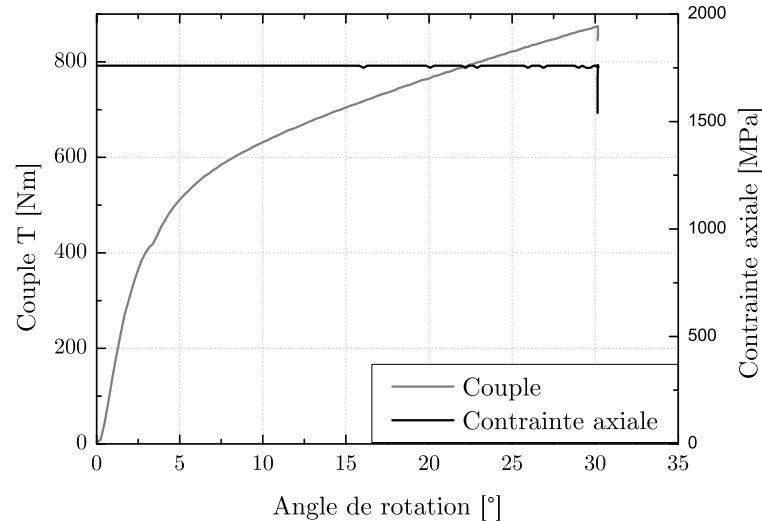


FIG. 3.4 – Couple et contrainte axiale mesurés en fonction de l'angle de rotation pour un tube d'acier IF.

Dans le but de modéliser le gradient de contrainte et déformation dans l'épaisseur du tube, il est important de connaître le comportement en cisaillement du matériau. Pour cela, le comportement déterminé au chapitre précédent est utilisé (voir figure 2.6 du chapitre 2). La courbe d'écroutissage en torsion est ajustée et définie en deux phases. Pour un cisaillement inférieur à $\gamma = 2$, la loi Swift est utilisée (stade III de l'écroutissage) :

$$\tau = K\gamma^n \quad (3.28)$$

Pour les grandes déformations, où l'écroutissage est supposé linéaire, l'approximation suivante est employée (stade IV de l'écroutissage) :

$$\tau = A + B\gamma \quad (3.29)$$

Les valeurs suivantes des paramètres sont obtenues par la méthode des moindres carrés : $K = 251.5$ MPa, $n = 0.16$, $A = 250.5$ MPa, $B = 16.2$ MPa. Ces lois seront utilisées ensuite dans la modélisation du gradient de déformation et de l'évolution du couple dans le test HPTT.

Les micrographies optiques (figure 3.5b et 3.6) représentent l'épaisseur d'un échantillon d'acier IF déformé par HPTT pour deux géométries (rayons 6.5-7.5 mm et 7-8 mm) réalisées à mi-hauteur. On voit clairement un gradient de déformation dans l'épaisseur des tubes. Les lignes de déformation formées par les joints de grains allongés sont orientées différemment en fonction du rayon par rapport à la paroi. Pour la figure

3.5b, les lignes sont tracées manuellement. En revanche, sur la figure 3.6, les lignes représentent directement le modèle analytique. Il est alors possible de comparer le modèle à l'expérimental. Ces lignes de courants correspondent visuellement aux lignes formées par l'allongement des joints de grains. Cette première approche permet de valider la modélisation analytique.

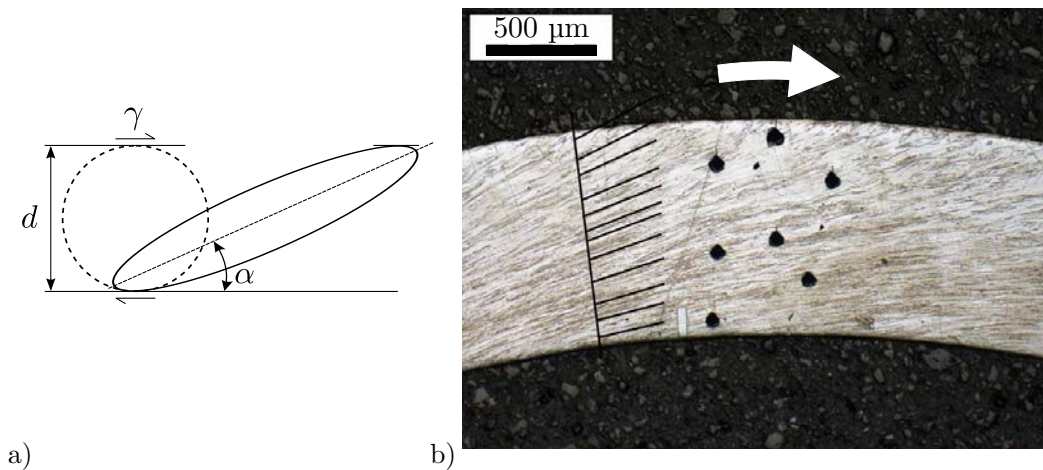


FIG. 3.5 – a) schéma représentant la forme d'un grain déformé par cisaillement, b) micrographie optique d'une section de tube d'acier IF (de rayons interne et externe 6.5 et 7.5 mm) déformé montrant les lignes de déformation et leur inclinaison par rapport à une ligne radiale. Les points noirs sont des mesures de dureté.

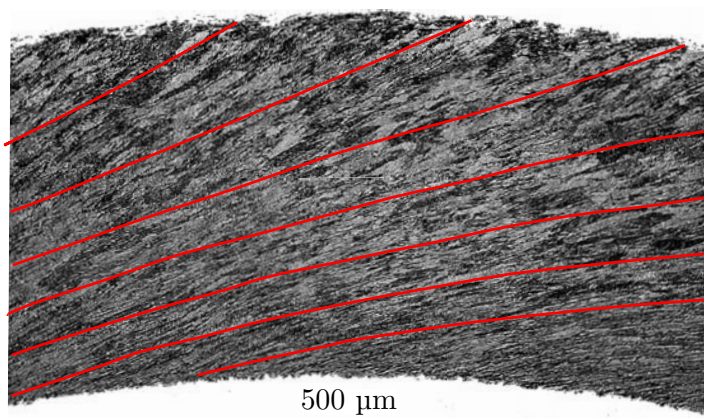


FIG. 3.6 – Micrographie optique d'une section de tube d'acier IF (de rayons interne et externe 7 et 8 mm) déformé à 30° de rotation. Les lignes rouges représentent les lignes de courant du modèle analytique.

Ces lignes sont orientées dans la direction du plus grand axe des grains déformés. Si on suppose une forme sphérique des grains initiaux, cette forme circulaire devient une ellipse (figure 3.5a) et l'angle α entre le grand axe du grain elliptique et la tangente permettent de définir la déformation en cisaillement par la relation (Sevillano & Aernoudt, 1987) :

$$\gamma = \frac{2}{\tan(2\alpha)} \quad (3.30)$$

La figure 3.7 représente le résultat de l'analyse du gradient de déformation de la micrographie des figures 3.5b et 3.6 en utilisant l'équation 3.30. La moyenne de trois séries de mesures à des positions angulaires différentes sont réalisées. Les barres d'erreur sont plus importantes sur le côté intérieur car l'incertitude en position de chaque ligne oblique est plus grande. Comme on peut le voir, le gradient dans l'épaisseur du tube est important. La déformation en cisaillement s'élève à 7.5 sur le bord interne du tube (de rayons 6.5-7.5 mm) tandis que sur le bord externe elle n'est que d'environ 2. Une région étroite de transition peut être observée sur la micrographie sur le côté interne du tube où les lignes sont courbes et deviennent parallèles à la direction radiale. En réalité, une telle zone de transition doit exister car il n'y a pas de déplacement entre la surface interne du tube (et aussi externe) et le piston. Par conséquent, le cisaillement doit être exactement égal à zéro sur la paroi du tube interne (et externe). L'épaisseur de cette zone de transition peut être estimée à environ 20 μm (ce qui est à peu près la taille de grain initiale).

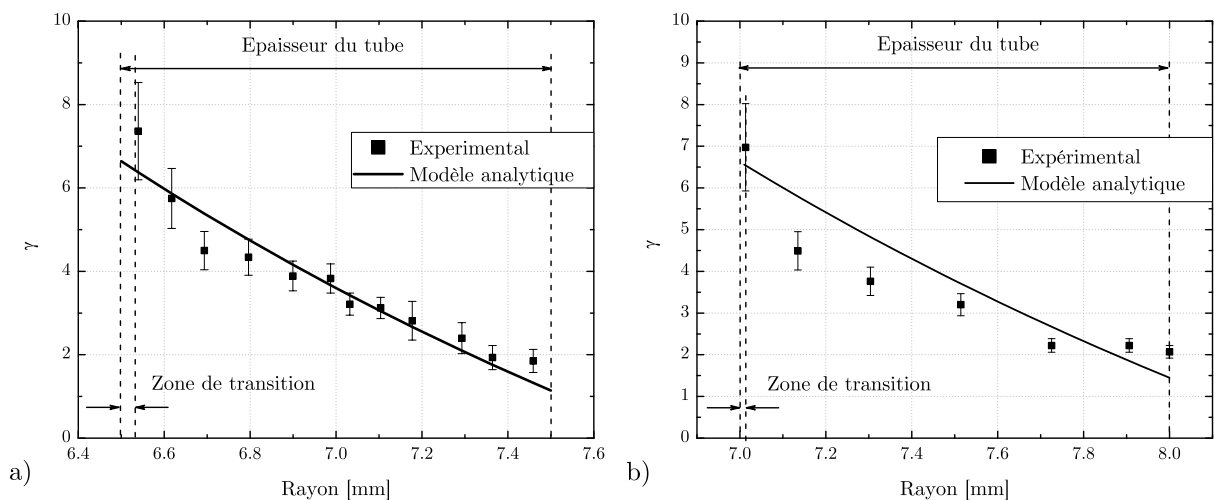


FIG. 3.7 - Gradient de déformation mesuré et simulé dans l'épaisseur du tube correspondant aux échantillons de la figure a) 3.5b et b) 3.6.

Comme il a été indiqué ci-dessus, l'écoulement plastique du métal est produit uniquement par la composante de cisaillement du tenseur des contraintes dans HPTT. En effet, les composantes normales ne participent qu'à la contrainte hydrostatique qui ne joue pas de rôle dans le critère de plasticité (von Mises). Pour cette raison, il est possible d'utiliser la courbe contrainte-déformation mesurée en torsion (figure 2.6 du chapitre 2). Ainsi, la même courbe contrainte-déformation est censée être valable aussi bien en torsion que dans HPTT. Il est alors possible d'utiliser la courbe d'érouissage en torsion dans l'équation 3.14 pour obtenir une relation entre la contrainte et la position radiale r dans l'épaisseur du tube. Pour le comportement au stade III, en utilisant l'équation 3.28 dans 3.14, on obtient :

$$\gamma(r) = \left(\frac{T}{2\pi h K r^2} \right)^{1/n} \quad (3.31)$$

Cette relation fournit le gradient de déformation à l'intérieur de la paroi. Cependant, le stade d'érouissage, dans lequel l'équation 3.31 est valide, est limité à $\gamma = 2$ (figure 3.4). La déformation minimum en cisaillement mesurée expérimentalement sur l'échantillon de la figure 3.5b est de 2 (côté extérieur). Pour cette raison, le modèle d'érouissage à considérer concerne uniquement le stade IV. Dans ce cas, en utilisant l'équation 3.29 dans l'équation 3.14, on obtient :

$$\gamma(r) = \frac{T}{2\pi h B r^2} - \frac{A}{B} \quad (3.32)$$

Dans le but de déterminer la distribution totale de déformation dans un essai HPTT en utilisant seulement le test de torsion, le couple T doit être éliminé de l'équation 3.32. Il est effectivement possible en utilisant l'équation 3.4 qui doit toujours être satisfaite (s'il n'y a pas glissement entre l'échantillon et les matrices). En utilisant alors l'équation 3.32 dans 3.4, et en intégrant, on obtient :

$$T = 4h\pi \left(B\theta - A \ln \frac{a}{b} \right) \left(\frac{1}{a^2} - \frac{1}{b^2} \right)^{-1} \quad (3.33)$$

Enfin, la substitution de l'équation 3.33 dans 3.32 conduit à :

$$\gamma(r) = \frac{2}{B r^2} \left(B\theta - A \ln \frac{a}{b} \right) \left(\frac{1}{a^2} - \frac{1}{b^2} \right)^{-1} - \frac{A}{B} \quad (3.34)$$

Cette équation permet d'établir une expression analytique de la distribution de la déformation de cisaillement dans l'épaisseur du tube pour un angle de rotation θ donné

dans l'hypothèse de validité du stade IV. La distribution de la déformation simulée est représentée sur la figure 3.7 pour une comparaison directe avec celle mesurée. Comme on peut le constater, une bonne correspondance existe entre la mesure et la prédiction HPTT obtenue à partir des données de torsion.

Connaissant le gradient de déformation dans l'épaisseur, la courbe contrainte-déformation en cisaillement peut être construite et illustrée sur la figure 3.8. Les contraintes sur le bord intérieur et extérieur sont représentées en fonction de la déformation locale. Il est important de prendre la déformation locale $\gamma(r)$ et non moyenne $\bar{\gamma}$ pour représenter les contraintes locales. La contrainte moyenne en fonction de la déformation moyenne est indiquée en utilisant les relations 3.5 et 3.8. La contrainte moyenne et les contraintes locales sont équivalentes et proches sur la figure 3.8. La courbe d'écrouissage en torsion est aussi représentée sur cette figure. Un accord est relativement correct jusqu'à une déformation en cisaillement de 1. Les courbes s'éloignent et deviennent supérieures à la courbe d'écrouissage provenant de la torsion.

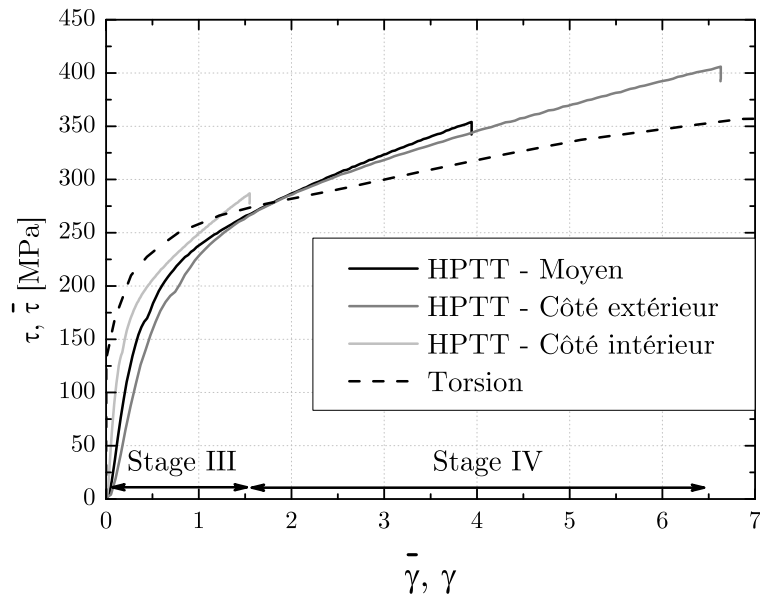


FIG. 3.8 – Courbe des contraintes en cisaillement sur le bord intérieur et extérieur en fonction de la déformation pour HPTT et comparaison avec un essai de torsion.

Cette différence de contrainte d'environ 50 MPa (pour $\gamma = 6$) peut être attribuée à la présence des oreilles (voir figure 3.1) qui se développent progressivement au cours de l'essai. En effet, étant donné que ces oreilles s'étendent suivant la direction axiale, le couple augmente au fur et à mesure que les oreilles se « coincent » entre le piston et les

matrices. La longueur des oreilles peut atteindre plusieurs millimètres à chaque extrémité du tube; leur épaisseur est d'environ 0.1 mm.

Compte tenu du fait que la longueur du tube est de 6 mm, 1 mm de chaque extrémité du tube peut augmenter le couple de 30%. Cela est largement suffisant pour expliquer l'augmentation du couple par rapport à son niveau prédit. Il n'est pas certain, cependant, que la force de frottement soit équivalente au niveau des oreilles et au niveau du tube en raison des différentes conditions limites. De plus, des études antérieures ont rapporté une augmentation de la contrainte d'écoulement en raison des contraintes hydrostatiques (Sevillano & Aernoudt, 1987 - Zehetbauer *et al.*, 2003 - Schafler, 2010 - Schafler, 2011 - Lapovok, 2006 - McKenzie *et al.*, 2007). Cela pourrait également expliquer en partie l'augmentation des contraintes de la figure 3.9. Pour des essais utilisant le procédé HPT, Zehetbauer *et al.* (2003) ont rapporté un effet d'environ 10% par GPa de pression et ont attribué cet effet à l'augmentation de l'énergie d'activation des lacunes. Schafler (2010 - 2011) a montré qu'une recristallisation apparaît dans HPT après le déchargement de la pression, mais que des changements de microstructure demeurent dans l'échantillon. Lapovok et ses collaborateurs (Lapovok, 2006 - McKenzie *et al.*, 2007) ont également montré des effets pertinents sur la microstructure causée par la pression hydrostatique en appliquant une contre-pression dans ECAP. Durant cet essai, l'effet de la pression hydrostatique sur le niveau de contrainte sera ignoré car le niveau de pression hydrostatique est relativement faible.

Il est également possible de déterminer le couple T en fonction de l'angle de rotation θ . L'équation 3.33 peut être utilisée à cet effet pour l'écroutissage aux grandes déformations (stade IV). Pour le stade III, l'équation 3.31 peut être utilisée dans 3.4 et après intégration :

$$T = 2^{1+n} K \pi h \left[n \left(\frac{1}{a^{2/n}} - \frac{1}{b^{2/n}} \right) \right]^{-n} \theta^n \quad (3.35)$$

Le couple prédit obtenu à partir des équations 3.33 et 3.35 est représenté sur la figure 3.9. Comme on peut le voir, le couple calculé n'est que légèrement supérieur à celui mesuré aux faibles déformations tandis qu'il est nettement inférieur aux grandes déformations.

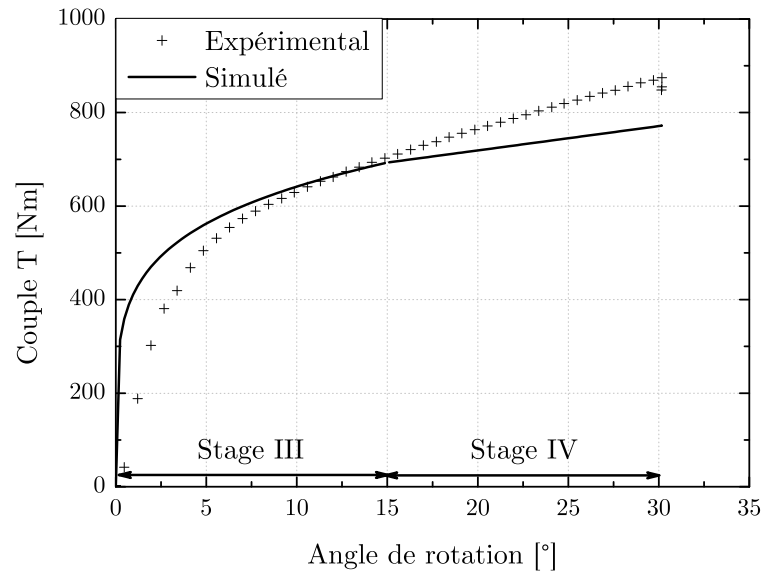


FIG. 3.9 – Courbe du couple expérimental et simulé en fonction de l'angle de rotation.

3.1.3 Conclusion

Une modélisation analytique des gradients de contrainte et de déformation existants dans le test HPTT a été présentée. Une contrainte et une déformation moyennes ont été définies pour caractériser ce test. Par la suite, il a été montré que la compression axiale ne produit qu'un état de contrainte hydrostatique de sorte que la seule contrainte agissant pour produire la déformation plastique est le cisaillement dans l'épaisseur. Une modélisation complète a été présentée permettant de définir la répartition de contrainte de cisaillement dans le tube et l'évolution du couple en fonction de l'angle de rotation appliqué. De bons accords ont été obtenus pour le gradient de déformation, mais des écarts significatifs sont relevés pour l'évolution du couple qui a été attribué à l'apparition d'oreilles inévitables durant l'essai HPTT aux grandes déformations.

Ce modèle pose toutefois d'autres problèmes. En effet, la création des oreilles durant le test n'est pas prise en compte et peut modifier la prédiction. De plus, ce modèle est basé sur une pression hydrostatique constante dans toute la hauteur du tube. Pour finir, un entraînement parfait entre les outils (piston et matrices) et l'échantillon est supposé durant la phase de rotation. Cela dépend de la pression hydrostatique appliquée. Si cette dernière n'est pas homogène, des zones peuvent glisser. Il est donc nécessaire de concevoir un modèle plus complet pour répondre à ces questions. La section suivante traitera d'une modélisation par éléments finis.

3.2 Modélisation simple par éléments finis

3.2.1 Validation de l'élément CGAX4R

Comme énoncé précédemment, un modèle plus complet doit être réalisé pour pallier aux problèmes du modèle analytique. Pour cela, le logiciel d'éléments finis ABAQUS 6.11 est utilisé. Les procédés d'hyperdéformations ont été beaucoup modélisés par éléments finis pour comprendre l'état de déformation et de contrainte dans le matériau au cours du temps.

On peut noter deux méthodes d'intégration :

- Implicite. Cette méthode néglige les termes inertiels. Le problème non linéaire est linéarisé et résolu par itération en utilisant la méthode de Newton-Raphson. Cela a pour but d'établir l'équilibre de la structure vis-à-vis du chargement appliqué. En pratique, la résolution se fait par l'inversion de la matrice de raideur du système. Cela est coûteux en temps de calcul.
- Explicite. Cette méthode consiste à résoudre le problème pas à pas de façon explicite évitant la résolution itérative de la méthode implicite. Cette méthode est conditionnellement stable. L'inconvénient de cette méthode est que pour une bonne représentation, de nombreux petits incréments doivent être réalisés. En effet, le pas de temps est calculé comme le ratio de la taille du plus petit élément du modèle par la vitesse de l'onde élastique dans le matériau. Cela devient coûteux en temps de calcul s'il y a (i) des éléments de petite taille dans le modèle et (ii) un temps du procédé trop important.

Dans le cas des procédés d'hyperdéformations, les effets inertiels peuvent être négligés puisque les vitesses de rotation et de déformations sont relativement faibles. On peut donc considérer ces procédés comme étant quasi-statiques. Le schéma implicite est ainsi utilisé.

Les principaux modèles réalisés pour représenter les procédés d'hyperdéformations peuvent être classés en deux catégories :

- les modèles à déformations planes. Ce type de modèle permet de représenter des procédés comme ECAE ([Kim *et al.*, 2002](#) - [Yang & Lee, 2003](#) - [Baik *et al.*, 2003](#) - [Dumoulin *et al.*, 2005](#) - [Son *et al.*, 2006](#)).
- les modèles 3D. Ce type de modèle est utilisé soit pour comprendre les effets de bord (frottement) dans ECAE ([Li *et al.*, 2004](#) - [Nagasekhar *et al.*, 2009](#) -

Djavanroodi & Ebrahimi, 2010), soit pour modéliser des procédés comme HPT (Kim, 2001 - Yoon *et al.*, 2007 - Lapovok *et al.*, 2010).

Le procédé HPTT peut être représenté comme un procédé axisymétrique. En effet, la déformation peut varier suivant la hauteur z et le rayon r mais reste constant suivant la direction tangentielle θ . Le repère utilisé est présenté sur la figure 3.1a. Ce principe diffère légèrement d'un modèle axisymétrique « classique » puisque le déplacement dans le plan normal au plan axisymétrique doit être autorisé. Pour cela, l'élément CGAX4R axisymétrique avec twist à 4 nœuds est utilisé. Cet élément n'existe que dans le code implicite et non explicite du logiciel ABAQUS. Cet élément a été utilisé pour des modélisations d'un essai de torsion (Kim, 2001) ou HPT (Kim, 2001 - Kim, 2003). Cet élément peut donc être utile pour réduire les temps de calcul car il permet d'éviter d'utiliser un modèle 3D gourmand en ressource.

Il est d'abord important d'étudier ce type d'élément et de le comparer à un élément plus « classique » pour valider son utilisation et principalement aux grandes déformations. Pour cela, deux modèles sont construits :

- Un modèle à déformation plane utilisant 5520 éléments CPE4R à 4 nœuds,
- Un modèle axisymétrique + twist utilisant 700 éléments CGAX4R à 4 nœuds.

Il est important de noter que pour la même discrétisation dans l'épaisseur du tube, il est nécessaire d'utiliser près de 8 fois plus d'éléments pour le modèle à déformation plane. Le gain de temps est donc non négligeable suivant la taille du modèle. La géométrie et les conditions limites de ces deux modèles sont illustrées sur la figure 3.1. Dans les deux cas, l'épaisseur de l'échantillon est discrétisée par dix éléments dans le but de comparer les deux modèles et la distribution de la contrainte et de la déformation suivant le rayon. Le comportement de l'échantillon est choisi élasto-plastique et l'érouissage a été défini par les essais de torsion de l'acier IF au sens de von Mises (voir la figure 2.6 du chapitre 2). Dans un premier temps, les dimensions de l'échantillon sont identiques à l'essai réalisé dans le chapitre précédent, soit un rayon interne et externe de 6.5 mm et 7.5 mm respectivement, et une hauteur de 7 mm. La vitesse de rotation est de 30 °/min pour une rotation totale de 30°. La mise sous pression hydrostatique de l'échantillon n'est pas prise en compte, seul l'entraînement en rotation est modélisé.

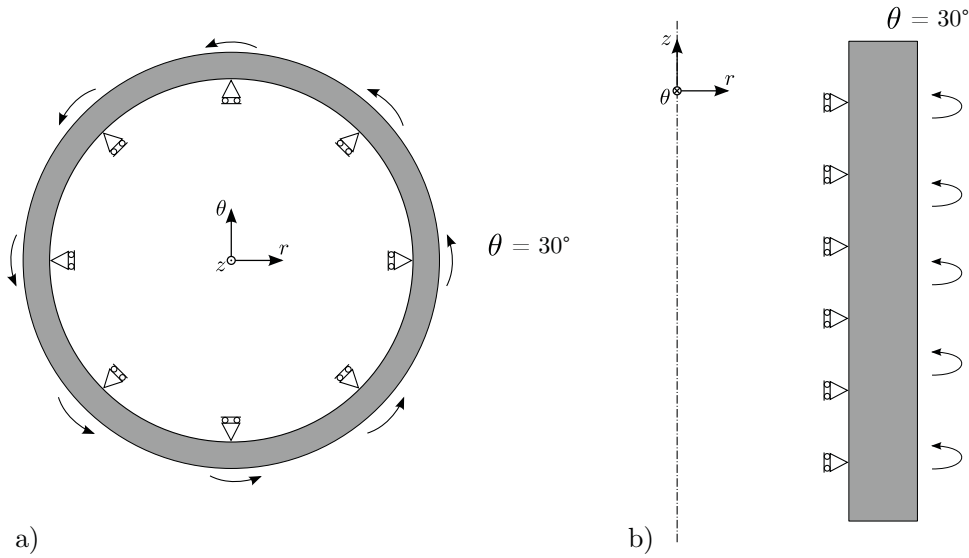


FIG. 3.10 - Géométrie et conditions limites des modèles par éléments finis a) déformation plane et b) axisymétrique + twist représentant HPTT.

Les valeurs de contraintes et déformations pour les côtés intérieur et extérieur sont comparées en fonction de l'angle de rotation. Les résultats sont présentés sur la figure 3.11. Les deux modèles sont rigoureusement identiques concernant la déformation et la contrainte équivalente. Cela est également valable pour les grandes déformations. Les éléments axisymétriques contenant un degré de rotation supplémentaire sont tout à fait judicieux pour modéliser le procédé HPTT.

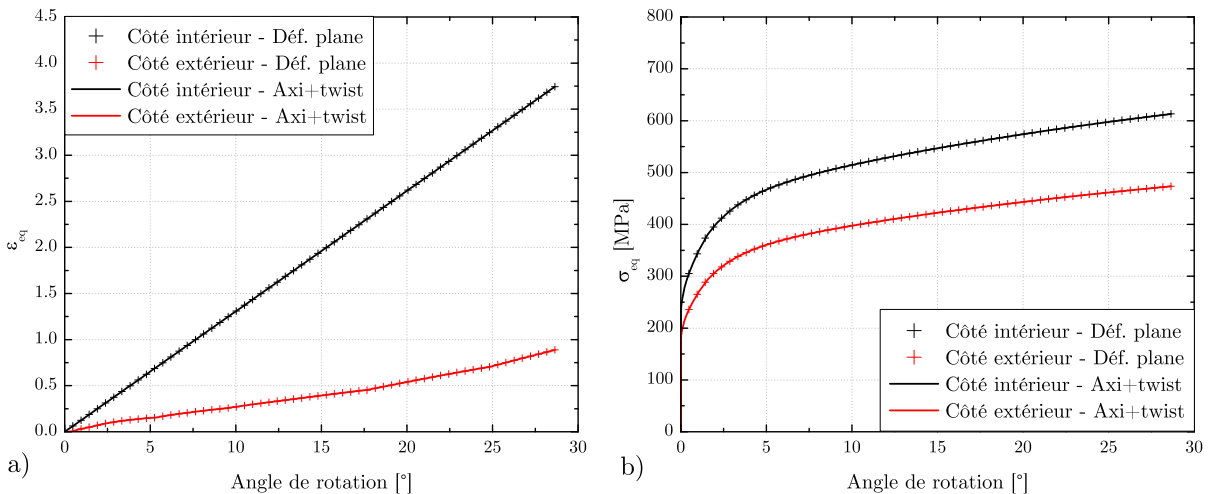


FIG. 3.11 – Comparaison entre le modèle en déformation plane et axisymétrique + twist.

3.2.2 Comparaison entre le modèle analytique et EF

Le modèle établi, il est possible de connaître la distribution de la déformation en cisaillement dans l'épaisseur du tube. La figure 3.12 représente cette déformation en fonction du rayon du tube. Les points expérimentaux mesurés précédemment et le modèle analytique de la section précédente sont aussi représentés. On remarque que pour les modèles par éléments finis et analytique, la déformation en cisaillement est bien représentée. Le modèle éléments finis montre une courbure légèrement plus importante à travers l'épaisseur. Ce modèle semble donc suffisant pour représenter la déformation à travers le tube.

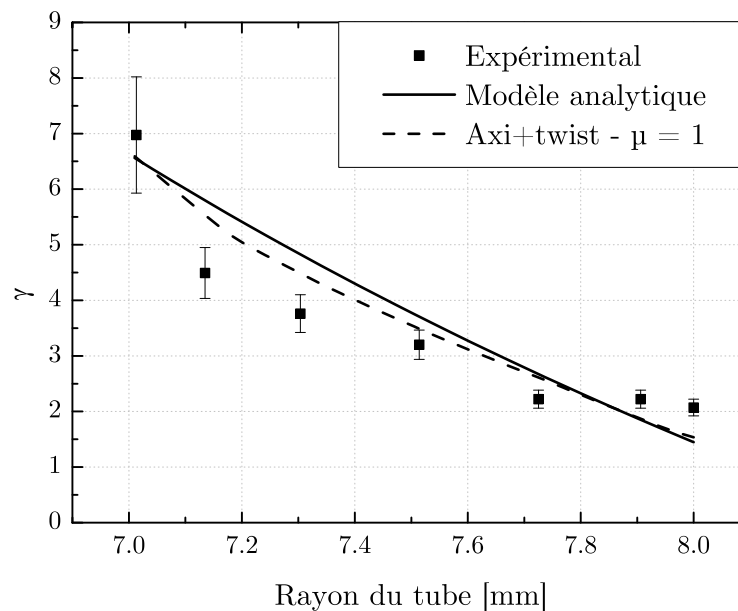


FIG. 3.12 – Comparaison de la distribution de la déformation dans l'épaisseur du tube entre le modèle analytique et le modèle axisymétrique + twist.

Le modèle en déformation plane ne peut représenter que la déformation en cisaillement dans le plan du modèle. En revanche, étant donné que le modèle axisymétrique représente l'échantillon dans le plan rz (représenté sur la figure 3.1), la phase de compression et le frottement avec les matrices peuvent également être modélisés. Dans cet objectif, le modèle axisymétrique précédent est modifié pour inclure la pression hydrostatique et le frottement avec les matrices.

Le coefficient de frottement est un paramètre important puisqu'il pilote l'adhérence de l'échantillon aux parois des matrices. De plus, cette adhérence dépend également de la pression hydrostatique (i.e. la force axiale) puisqu'elle contrôle l'intensité de la force

normale sur les parois. Le modèle de frottement utilisé est du type Coulomb. Ce modèle définit un coefficient comme étant le rapport de la force tangentielle par la force normale.

Le contact entre deux surfaces est réalisé par pénalité. Cette méthode consiste à introduire des réactions de contact, facteurs de la pénétration dans la seconde pièce. Ce modèle prévoit une surface « maître » et une surface « esclave ». Des coefficients de raideur permettent de « ramener » les nœuds sur la surface de contact en cas de pénétration. Ces coefficients doivent être suffisamment grands pour permettre le retour du nœud mais modérés pour ne pas engendrer des contraintes trop importantes.

La figure 3.13 représente la déformation équivalente sur le côté intérieur du tube en fonction de la force axiale appliquée et du coefficient de frottement μ . La force axiale varie de 30 à 100 kN et le coefficient de frottement de 0.1 à 0.8. L'amplitude des valeurs de μ est volontairement importante pour visualiser l'effet sur une large gamme. La déformation équivalente est à son maximum (en condition d'adhérence complète) pour toute la gamme de μ pour la force de 100 kN. En revanche, lorsque la force devient plus faible (30 kN), μ doit être égale à 0.5 pour permettre l'entraînement et donc une déformation équivalente élevée. Ces deux paramètres sont donc très importants pour la réussite de l'essai.

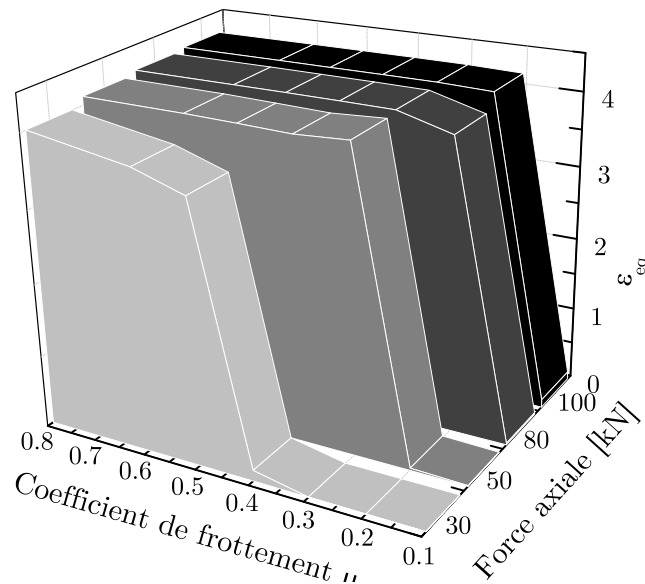


FIG. 3.13 – Diagramme représentant la déformation équivalente sur le bord intérieur après une rotation de 30° en fonction de la force axiale et du coefficient de frottement.

Dans la suite de la modélisation, les coefficients de frottement utilisés seront dépendants de la pression. En effet, dans le chapitre précédent, il a été souligné l'effet important de la pression normale apparente sur le coefficient μ . Les valeurs utilisées sont consignées dans un tableau des résultats expérimentaux déterminés (voir tableau 2.3 du chapitre 2) correspondant au frottement avec une surface sablée. De plus, la force axiale appliquée sur la surface supérieure de l'échantillon est de 80 kN. Cela correspond à une pression hydrostatique théorique de 1.75 GPa. Cette valeur sera également utilisée expérimentalement.

La figure 3.14a illustre la distribution de déformation en cisaillement dans l'épaisseur du tube pour le modèle analytique et les deux modèles axisymétriques (avec et sans frottement). La déformation en cisaillement est toujours bien représentative puisqu'elle varie de 6.5 à 1.5 dans l'épaisseur. En revanche, il est difficile de représenter le couple résultant sur les parois. En effet, la figure 3.14b représente le couple modélisé et expérimental en fonction de l'angle de rotation. Les deux courbes sont très distinctes et principalement aux grandes déformations (angle $> 10^\circ$) où la pente est différente.

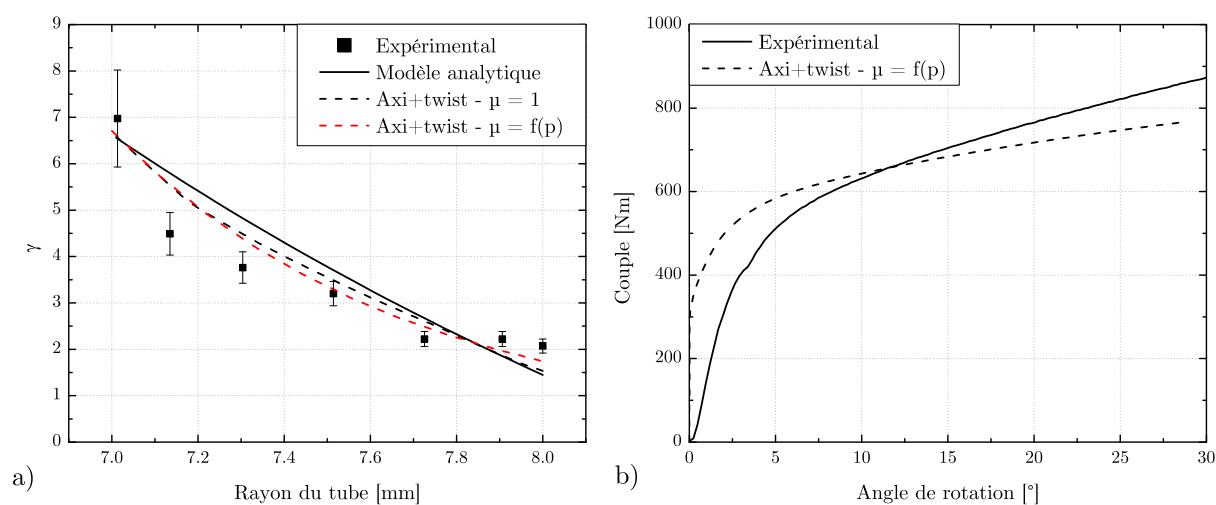


FIG. 3.14 – a) Comparaison de la distribution de la déformation dans l'épaisseur du tube ($r = 7 - 8$ mm) entre le modèle analytique et les modèles axisymétriques + twist, b)

Comparaison du couple résultant entre la mesure expérimentale et le modèle axisymétrique + twist pour un échantillon avec $r = 7 - 8$ mm .

3.2.3 Conclusion

Ce simple modèle permet de simuler la déformation en cisaillement dans le tube. En revanche, comme il l'a été démontré, le couple résultant est mal représenté. Un paramètre du procédé est donc mal pris en compte dans la modélisation. Une possibilité est la représentation des oreilles. En effet, expérimentalement, des oreilles sont formées aux extrémités du tube. Cela permet d'accommoder la pression hydrostatique dans l'échantillon. De plus, ces protubérances se situent sur le côté extérieur en haut mais sur le côté intérieur en bas du tube. En conséquence, la déformation dans la hauteur ne peut être homogène. L'objet de la partie suivante est la conception d'un modèle plus précis nécessaire pour représenter toutes les grandeurs de façon correcte.

3.3 Modélisation complète du procédé

3.3.1 Présentation du modèle

Ce modèle par éléments finis a pour objectif d'améliorer la représentation de phénomènes intrinsèques au procédé HPTT. Comme indiqué précédemment, la formation des oreilles doit être prise en compte. Pour cela, les jeux compris entre le piston et les matrices ne peuvent être négligés. Un modèle axisymétrique utilisant les éléments CGAX4 est de nouveau utilisé car il a été montré qu'il est efficace pour modéliser le procédé HPTT (en réduisant aussi le temps de calcul). La géométrie et les conditions limites du modèle sont représentées sur la figure 3.15. Les matrices supérieure et inférieure sont constituées en deux parties comme pour le dispositif expérimental. Cela permet d'éviter la concentration de contraintes et donc la casse sous l'effet de la pression. Les deux matrices sont maintenues par une force axiale de 135 kN (expérimentalement appliquée par 6 vis CHC). Les jeux entre le piston et les matrices sont représentés comme illustrés sur le zoom de la figure 3.15. Une partie du matériau de l'échantillon peut donc s'écouler dans l'interstice libéré. L'échantillon est discrétisé par 4039 éléments axisymétriques + twist à 4 nœuds CGAX4. L'ensemble piston et matrices est composé, quant à lui, de 1426 éléments du même type. Ce dernier ensemble est supposé purement élastique dans le calcul. Le frottement entre les pièces déformables est considéré, comme dans le précédent modèle, comme étant du type de Coulomb et dépendants de la pression normale apparente.

Etant donné les déformations subies par les éléments lors de la formation des oreilles, il est important d'établir une stratégie pour éviter l'arrêt du calcul par manque de convergence. Pour cela, la première étape est d'établir un maillage de l'échantillon cohérent avec le déplacement que vont subir les nœuds. Un maillage « classique » quadrillé ne permettrait pas aux éléments de former les oreilles. Le maillage réalisé est présenté sur la figure 3.16. Les éléments sont ainsi orientés vers le jeu entre le piston et la matrice. L'affinement des éléments se réalise le long des parois d'extrusion au fur et à mesure que le piston se déplace axialement vers le bas. Cette stratégie est réalisée pour le jeu en haut et en bas de l'échantillon.

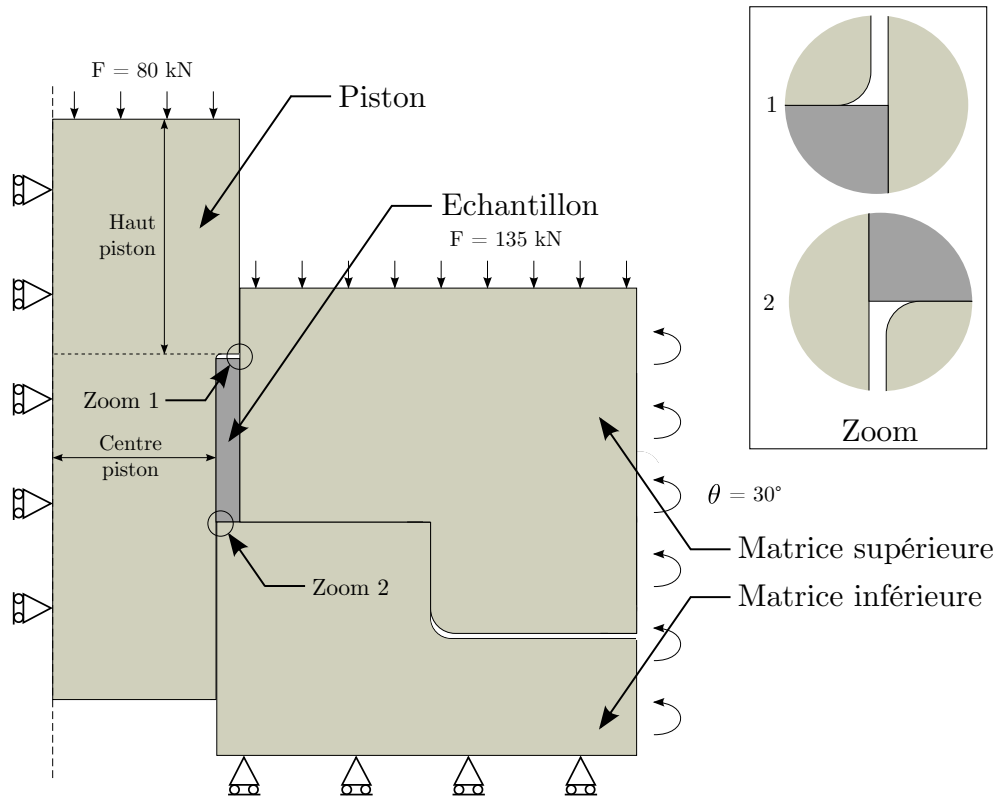


Fig. 3.15 – Géométrie et conditions limites du modèle par éléments finis complet axisymétrique + twist représentant HPTT.

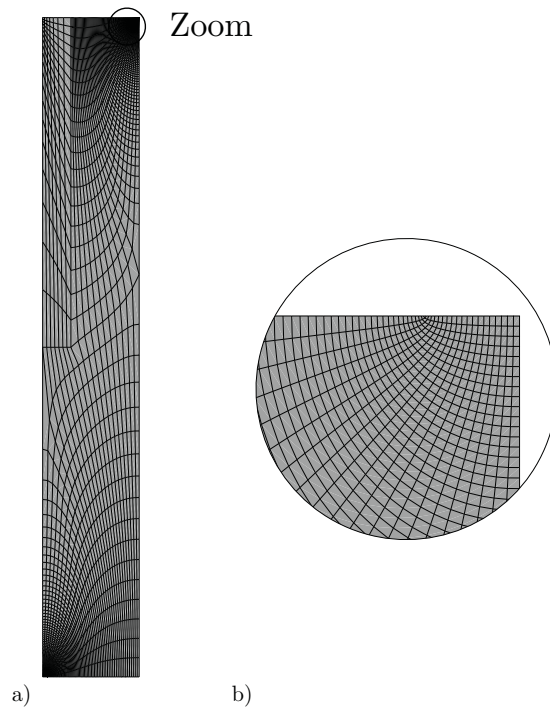


FIG. 3.16 – a) Maillage de l'échantillon HPTT et b) zoom dans la zone de formation des oreilles.

3.3.2 Remaillage

Le maillage de l'échantillon est prévu pour s'écouler entre le piston et les matrices mais de grandes distorsions des éléments apparaissent tout de même. Il est donc nécessaire d'intégrer du remaillage pour permettre cet écoulement sans problème de convergence.

Le code de calcul ABAQUS possède plusieurs méthodes permettant de remailler une structure :

- Lissage ALE (Arbitrary Lagrangian Eulerian). Cette méthode utilise le même maillage initial au cours du calcul. Ce dernier est progressivement lissé pour contrôler et diminuer les distorsions dans les éléments. Cette méthode est une combinaison entre une analyse Lagrangienne (le mouvement des nœuds correspond au mouvement du matériau) et Eulérienne (les nœuds sont fixes et le matériau se « déplace » à travers les éléments). Cette méthode est très utile lorsque le maillage initial doit être conservé au cours du calcul.
- Remaillage adaptatif. Cette méthode requiert des itérations. Un maillage initial grossier est utilisé pour réaliser le calcul entièrement. Des itérations s'opèrent ensuite pour réaliser le même calcul avec un maillage affiné dans les zones fortement déformées.
- Remaillage mesh-to-mesh. Cette méthode consiste à remplacer le maillage par un nouveau lorsqu'un critère (temps, déformation, distorsion) est atteint. Le calcul se poursuit alors avec le nouveau maillage. Cette méthode est « semi-manuelle » puisque l'utilisateur doit créer un nouveau modèle contenant le nouveau maillage et les conditions limites actualisées à chaque interruption du calcul.

Le remaillage adaptatif n'est absolument pas utilisable puisque cette méthode requiert la résolution du calcul avec un maillage grossier avant de l'affiner pour améliorer les résultats. De plus, les éléments CGAX4R n'étant disponibles que dans le code implicite, il est impossible d'utiliser directement le remaillage par lissage ALE. En conséquence, le remaillage mesh-to-mesh est sélectionné. Dans ce modèle, seul l'échantillon doit être remaillé. La méthode de remaillage exposée ci-dessous est mise en place à travers la programmation de scripts PYTHON qui permettent d'automatiser ce procédé.

Nous rappelons que la modélisation du procédé HPTT se fait en deux parties. Tout d'abord, la phase de compression par l'intermédiaire d'une force axiale sur le piston, puis

la rotation des matrices supérieures et inférieures. Il est important de définir un critère de remaillage ; c'est-à-dire l'automatisation de l'activation du remaillage. Les logiciels par éléments finis utilisent généralement des critères de contact, de dégénérescence des éléments, ou encore d'erreur. Dans cette modélisation, un critère de périodicité est utilisé. Il est en effet possible de remailler de façon régulière puisque la distorsion des éléments des oreilles est répétitive. De plus, cette méthode est plus simple à mettre en place puisqu'elle ne dépend pas des données en cours dans le modèle.

Après chaque décision de remaillage, un nouveau modèle est créé contenant le maillage du piston et des matrices au temps t , et un nouveau maillage de l'échantillon. Les conditions limites (axisymétrie du modèle, arrêt axial des matrices) et de chargement (force de maintien des matrices et force de compression axiale) sont de nouveau appliqués au modèle. L'état de contrainte et déformation de l'ensemble des pièces déformables est intégré. Le schéma de la séquence de remaillage est présenté sur la figure 3.17. La séquence présentée actuellement correspond uniquement à la partie Abaqus/Standard.

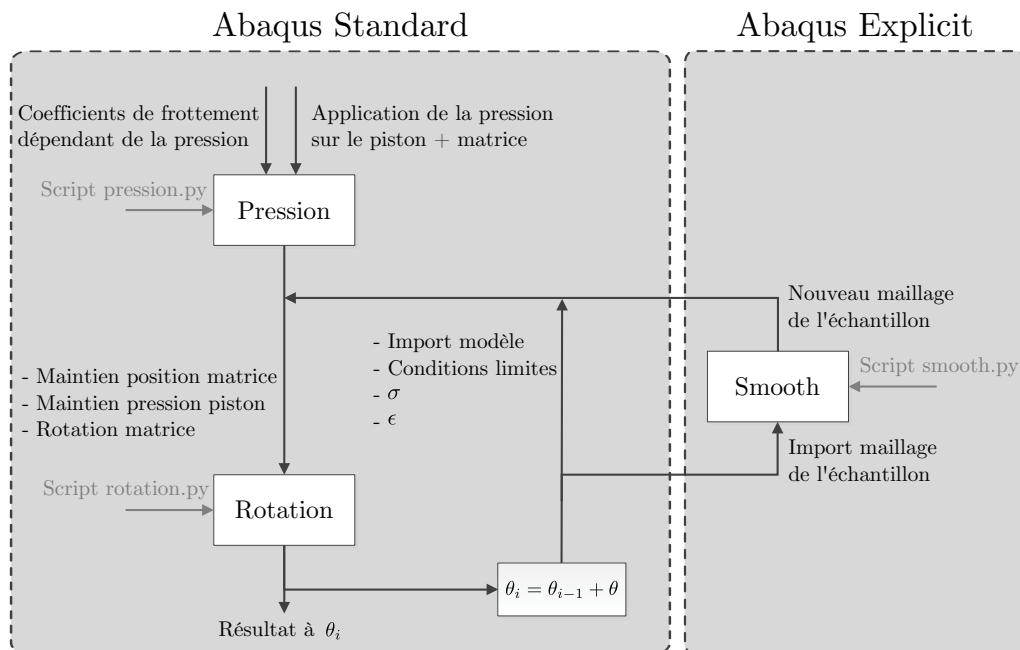


FIG. 3.17 – Schéma de la séquence du remaillage au cours du calcul.

Jusqu'à présent, il a été montré comment le calcul est reconstruit lorsqu'un remaillage est défini. En revanche, le maillage de l'échantillon ne peut être réintroduit directement puisque des distorsions des éléments peuvent stopper la convergence du calcul. La création du nouveau maillage de l'échantillon est donc une partie importante

puisqu'elle conditionne le succès du calcul jusqu'au prochain remaillage. Comme il a été vu précédemment, le maillage de l'échantillon a été réalisé de manière à ce que les éléments puissent pénétrer dans le jeu formé par le piston et les matrices. Il est donc important de ne pas perdre cet aspect du maillage. Le remaillage par lissage ALE évoqué précédemment est intéressant puisqu'il conserve le même maillage et le lisse pour réduire les distorsions. L'inconvénient est que cela ne fonctionne que dans le code explicite du logiciel ABAQUS. Il a donc été choisi d'utiliser ce module. Le maillage de l'échantillon est transmis au code explicite par l'intermédiaire de scripts PYTHON (partie ABAQUS/Explicit de la figure 3.17). Les nœuds en surface du maillage sont fixés pour ne pas altérer la géométrie. Cela est important pour des modèles gérant du contact entre deux surfaces déformables. Le déplacement de ces nœuds externes engendrerait la pénétration de la surface de contact et empêcherait la convergence du calcul. Le lissage ALE est ainsi appliqué sur l'échantillon. La figure 3.18 représente le maillage avant et après lissage de l'une des deux oreilles créée. On remarque que la géométrie extérieure est restée fixe alors que les éléments ont été lissés pour éviter les distorsions.

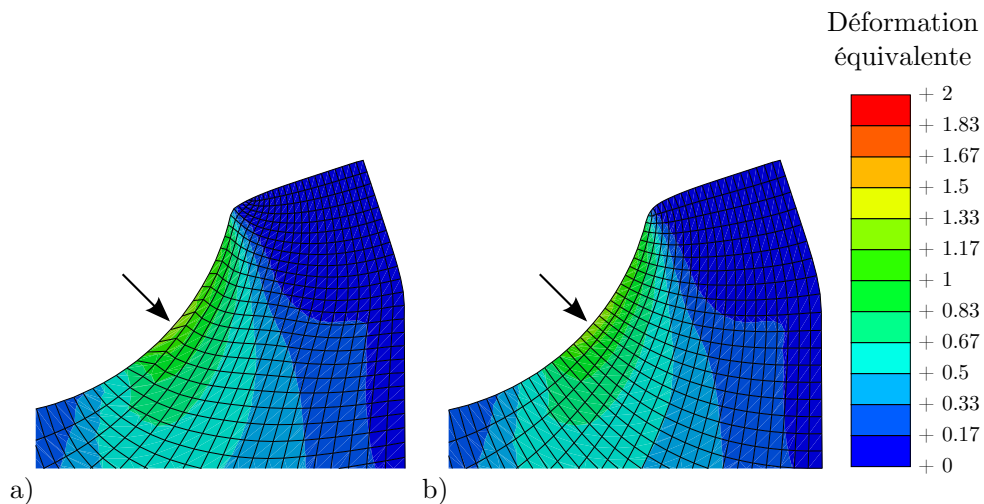


FIG. 3.18 – Maillage des oreilles après une pression de 80 kN a) avant et b) après lissage ALE.

On peut noter que le fait de réaliser le remaillage de l'échantillon de façon indépendante permet d'utiliser la puissance de calcul complète pour la partie « calcul ». En effet, le lissage ALE ne peut être réalisé que sur un seul cœur d'un ordinateur ou cluster (ensemble d'ordinateur). Cette limitation entraîne donc des ralentissements. En revanche, le modèle étant un calcul implicite « classique », il peut être réalisé de façon parallèle et ainsi être plus rapide.

Une fois le maillage de l'échantillon créé, le transport des champs de contrainte et déformation sont importés dans ce nouveau maillage. Ce travail est réalisé par l'insertion de mots clés dans les fichiers d'entrée d'ABAQUS. La figure 3.18 représente l'état de déformation plastique équivalente dans une partie de l'échantillon avant et après le lissage ALE. De faibles différences peuvent être notées mais le transport des champs s'est effectué correctement. Des discontinuités peuvent néanmoins apparaître et il est donc nécessaire de réaliser une étape de calcul sans chargement supplémentaire (à vide) pour permettre le retour à l'équilibre du système.

Il est important de noter que le modèle est piloté en force en ce qui concerne le déplacement axial du piston. En effet, cela permet de conserver une force axiale constante malgré son déplacement. Un pilotage en déplacement ne permettrait pas d'avoir une force constante durant la rotation de la matrice.

Après plusieurs degrés de rotation, les oreilles deviennent très importantes et le remaillage devient de plus en plus critique. La figure 3.19 permet de visualiser la formation des oreilles après l'application d'une pression de 70 kN (a) et après la rotation de 30° de la matrice extérieure (b). Les oreilles sont présentes et viennent combler le jeu entre le piston et les matrices. La méthode de remaillage est efficace puisque les éléments traversent le jeu entre le piston et la matrice de façon régulière sans distorsion excessive.

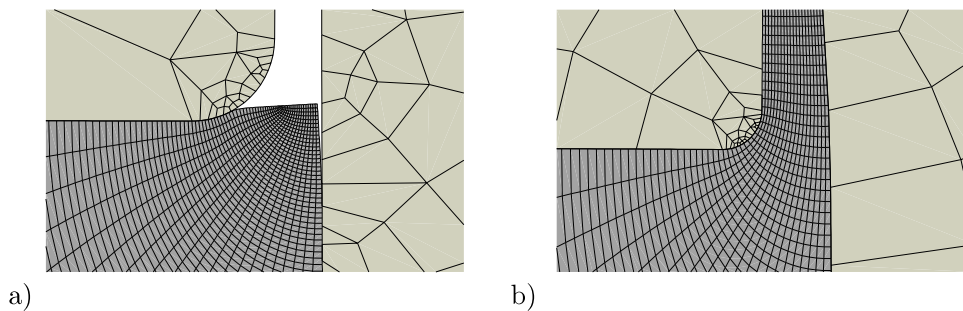


FIG. 3.19 – Maillage des oreilles a) après une pression de 70kN, b) puis une rotation de 30°.

La modélisation du procédé HPTT a été présentée. Les grandes déformations de l'échantillon intervenant au niveau des oreilles demandent une grande attention et une méthode de remaillage a été présentée pour éviter les distorsions des éléments. Les résultats numériques sont présentés ci-dessous.

3.3.3 Résultats

Maintenant que le modèle est mis en place, les résultats numériques sont exploités dans cette section. Comme il a été précisé précédemment, la présence des oreilles permet d'accommoder la pression hydrostatique. La répartition de cette dernière est étudiée pour les deux modèles axisymétriques : (i) simple avec frottement dépendant de la pression et (ii) complet. La figure 3.20 récapitule la distribution de la pression dans l'échantillon après la phase de compression (une force de 80 kN est appliquée) et après une phase de rotation de 30°. La pression n'est pas homogène après la phase de compression pour le modèle simple. En effet, une pression de 1800 MPa est atteinte sur la surface supérieure alors qu'elle avoisine les zéros sur la surface basse. En revanche, l'homogénéité est plus importante pour le modèle complet puisque la pression est constante sur toute la hauteur. On peut tout de même noter que la valeur de la pression hydrostatique est faible en comparaison de la valeur théorique estimée à 1.7 GPa.

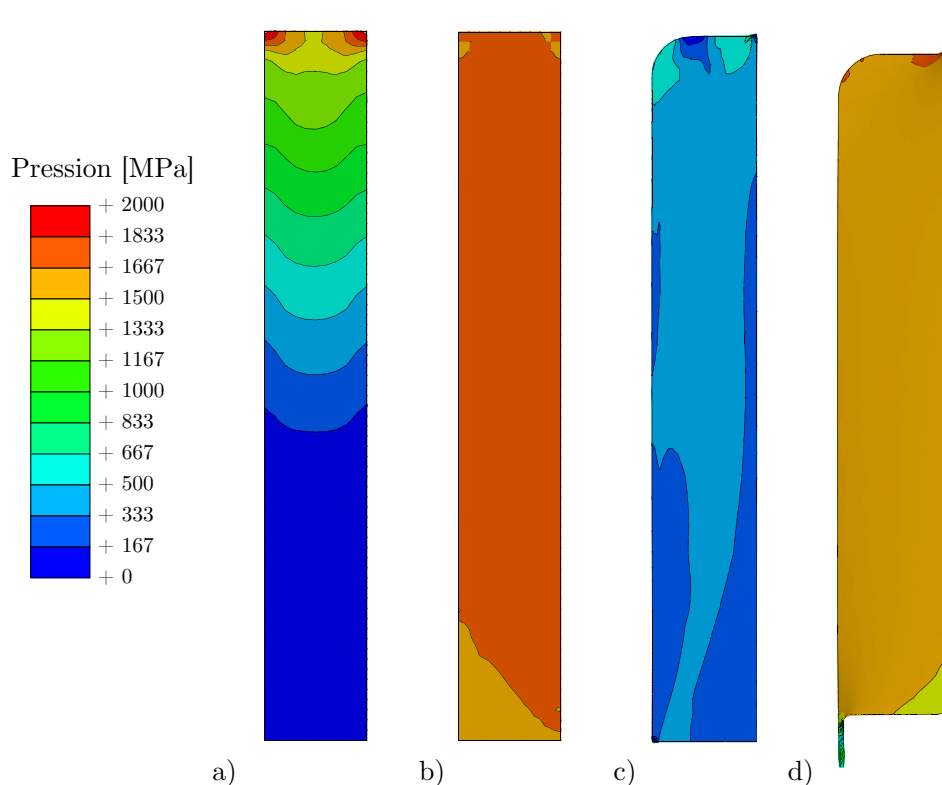


FIG. 3.20 – Répartition de la pression hydrostatique dans l'échantillon pour le modèle axisymétrique + twist simple avec frottement a) avant, b) après une rotation de 30° et pour le modèle axisymétrique + twist complet c) avant, d) après une rotation de 30°.

La pression hydrostatique p_{hydr} peut être écrite comme étant dépendante de la force d'application réelle $F_{réelle}$. Cette dernière étant la différence entre la force imposée $F_{imposée}$ et les forces de frottement $F_{frottement}$ sur les parois. Soit :

$$p_{hydr} = \frac{F_{réelle}}{S_{haut}} \text{ avec } F_{réelle} = F_{imposée} - F_{frottements} \quad (1.36)$$

Les forces de frottement sur chaque paroi peuvent être écrites en utilisant la loi de Coulomb :

$$F_{frottement} = \mu \cdot \sigma_{rr} \cdot S_{lat} \quad (1.37)$$

où μ est le coefficient de frottement, S_{lat} est la surface latérale intérieure et extérieure.

La pression hydrostatique est alors définie par la relation :

$$p_{hydr} = \frac{F_{imposée}}{\pi(2\mu h + R_e - R_i)(R_e + R_i)} \quad (1.38)$$

où h est la hauteur de l'échantillon et R_i et R_e sont, respectivement, les rayons interne et externe du tube. La figure 3.21 permet de visualiser l'évolution de la pression hydrostatique réelle en fonction de différents coefficients de frottement pour une force appliquée égale à 80 kN. Comme on peut le voir, la pression théorique (1.7 GPa) n'est pas atteinte.

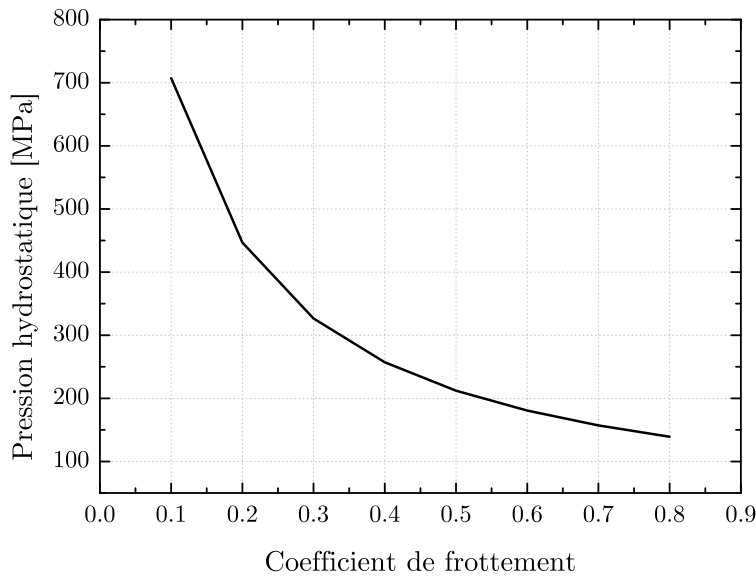


FIG. 3.21 – Courbe représentant la pression hydrostatique réelle en fonction du coefficient de frottement.

Après une rotation de 30° , on remarque que la pression hydrostatique est homogène dans l'échantillon (voir figure 3.20b et c). Un changement de direction de frottement est entrainé lorsque la rotation intervient puisqu'elle passe de \vec{z} à $-\vec{\theta}$.

Ce modèle permet de déterminer les contraintes dans le piston et les matrices puisqu'ils sont définis comme des parties déformables du modèle. En revanche, leur comportement est défini comme étant purement élastique. Cela empêche donc de limiter la contrainte et ne représente pas exactement la réalité. La figure 3.22 représente l'état de contrainte équivalente au sens de von Mises dans les différentes pièces et échantillon du procédé HPTT après une rotation de 30° . La séparation en deux matrices (supérieure et inférieure) est un apport indéniable puisque il n'y a pas de pic d'intensité à l'intersection. En revanche, le piston n'ayant pu être séparé, une concentration de contrainte de 3000 MPa apparaît. Il a donc été judicieux de choisir un acier ayant une haute limite élastique mais conservant une certaine plasticité pour éviter toute casse. Dans la pratique, l'acier 45NCD16 a été privilégié au Z160CDV12.

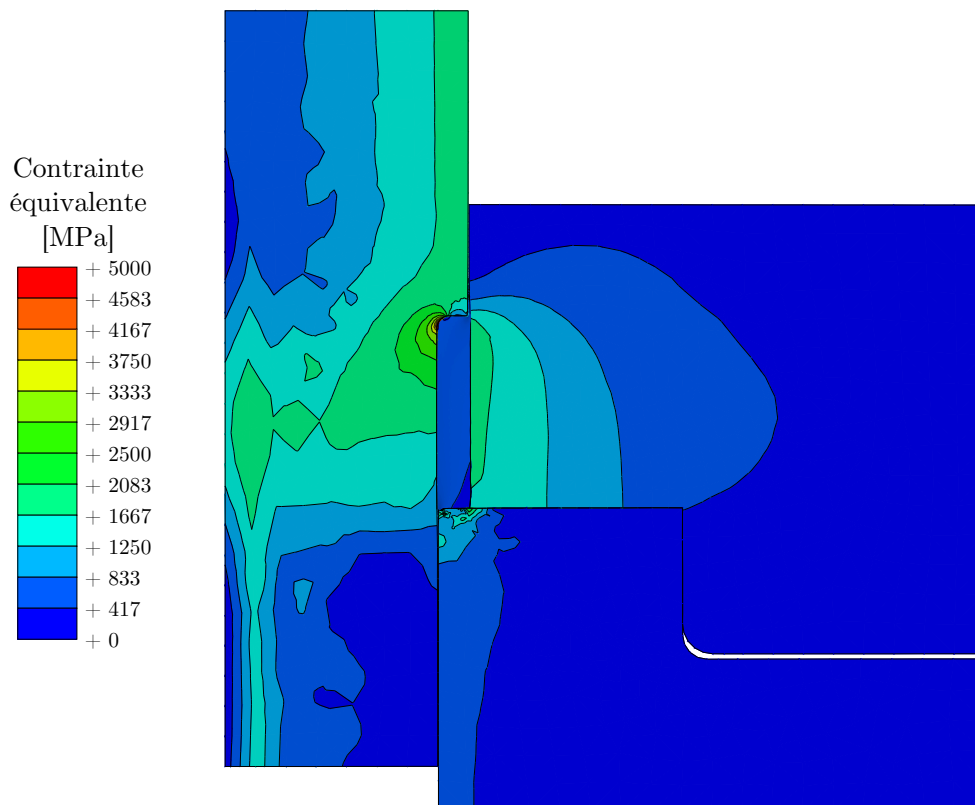


FIG. 3.22 – État de contrainte équivalente dans le dispositif (Matrices + Échantillon) après une rotation de 30° .

L'un des principaux intérêts de ce modèle est de connaître précisément l'état de déformation plastique dans l'échantillon. En effet, nous avons vu précédemment, que cet état ne varie qu'en fonction du rayon à cause du cisaillement imposé. La présence des jeux entre le piston et les matrices modifie en réalité la distribution de la déformation plastique. La figure 3.23 représente la déformation équivalente au sens de von Mises dans la section de l'échantillon. Le cisaillement s'effectue donc non pas de façon parfaitement verticale mais suivant une diagonale définie par les oreilles (pointillés sur la figure 3.23). Des zones « mortes » (déformation nulle) apparaissent sur le coin intérieur-haut et le coin extérieur-bas. La diagonale de déformation est, d'après le modèle, moins prononcée que théoriquement (pointillés).

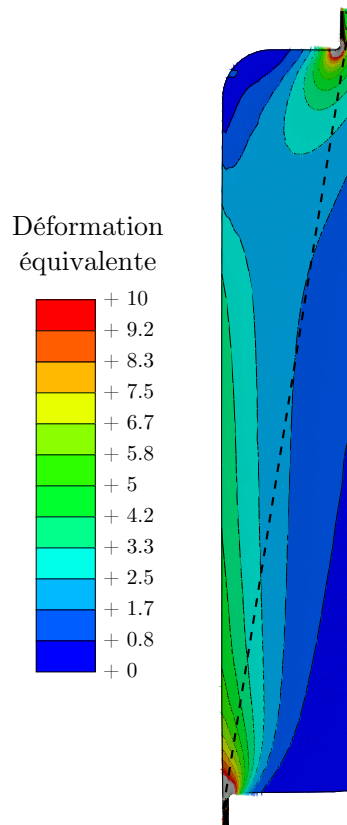


FIG. 3.23 – État de déformation équivalente dans l'échantillon après une rotation de 30°.

Mis à part le haut de l'échantillon (10-15% de la hauteur), on observe un gradient de déformation comme prédit par le modèle analytique. Cette comparaison est illustrée sur la figure 3.24a. Concernant le modèle complet, la déformation plastique en cisaillement a été mesurée à mi-hauteur de l'échantillon. L'ampleur et l'intensité du gradient à travers l'épaisseur du tube calculé analytiquement et par le modèle axisymétrique (avec et sans frottement) correspondent bien au modèle complet.

Le couple résultant causé par l'entraînement en rotation peut à nouveau être estimé avec ce modèle. Cela est représenté sur la figure 3.24b en fonction de l'angle de rotation de la matrice extérieure. La courbe calculée avec le modèle complet suit correctement le couple expérimental, contrairement au modèle ne représentant pas les oreilles. La pente linéaire aux grandes déformations ($\geq 10^\circ$ de rotation) est conservée. Un décalage de quelques degrés de rotation ($\approx 2.5^\circ$) est tout de même observé. Expérimentalement, le couple est mesuré à environ 60 cm de l'échantillon. Une torsion élastique est donc présente dans toute la colonne du dispositif et principalement dans la section la plus fine soit le piston. Dans la modélisation, seule une partie du piston est représentée. Une relation simple de RDM permet de définir l'angle de rotation élastique θ analytiquement comme étant la somme sur toutes les sections S de l'angle unitaire de rotation par la longueur de la section, soit :

$$\theta = \sum_{S_i} \frac{M^t \cdot z_i}{G \cdot I_{G_i}} \quad (3.39)$$

où M^t est le moment de torsion, G est le module d'élasticité en cisaillement, z_i est la longueur de la section S_i et I_{G_i} est le moment quadratique de torsion. En supposant que la colonne hexagonale ne se déforme pas sous l'effet du couple, seul le piston se déforme. On peut alors déterminer que pour un couple de 800 Nm, l'angle de torsion élastique de la colonne est de 4.4° .

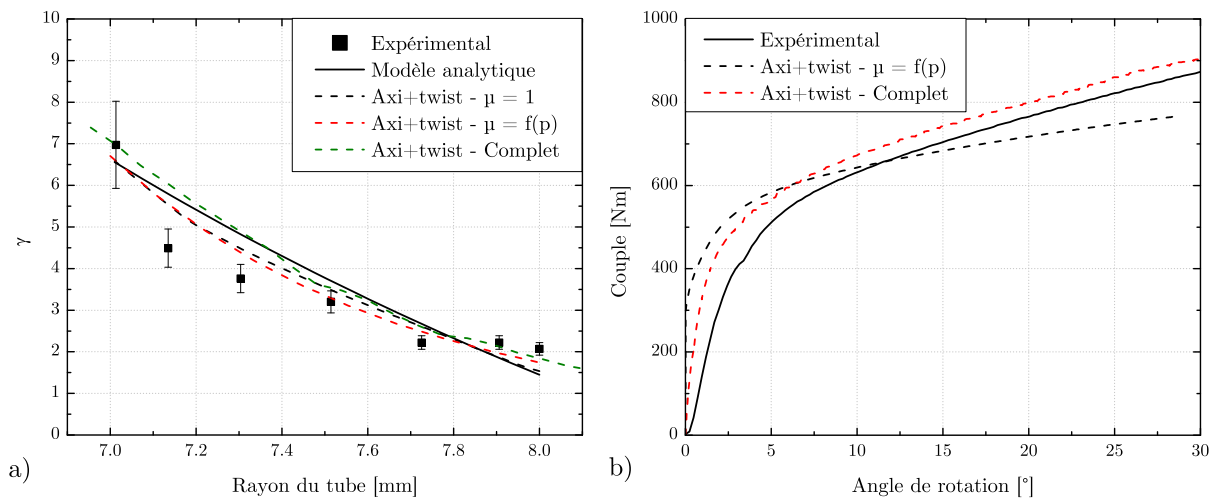


FIG. 3.24 – a) Comparaison de la distribution de la déformation dans l'épaisseur du tube ($r = 7 - 8$ mm) entre le modèle analytique et les modèles axisymétrique + twist et b) Comparaison du couple résultant entre la mesure expérimentale et les modèles axisymétriques + twist.

La modélisation permet de déterminer la rotation élastique de la partie du piston modélisée. La figure 3.25a permet de visualiser la différence de rotation élastique entre le haut du piston modélisé et le centre du piston. Leur localisation est illustrée sur la figure 3.15. Une rotation élastique de 1.5° est calculée pour la partie du piston modélisé. La différence entre l'angle de rotation de la colonne et de la partie modélisée du piston représente le décalage sur la figure 3.24b.

Ce modèle permet en même temps de déterminer le glissement entre l'échantillon et le piston et entre l'échantillon et la matrice extérieure. La figure 3.25 représente cette différence de rotation en degrés (soit le glissement) sur la partie haute et basse de l'échantillon en fonction de l'angle de rotation de la matrice extérieure. Un saut important est représenté au début de la rotation (entre 0 et 2°). En effet, nous avons vu précédemment que la pression hydrostatique est faible après la mise sous pression (figure 3.20c). Il faut tout de même remarquer que les intensités des différences de rotation tracées sont faibles en comparaison avec l'angle de rotation de la matrice extérieure.

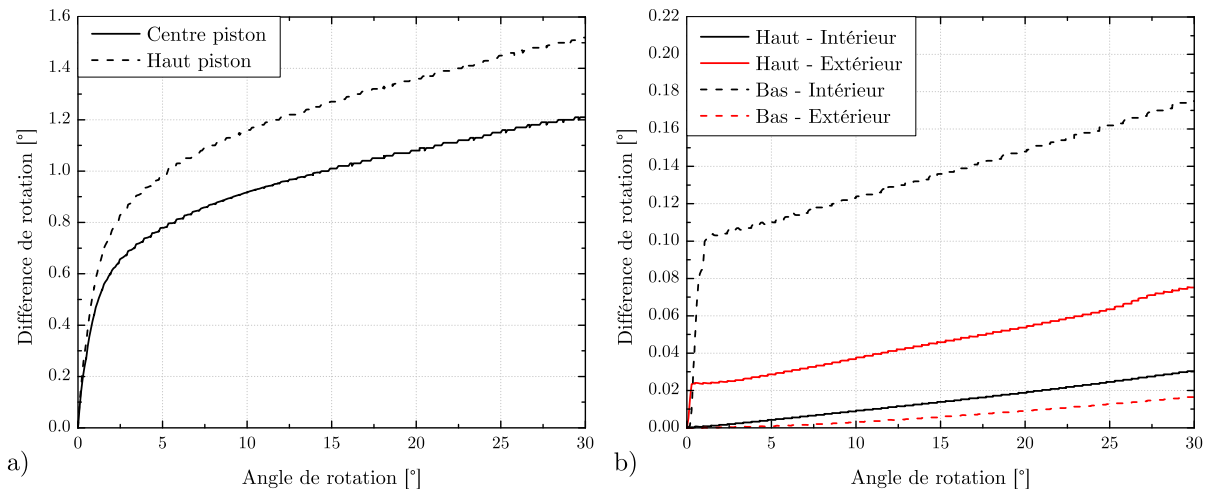


FIG. 3.25 - Courbes représentant a) la torsion du piston à deux points de contrôle dans le piston et b) le glissement de l'échantillon sur le piston et la matrice à différents points de contrôle.

Il est possible de déterminer la pression hydrostatique suffisante pour éviter un glissement trop important. Ainsi, on peut aisément écrire la relation :

$$\sigma_{rr} = \sigma_{\theta\theta} = \sigma_{zz} > \frac{T}{2\pi\mu r^2 L} \quad (3.40)$$

où T est le couple et σ_{rr} correspond à la contrainte radiale (i.e. hydrostatique). Ainsi pour un couple donné, il est possible d'estimer la pression hydrostatique nécessaire pour éviter le glissement. La figure 3.26 représente la pression hydrostatique en fonction de coefficients de frottement pour trois couples différents. Pour un couple de 1300 Nm (qui correspondrait à 60° de rotation), sachant que le coefficient de frottement ne descend pas sous 0.4 (cf. Chapitre précédent), une pression visée de 1.5 GPa sera utilisée.

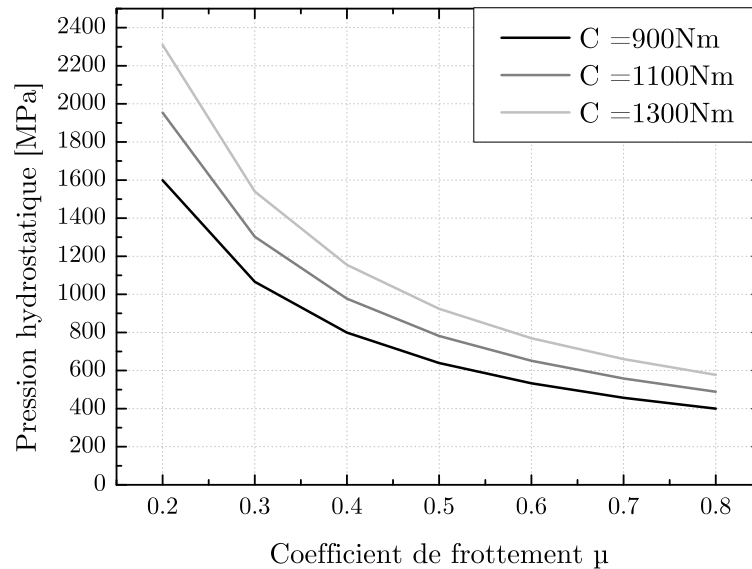


FIG. 3.26 – Courbes représentant la pression hydrostatique réelle en fonction du coefficient de frottement pour trois valeurs de couple.

Il a donc été montré que la prise en compte du jeu entre le piston et les matrices est importante dans l'estimation du couple résultant pour déformer le tube. Même s'il est vrai que cela ne change que très peu la distribution de la déformation dans l'épaisseur du tube à mi-hauteur comme vu précédemment.

Etant donné que l'échantillon est confiné, la longueur des oreilles est dépendante du déplacement axial du piston. Cette grandeur est mesurée expérimentalement et comparée au modèle numérique sur la figure 3.27a. Le déplacement axiale est bien représenté malgré un léger décalage jusqu'à 10° de rotation. La longueur des oreilles est aussi tracée en fonction de l'angle de rotation. On remarque que les oreilles supérieure et inférieure n'ont pas la même taille. Cela est normal puisque le procédé n'est pas symétrique entre la partie supérieure et inférieure. La figure 3.27b représente la pression de contact entre l'échantillon (oreille supérieure) et le piston et la matrice. Cela correspond au côté intérieur et extérieur de l'oreille. La pression est équivalente sur les deux côtés. La pression est maximum à la jonction entre l'oreille et l'échantillon massif.

La pression est de 1500 MPa. Cela correspond à la pression hydrostatique dans l'échantillon massif (figure 3.20b). Plus on s'éloigne de l'échantillon, plus la pression diminue pour atteindre 300 MPa à l'extrémité supérieure. Etant donné les pressions de contact dans ces parties (les oreilles), il est indéniable que cela participe à l'intensité du couple. C'est pour cela que le modèle complet permet de représenter efficacement la courbe du couple au cours de la rotation.

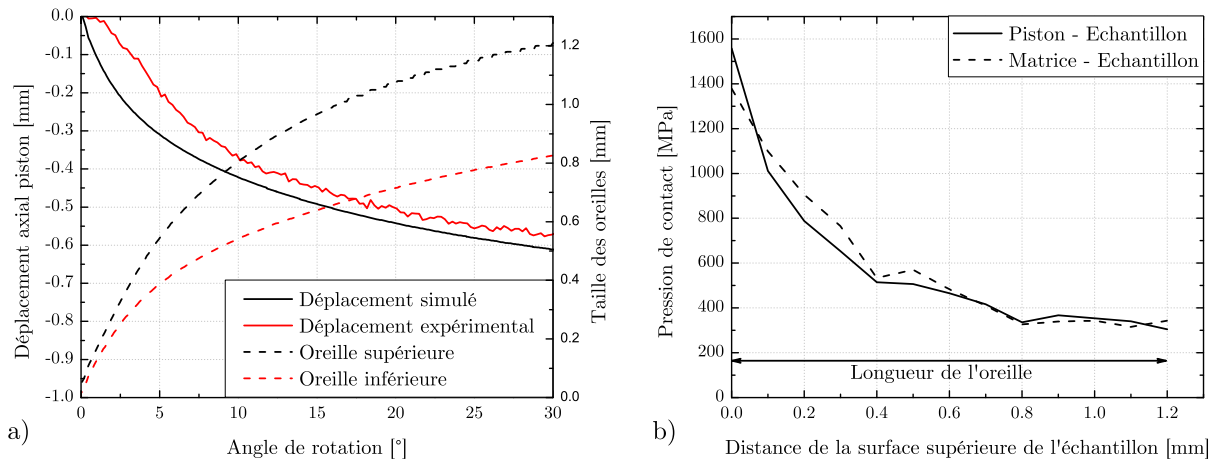


FIG. 3.27 – Courbes représentant a) le déplacement axial du piston ainsi que la taille des oreilles en fonction de l'angle de rotation et b) la pression de contact dans la hauteur de l'oreille supérieure en fonction de la distance de la surface supérieure de l'échantillon. La longueur de l'oreille est représentée sur la figure 3.1.

3.4 Conclusion

Différentes modélisations ont été réalisées pour mieux comprendre l'état de contrainte et déformation dans le procédé HPPT. Un modèle analytique a permis d'étudier le gradient de déformation dans l'épaisseur du tube en considérant uniquement un cisaillement simple. Ce modèle a été validé partiellement expérimentalement. En effet, le gradient de déformation est bien défini mais le couple engendré par la déformation en cisaillement est mal représenté. Un modèle par éléments finis axisymétrique a été développé pour identifier les causes de ce manque de représentation. Une étape de validation de ce type de modèle avec un modèle classique de déformation plane a été réalisée. Le modèle par éléments finis a permis de prendre en compte le frottement aux hautes pressions. En revanche, le fait de ne pas modéliser les oreilles est un facteur important dans la mauvaise prédiction du couple. Un modèle complet également par éléments finis a été développé. Le jeu entre le piston et les matrices a été modélisé pour permettre la formation des oreilles. Dans le but de discrétiser correctement cet état, une méthode de remaillage a été présentée. Il a été démontré le rôle important de ce jeu dans le comportement du dispositif (répartition de la pression dans l'échantillon, couple résultant développé). Ce modèle a également permis d'approfondir la connaissance de l'état de déformation non homogène dans la hauteur de l'échantillon. Ainsi, les observations ultérieures ne devront pas se faire proches des zones mortes car cela ne représenterait pas l'état de déformation réel dans l'épaisseur du tube. Il a été démontré qu'avec une force de 80 kN (soit une pression de 1.5 GPa), et des coefficients correspondant aux surfaces sablées, le glissement à l'interface outil/échantillon était négligeable. En conséquence, ces paramètres seront utilisés par la suite.

3.5 Références

BAIK S.C., ESTRIN Y. & KIM H.S. (2003), « *Modeling of deformation behavior of copper under Equal Channel Angular Pressing* ». *Z. Metallkd.*, Vol. 94 pp. 1–7.

DJAVANROODI F. & EBRAHIMI M. (2010), « *Effect of die channel angle, friction and back pressure in the equal channel angular pressing using 3D finite element simulation* ». *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 527 (4-5) pp. 1230–1235.

DUMOULIN S., ROVEN H.J., WERENSKIOLD J.C. & VALBERG H.S. (2005), « *Finite element modeling of equal channel angular pressing: Effect of material properties, friction and die geometry* ». *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 410-411 pp. 248–251.

KIM H.S. (2001), « *Finite element analysis of high pressure torsion processing* ». *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 113 pp. 617–621.

KIM H.S. (2001), « *Finite element analysis of torsional deformation* ». *Materials Science and Engineering A*, Vol. 299 pp. 305 – 308.

KIM H.S. (2003), « *Deformation behavior of copper during a high pressure torsion process* ». *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 142 (2) pp. 334–337.

KIM H.S., SEO M.H. & HONG S.I. (2002), « *Finite element analysis of equal channel angular pressing of strain rate sensitive metals* ». *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 131 pp. 497–503.

LAPOVOK R. (2006), « *The Positive Role of Back-Pressure in Equal Channel Angular Extrusion* ». *Materials Science Forum*, Vol. 503-504 pp. 37–44.

LAPOVOK R., POUGIS A., LEMIALE V., ORLOV D., TOTH L.S. & ESTRIN Y. (2010), « *Severe plastic deformation processes for thin samples* ». *Journal of Materials Science*, Vol. 45 (17) pp. 4554–4560.

LI S., BOURKE M., BEYERLEIN I., ALEXANDER D. & CLAUSEN B. (2004), « *Finite element analysis of the plastic deformation zone and working load in equal channel angular extrusion* ». *Materials Science and Engineering A*, Vol. 382 (1-2) pp. 217–236.

MCKENZIE P.W.J., LAPOVOK R. & ESTRIN Y. (2007), « *The influence of back pressure on ECAP processed AA 6016: Modeling and experiment* ». *Acta Materialia*, Vol. 55 (9) pp. 2985–2993.

NAGASEKHAR A. V, YOON S.C., TICK-HON Y. & KIM H.S. (2009), « *An experimental verification of the finite element modelling of equal channel angular pressing* ». *Computational Materials Science*, Vol. 46 (2) pp. 347–351.

POUGIS A., TÓTH L.S., BOUAZIZ O., FUNDENBERGER J.-J., BARBIER D. & ARRUFFAT R. (2012), « *Stress and strain gradients in high-pressure tube twisting* ». *Scripta Materialia*, Vol. 66 (10) pp. 773–776.

SCHAFLER E. (2010), « *Effects of releasing the hydrostatic pressure on the nanostructure after severe plastic deformation of Cu* ». Scripta Materialia, Vol. 62 (6) pp. 423–426.

SCHAFLER E. (2011), « *Strength response upon pressure release after high pressure torsion deformation* ». Scripta Materialia, Vol. 64 (2) pp. 130–132.

SEVILLANO J.G. & AERNOUDT E. (1987), « *Low energy dislocation structures in highly deformed materials* ». Materials Science and Engineering, Vol. 86 pp. 35–51.

SON I., LEE J. & IM Y.T. (2006), « *Finite element investigation of equal channel angular extrusion with back pressure* ». Journal of Materials Processing Technology, Vol. 171 (3) pp. 480–487.

TÓTH L.S., ARZAGHI M., FUNDENBERGER J.-J., BEAUSIR B., BOUAZIZ O. & ARRUFFAT R. (2009), « *Severe plastic deformation of metals by high-pressure tube twisting* ». Scripta Materialia, Vol. 60 (3) pp. 175–177.

YANG Y.-L. & LEE S. (2003), « *Finite element analysis of strain conditions after equal channel angular extrusion* ». Journal of Materials Processing Technology, Vol. 140 (1-3) pp. 583–587.

YOON S.C., HORITA Z. & KIM H.S. (2007), « *Finite element analysis of plastic deformation behavior during High Pressure Torsion processing* ». Journal of Materials Processing Technology, Vol. 1 pp. 32–36.

ZEHEBBAUER M.J., STUWE H.P., VORHAUER A., SCHAFLER E. & KOHOUT J. (2003), « *The role of hydrostatic pressure in SPD* ». Advanced Engineering Materials, Vol. 5 pp. 330–337.

Chapitre 4

Résultats expérimentaux sur l'acier IF (Interstitial-Free)

Sommaire

4.1	Méthodes d'investigation microstructurales.....	142
4.2	Analyse microstructurale.....	149
4.3	Analyse de texture.....	165
4.4	Comportement mécanique.....	172
4.5	Conclusion.....	177
4.6	Références.....	178

Ce chapitre a pour objectif de caractériser le matériau après déformation par le procédé HPTT. L'effet du procédé de déformation sur les microstructures a été investigué à deux échelles : (i) macroscopique à travers l'analyse des textures cristallographiques à partir des mesures par rayons X (ii) mésoscopique avec la technique EBSD.

L'objectif des procédés de grandes déformations étant d'améliorer les propriétés mécaniques, le comportement de ces matériaux est étudié pour définir le gain apporté par ce type de traitement.

4.1 Méthodes d'investigation microstructurales

4.1.1 La technique EBSD

La technique EBSD (Electron Back-Scattered Diffraction) permet de mesurer des orientations cristallographiques à une échelle locale de la microstructure. Expérimentalement, le dispositif EBSD est placé dans un MEB (Microscope Electronique à Balayage). Son principe repose sur l'analyse de clichés résultant de la diffraction des électrons rétro-diffusés, obtenus pour chaque point de la surface observée. Ainsi, il est possible de reconstituer une carte des orientations cristallographiques de chacun de ces points de mesure. Les mesures ont été réalisées sur un microscope JSM-7001F au centre ArcelorMittal Research. Un faisceau d'électrons incident est focalisé sur un point de l'échantillon dont on souhaite déterminer l'orientation. Le faisceau diffractant avec les plans cristallographiques du cristal donnent naissance à deux cônes de diffraction (cônes de Kossel). L'intersection de ces cônes avec un écran de détection phosphorescent forme un diagramme de Kikuchi (figure 4.1).

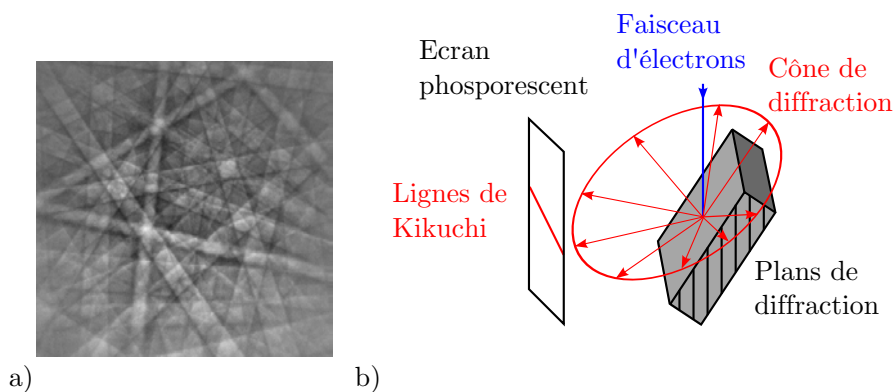


FIG. 4.1 – Dispositif expérimental EBSD.

L'angle de diffraction étant très élevé, on peut assimiler le cône à des lignes parallèles (bandes). L'indexation de ces lignes pour une structure cristallographique connue consiste à associer ces lignes avec des plans de diffraction. L'orientation cristallographique peut alors être calculée par rapport au repère de l'échantillon. Pour des raisons expérimentales, la normale au plan de l'échantillon est généralement inclinée à 70° par rapport au faisceau d'électrons incidents. Cela permet d'augmenter la densité des électrons rétrodiffusés émis dans la direction du détecteur.

Cette technique est généralement utilisée pour déterminer la distribution spatiale des orientations dans un échantillon et ainsi construire des cartes d'orientations. La résolution des bandes de Kikuchi dépend fortement de la densité de défaut dans le volume mesuré. Il est alors souvent difficile d'indexer tous les points de mesures. Les données sont corrigées et reconstruites pour rendre l'information plus exploitable. Les cartes obtenues (et donc les tailles de grains calculées) dépendent de la correction appliquée. Il est également important de ne pas trop corriger les données pour ne pas faire grossir artificiellement les grains.

Dans le but d'observer des microstructures déformées par le procédé HPTT, la préparation des échantillons est une étape très importante. Les échantillons sont tout d'abord polis mécaniquement en utilisant un papier de SiC (granulométrie de 800 à 4000), puis suivi d'un polissage avec une solution d'alumine de 3 μm puis 1 μm . Pour terminer, une solution d'OPS (silice colloïdale) est utilisée. Cette étape est particulièrement importante car le polissage peut entraîner un écrouissage de surface qui perturbe la bonne définition des clichés de Kikuchi (i.e. des désorientations présentes dans le matériau).

L'échantillon est découpé suivant le plan de cisaillement (soit perpendiculaire à l'axe de l'échantillon). En effet, il a été vu dans le chapitre précédent que des zones « mortes » sont présentes aux extrémités du tube.

L'orientation d'un axe du repère macroscopique est représentée sur la carte mesurée en utilisant un code couleur dans la figure de pôle inverse. Ce dernier est le triangle standard (triangle minimum dans l'espace d'orientation projeté pour un type de symétrie – dans ce cas cubique).

Les critères de désorientation entre points voisins de plus de 2°, 5° et 20° sont représentés, sur chaque carte EBSD, en blanc, noir et rouge, respectivement.

4.1.2 Mesures de textures par diffraction de rayons X

La texture cristallographique correspond à une représentation statistique des orientations du matériau. Ces orientations pouvant évoluer au cours de la déformation à cause de l'activité des systèmes de glissement, la texture traduit l'évolution de la microstructure.

Les mesures EBSD présentées précédemment sont locales puisque des zones de quelques micromètres carrés sont mesurées. En conséquence, il est nécessaire de réaliser des mesures de textures aux rayons X (quelques millimètres carrés) et de les comparer à celles obtenues en EBSD.

4.1.2.1 Principe

Il est possible d'identifier une orientation cristallographique par les angles d'Euler dans le repère échantillon (figure 4.2).

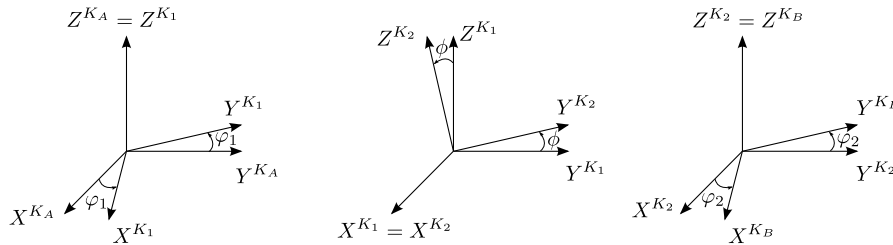


FIG. 4.2 – Définition des angles d'Euler (Bunge, 1982)

La détermination de ces orientations est obtenue par la mesure des Figures De Pôles (FDP) puis du calcul de la Fonction de la Distribution des Orientations (FDO) à partir des FDP mesurées.

La FDP est une représentation stéréographique de la densité des normales à un plan (hkl) du polycristal. Elle est projetée dans le repère de l'échantillon. L'intérêt principal est que ce type de projection conserve les angles et représente une orientation 3D dans un plan.

Pour le calcul complet de la FDO d'un polycristal, il est nécessaire de mesurer plusieurs FDP. Ces mesures sont réalisées par diffraction des rayons X sur les plans réticulaires (hkl) lorsque un grain (ou ensemble de grain) est dans les conditions de Bragg.

L'intensité $I_{(hkl)_i}$ diffractée par les plans $(hkl)_i$ de la $i^{\text{ème}}$ phase est définie par :

$$I_{(hkl)_i} = \left(\frac{K}{2\mu_M} \right) R_{(hkl)_i} C_i \quad (4.1)$$

où K est une constante dépendant du dispositif expérimental (goniomètre, longueur d'onde et intensité de la source RX), μ_M est le coefficient d'absorption linéique du matériau, $R_{(hkl)_i}$ est le coefficient de réflexion du plan (hkl) de la $i^{\text{ème}}$ phase, C_i est la fraction volumique de la $i^{\text{ème}}$ phase.

La FDO $f(g)$ est définie par :

$$f(g)dg = \frac{dV}{V} \quad \text{avec} \quad dg = \frac{1}{8\pi^2} \sin \phi \, d\phi_1 \, d\phi \, d\phi_2 \quad (4.2)$$

où ϕ_1 , ϕ et ϕ_2 sont les angles d'Euler décrivant l'orientation d'un cristal dans le repère macroscopique de l'échantillon.

La FDO est contrainte par :

$$\int f(g)dg = 1 \quad \text{et} \quad f(g) \geq 0 \quad (4.3)$$

Différentes méthodes existent pour recalculer les FDP à partir de la FDO comme la méthode harmonique, vectorielle ou encore la méthode utilisée par le code MTEX (Hielscher & Schaeben, 2008) de Matlab. Ces méthodes ne seront pas détaillées dans le présent document.

La FDO est reliée aux FDP par la relation :

$$P_{(hkl)}(\phi, \chi) = \frac{1}{2\pi} \int_0^{2\pi} f(g) d\gamma \quad (4.4)$$

où γ représente la rotation autour de la normale au plan diffractant pour chaque FDP.

L'indice de texture permet de quantifier l'intensité globale de la texture mesurée. Il est défini par :

$$Ind = \int f(g)^2 dg \quad (4.5)$$

L'erreur entre les FDP recalculées et les FDP expérimentales peut être quantifiée et définie par :

$$RP_1 = \frac{100}{N_{RP_1}} \sum_{\phi} \sum_{\chi} \left| \frac{P_{hi}^{exp}(\phi, \chi) - P_{hi}^{calc}(\phi, \chi)}{P_{hi}^{exp}(\phi, \chi)} \right| \quad \forall P_{hi}^{exp}(\phi, \chi) \geq 1 \quad (4.6)$$

où $P_{hi}^{exp}(\phi, \chi)$ est la FDP expérimentale, $P_{hi}^{calc}(\phi, \chi)$ est la FDP recalculée et N_{RP_1} est le nombre de points expérimentaux supérieurs à 1.

4.1.2.2 Caractérisation des textures après HPTT

Les mesures ont été réalisées à l'aide d'un goniomètre avec un tube de Cobalt en utilisant la diffraction des rayons X.

Dans le but de réaliser des mesures de texture de qualité, il est important d'effectuer celle-ci sur la surface la plus grande. En conséquence, il a été choisi d'effectuer la mesure suivant le plan $\theta - z$ (figure 4.3). Ce plan étant courbé (courbure du tube), il est

nécessaire d'aplatir l'échantillon. Pour éviter une déformation trop importante, l'échantillon est tout d'abord aminci avec une solution d'acide nitrique HNO_3 dilué à 50%. Arzaghi (2010) a également utilisé cette méthode pour les mesures de texture.

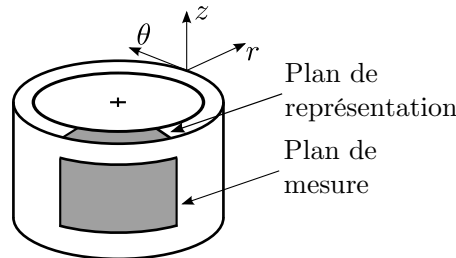


FIG. 4.3 – Schéma des plans de mesure et de représentation utilisés pour les textures par RX.

Les échantillons étant de petite taille, les textures ont été mesurées par deux méthodes : une méthode à angle d'incidence constant afin de limiter la taille projetée du faisceau sur l'échantillon (Annexe C) et par la méthode classique de Bragg. Les résultats de deux méthodes ont été combinés.

La plupart des procédés SPD (comme HPTT) imposent une déformation en cisaillement simple. Chaque type de déformation possède des orientations dites idéales ou stables. Ces orientations sont représentées pour du cisaillement simple sur la figure 4.4 et dans le tableau 4.1. Comparer les orientations idéales à la texture mesurée est utile pour s'assurer que la déformation attendue est bien suffisante sur la surface d'étude. Le cisaillement simple a beaucoup été étudié. Il diffère d'autres modes de déformation comme la traction de par le fait qu'un nombre réduit de système de glissement sont nécessaires pour accommoder la déformation dans des positions idéales de texture.

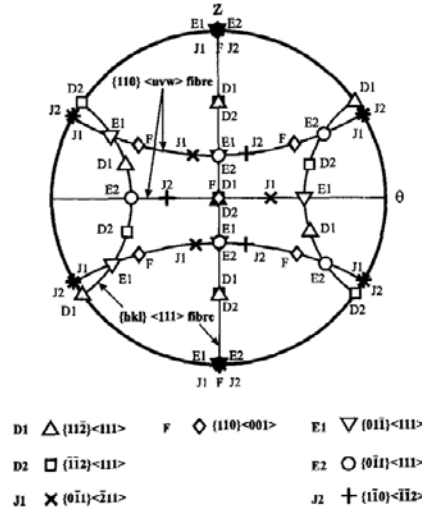


FIG. 4.4 – Figure de pole (110) représentant les orientation idéales observées durant un essai de torsion (Baczynski & Jonas, 1996).

Orientations	SPN	SD*	φ_1 [°]	Φ [°]	φ_2 [°]	Couleur
D1	$(11\bar{2})$	[111]	125.3	45.0	0.0	Bleu
D2	$(\bar{1}\bar{1}2)$	[111]	54.7	45.0	0.0	
E1	$(01\bar{1})$	[111]	39.2	65.9	26.6	Rouge
E2	$(0\bar{1}1)$	[111]	90.0	35.3	45.0	
F	(110)	[001]	180.0	45.0	0.0	Vert
J1	$(0\bar{1}1)$	$[\bar{2}11]$	30.0	54.7	45.0	Noir
J2	$(1\bar{1}0)$	$[\bar{1}\bar{1}2]$	90.0	54.7	45.0	

TAB. 4.1 – Orientations idéales dans le cas du cisaillement simple pour les structures BCC. *Direction de cisaillement (SD) (Baczynski & Jonas, 1996).

4.1.3 Essais mécaniques

Des essais de compression ont été réalisés afin d'évaluer le comportement (limite élastique et écrouissage) du matériau après HPTT. Le comportement mesuré est un comportement moyen sur l'ensemble de l'épaisseur de l'anneau, i.e. ne prenant pas en compte le gradient de déformation.

Ces essais ne permettent pas d'étudier la ductilité du matériau car il n'y a pas de striction (localisation de la déformation) dans un essai de compression, contrairement à la traction.

Le montage de compression est illustré sur la figure 4.5. L'échantillon est déformé suivant l'axe z . Deux plateaux de compression rotulés permettent d'assurer le

parallélisme entre les deux surfaces. Le déplacement est mesuré par deux capteurs LVDT (Linear Variable Differential Transformer).

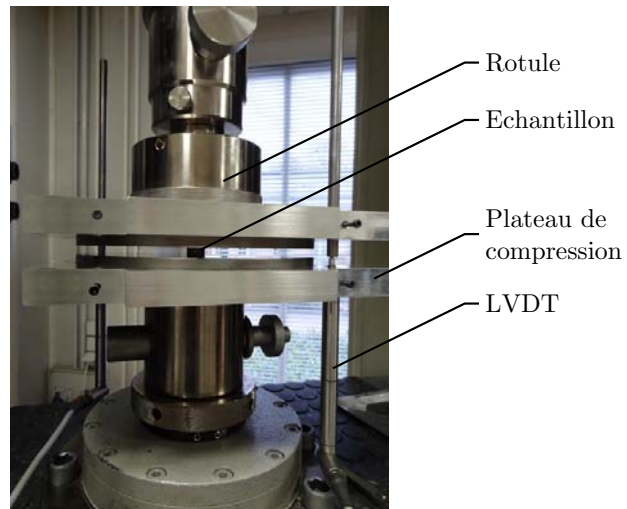


FIG. 4.5 – Schéma du montage de compression des anneaux.

4.2 Analyse microstructurale

Comme cela a été vu dans le chapitre bibliographique, les procédés de SPD permettent d'affiner la microstructure. Cela a été largement étudié durant les deux dernières décennies pour de nombreux procédés/modes de déformation. Le procédé HPTT étant nouveau, il est nécessaire de connaître l'état de la microstructure de manière approfondie. Des études préalables ont été réalisées sur différentes nuances d'Aluminium (FCC) par Arzaghi (2010) mais jamais encore appliquées à de l'acier (BCC).

Cette partie concerne analyse des microstructures sur l'acier IF durant le procédé HPTT par la technique EBSD.

4.2.1 Les microstructures

Les microstructures après des déformations moyennes en cisaillement de $\bar{\gamma} = 4, 8$ et ± 4 ont été observées (tableau 4.2). La déformation étant hétérogène dans l'épaisseur du tube, le taux de déformation à l'intérieur et à l'extérieur sont donnés dans le tableau 4.2 pour chaque déformation moyenne appliquée.

Rotation	$\bar{\gamma}$	γ_{int}	γ_{ext}
+30°	4	6.5	1.5
+60°	8	13	3
$\pm 30^\circ$	± 4 ($ \bar{\gamma} = 8$)	± 6.5 ($ \gamma = 13$)	± 1.5 ($ \gamma = 3$)

TAB. 4.2 – Récapitulatif des déformations des échantillons obtenus par le procédé HPTT.

La figure 4.6 présente une carte EBSD de cet acier dans l'état initial. La taille de grains moyenne est de 85 μm .

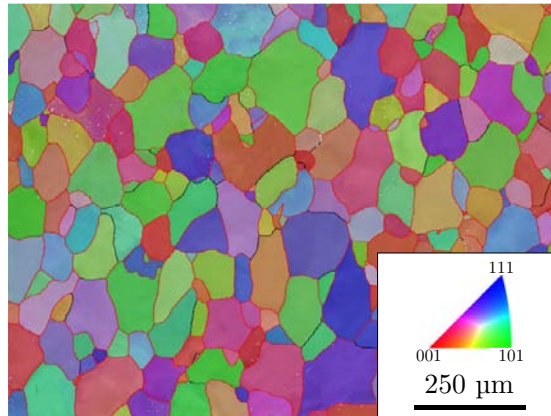


FIG. 4.6 – Carte EBSD de l'acier IF initial.

La figure 4.7 présente l'évolution de la microstructure en fonction de la déformation. Les observations sont réalisées dans le plan de cisaillement. En conséquence, la géométrie et les tailles de grains mesurées sont dépendantes de cette projection. Les deux cartes représentent les microstructures sur les côtés intérieur et extérieur du tube. Le repère utilisé est le plan perpendiculaire au plan de cisaillement. Ainsi les microstructures sont observées dans l'épaisseur ($r - \theta$) du tube. On remarque que les grains contiennent de nombreux sous-grains; principalement sur le côté extérieur où les grains initiaux sont toujours visibles. Des joints de faibles désorientations (correspondant à 2° représentés en blanc) sont présents et signifie que les grains initiaux ne sont pas encore fragmentés. Des variations d'orientations sont observées dans un grain initial. Des désorientations apparaissent et s'intensifient jusqu'à la fragmentation lorsque la déformation augmente (figure 4.7a sur le côté intérieur). Des joints à plus forte désorientation sont apparus (5° et 20°). Les deux microstructures n'ont pas la même morphologie, s'expliquant par le fait que la déformation locale est différente. Le côté intérieur possède des grains équiaxes et fortement désorientés entre eux. En revanche, le côté extérieur contient des grains fortement allongés dans le sens du cisaillement. En effet, dans le chapitre précédent, il a été montré que la déformation varie de $\gamma = 6.5$ sur le côté intérieur à $\gamma = 1.5$ sur le côté extérieur.

L'orientation initiale d'un grain est très importante dans l'initiation du processus de fragmentation. La figure 4.7a sur le côté extérieur permet de visualiser ce phénomène puisqu'on peut noter la présence de deux grains initiaux proches de l'orientation 001 (rouge) et 111 (bleu). Le rouge possède de nombreuses désorientations élevées (20°) alors que le bleu en contient uniquement des faibles. L'orientation initiale peut donc favoriser ou ralentir la fragmentation (Seefeldt & Van Houtte, 2002 - 2003).

Sur les cartes de l'échantillon déformé à 60° (figure 4.7b), on peut tout d'abord remarquer que le processus de fragmentation est beaucoup plus avancé que celles présentées sur la figure 4.7a (microstructures à 30° de rotation). Les grains initiaux ne sont dorénavant plus visibles. La fragmentation sur le côté intérieur est plus aboutie que le côté extérieur. La différence de déformation reste importante puisqu'il y a une déformation de $\gamma = 13$ sur le côté intérieur et $\gamma = 3$ sur le côté extérieur.

La microstructure de l'acier IF pour une rotation de $\pm 30^\circ$ ($|\bar{\gamma}| = 8$) est présentée sur la figure 4.7c. Ce type de déformation a été réalisé en appliquant une rotation à la matrice extérieure de 30° dans un sens puis dans l'autre. La déformation cumulée est ainsi identique à une rotation de 60° ($|\bar{\gamma}| = 8$) mais le chemin de déformation est modifié. Cela peut être assimilé à une route C dans le procédé ECAE (l'échantillon est tourné entre chaque passe). Les grains sont beaucoup plus fragmentés qu'après une rotation de 30° . Sur le côté intérieur, la microstructure observée est très proche de celle obtenue après une rotation monotone de 60° .

En revanche, la microstructure sur le côté extérieur (figure 4.7c) n'est pas fragmentée. La trace du grain initial (en pointillé sur la carte) est toujours visible. Il contient des cellules faiblement désorientées. La rotation de $\pm 30^\circ$ a des effets différents sur les deux côtés du tube puisque le côté intérieur est fragmenté et contient de grandes désorientations entre les grains.

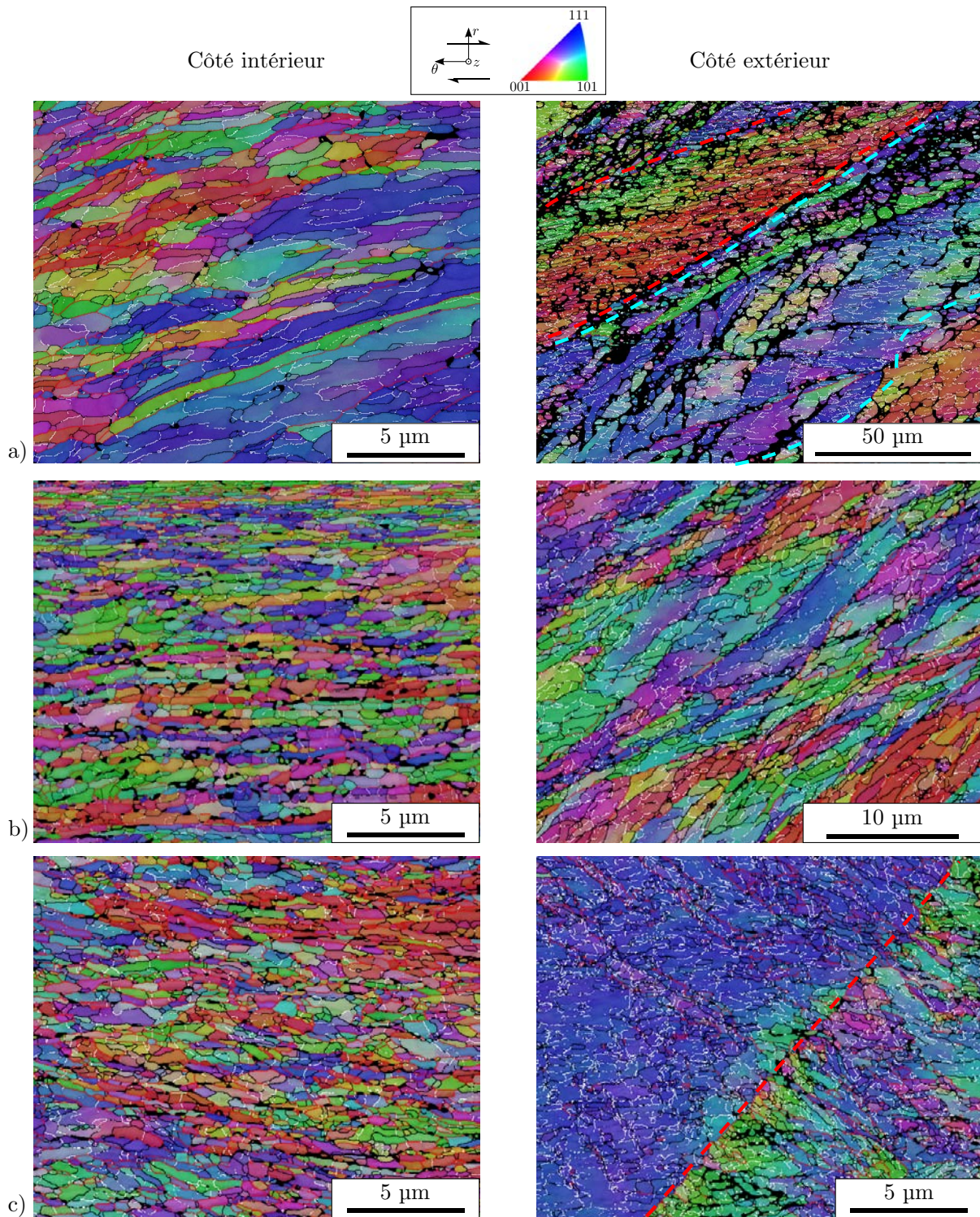


FIG. 4.7 – Cartes EBSD de l'acier IF déformé par HPTT à a) 30°, b) 60° et c) $\pm 30^\circ$ de rotation. Notons la différence d'échelle entre les cartes.

Les textures utilisant les mesures EBSD sont représentées sur la figure 4.80. Les composantes idéales de cisaillement (tableau 4.1) sont ajoutées sur chaque figure de pôle. On remarque une texture typique de la déformation en cisaillement mais certaines orientations sont excessivement présentes. Ce comportement est principalement remarquable pour les figures sur les côtés extérieurs des tubes déformés à 30° et $\pm 30^\circ$ de rotation. Cela est causé par une statistique insuffisante de grains. La fragmentation n'étant pas aboutie pour ces derniers, peu de grains sont représentés. Les orientations mesurées par EBSD appartiennent bien à des orientations idéales. Cela signifie que les cartes réalisées sont représentatives de la microstructure globale dans l'échantillon.

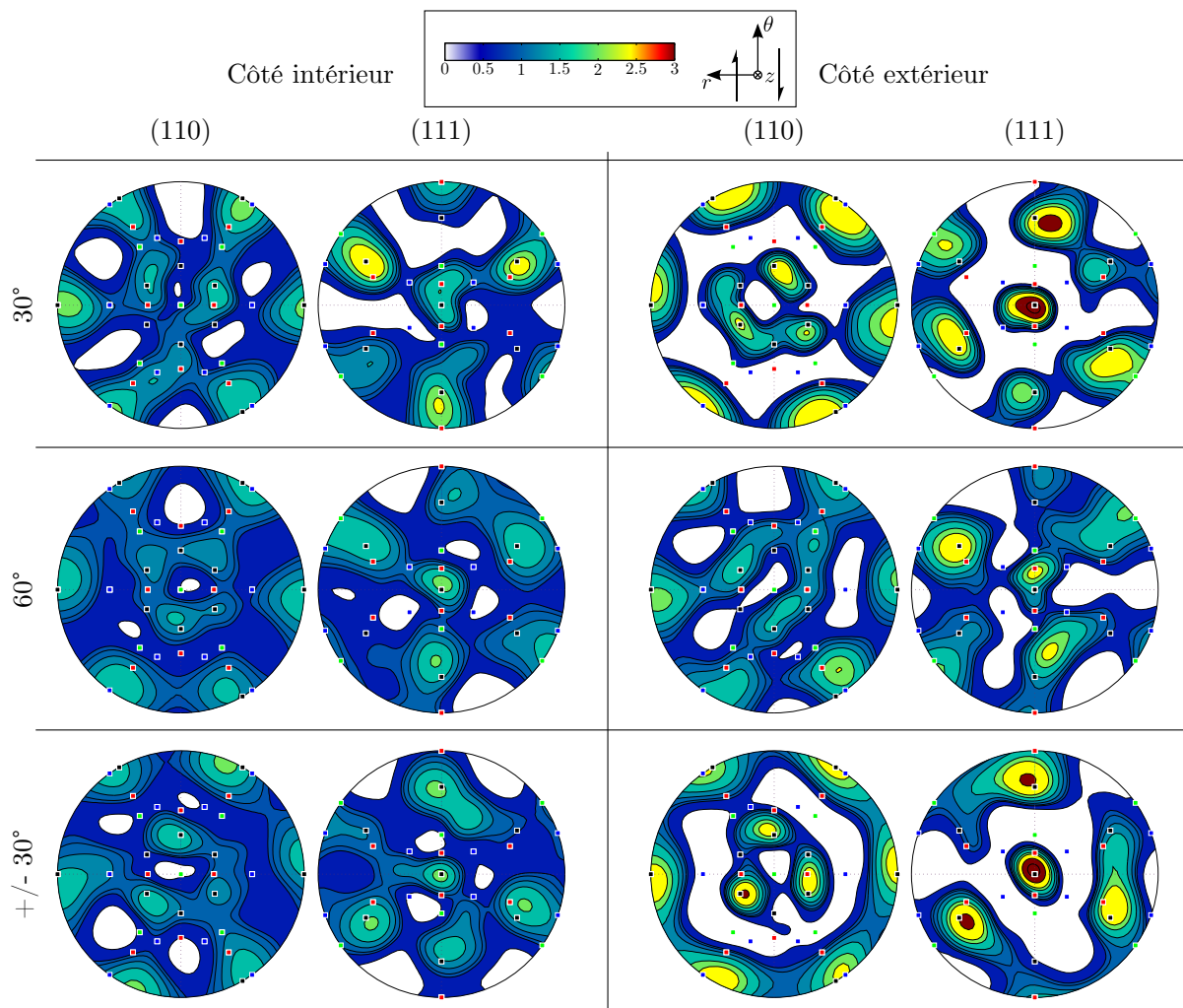


FIG. 4.8 – Figures de pôle des échantillons d'acier IF déformé par HPTT recalculées à partir des mesures EBSD.

La figure 4.90 illustre les cartes dans l'épaisseur du tube déformé à 60° de rotation, à une distance de $225 \mu\text{m}$ et $450 \mu\text{m}$ du bord intérieur. Ces zones sont appelées « zones

intermédiaires ». La microstructure est fragmentée. Les grains sont équiaxes et joints par de forts angles de désorientation (20° en rouge) sur la figure. L'affinement microstructural est continu dans toute l'épaisseur du tube.

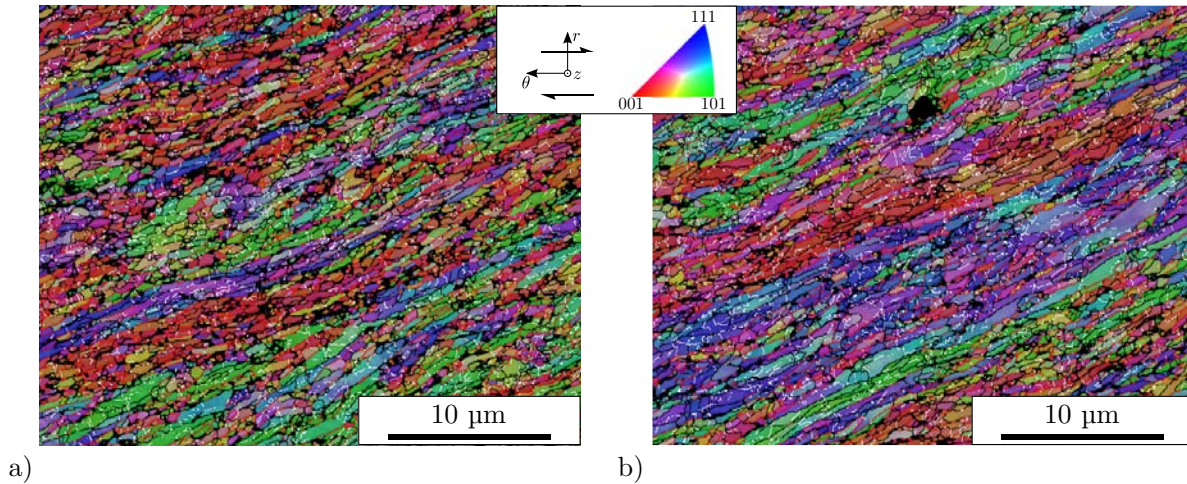


FIG. 4.9 – Cartes EBSD de l'acier IF après une rotation de 60° dans la zone intermédiaire aux distances de a) $225 \mu\text{m}$ et b) $450 \mu\text{m}$ du bord intérieur.

Les distributions de désorientation pixel-à-pixel et grains-à-grains sont illustrées sur la figure 4.10. La distribution aléatoire théorique est représentée en pointillé sur les figures. Cette dernière a été identifiée par Mackenzie (1958).

L'échantillon initial possède une distribution proche de cette distribution aléatoire (figure 4.10a) à la variation de la statistique près. Un pic de fréquence aux faibles angles est observé pour la cartographie réalisée sur le côté intérieur mais la distribution présente des désorientations (moins nombreuses) jusqu'aux grands angles. Cela traduit l'existence de domaines d'orientation proche fortement désorientés par rapport à leur environnement traduisant l'apparition de joints de forte désorientation liés à la fragmentation. En revanche, la distribution concernant le côté extérieur de l'échantillon montre que seuls de faibles angles de désorientations existent entre les pixels, caractéristique de la présence de cellules de dislocations. La déformation imposée a introduit des désorientations mais pas suffisamment pour qu'elles soient importantes.

Les distributions de désorientation de l'échantillon déformé à 60° sont observables sur la figure 4.10b. Les grains sont suffisamment bien définis pour qu'il soit possible de déterminer la distribution grain-à-grain (statistiquement). Cette méthode a été introduite par Tóth *et al.* (2010) et consiste à étudier la désorientation entre grains voisins. Cette distribution est appelée NNMD (Next Neighbors Misorientation

Distribution). Une orientation moyenne est assignée à chaque grain. La désorientation entre chaque grain voisin est alors calculée. Elle diffère de la distribution pixel-à-pixel qui permet plutôt de caractériser la désorientation intragranulaire. On remarque que plus la déformation locale est importante, plus la distribution se décale vers les grandes désorientations. Cela signifie que des joints de grains à forte désorientation sont formés durant la déformation. La distribution sur le côté intérieur se rapproche d'une distribution aléatoire. Des sous-grains sont toujours présents dans la microstructure puisque des pics aux faibles désorientations sont identifiés.

Les distributions de désorientations à différentes zones de l'échantillon après $\pm 30^\circ$ sont représentées sur la figure 4.10c. Des zones de transitions sont définies à 60 et 80 μm du bord intérieur. Comme pour l'échantillon déformé après une rotation de 60° , plus la déformation locale est importante, plus la distribution se décale vers les fortes désorientations. La distribution dans la zone de transition à 80 μm du bord intérieur est proche de celle du bord extérieur. Cela signifie que de nombreuses cellules de dislocations sont présentes à ce rayon. Les grains ne sont pas fragmentés. Une zone à fort gradient de déformation est présent à ce niveau. La microstructure n'est pas homogène dans l'épaisseur à cause du changement de sens malgré l'amplitude de la déformation ($|\vec{\gamma}| = 8$).

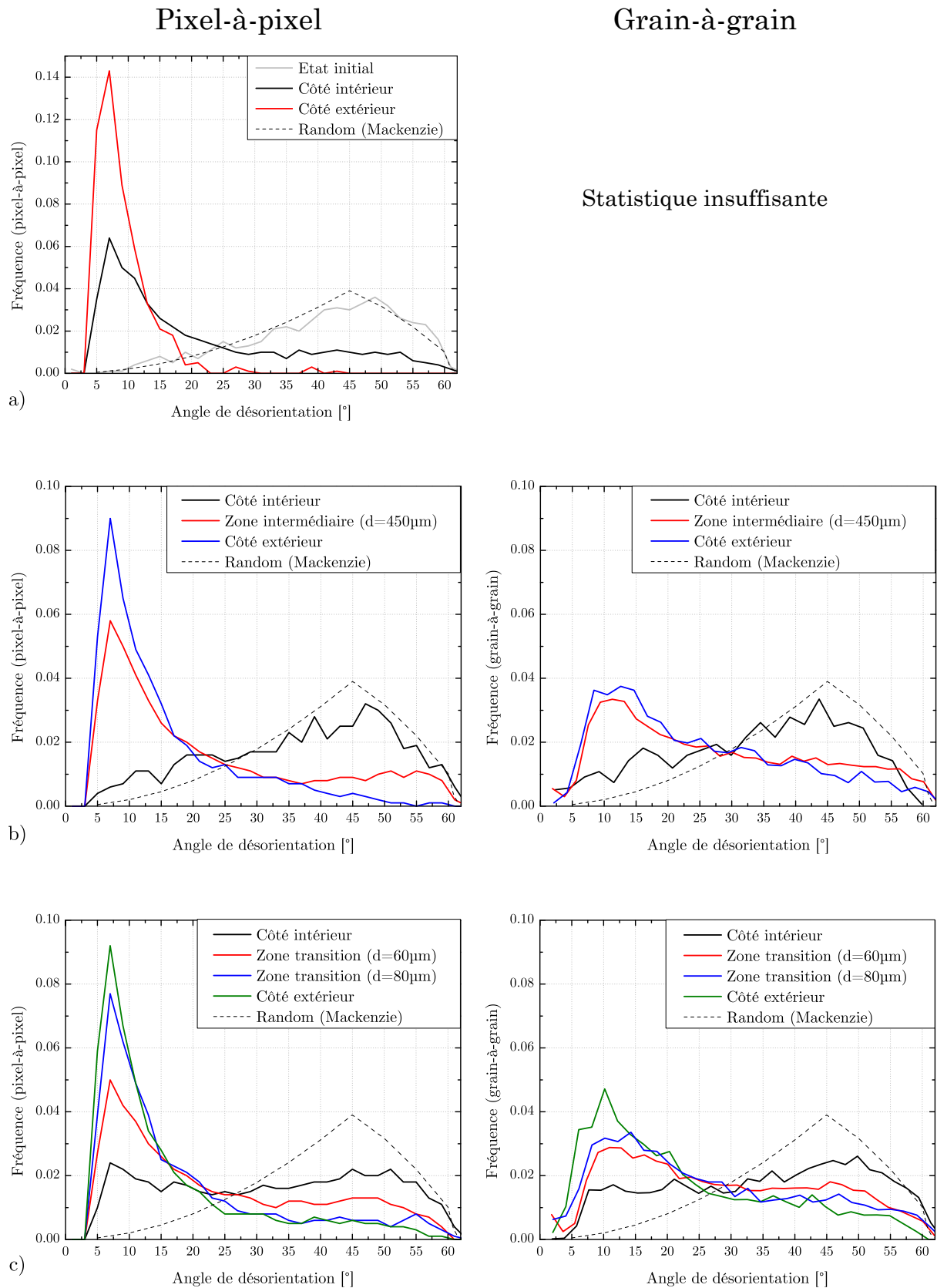


FIG. 4.10 – Comparaison des distributions des désorientations pixel-à-pixel et grains-à-grains pour les échantillons a) 30°, b) 60° et c) $\pm 30^\circ$ de rotation.

La distribution des désorientations sur le côté intérieur peut être comparée pour les différents échantillons mesurés (figure 4.11). Comme il a été vu précédemment, l'échantillon déformé à 30° de rotation possède de nombreuses désorientations aux faibles angles. En revanche, le pic principal des désorientations des échantillons déformés à 60° et $\pm 30^\circ$ de rotation se situe aux fortes désorientations. Les profils de ces deux échantillons sont très proches. Il y a donc un décalage important vers les fortes désorientations lorsque la déformation augmente.

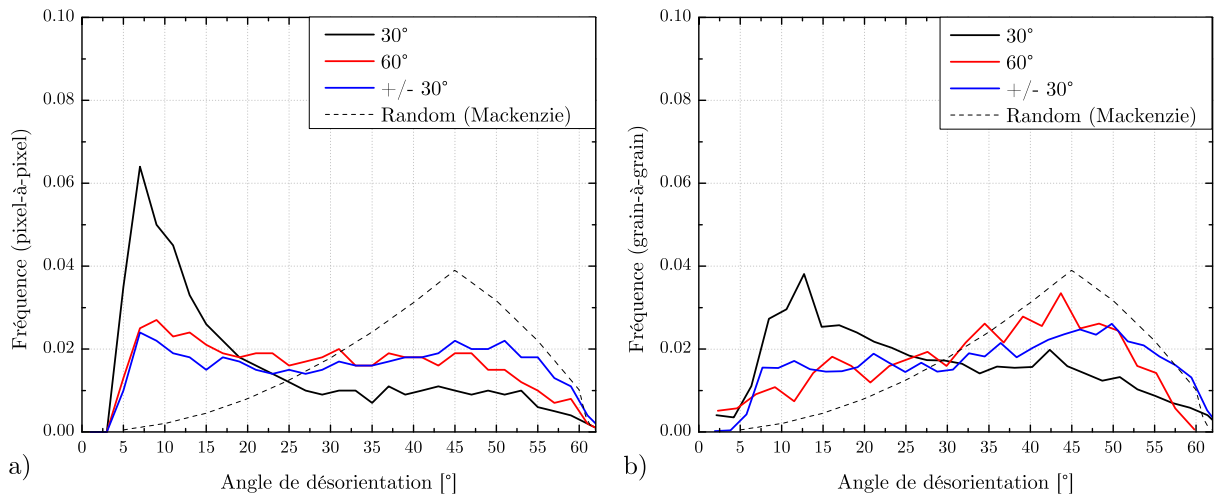


FIG. 4.11 – Comparaison de la distribution des désorientations (a) pixel-à-pixel et (b) grain-à-grain pour les 3 déformations réalisées avec HPTT : 30° , 60° et $\pm 30^\circ$ de rotation sur le côté intérieur.

4.2.2 Comparaison des tailles de grains

Le but principal des procédés SPD est d'affiner la microstructure pour améliorer les propriétés mécaniques. La taille de grains est ainsi un paramètre essentiel à mesurer. Précédemment, les joints de grains étaient représentés par un critère de désorientation de 5° . Pour le calcul de la taille de grains, des critères de désorientation de 5° , 10° et 15° ont été utilisés afin d'analyser la sensibilité. On peut rappeler que les tailles de grains mesurées sont dépendantes du plan d'observation (ici le plan de cisaillement).

Les tailles de grains sont mesurées sur les cartes EBSD présentées précédemment. La figure 4.12 représente la comparaison des tailles de grains sur le côté intérieur de trois échantillons (30° , 60° et $\pm 30^\circ$ de rotation) pour trois seuils de désorientations (5° , 10° et 15°).

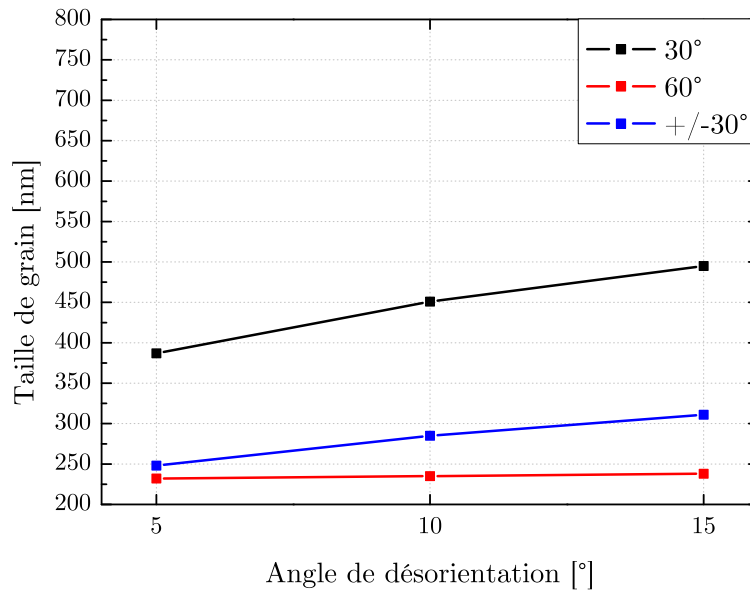


FIG. 4.12 – Comparaison des tailles de grains pour les trois déformations réalisées avec HPTT : 30°, 60° et $\pm 30^\circ$ de rotation sur le côté intérieur.

La taille de grains pour l'échantillon déformé à 30° de rotation est de 400-500 nm. L'affinement de la microstructure est très important puisque la taille de grains initiale était de 85 μm . Il a été démontré sur les cartes EBSD que cette déformation n'est pas suffisante pour affiner la microstructure jusqu'à sa limite puisque les grains ne sont pas équiaxiaux et possèdent toujours un allongement dans le sens du cisaillement. Cette taille de grains est nettement plus grande que celles des échantillons déformés à 60° et $\pm 30^\circ$ de rotation. On peut noter une taille de grains équivalente (232 nm pour 60° et 248 nm pour $\pm 30^\circ$) pour un faible critère de désorientation (i.e. soit 5°). En revanche, pour un critère plus important, l'écart entre les tailles calculées est plus important. En effet, la taille de grains pour l'échantillon à 60° est de 238 nm alors qu'elle est de 311 nm pour l'échantillon déformé à $\pm 30^\circ$ avec un critère de 15°. La microstructure est fragmentée dans les deux cas. Les joints de grains sont moins fortement désorientés pour l'échantillon à $\pm 30^\circ$.

Les distributions des tailles de grains confirment ces données comme illustrées sur la figure 4.13. Pour le côté intérieur, on remarque que la distribution de l'échantillon déformé à 30° est décalée vers les gros grains. Cela est causé par une fragmentation moins aboutie que pour les deux autres échantillons (60° et $\pm 30^\circ$). Concernant le côté extérieur, seules les distributions pour les échantillons à 60° et $\pm 30^\circ$ sont représentées. En effet, l'échantillon déformé à 30° est trop peu fragmenté et seules de faibles

désorientations sont présentes. Dans les deux cas (côté intérieur et extérieur), les profils de distribution de la taille de grains des échantillons à 60° et $\pm 30^\circ$ sont très proches.

Une taille de grains de 360 nm a été observée après 8 passes d'ECAE (Máthis *et al.*, 2011) dans un acier IF. Cela correspond à une déformation en cisaillement $\gamma = 16$. L'échantillon HPTT déformé à 30° ($\gamma = 7$ sur le côté intérieur) correspond à cette taille de grains puisque une valeur de 387 nm a été mesurée (désorientation de 5°). Le procédé HPTT semble plus efficace pour affiner la microstructure pour une même déformation.

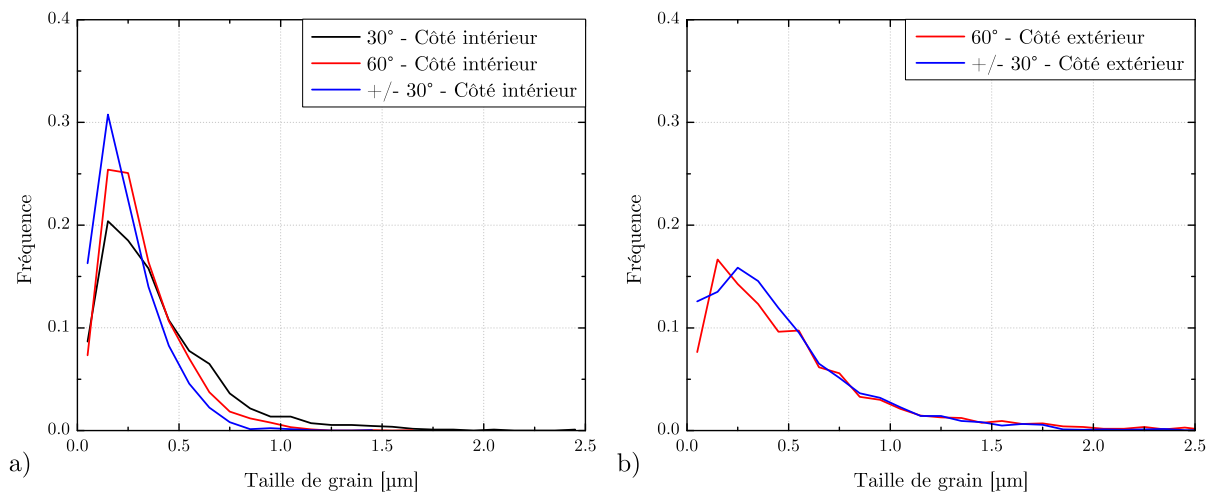


FIG. 4.13 – Distributions des tailles de grains à 5° de désorientation a) sur le côté intérieur et b) extérieur.

Le processus de fragmentation dans l'épaisseur du tube est un paramètre important pour connaître l'homogénéité de cette dernière. La figure 4.14 permet d'étudier cela en représentant les tailles de grains à différentes épaisseurs pour les échantillons déformés à 60° et $\pm 30^\circ$ de rotation. Ces deux échantillons possèdent en chaque point de l'épaisseur la même déformation correspondante mais les tailles de grains sont très différentes. Pour l'échantillon à 60° , la fragmentation est progressive et régulière. La taille de grains augmente avec le rayon pour passer de 230 nm (côté intérieur) à 500 nm (côté extérieur). En revanche, la fragmentation l'est beaucoup moins pour l'échantillon déformé à $\pm 30^\circ$. L'augmentation de la taille de grains avec le rayon est beaucoup plus brutale puisque, pour une distance de 60 μm du bord intérieur, la taille de grains est de 540 μm, soit une taille supérieure au côté extérieur de l'échantillon déformé à 60° . Le chemin de déformation est donc très important dans le processus de fragmentation.

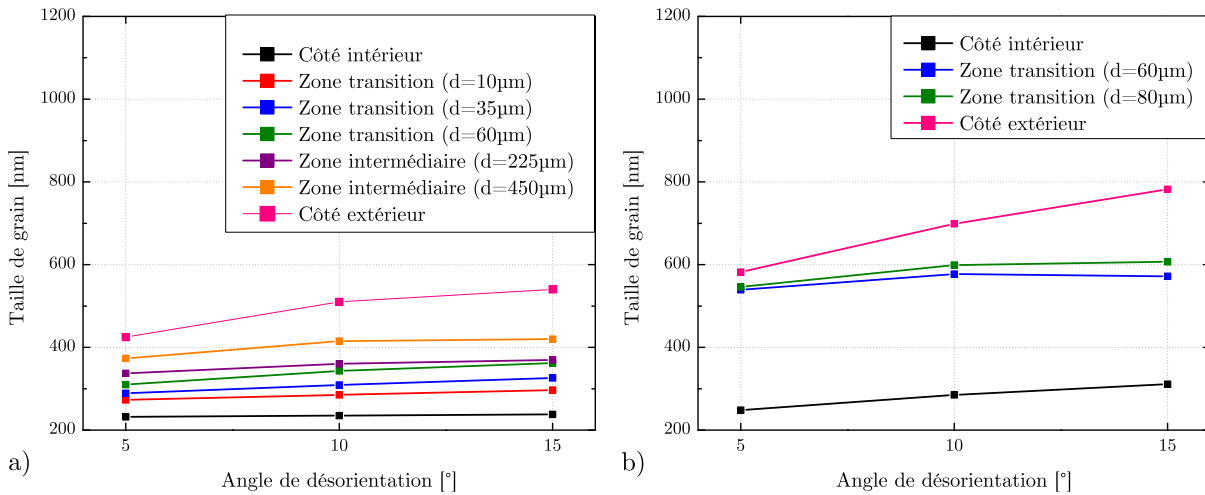


FIG. 4.14 – Comparaison des tailles de grains en fonction de trois angles de désorientations après une rotation de a) 60° et b) ±30°.

Il est possible de comparer la taille de grains obtenue par HPTT à différentes déformations avec des données extraites de la littérature utilisant d'autres procédés SPD. Sur la figure 4.15, on remarque que pour la même déformation, des tailles de grains différentes sont mesurées. Des différences similaires ont été observées par Gu *et al.* (2011) où l'ECAE a été comparé avec le laminage. On peut en conclure que la vitesse de raffinement de la microstructure peut dépendre du chemin de déformation appliquée.

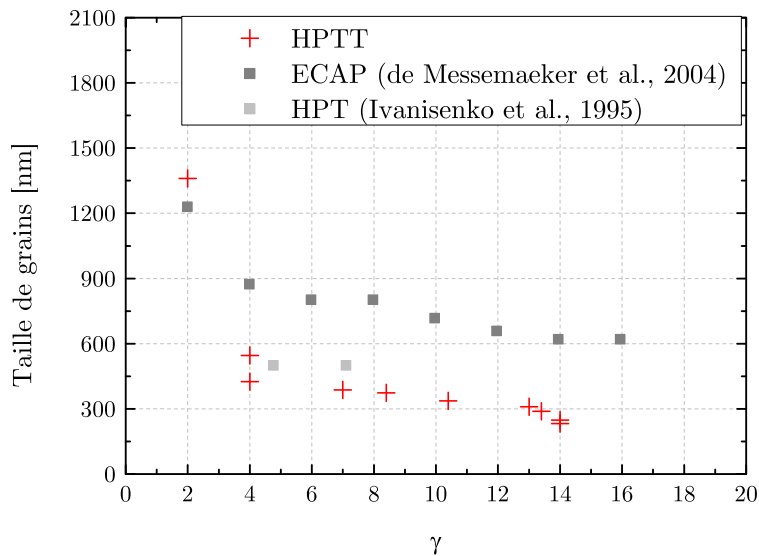


FIG. 4.15 – Comparaison des tailles de grains d'acier IF (à 5°) obtenues par HPTT avec la littérature (De Messemaeker *et al.*, 2004 - Ivanisenko *et al.*, 1995).

4.2.3 Comparaison des axes de désorientation

Un axe de désorientation est l'axe permettant la rotation entre deux grains par un angle de désorientation θ . Usuellement, l'axe est considéré pour l'angle θ minimum.

L'objectif de cette partie est de déterminer si une direction des axes de désorientation est privilégiée dans le repère macroscopique. Cela permettrait d'identifier si la désorientation entre deux grains tourne autour d'un axe unique durant la fragmentation. La détermination des axes est détaillée en annexe B. Par la suite, les axes sont représentés dans le repère de l'échantillon. Il est important d'identifier les axes en fonction de leur angle de désorientation correspondant (réparti par classe). En conséquence, des classes de 10° sont définies. Il est important de noter que les axes peuvent se situer dans n'importe quelle classe. Plus l'angle de désorientation est élevé et plus la zone est restrictive pour la position de l'axe. Un exemple est montré sur la figure 4.16 représentant les axes de désorientation pour un ensemble de 500 orientations aléatoires.

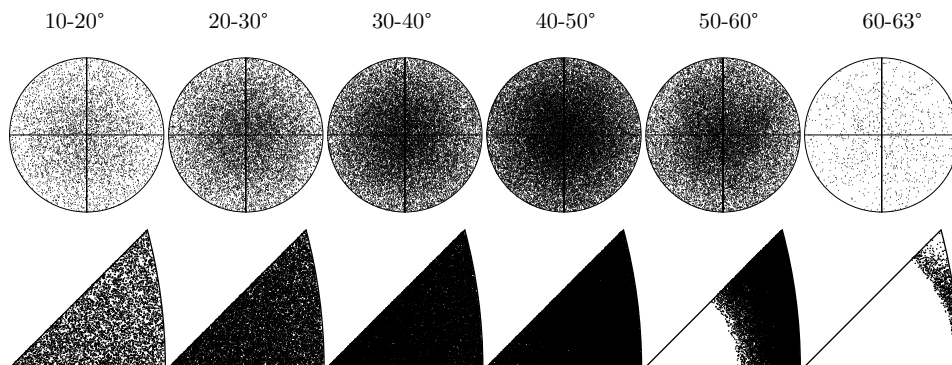


FIG. 4.16 – Axes de désorientation provenant d'un ensemble de 500 orientations aléatoires dans le repère échantillon (haut) et cristallin (bas).

Les densités des axes de désorientations sont représentées sur la figure 4.17 dans le repère macroscopique pour tous les échantillons étudiés précédemment. Les représentations sont réalisées à partir des cartes EBSD des figures 4.6 et 4.7. Ces cartes représentent un nombre limité d'orientation. Les observations sont donc dépendent de cette statistique. Chaque figure des échantillons est normalisée indépendamment par classe (de la même façon que peuvent l'être les figures de pôles). On peut définir la normalisation par la relation :

$$\int_{\varphi_{\min}}^{\varphi_{\max}} \int_{\psi_{\min}}^{\psi_{\max}} I(\psi, \varphi) \sin \psi \, d\psi \, d\varphi = 1 \quad (4.7)$$

où $I(\psi, \varphi)$ est l'intensité avant normalisation, ψ est la position de la couronne (soit le rayon) et φ est la position angulaire.

Le coefficient de normalisation N est défini de la façon suivante :

$$\int_{\varphi_{\min}}^{\varphi_{\max}} \int_{\psi_{\min}}^{\psi_{\max}} I(\psi, \varphi) \sin \psi \, d\psi \, d\varphi = N \int_{\varphi_{\min}}^{\varphi_{\max}} \int_{\psi_{\min}}^{\psi_{\max}} \sin \psi \, d\psi \, d\varphi \quad (4.8)$$

Une intensité égale à 1 représente l'isotropie de la distribution des axes dans le repère. Etant donné que la normalisation est réalisée par classe, il est important de noter que la lecture des axes de désorientation doit se faire à l'aide de la distribution des angles de désorientation correspondante (figures 4.10). En effet, il est important de connaître la répartition des angles de désorientations.

L'échantillon initial possède des orientations dans toutes les directions regroupées par « paquet ». Ceci est caractéristique d'une microstructure recristallisée. Chaque paquet correspond à un grain recristallisé qui est un ensemble de pixels d'orientations très proches.

Concernant les échantillons ayant des grains fragmentés où la microstructure initiale n'est plus perceptible (30° intérieur, 60° intérieur et extérieur, ±30° intérieur), les axes de désorientation n'ont pas de direction privilégiée très importante pour l'ensemble des classes. Une légère prédominance, avec une intensité de 4, est visible pour ces échantillons dans la direction z pour les classes de 50° à 63°. On peut noter que les distributions des angles de désorientation pour ces échantillons sont importantes pour les grands angles (40° - 63°).

En revanche, pour les échantillons mal fragmentés ou en cours de fragmentation (30° extérieur et ±30° extérieur), une forte densité des axes de désorientation dans la direction z est représentée. L'intensité est importante au regard des autres échantillons.

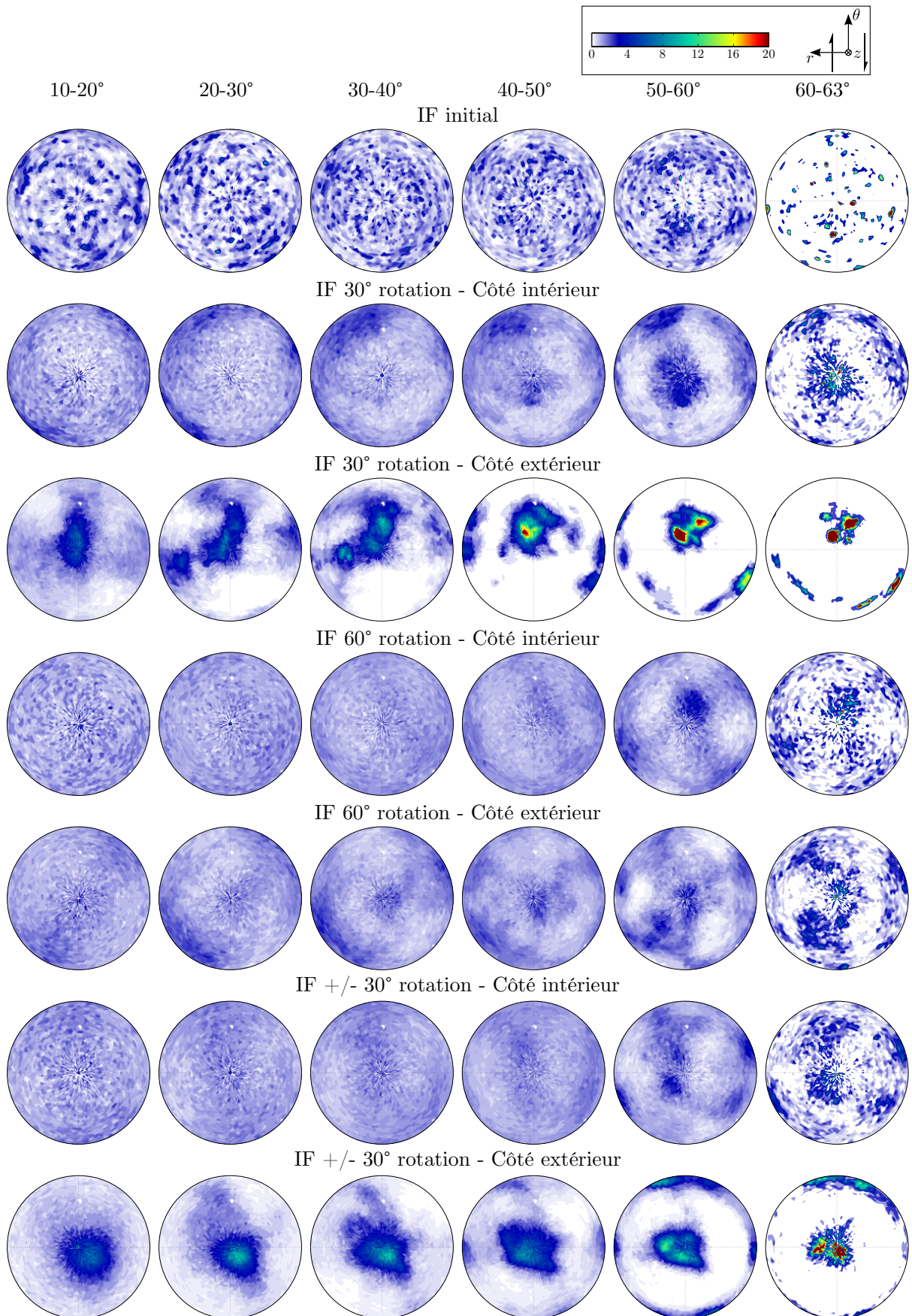


FIG. 4.17 – Représentation des axes de désorientation par classe des différents échantillons d'acier IF déformé par HPTT.

La figure 4.18 représente la somme sur les classes des axes de désorientation. Comme précédemment, la direction z est nettement privilégiée pour les échantillons ayant une microstructure au début de la fragmentation.

Un résultat similaire a été observé (Toth & Gu, 2013) pour des échantillons de cuivre OFHC (Oxygen-Free High Conductivity) déformés par le procédé ECAE à une passe (correspondant à $\bar{\gamma} = 2$). On peut rappeler que les échantillons présentant ce type d'observation (30° extérieur et $\pm 30^\circ$ extérieur) ont une déformation en cisaillement de 1.5 et ± 1.5 , respectivement.

Durant le processus de fragmentation, les axes de désorientation sont orientés selon la direction z (alors que le cisaillement est dans le plan $r - \theta$). En revanche, lorsque les grains deviennent équiaxiaux (fragmentation plus aboutie), la direction des axes se distribue de façon plus homogène dans l'espace. L'origine de cette distribution plus aléatoire peut provenir d'une hétérogénéité de la déformation plus accentuée. L'hétérogénéité locale de déformation est plus importante lorsque les grains sont fragmentés ; entraînant une dispersion des axes dans l'espace.

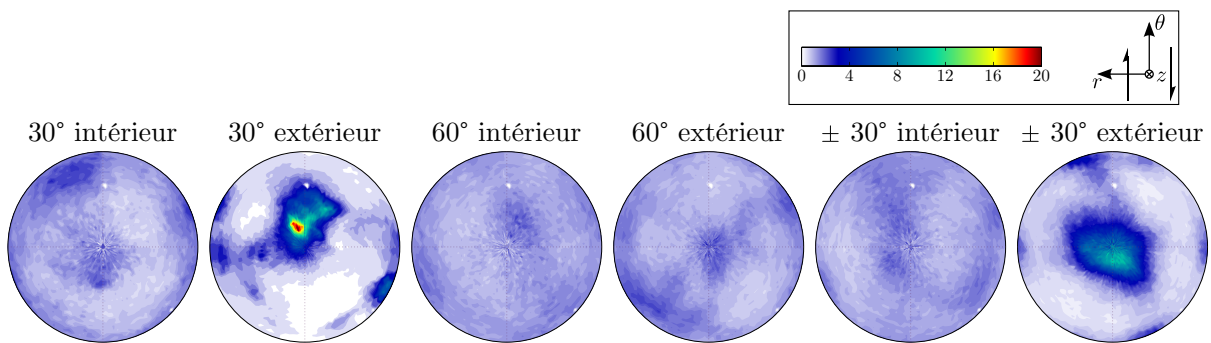


Fig. 4.18 – Somme des axes de désorientation pour tous les angles de désorientation des différents échantillons d'acier IF déformé par HPTT.

4.3 Analyse de texture

Les figures 4.21 à 4.24 illustrent les textures (sections de l'ODF) et figures de pôles pour les différents échantillons d'acier IF. La première figure correspond à l'échantillon initial. La mesure est réalisée sur la tôle de 30 mm laminée à chaud. L'indice de texture attendu est faible. En conséquence, pour une meilleure représentation, le résultat est la somme de six mesures consécutives. Le rapport signal/bruit est amélioré.

Les tubes sont découpés dans la tôle laminée. La texture initiale n'est donc pas parfaitement isotrope et est non axisymétrique suivant l'axe z . La figure 4.19 représente les repères macroscopiques de la tôle laminée et le sens de cisaillement par le procédé HPTT. Le procédé HPTT étant axisymétrique, cela peut avoir une influence sur l'homogénéité de la microstructure tout autour du tube. Des observations ont été réalisées et les textures mesurées à différentes positions.

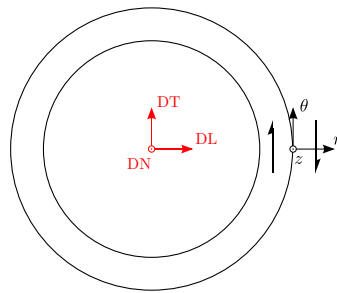


FIG. 4.19 – Schéma représentant le repère de la tôle et du procédé HPTT

La texture initiale peut avoir un effet important sur la texture après de faibles déformations. Les composantes prépondérantes peuvent varier en fonction de la texture initiale (du traitement thermomécanique initial). Un effet similaire est observé lorsque la taille de grains initiale est très importante. Une quantité relativement importante de déformation doit être appliquée à l'échantillon pour éliminer la texture initiale. En effet, cela est dû au fait que les textures de cisaillement ne sont pas des textures très intenses.

Le cisaillement est un mode de déformation particulier car ses orientations idéales sont situées sur les zones de convergence-divergence dans l'espace d'Euler (figure 4.20). Ces zones sont déterminées à partir du champ de rotation. Cela implique que des orientations se dirigent vers des positions idéales mais peuvent s'en échapper par la suite en raison de la nature asymétrique du champ de rotation. L'orientation est donc métastable.

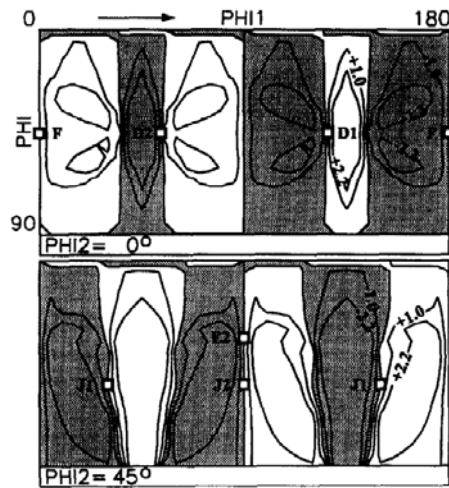


FIG. 4.20 – Carte de convergence-divergence. Les zones ombrées et blanches correspondent à la convergence et divergence, respectivement, simulées à partir d'un modèle viscoplastique cristallin (Baczynski & Jonas, 1996).

Les textures présentées correspondent à différents angles de rotation, soit différentes valeurs de déformation. Il n'y a pas de changements importants sur les textures durant la déformation mais il y a un renforcement des composantes principales. La texture initiale a été complètement effacée. Les positions idéales en cisaillement sont tracées sur les textures expérimentales. Les intensités mesurées correspondent à ces positions. Les textures recalculées après différentes déformations sont donc bien des textures de cisaillement. L'intensité maximale relevée est faible au regard de la déformation imposée.

La texture représente les effets du glissement cristallographique. Le fait d'obtenir des textures de cisaillement signifie que durant le procédé HPTT (la fragmentation), le glissement est l'élément prépondérant intervenant.

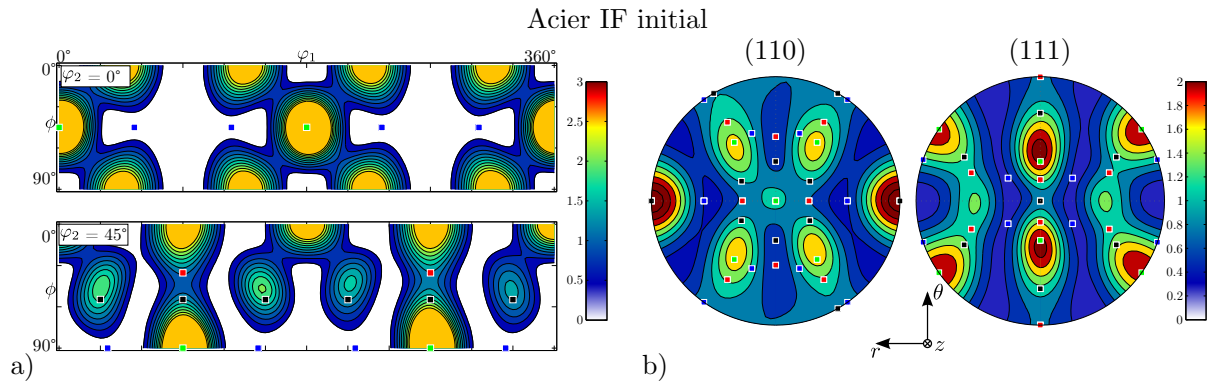


FIG. 4.21 – Représentation a) des sections d'ODF et b) de figures de pôles de l'échantillon d'acier IF initial mesurés par rayons X.

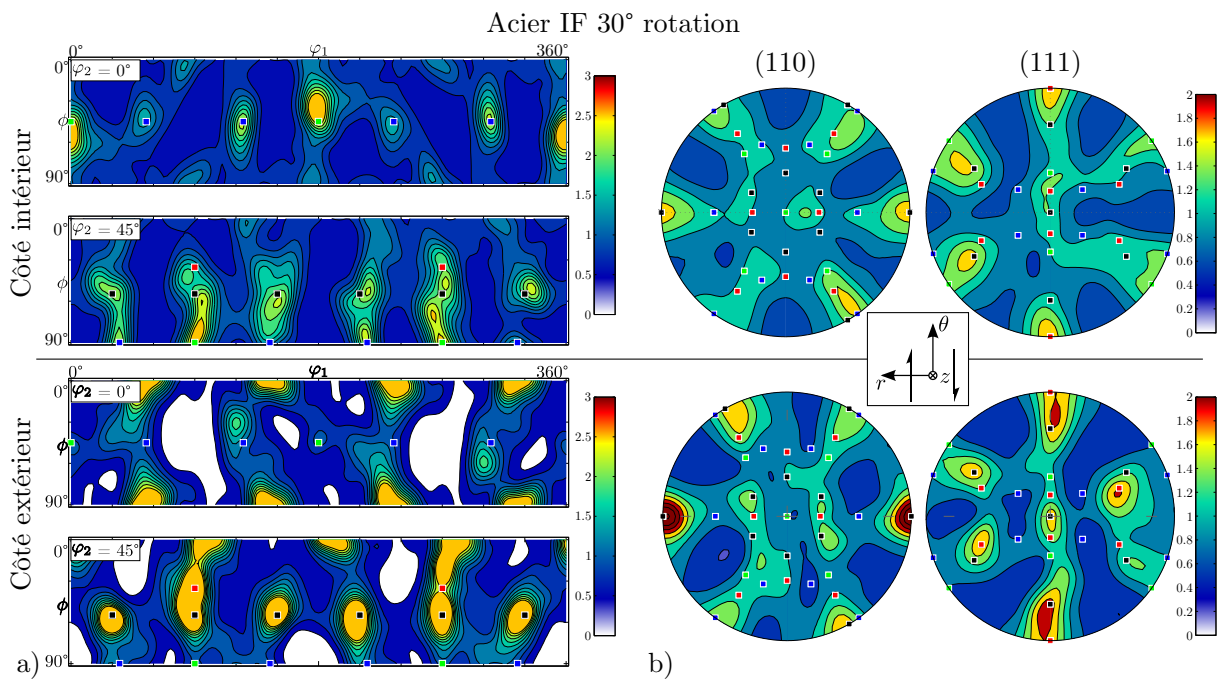


FIG. 4.22 – Représentation a) des sections d'ODF et b) de figures de pôles de l'échantillon d'acier IF déformé à 30° sur le côté intérieur et extérieur mesurés par rayons X.

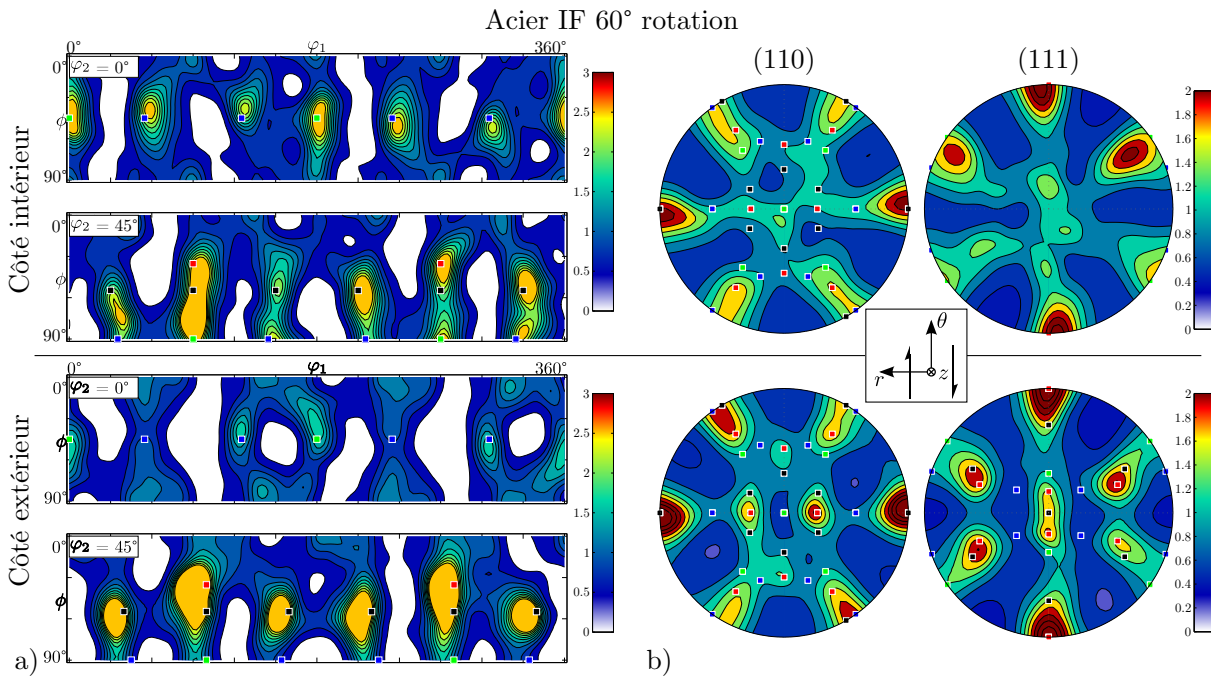


FIG. 4.23 – Représentation a) des sections d'ODF et b) de figures de pôles de l'échantillon d'acier IF déformé à 60° sur le côté intérieur et extérieur mesurés par rayons X.

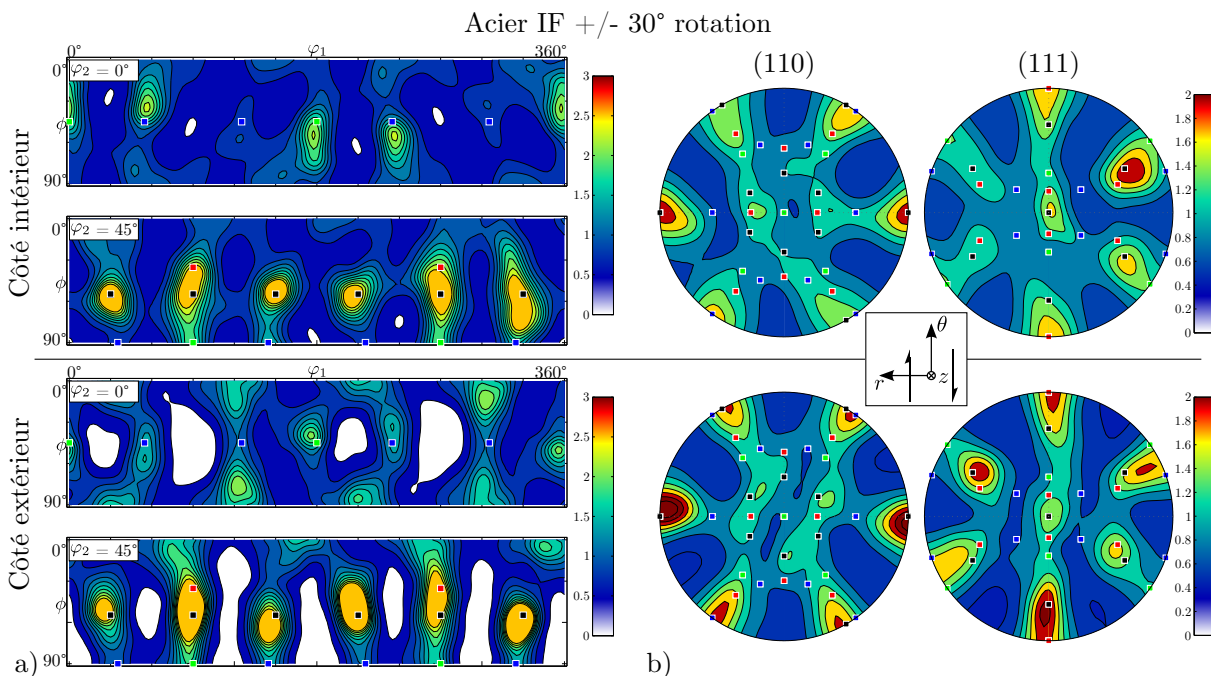


FIG. 4.24 – Représentation a) des sections d'ODF et b) de figures de pôles de l'échantillon d'acier IF déformés à $\pm 30^\circ$ sur le côté intérieur et extérieur mesurés par rayons X.

La figure 4.25 présente les indices de texture calculés pour chaque mesure réalisée. Cet indice représente le degré d'anisotropie de la texture (présenté dans la relation 4.5). Un indice de 1 correspond à une texture parfaitement isotrope. L'indice n'évolue que très peu et on ne remarque pas de renforcement de la texture. Il augmente légèrement avec la déformation, passant de 1.2 à l'état initial à 1.7 à 60°. Forfert (2007) a montré sur de la torsion de fil d'acier à faible teneur en carbone qu'après une déformation de $\gamma = 1$, l'indice de texture chute à 2 (en ayant commencé avec un indice de 8.5 pour la texture initiale). Cet indice chute très vite dès les premiers stades de déformation pour se stabiliser par la suite.

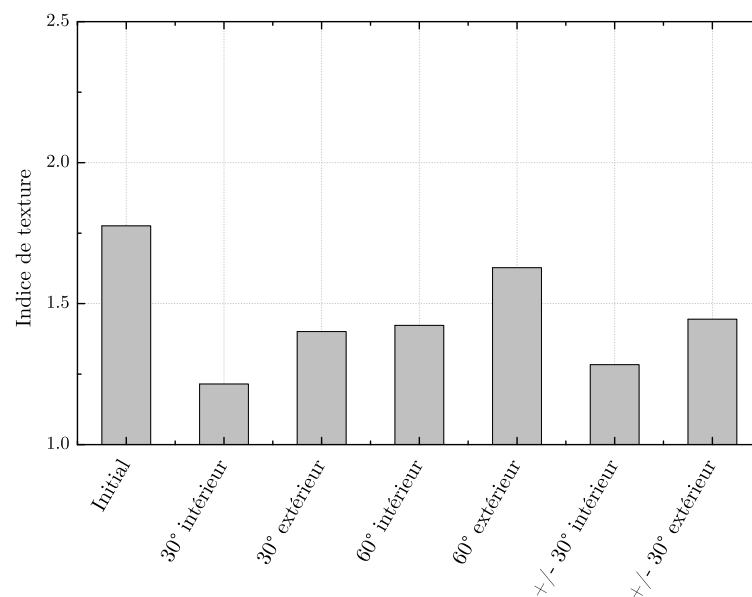


FIG. 4.25 – Indices de texture des différents échantillons mesurés avec les rayons X.

Le fait que les textures soient très proches et que l'indice de texture n'évolue que très peu, ne signifie pas qu'aucun changement ne s'opère durant la déformation de l'échantillon. Malgré des taux de déformation élevés, il n'y a pas de renforcement privilégié des orientations idéales. Chaque grain s'oriente de façon très différente au cours de la déformation. La figure 4.26 représente les fractions volumiques des composantes idéales de texture pour les côtés intérieurs et extérieurs de l'échantillon déformé à 30° ($\bar{\gamma} = 4$) et 60° ($\bar{\gamma} = 8$) de rotation. Une ouverture angulaire de 10° est considérée autour des orientations idéales dans le calcul de la fraction volumique. Les fractions volumiques ne dépassent pas 2% chacune pour l'échantillon déformé à 30° et environ 4% pour celui à 60° de rotation. Le pourcentage restant est principalement constitué de fond continu (distribution aléatoire). Malgré une texture (sections de l'ODF,

figures de pôles et indices de texture) semblable, la proportion des composantes idéales est différente. Pour l'échantillon à 30° de rotation, toutes les composantes idéales sont globalement plus intenses sur le côté intérieur que le côté extérieur (la déformation est plus importante à l'intérieur). Pour l'échantillon à 60°, les composantes E et J sont plus intenses sur le côté extérieur du tube alors que les composantes D et F sont plus intenses sur le côté intérieur. L'indice de texture est un paramètre utile pour une représentation globale de la texture. En revanche, dans le cas du cisaillement, étant donné que les intensités sont faibles, il est important d'étudier la répartition des composantes idéales.

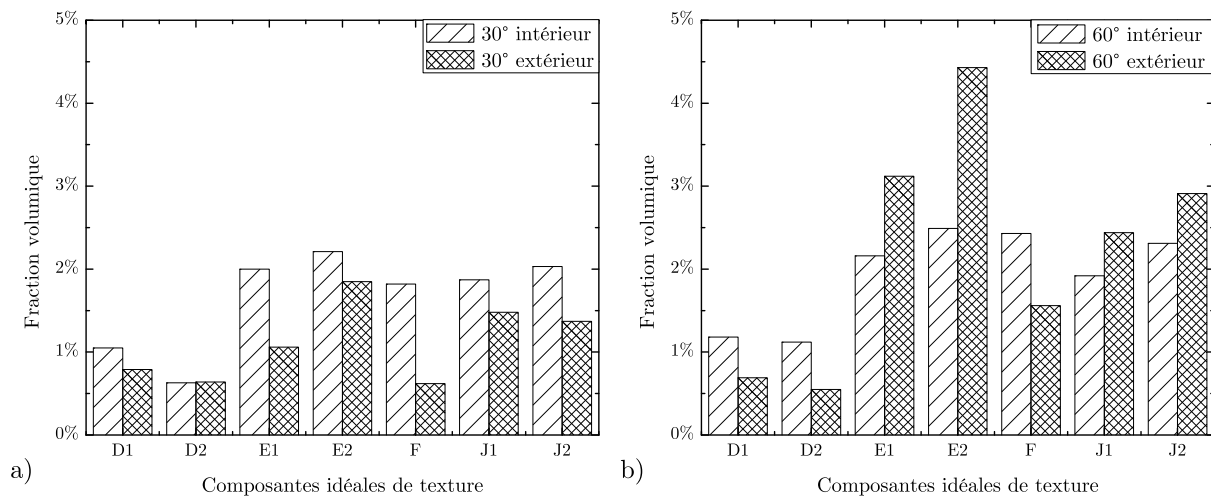


FIG. 4.26 – Fractions volumiques des composantes idéales pour les échantillons déformés a) à 30° et b) à 60° de rotation sur le côté intérieur et extérieur.

Il est possible de comparer les textures obtenues par les mesures EBSD et les rayons X. La figure 4.27 représente la superposition des figures de pôles réalisées avec les deux techniques. La technique par rayons X est illustrée par les figures en noir et blanc. Les mesures EBSD sont représentées par une discrétisation de 100 points. Certaines intensités sont bien représentées par les mesures EBSD mais de nombreuses ne le sont pas. On peut donc constater qu'elles ne permettent pas d'obtenir une bonne représentation de la texture globale dans l'échantillon de par le nombre insuffisant de grains.

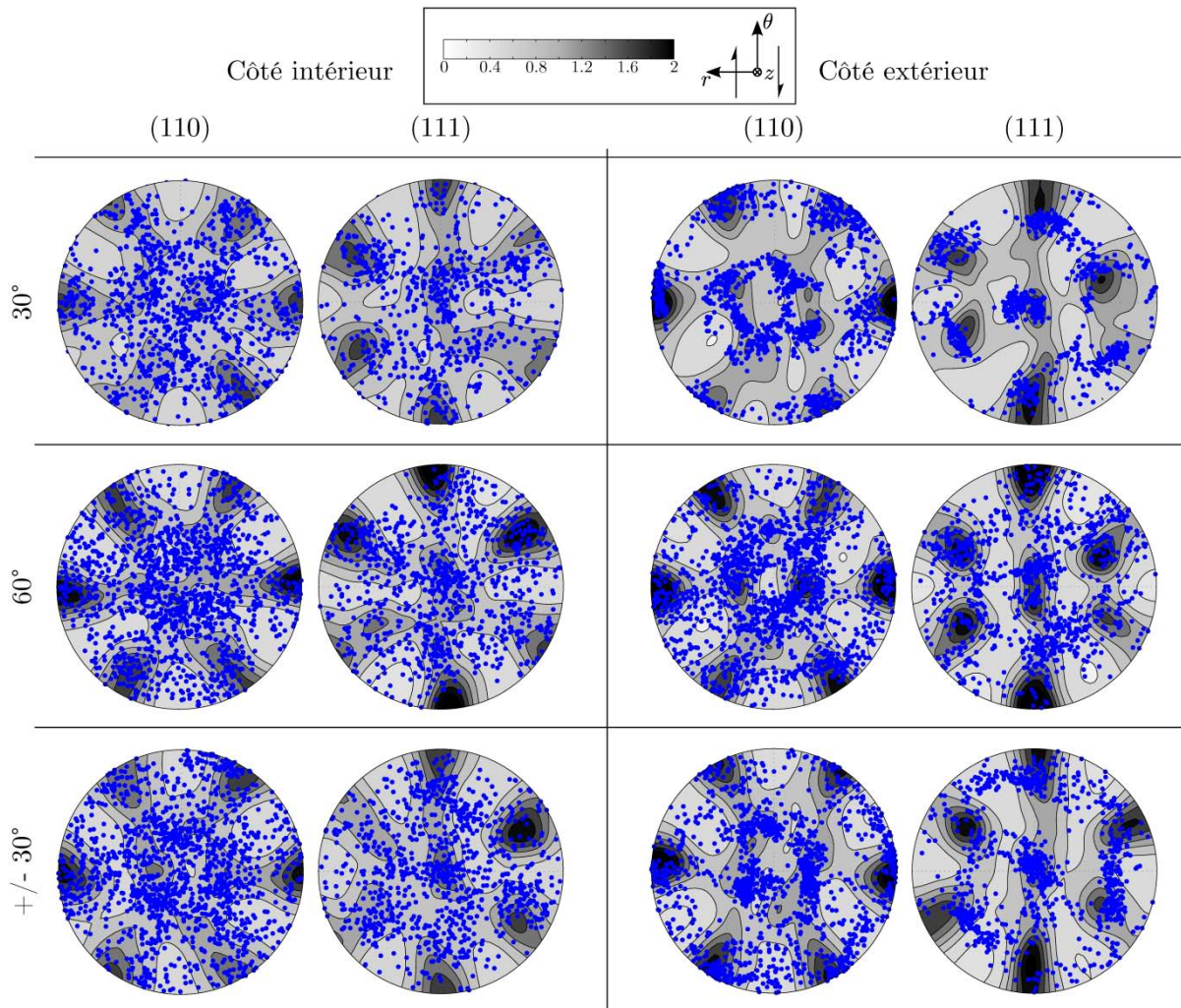


FIG. 4.27 – Figures de pôle des échantillons d’acier IF déformé par HPTT. En gris, sont représentées les mesures aux rayons X et en bleu, une discrétisation des mesures obtenues par EBSD.

4.4 Comportement mécanique

Les courbes contrainte-déformation moyenne en cisaillement (figure 4.28) peuvent être déterminées au cours du test HPTT pour les différents échantillons d'après les équations définies au chapitre précédent. Pour les trois échantillons, les essais sont reproductibles et identiques jusqu'à $\bar{\gamma} = 4$ (30° de rotation). On remarque que la contrainte d'écoulement moyenne est moins élevée, pour l'échantillon déformé à $\pm 30^\circ$, lorsque le sens de rotation est inversé même si l'écroutissage est conservé par rapport à l'échantillon déformé à 60° (effet Bauschinger).

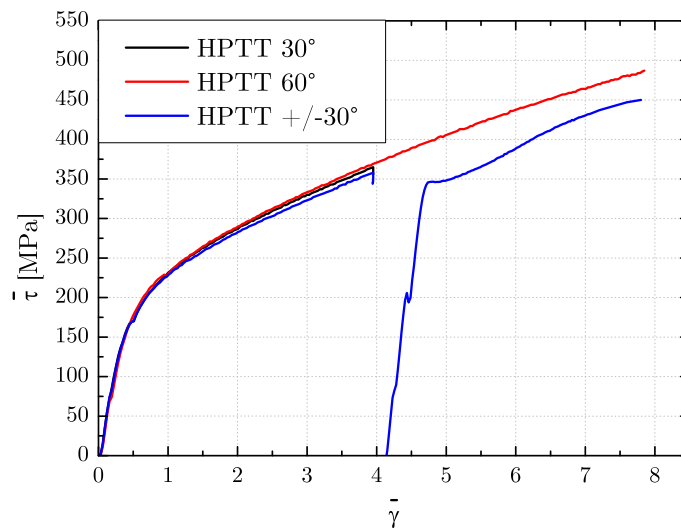


FIG. 4.28 – Courbes contrainte-déformation moyennes de trois échantillons déformés par HPTT (30° , 60° et $\pm 30^\circ$ de rotation).

4.4.1 Mesures de dureté

Des mesures de dureté Vickers sont réalisées pour évaluer l'amélioration des propriétés mécaniques dans les échantillons déformés. Une masse de 100 g est choisie pour effectuer les mesures. Ces dernières sont réalisées dans la section $r - \theta$ à différents rayons pour estimer le gradient à mi-hauteur. La dureté de l'échantillon d'acier IF initial est de 85 Hv. La figure 4.29 illustre les mesures effectuées pour les trois échantillons (30° , 60° et $\pm 30^\circ$).

Les échantillons déformés ont une dureté largement supérieure à l'échantillon initial (plus de deux fois). Un gradient dans l'épaisseur est observé pour les trois échantillons. La dureté sur le côté intérieur est plus importante que sur le côté extérieur. Il a été vu

précédemment que la microstructure est plus fragmentée sur le côté intérieur qu'extérieur. Les grains sont ainsi plus écroûs et plus durs. La taille de grains influe sur la dureté locale du matériau.

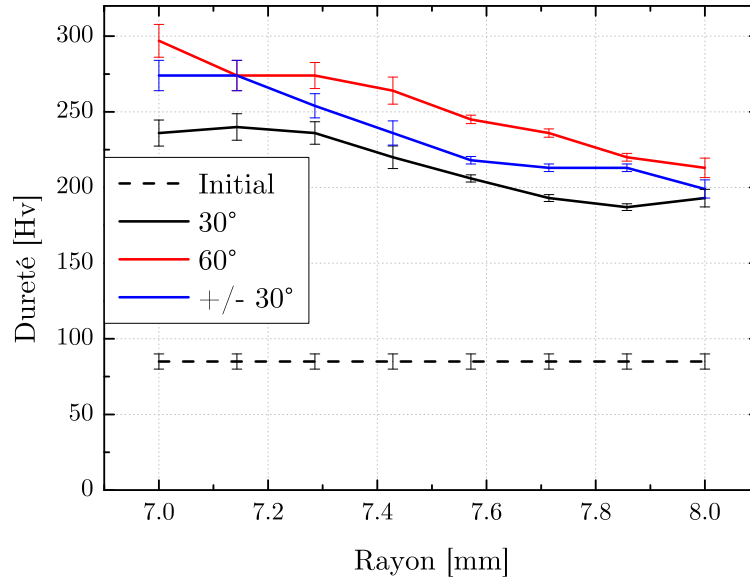


FIG. 4.29 – Courbes de dureté Vickers pour trois échantillons déformés par HPTT (30°, 60° et $\pm 30^\circ$ de rotation).

Il est possible de déterminer la résistance mécanique à partir des mesures de dureté puisqu'elle est égale à 3-3.5 fois la dureté Vickers. Cette relation est empirique. Le tableau 4.3 récapitule les résistances mécaniques moyennes et locales (sur le côté intérieur et extérieur). La résistance mécanique locale des grains nanostructurés sur le côté intérieur est plus importante que celle du côté extérieur.

Il est nécessaire de réaliser des essais de compression pour évaluer directement la limite d'élasticité.

Echantillon	Mesures moyennes		Mesures locales	
	Dureté [Hv]	R_m [MPa]	R_m^{int} [MPa]	R_m^{ext} [MPa]
Initial	85	255-298	-	-
30°	213	642-749	708-826	579-676
60°	253	759-885	891-1039	639-750
$\pm 30^\circ$	235	705-823	822-959	597-697

TAB. 4.3 – Récapitulatif des mesures de dureté et la résistance mécanique correspondante.

4.4.2 Essais de compression

Les essais sont réalisés sans lubrification entre les plateaux de compression et l'échantillon. On peut noter une différence entre les sections des différents échantillons comprimés. La figure 4.30 représente la section $r-z$ d'un échantillon initial et d'un échantillon déformé à 30° de déformation.

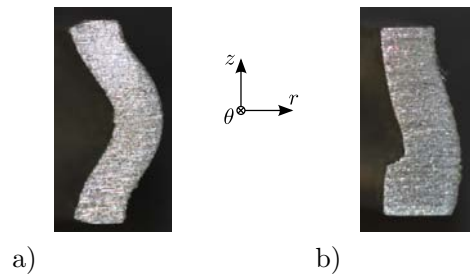


FIG. 4.30 – Section transverse ($r-z$) de deux échantillons après compression : a) Initial (sans déformation par HPTT) et b) échantillon HPTT à 30° de rotation.

La section transverse de l'échantillon initial possède la forme d'un échantillon comprimé standard. En revanche, la section de l'échantillon déformé par HPTT est différente. Cela peut être attribué à l'hétérogénéité de la microstructure pour ces échantillons.

Les essais pour les différents échantillons sont représentés sur la figure 4.31. Les échantillons déformés par HPTT ont vu leur limite élastique et leur résistance mécanique améliorées. Pour l'échantillon déformé à 30° de rotation, la limite élastique est améliorée de plus de 3.5 fois. Cela peut aller jusqu'à 4.5 fois pour le tube déformé à 60° .

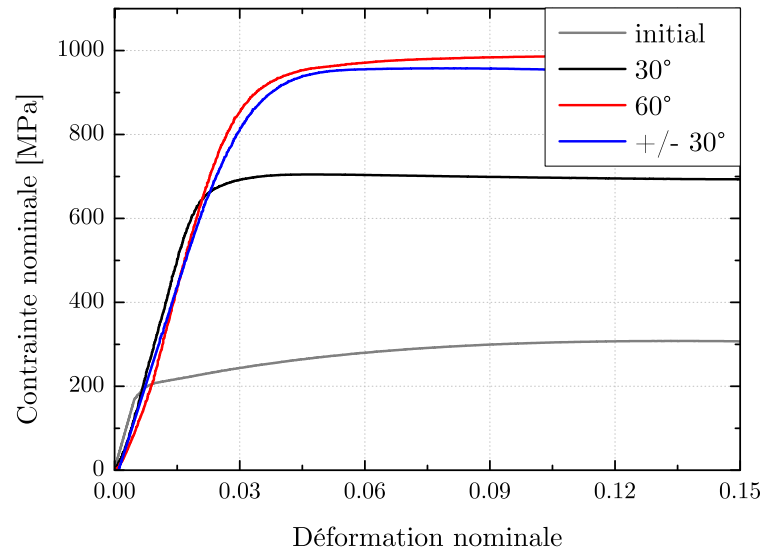


FIG. 4.31 – Courbes contrainte-déformation de trois échantillons déformés par HPTT (30°, 60° et $\pm 30^\circ$ de rotation) durant la compression.

Le tableau 4.4 récapitule les données des essais de compression. La résistance mécanique calculée à partir de la dureté (tableau 4.3) concorde avec celle mesurée à partir des essais de compression. Contrairement à la dureté, l'essai de compression permet de visualiser l'écroutissement de l'échantillon. Le matériau initial possède un fort taux d'écroutissement alors que celui des échantillons déformés a été fortement réduit. En effet, la limite d'élasticité est proche de la résistance mécanique.

La limite d'élasticité est directement liée à la taille de grains puisque les échantillons fortement déformés avec une taille de grains très fine ont une limite plus élevée (Hall, 1951 - Petch, 1953).

Echantillon	R_e [MPa]	R_m [MPa]
Initial	168	307
30°	599	707
60°	795	987
$\pm 30^\circ$	740	958

TAB. 4.4 – Récapitulatif des mesures de compression.

Il est possible de comparer le comportement obtenu en utilisant le procédé HPTT avec d'autres procédés comme ECAE. La figure 4.32 représente des courbes contrainte-déformation d'un acier à basse teneur en carbone (comme l'acier IF utilisé dans cette étude) réalisées durant des essais de traction. L'état initial de cette référence correspond à celui mesuré par les essais de compression. Une limite d'élasticité de 500 MPa

correspond à 1 passe d'ECAE ($\gamma = 2$) et 700 MPa à 4 passes ECAE route Bc ($\gamma = 8$). La route Bc correspond à une rotation de l'échantillon entre chaque passe.

La déformation par le procédé HPTT a permis après une rotation de 30° ($\bar{\gamma} = 4$) d'obtenir une limite d'élasticité de 599 MPa et après une rotation de 60° ($\bar{\gamma} = 8$), 795 MPa. Le procédé HPTT est donc plus efficace pour améliorer certaines propriétés mécaniques comme la limite d'élasticité. Il n'est en revanche pas possible de comparer les résistances mécaniques puisque les données de Yanagida *et al.* (2008) correspondent à de la traction et les essais réalisés sur les échantillons HPTT sont en compression. Malgré cela, sur la figure 4.32, les mesures de traction permettent d'obtenir des informations sur la ductilité du matériau après hyperdéformation. On remarque une importante perte de ductilité avec l'augmentation de la déformation durant les procédés. Ceci est un point négatif pour une mise en forme supplémentaire de ces échantillons. Il a, en revanche, été démontré l'aptitude de ces matériaux à la formabilité, notamment par le procédé de fluotournage (annexe A).

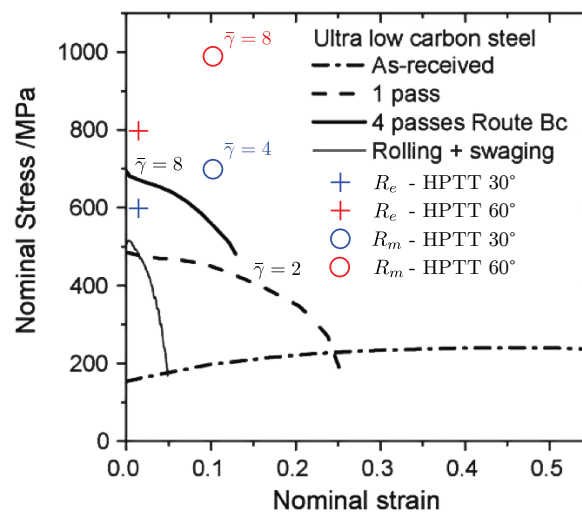


FIG. 4.32 – Courbes contrainte-déformation d'un Acier IF produits par le procédé ECAE (Yanagida *et al.*, 2008).

4.5 Conclusion

L'effet du procédé HPTT sur l'évolution de la microstructure d'un acier IF a été étudié. Trois états ont été mesurés : 30°, 60° et ±30° de rotation. La microstructure a été observée à l'aide de la Microscopie Electronique à Balayage pour quantifier l'état de l'affinement. Des différences notables ont été observées. Une déformation de 30° ne permet pas de fragmenter la totalité de l'épaisseur du tube alors qu'avec 60° de rotation, une microstructure relativement homogène et fragmentée dans l'épaisseur du tube est observée. La fragmentation est amorcée par de faibles puis fortes désorientations dans les grains. Une microstructure equiaxe se développe ensuite sous l'effet de grandes déformations ($\bar{\gamma} = 8$).

La position des axes de désorientation dans le repère macroscopique a été étudiée. Durant le stade initial de la fragmentation, la direction normale au plan de cisaillement est privilégiée. Néanmoins, les axes se redistribuent de façon plus homogène dans l'espace après affinement de la microstructure. Les grains ont plus de liberté pour se positionner quand ils sont d'avantage fragmentés.

Des mesures de textures par rayons X ont été effectuées pour déterminer les orientations cristallographiques privilégiées. Une comparaison avec les mesures extraites de la technique EBSD a été réalisée. Les échantillons déformés possèdent des textures de cisaillement sur le côté intérieur et extérieur traduisant l'activité du glissement cristallographique durant la fragmentation.

Pour terminer, le comportement mécanique de ces échantillons a été établi par des essais de dureté et de compression sur anneau. Le gain des propriétés a été estimé à 3.5-4.5 fois pour les différents états et comparé à la littérature. Une augmentation plus importante de la limite d'élasticité a été obtenue par HPTT en comparaison avec la technique ECAE.

L'affinement de la microstructure par le procédé HPTT a permis d'améliorer la limite d'élasticité.

4.6 Références

ARZAGHI M. (2010), « *Nouveau procédé d'Hyperdeformation pour les tubes* ». Thèse de doctorat, Université de Metz.

BACZYNSKI J. & JONAS J.J. (1996), « *Texture development during the torsion testing of a alpha-iron and two IF steels* ». *Acta Metallurgica*, Vol. 44 (11) pp. 4273–4288.

BUNGE H.-J. (1982), « *Texture Analysis in Materials Science: Mathematical Methods* ».

FORFERT B. (2007), « *Étude expérimentale de la torsion directe et inverse de fils fins d'acier* ». Thèse de doctorat, Université de Metz,

GU C.F., TÓTH L.S., ARZAGHI M. & DAVIES C.H.J. (2011), « *Effect of strain path on grain refinement in severely plastically deformed copper* ». *Scripta Materialia*, Vol. 64 (3) pp. 284–287.

HALL E.O. (1951), « *The Deformation and Ageing of Mild Steel: II Characteristics of the L ders Deformation* ». *Proceedings of the Physical Society. Section B*, Vol. 64 (9) pp. 742–747.

HIELSCHER R. & SCHAE BEN H. (2008), « *A novel pole figure inversion method: specification of the MTEX algorithm* ». *Journal of Applied Crystallography*, Vol. 41 pp. 1024–1037.

IVANISENKO Y. V., KORZNIKOV A. V., SAFAROV I.M. & VALIEV R.Z. (1995), « *Formation of submicrocrystalline structure in iron and its alloys after severe plastic deformation* ». *Nanostructured Materials*, Vol. 6 (1-4) pp. 433–436.

MACKENZIE J.K. (1958), « *Second paper on statistics associated with the random disorientation of cubes* ». *Biometrika*, Vol. 45 (1-2) pp. 229–240.

MÁTHIS K., KRAJŇÁK T., KUŽEL R. & GUBICZA J. (2011), « *Structure and mechanical behaviour of interstitial-free steel processed by equal-channel angular pressing* ». *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 509 (8) pp. 3522–3525.

DE MESSEMAEKER J., VERLINDEN B. & VAN HUMBEECK J. (2004), « *On the strength of boundaries in submicron IF steel* ». *Materials Letters*, Vol. 58 (29) pp. 3782–3786.

PETCH N. (1953), « *The cleavage strength of polycrystals* ». *Journal of the Iron and Steel Institute*, Vol. 174 (1) pp. 25–28.

SEEFELDT M. & VAN HOUTTE P. (2002), « *Grain subdivision and local texture evolution studied by means of a coupled substructure-texture evolution model* ». *Materials Science Forum*, Vol. 408-412 pp. 433–438.

SEEFELDT M. & VAN HOUTTE P. (2003), « *Disclination-based modelling of grain fragmentation and its impact on the mechanical anisotropy* ». *Problems of Materials Science*, Vol. 33 (1) pp. 302–310.

TÓTH L.S., BEAUSIR B., GU C.F., ESTRIN Y., SCHEERBAUM N. & DAVIES C.H.J. (2010), « *Effect of grain refinement by severe plastic deformation on the next-neighbor misorientation distribution* ». *Acta Materialia*, Vol. 58 pp. 6706–6716.

TOTH L.S. & GU C.F. (2013), « *Modeling of disorientation axis distribution in severely deformed copper* ». *Scripta Materialia*, Vol. 69 pp. 183–186.

YANAGIDA A., JOKO K. & AZUSHIMA A. (2008), « *Formability of steels subjected to cold ECAE process* ». *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 201 (1-3) pp. 390–394.

Chapitre 5

Affinement de la microstructure

Sommaire

5.1	Modélisation de l'affinement de la microstructure.....	182
5.2	Taille limite de grain.....	202
5.3	Conclusion.....	220
5.4	Références.....	221

Ce chapitre a pour objectif de comprendre l'affinement de la microstructure. Dans un premier temps, un modèle d'affinement de microstructure ([Tóth *et al.*, 2010](#)) est utilisé. Basé sur un code de Taylor, il permet notamment d'évaluer le taux d'affinement, la texture, la distribution de la taille de grains.

Dans un second temps, la taille limite accessible par le procédé HPTT est recherchée. Pour cela, l'effet de la vitesse de la déformation et la saturation de la contrainte d'écoulement sont étudiées.

5.1 Modélisation de l'affinement de la microstructure

Pour comprendre les phénomènes agissant durant le processus de fragmentation, différents modèles ont été développés. Certains d'entre eux ont été brièvement présentés dans le chapitre bibliographique. Cette partie se concentrera sur le modèle développé par Tóth *et al.* (2010), basé sur la courbure du réseau intervenant dans un grain. Un retard de rotation est imposé dans le voisinage des joints de grain, entraînant une éventuelle fragmentation.

Ce modèle a été utilisé et validé pour différents matériaux comme le cuivre (Tóth *et al.*, 2010 - Gu *et al.*, 2011) et l'aluminium (Arzaghi, 2010).

Différents modèles existent pour modéliser le comportement d'un polycristal :

- Taylor,
- VSPC -Visco Plastic Self Consistent - (Molinari *et al.*, 1987 - Lebensohn & Tomé, 1993),
- FFT polycristal - Fast Fourier Transform - (Lebensohn, 2001 - Lebensohn *et al.*, 2012),
- les éléments finis (Kumar & Dawson, 1995 - Quey *et al.*, 2011).

Ces modèles ont été succinctement présentés dans le chapitre bibliographique. Le code VPSC a la particularité de prendre en compte l'effet de forme des grains. La topologie du matériau n'est pas prise en compte. Le code FFT polycristal permet quant à lui de représenter les hétérogénéités dans les grains. De par la notion de transformée de Fourier, les joints de grains et ce qui se passe en surface du grain sont mal représentés. Pour finir, des modèles utilisant les éléments finis permettent de discrétiser correctement les grains mais la quantité de déformation est limitée à cause de la distorsion des éléments.

5.1.1 Principe

Le code numérique de fragmentation de grain de Tóth *et al.* (2010) est basé sur un code de Taylor. C'est-à-dire que la déformation appliquée à chaque grain est identique à la déformation macroscopique. La fragmentation est générée par la courbure du réseau. L'origine de la courbure n'est pas complètement connue. Des travaux récents de Lebensohn ont été conduits pour valider cette hypothèse en utilisant le modèle VP-FFT (2008). Un polycristal (ensemble d'orientations aléatoires) est discrétisé dans un volume de $64 \times 64 \times 64$ orientations. Un grain central (d'orientation « cube surface » est quant à lui

discrétisé par douze anneaux concentriques (figure 5.1a). Cela permet de conserver la trace de l'évolution moyenne de la désorientation par rapport au centre du grain. Une déformation en cisaillement simple de 1.0 est imposée au polycristal.

Une première simulation dans laquelle chaque anneaux possède le même écrouissage H a été réalisée. La figure 5.2a représente la rotation de l'orientation cristallographique de chacun des 12 anneaux par rapport à l'orientation initiale du grain. On peut remarquer que les rotations des anneaux extérieurs (en bleu) sont inférieures aux anneaux intérieurs (en rouge). L'extérieur du grain est donc ralenti par rapport à la rotation du centre du grain. Cela est cohérent avec l'hypothèse de Tóth *et al.* (2010). La figure 5.1b montre la désorientation moyenne après $\gamma = 1$ dans les différents anneaux. La partie extérieure du grain est la plus affectée en termes de déformations et rotations, à cause de l'interaction avec les grains voisins.

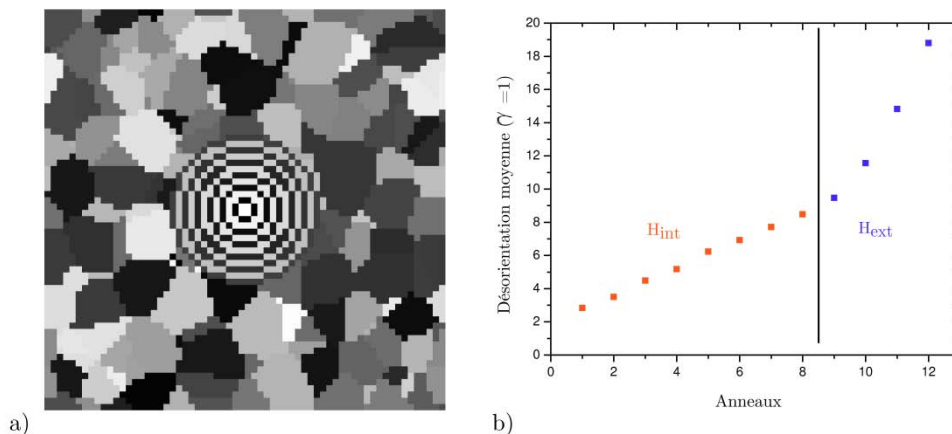


FIG. 5.1 – a) Section 2D d'un polycristal 3D montrant le grain central ayant une orientation cube-surface, partitionné en 12 domaines concentriques et b) Désorientation moyenne se développant dans chaque domaine concentrique.

Considérant cela, une seconde modélisation a été réalisée en prenant en compte cet aspect. Ainsi, l'effet de la plus grande densité de dislocations souvent observée dans la partie externe du grain a été pris en compte en imposant un écrouissage dans les 4 anneaux externes deux fois supérieur aux 8 anneaux centraux ($H_{ext} = 2 \times H_{int}$). La figure 5.2b montre que dans l'un cas d'une différence d'écrouissage entre le centre et l'extérieur du grain, la différence de rotation est encore plus prononcée que précédemment (figure 5.2a). Cet écart atteint 13° . L'effet des joints de grains sur le ralentissement de la rotation est plus important lorsque l'extérieur du grain possède une densité de dislocations supérieure (écrouissage plus élevé) par rapport au centre du grain.

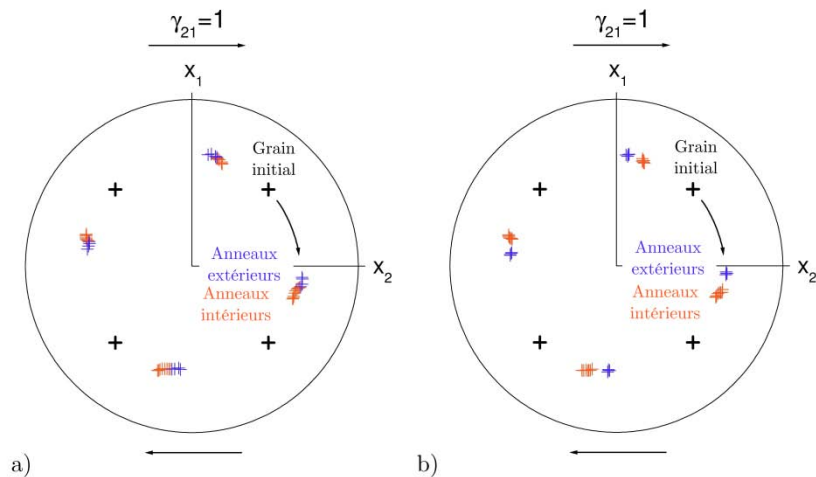


FIG. 5.2 – Représentation de la rotation du réseau dans le repère de l'échantillon en supposant a) un écoulement constant dans le grain central et b) un écoulement deux fois supérieur dans la partie externe du grain.

La rotation du grain est donc ralentie par le grain voisin. Dans le modèle développé par Tóth *et al.*, deux zones sont considérées dans le grain : une zone proche du joint de grain (affectée par le ralentissement de la rotation du réseau) et une zone au centre du grain (non affectée). Un paramètre, assimilable à un coefficient de frottement μ , est intégré au modèle pour ralentir la rotation aux joints. Ce paramètre peut être considéré comme un paramètre d'ajustement mais permet de capter le principe du modèle.

Le code numérique est construit de telle façon qu'un grain se fragmente en 27 dès qu'une désorientation de plus de 5° est présente à cause de la courbure du réseau. Chaque grain est donc représenté par un cube (figure 5.3). Ce dernier, sous l'effet de la fragmentation, se subdivise en 27 nouveaux grains à la manière d'un « Rubik's cube ». Le code numérique comportait au départ 3 « étages » de fragmentation (soit $27 \times 27 \times 27 = 19683$ nouveaux grains au maximum). La taille de grains minimale atteignable est définie par $d_0/27$. En conséquence, dans cette nouvelle version, un étage supplémentaire a été ajouté pour permettre d'atteindre une taille de grain plus petite, soit $d_0/81$.

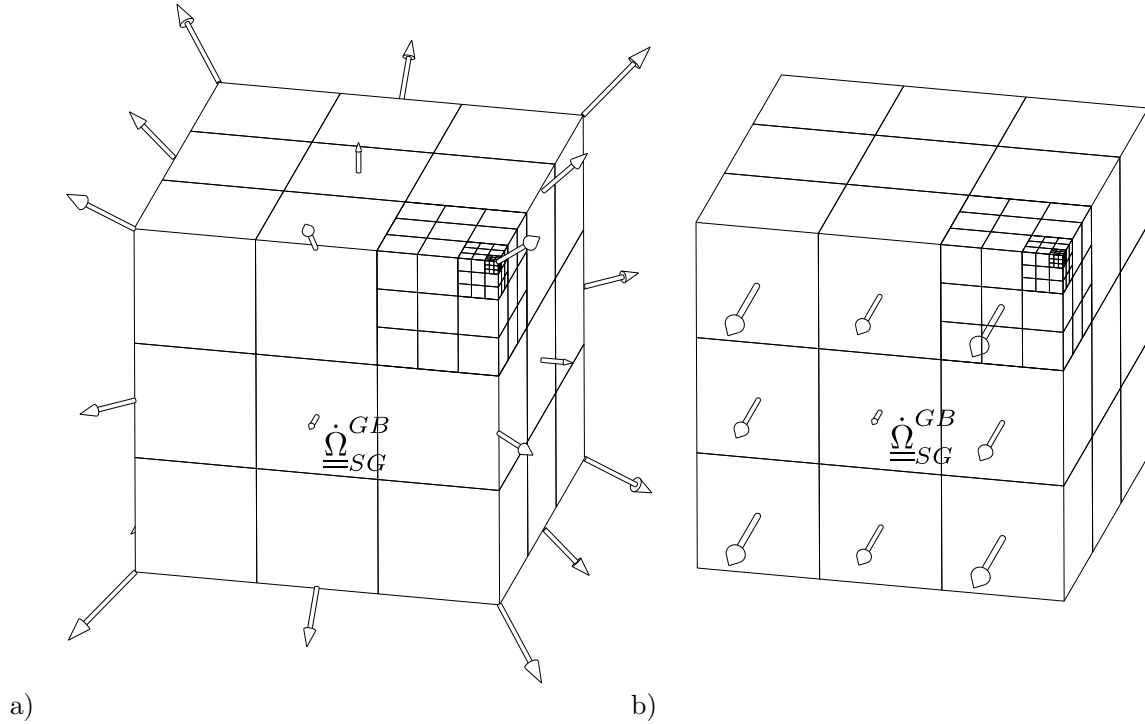


FIG. 5.3 – Représentation de la fragmentation dans un grain. Les flèches représentent la direction de la rotation supplémentaire a) en fonction de la direction et b) commune à toutes les parties du grain.

Dans la version originale du modèle, la vitesse de rotation du réseau d'un sous-grain a été définie comme suit (Tóth *et al.*, 2010) :

$$\underline{\underline{\dot{\Omega}}}_{SG} = \underline{\underline{\dot{\Omega}}}_G + \underline{\underline{\dot{\Omega}}}_{SG}^{GB} \quad (5.1)$$

où $\underline{\underline{\dot{\Omega}}}_G$ et $\underline{\underline{\dot{\Omega}}}_{SG}^{GB}$ sont la vitesse de rotation du réseau du grain et du sous-grain au joint de grain.

$\underline{\underline{\dot{\Omega}}}_{SG}^{GB}$ a été défini par :

$$\underline{\underline{\dot{\Omega}}}_{SG}^{GB} = -\text{sign} \left[\underline{\underline{\dot{\Omega}}}_G \cdot \underline{\underline{n}}_{GB}^{(res)} \right] \left| \sin \alpha \right| \left| \underline{\underline{\dot{\Omega}}}_G \right| \frac{\underline{\underline{n}}_{GB}^{(res)}}{\left| \underline{\underline{n}}_{GB}^{(res)} \right|} \quad (5.2)$$

où $\underline{\underline{n}}_{GB}^{(res)}$ est la normale résultante au joint de grain pour chaque sous grain. Cette relation permet d'assigner une direction de rotation différente suivant la position du sous grain dans son grain parent. Récemment, une seconde formulation est définie (Toth & Gu, 2013) et adoptée dans le présent travail :

$$\underline{\underline{\dot{\Omega}}}_{SG} = \underline{\underline{\dot{\Omega}}}_G + \underline{\underline{\dot{\Omega}}}_{SG}^{GB} = \underline{\underline{\dot{\Omega}}}_{Taylor} (1 - \mu \cdot n_{GB}) \quad (5.3)$$

où n_{GB} est le nombre de grains voisins ($n_{GB} = 1, 2, 3$) du sous grain. Une valeur limite du coefficient μ se dégage comme étant $1/3$ où $\dot{\underline{\Omega}}_{SG} = 0$.

5.1.2 Cas d'une orientation

Comme il a été vu dans le précédent chapitre, la fragmentation d'un grain est fortement influencée par son orientation initiale. Un jeu de trois orientations a été sélectionné pour étudier ce processus. Les orientations choisies sont récapitulées dans le tableau 5.1. Le grain A correspond à une orientation cube-surface, le grain B à une orientation proche de la composante idéale D2 des textures de torsion BCC et le grain C est une orientation quelconque.

	Grain A (0°, 0°, 0°)	Grain B (56°, 45°, 0°)	Grain C (110°, 20°, 20°)
D1	56.6°	60.0°	27.0°
D2	56.6°	1.3°	42.2°
E1	56.6°	30.0°	53.7°
E2	56.6°	30.0°	19.0°
F	45.0°	56.0°	58.7°
J1	56.6°	35.5°	51.1°
J2	56.6°	35.5°	37.3°

TAB. 5.1 – Récapitulatif des orientations choisies et leur désorientation avec les composantes idéales.

Le matériau modélisé est un acier IF. Le comportement de l'écroissage a été ajusté pour déterminer les coefficients du modèle basé sur l'évolution des dislocations dans les murs et cellules d'un grain (Tóth *et al.*, 2002). Ce modèle a été brièvement présenté dans le chapitre bibliographique. Une modification a été apportée concernant une contrainte initiale critique τ_0 dans la relation de Taylor qui lie la densité de dislocations dans les murs ρ_w et les cellules ρ_c à la contrainte résolue de référence τ_w^0 et τ_c^0 :

$$\begin{cases} \tau_w^0 = \tau_0 + \alpha G b \sqrt{\rho_w} \\ \tau_c^0 = \tau_0 + \alpha G b \sqrt{\rho_c} \end{cases} \quad (5.4)$$

où α est une constante, G est le module d'élasticité en cisaillement, b est le vecteur de Burgers. Dans un premier temps, l'écroissage expérimental utilisé provient de la littérature (Petryk *et al.*, 2008). Le modèle a été utilisé pour représenter le laminage asymétrique et publié dans deux articles (Lapovok *et al.*, 2012 - Orlov *et al.*, 2013). Dans

le but d'améliorer la représentation de l'écroissage à notre matériau, ces paramètres ont été affinés. Le résultat de la comparaison entre la mesure et la simulation est présenté sur la figure 5.4. Les paramètres sont synthétisés dans le tableau 5.2.

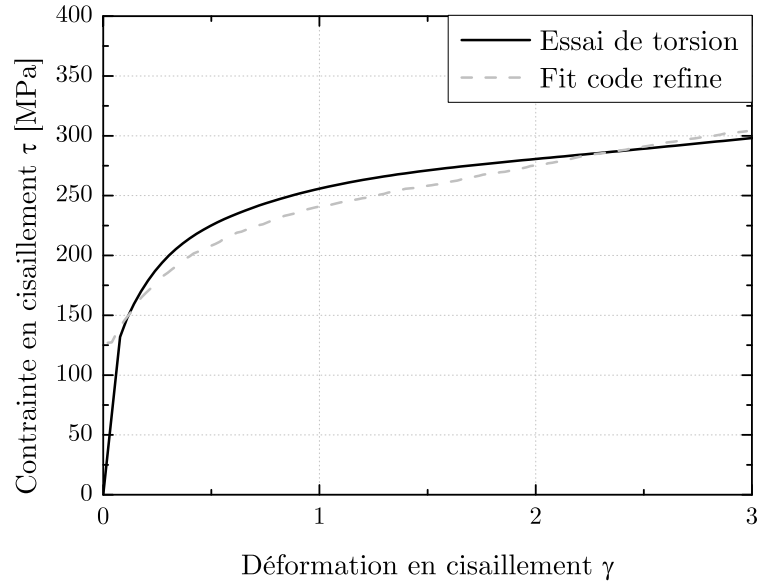


FIG. 5.4 – Comparaison entre la courbe d'écroissage de l'acier IF réalisée par un essai de torsion et avec le code d'affinement.

Paramètres	Valeurs	Paramètres	Valeurs
$\rho_w^{(t=0)}$ [m^{-2}]	1.0×10^{14}	G [MPa]	81 000
$\rho_c^{(t=0)}$ [m^{-2}]	2.5×10^{14}	b [m]	2.46×10^{-10}
f_0	0.25	K	30
f_∞	0.06	α^*	0.015
$\tilde{\gamma}$	3.2	β^*	0.007
$\dot{\gamma}_0$	1.0	ξ_1	0.1
m	20	ξ_2	0.05
n	50	k_0	4.1
α	0.25	τ_0 [MPa]	80

TAB. 5.2 – Tableau récapitulatif des paramètres d'écroissage utilisés.

Les plans et normales de glissement utilisés sont (110) <111> et (112) <111>. Dans le but de simuler un essai HPTT, le gradient de vitesse imposé est de la forme :

$$L = \begin{pmatrix} 0 & \dot{\gamma} & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad (5.5)$$

où $\dot{\gamma}$ est la vitesse de cisaillement égal à 0.1 s^{-1} . La déformation totale est représentante du côté intérieur du tube après une rotation de 30° , soit $\gamma = 6.5$ (Chapitre 2). Dans un premier temps, le coefficient de « frottement » utilisé est égal à 0.33 (soit la valeur maximale). Dans le but de visualiser la fragmentation dans un grain, il est possible de représenter des cartes d'orientations. Pour cela, un plan de coupe doit être choisi dans le cube. Le plan utilisé est représenté sur la figure 5.5.

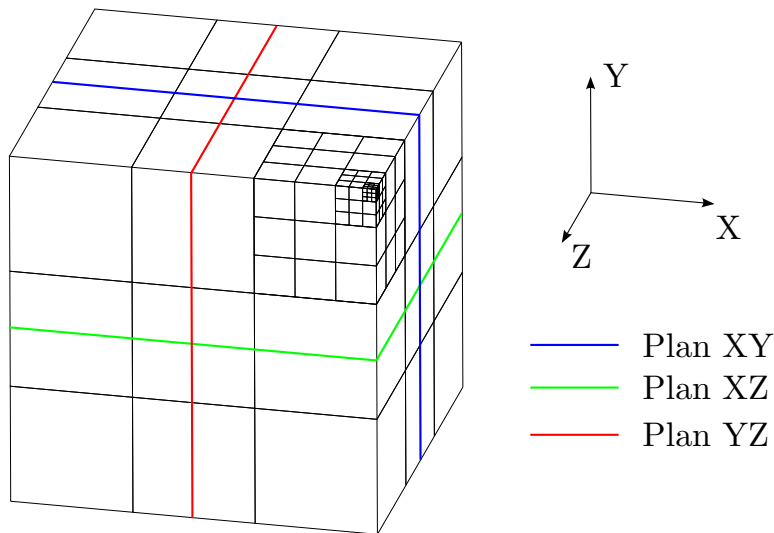


FIG. 5.5 – Schéma des plans de découpe pour les carte d'orientations.

Les cartes d'orientations sont tracées pour les trois grains A, B et C sur la figure 5.6. Deux plans de coupe sont utilisés : au milieu du grain et sur la face avant ayant la normale dans la direction z . On peut tout d'abord noter que le grain B, qui possède une orientation initiale proche d'une orientation idéale, ne se fragmente pas. Il ne fait que changer légèrement son orientation au cours de la déformation. En revanche, les deux autres grains A et C se fragmentent. Le grain central du grain A ne se fragmente pas alors qu'il l'est pour le grain C. On peut donc conclure que l'orientation initiale a une influence sur le processus de fragmentation.

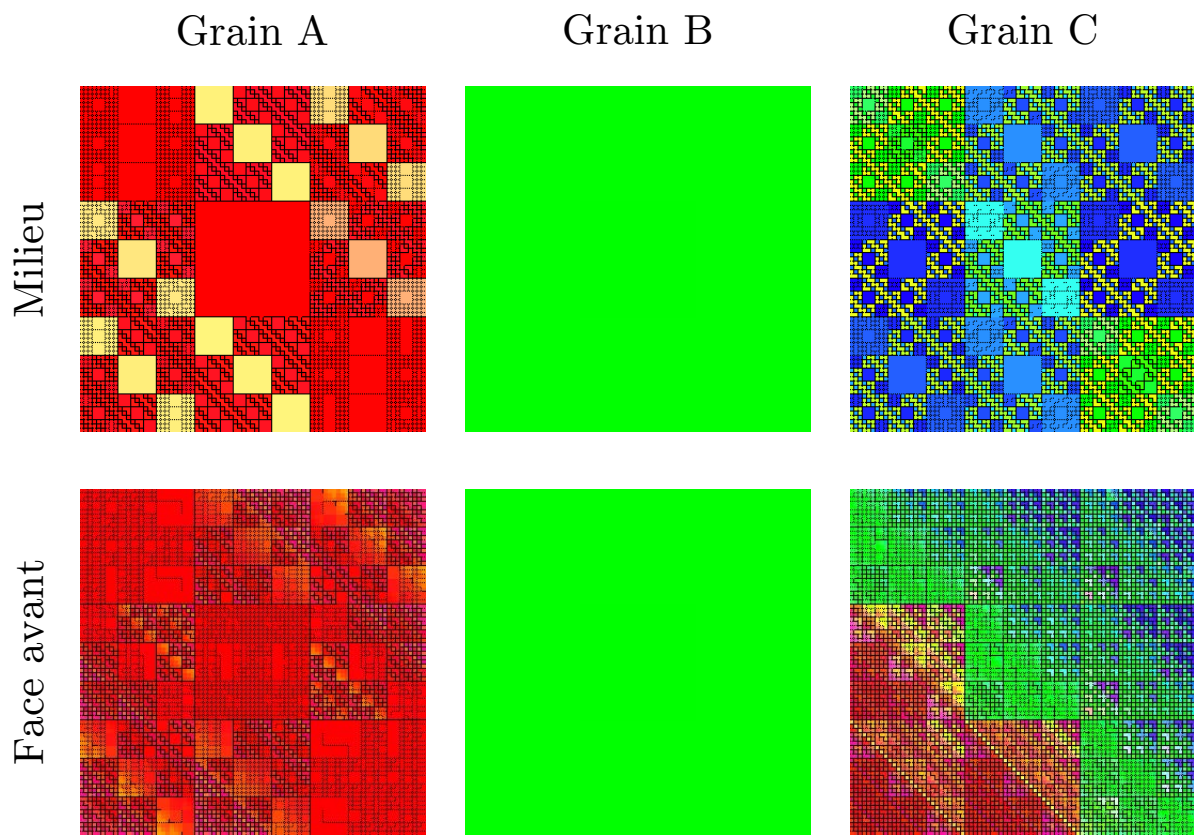


FIG. 5.6 – Cartes d'orientations des grains A, B et C, après une déformation de $\gamma = 6.5$ dans le plan de coupe XY au milieu et sur la face avant du cube.

La figure 5.7 illustre le mouvement de l'orientation du grain central dans le grain initial C durant la déformation en cisaillement. L'orientation évolue beaucoup au cours du procédé HPTT (i.e. cisaillement). L'orientation ne se dirige pas directement vers une position idéale. Comme il a été précisé dans le chapitre précédent, le cisaillement n'est pas un mode de déformation où la texture s'intensifie avec l'augmentation de la déformation à cause de la nature divergente du champ de vitesse de rotation. En conséquence, une orientation se dirige vers une position idéale puis s'en écarte lorsque la déformation augmente à nouveau.

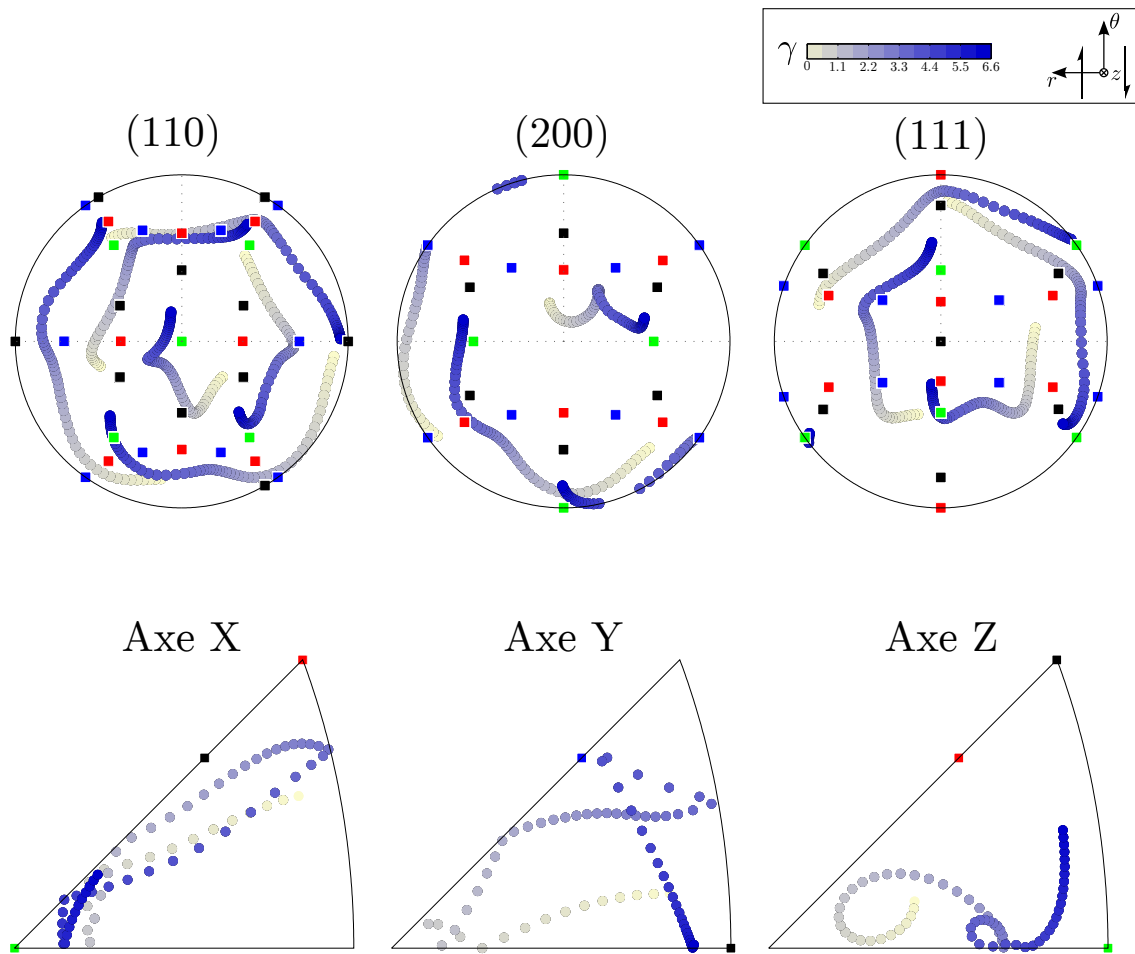


FIG. 5.7 – Evolution de l'orientation de la partie centrale du grain C en fonction de la déformation imposée (voir barres de niveaux) dans le repère de l'échantillon (figures de pôles) et dans le repère du cristal (figures de pôles inverses).

Le comportement macroscopique d'un polycristal est la moyenne du comportement de chaque grain. Ces derniers se comportent différemment sous une déformation donnée comme l'illustre la figure 5.8. Cela est causé par la fragmentation, l'orientation initiale, la taille de grains initiale, différentes pour chaque grain.

L'objectif principal de ce modèle est d'étudier l'affinement de la microstructure. La figure 5.9 illustre la modélisation de la taille de grains et de cellules en fonction de la déformation avec $\mu = 0.3$. La taille de cellules est calculée à partir de l'évolution de la densité de dislocations (Estrin *et al.*, 1998 - Tóth *et al.*, 2002) discutée dans le chapitre bibliographique. Les trois grains étudiés ont une taille de grains initiale de $80 \mu\text{m}$. La taille finale est égale à $1.05 \mu\text{m}$ après une déformation équivalente de 4.

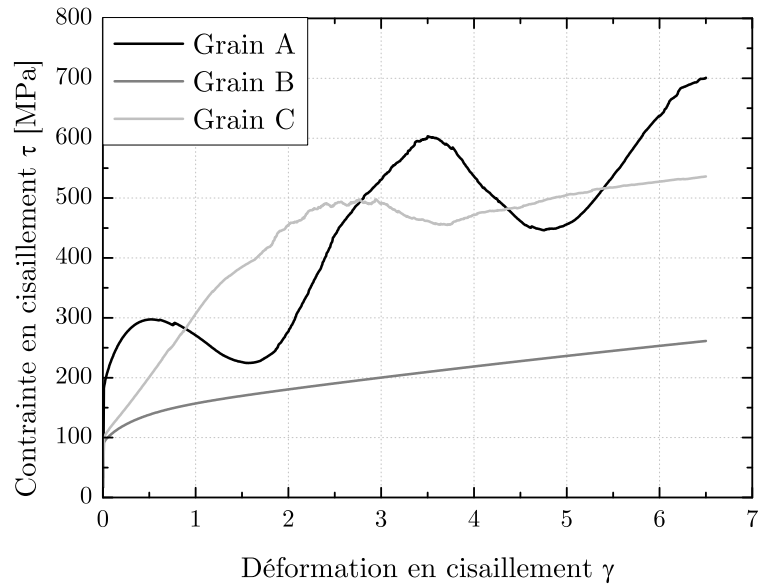


FIG. 5.8 – Courbes d'écouissage pour les trois orientations étudiées.

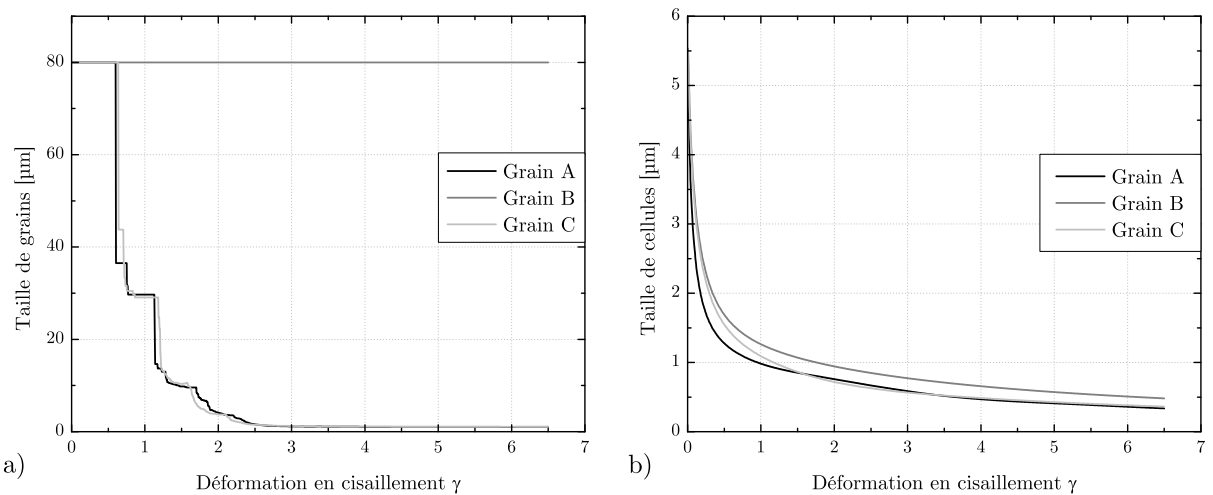


FIG. 5.9 – Tailles de cellules et de grains pour les trois orientations étudiées.

Le paramètre de courbure μ permet de faire varier le taux d'affinement puisque la rotation de la paroi externe du grain est plus ou moins ralentie en fonction de sa valeur. La figure 5.10 illustre les différences d'affinement en fonction de la valeur de μ pour le grain C. Pour une même déformation, la taille de grains finale varie de 33 μm à 1.05 μm pour des valeurs de μ allant de 0.05 à 0.33.

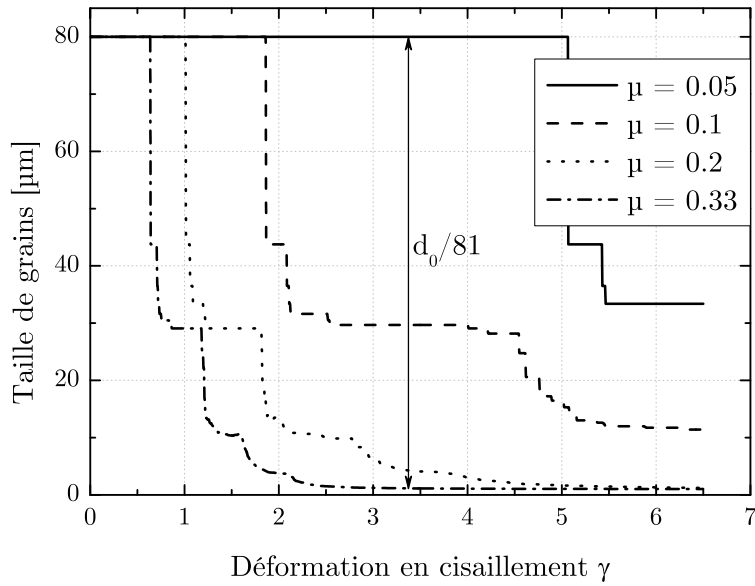


FIG. 5.10 – Tailles de grains moyennes pour le grain initial C en fonction de différents coefficients de courbure.

Comme on peut le voir sur la figure 5.10, la taille de grain minimum atteinte est de 1.05 µm pour une taille initiale de 80 µm. Cela correspond à l'affinement maximal disponible par le modèle, soit, $d_0/81$. Le modèle limite géométriquement l'affinement. Pour éviter ce problème, il a été décidé de supprimer l'étage 4 et le remplacer avec un autre schéma; lorsque les sous-grains de l'étage 3 sont tous fragmentés (figure 5.11), une procédure « d'homogénéisation » est réalisée. L'orientation et la densité de dislocations du grain « rouge » est calculée comme étant la moyenne des orientations des sous grains de cet étage 3. La densité de dislocations géométriquement nécessaire et la courbure du réseau sont réinitialisées à zéro.

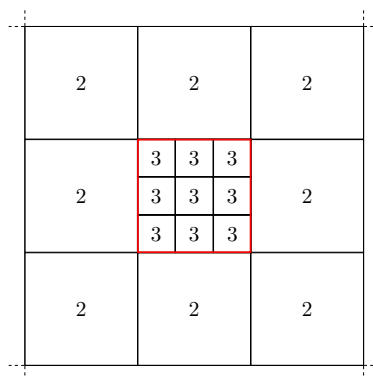


FIG. 5.11 – Représentation de l'homogénéisation des grains d'un étage 3 à l'intérieur de grains de étage 2.

Il n'est donc plus possible aux grains fragmentés à l'étage 3 de descendre d'un étage (étage 4) comme le montre la figure 5.12.

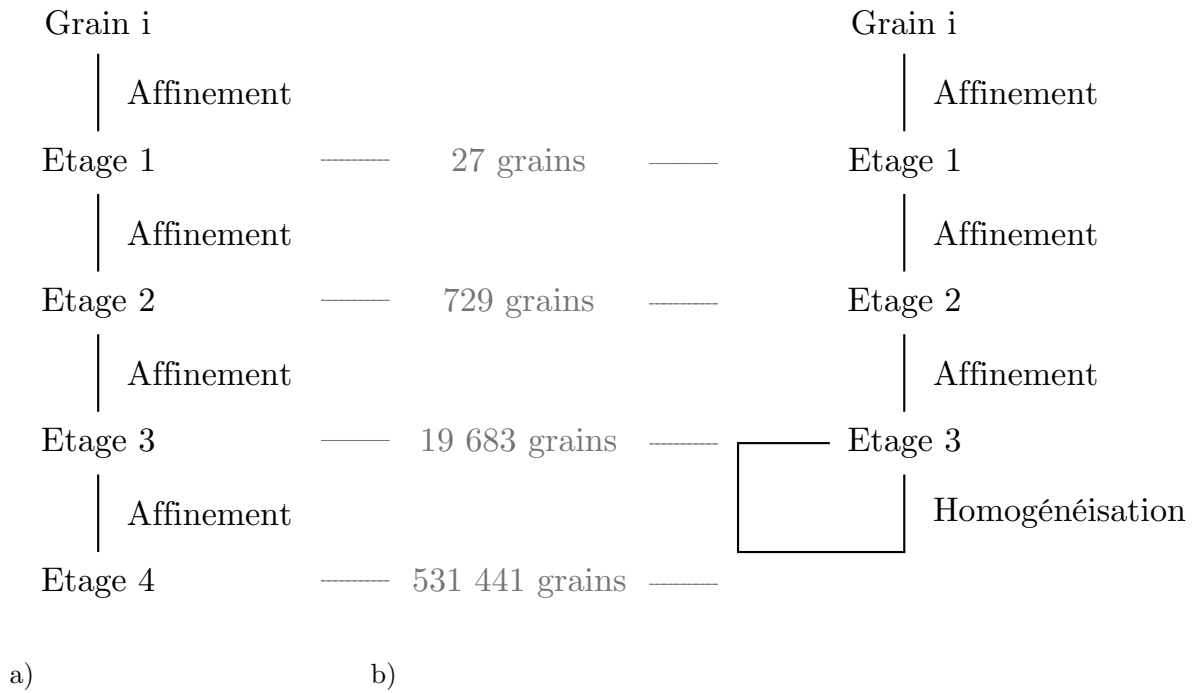


FIG. 5.12 – Organigramme du déroulement du code d'affinement pour un grain a) classique et b) avec homogénéisation.

Dans ce schéma d'homogénéisation la taille du sous-grain n'est pas liée directement à son "étage" de fragmentation puisque une fois l'étage 3 atteint, l'orientation du grain est réinitialisée (homogénéisée). La taille du sous-grain de l'étage 3 est alors calculée de la façon suivante :

$$d_{\text{sous-grain}} = \frac{d_0}{27 \times 3^{n-1}} \quad (5.6)$$

où d_0 est la taille de grain initiale et n est le nombre de fois que l'homogénéisation a eu lieu. La taille moyenne de grain est définie par l'expression :

$$\bar{d}_{3D} = \frac{d_0}{N^{1/3}} \quad (5.7)$$

où N est le nombre de nouveaux sous-grains dans ce grain initial. Cette moyenne est basée sur le volume du grain; elle est donc volumétrique. Pour comparer les tailles de grains simulées avec des données venant d'une mesure EBSD, il faut calculer la taille de grain moyenne pour une section 2D. Pour cela, on considère un grain de géométrie

sphérique et on calcule le diamètre moyen de sa section 2D. On obtient la formule suivante :

$$\bar{d}_{EBS D} = \bar{d}_{3D} \sqrt{\frac{2}{3}} \quad (5.8)$$

Pour éviter un affinement illimité des grains, il a été définie que lorsque la taille de grains est égale à la taille de cellules de dislocations, les grains ne se fragmentent plus. Des mesures de densité de dislocations (présentées en annexe E) en collaboration avec l'École des Mines de Saint-Etienne montrent que la densité de dislocations est homogène aux très grandes déformations. Il ne peut ainsi y avoir de différence d'écroutissage entre le centre et la région des joints de grains. Par conséquent, la courbure du réseau est stoppée. La figure 5.13 illustre la taille de grains en fonction de la déformation pour les deux modes d'affinement (4 étages et 3 étages + homogénéisation. La taille de grains minimale accessible est maintenant inférieure à $d_0/81$. Dans cette configuration la taille obtenue est de 300 nm, avec une très bonne concordance avec la taille limite mesurée.

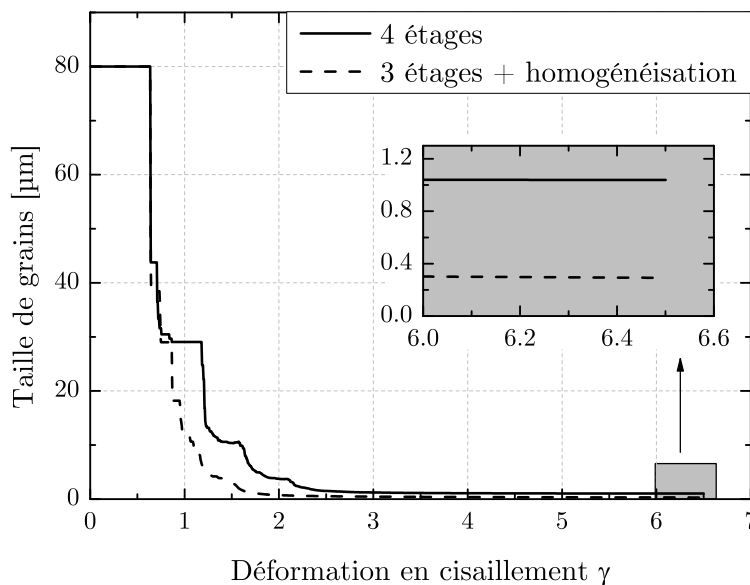


FIG. 5.13 – Taille de grains moyenne pour le grain initial C utilisant le code à 4 étages et le code d'homogénéisation bouclant sur le 3^{ème} étage.

5.1.3 Modélisation d'un polycristal

Les simulations sur des grains uniques nous permettent de comprendre le comportement individuel d'un grain au cours de la déformation. Pour connaître le comportement global d'un polycristal, il est nécessaire d'effectuer des simulations pour

un nombre important de grains. Un ensemble de 500 grains est jugé suffisant pour obtenir de bons résultats. Le modèle d'affinement permet d'obtenir différentes grandeurs comme l'écroûissage, la taille de grains et la distribution de la taille de grains.

Comme nous l'avons vu précédemment, le coefficient de courbure μ représente le ralentissement de rotation du réseau aux joints de grains. Il permet d'augmenter ou non l'intensité de l'affinement.

Une déformation en cisaillement de 6.5 est simulée pour représenter la déformation sur le côté intérieur du tube durant une rotation de 30° avec HPTT. Une texture initiale aléatoire a été générée avec une taille de grains moyenne de $80 \mu\text{m}$ (suivant une loi log-normale).

La figure 5.14 représente la taille de grains pour différents coefficients μ . L'augmentation de ce coefficient entraîne une distorsion du réseau plus importante qui permet une fragmentation plus rapide. Expérimentalement, une taille d'environ 400 nm a été obtenue pour une rotation de 30° sur le côté intérieur par HPTT (figure 4.13 du chapitre 4). On remarque, dans un premier temps que la taille minimale atteinte est de $1.5 \mu\text{m}$ pour $\mu = 0.3$ (soit presque la valeur maximale possible par le modèle - $1/3$).

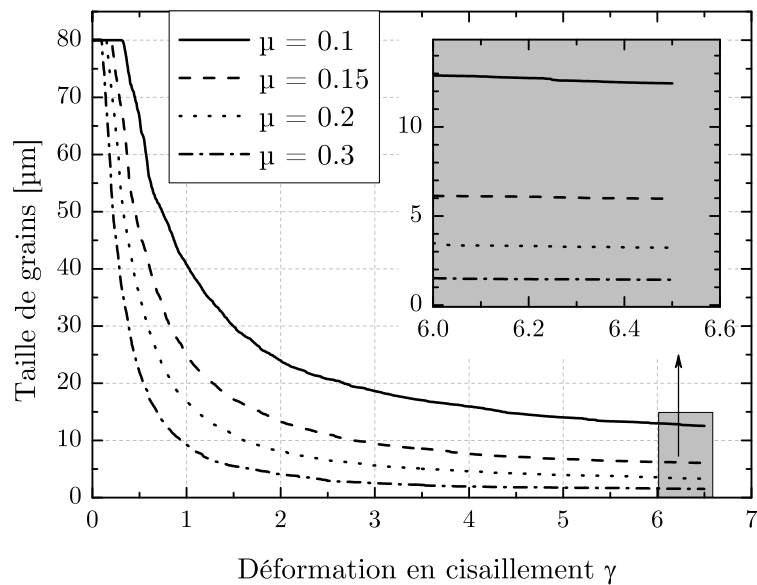


FIG. 5.14 – Taille de grains en fonction de la déformation pour différents coefficients de courbure pour $\gamma = 6.5$.

Ces tailles de grains semblent relativement élevées. Pour comprendre, il est important d'observer la distribution de la taille de grains (figure 5.15a). On remarque que le pic principal se situe, pour les différents coefficients de courbure, entre 300 et 500

nm. La distribution expérimentale relevée est proche de ces distributions. Plus le coefficient μ est important, plus la distribution se décale vers les tailles de grains petites. La taille de grains relevée sur la figure 5.14 est en apparente contradiction avec la distribution présentée sur la figure 5.15a. Cela est causé par un deuxième pic de fréquence à des tailles plus élevée (figure 5.15b). Une intensité autour de 5 μm est présente. L'existence de ce pic est très importante sur la taille finale calculée puisque cela dépend de l'aire sous la courbe. On remarque que cette taille de 5 μm est située juste avant l'étage 3 ($d_0/27$), soit le niveau auquel l'homogénéisation se produit. Des grains semblent ainsi «bloqués» à cet étage. Le critère, auquel l'homogénéisation apparaît, pourrait être assoupli.

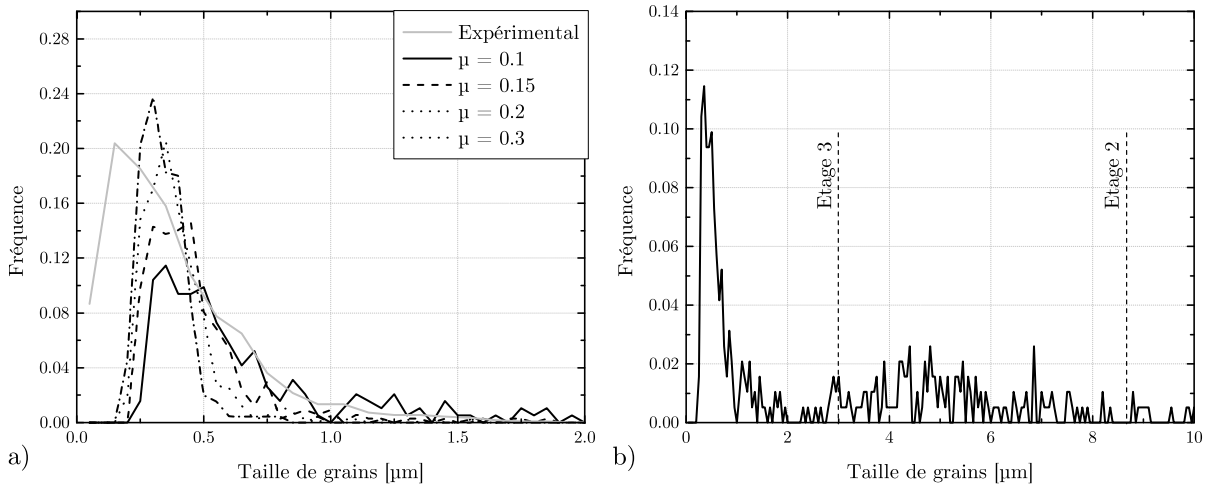


FIG. 5.15 – Distribution de la taille de grains a) pour les différents coefficients de courbure pour $\gamma = 6.5$ et b) pour $\mu = 0.1$ avec une échelle plus importante.

La distribution des désorientations grains-à-grains est représentée pour différentes valeurs de courbure sur la figure 5.16. On remarque un pic très élevé aux faibles désorientations (5-10°). La distribution expérimentale est également tracée pour l'échantillon déformé à 30° de rotation par HPPT. L'intensité maximale aux faibles désorientations est moins accentuée. Il faut noter que ces calculs sont réalisés avec la vitesse de rotation du réseau de la relation 5.3 (pas de prise en compte de la direction du sous-grain dans son grain parent). Cette modification avait été apportée pour représenter une direction privilégiée des axes de désorientations dans le repère macroscopique. En revanche, aux grandes déformations, il a été vu dans le chapitre 4, que ces axes n'ont plus de direction privilégiée lorsque la fragmentation a eu lieu. Un exemple de calcul avec $\mu = 0.3$ en utilisant la relation 5.2 est illustré sur la figure 5.16 (

$\mu = 0.3$ V1). On remarque que le pic aux faibles désorientations diminue et se rapproche du résultat expérimental.

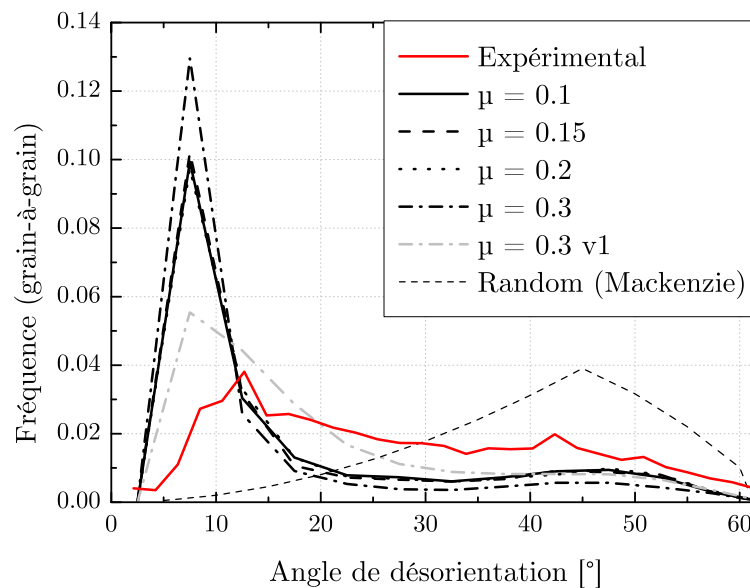


FIG. 5.16 – Distribution des désorientations grains-à-grains pour les différents coefficients de courbure pour $\gamma = 6.5$.

La contrainte d'écoulement est simulée à partir de l'équation 5.4 et est représentée sur la figure 5.17. La courbe expérimentale est également tracée pour comparaison. Un accord relatif est observé entre la courbe expérimentale et la modélisation avec le paramètre $\mu = 0.1$. Un adoucissement de la contrainte est remarqué avec l'augmentation du coefficient μ . En effet, l'affinement plus important causé par une grande distorsion du réseau entraîne une réduction de la production de dislocations géométriquement nécessaires (GND) car les GND sont annulées lors de la naissance d'un nouveau grain. La densité de dislocations contrôle directement la contrainte d'écoulement (équation 5.4) et entraîne la diminution de cette dernière. Concernant la courbe avec le paramètre $\mu = 0.2$, on remarque une saturation de la contrainte probablement causé par une production nulle de GND. La taille de grains sur la figure 5.14 semble saturée.

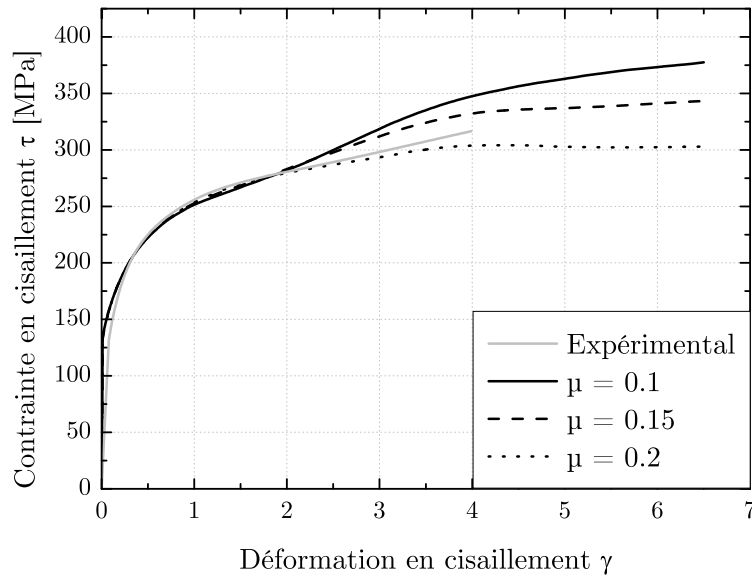


FIG. 5.17 – Courbes contrainte-déformation pour les différents coefficients de « frottement » en fonction de la déformation.

La simulation des textures est un point important de la modélisation puisqu'elle permet de comprendre les phénomènes agissant durant la déformation plastique. Le modèle d'affinement est basé sur un code polycristallin de type Taylor. La modélisation des textures aux très grandes déformations est délicate puisque la microstructure évolue de façon conséquente durant le chargement imposé. Les modèles autocohérents sont efficaces pour modéliser la texture car ils prennent en compte le voisinage des grains mais deviennent moins opérants lorsque la déformation est très importante. Le changement de microstructure est très important durant la fragmentation dans les procédés SPD.

Pour prendre en compte la forte évolution de microstructure durant le chargement, la fragmentation des grains du modèle d'affinement peut permettre de représenter la texture de façon correcte. La figure 5.18 représente les figures de pôles modélisées pour différentes valeurs de μ . On remarque pour tous les cas, une texture de cisaillement bien identifiée. Il n'y a, en revanche, pas de réelle évolution en fonction de μ . La déformation de $\gamma = 6.5$ est très importante, mais les composantes idéales de cisaillement sont bien représentées. La figure 5.19 représente les figures expérimentales mesurées par RX et EBSD. L'aspect est différent et les textures simulées se rapprochent visuellement plus des mesures EBSD. Dans tous les cas, les composantes de cisaillement sont présentes.

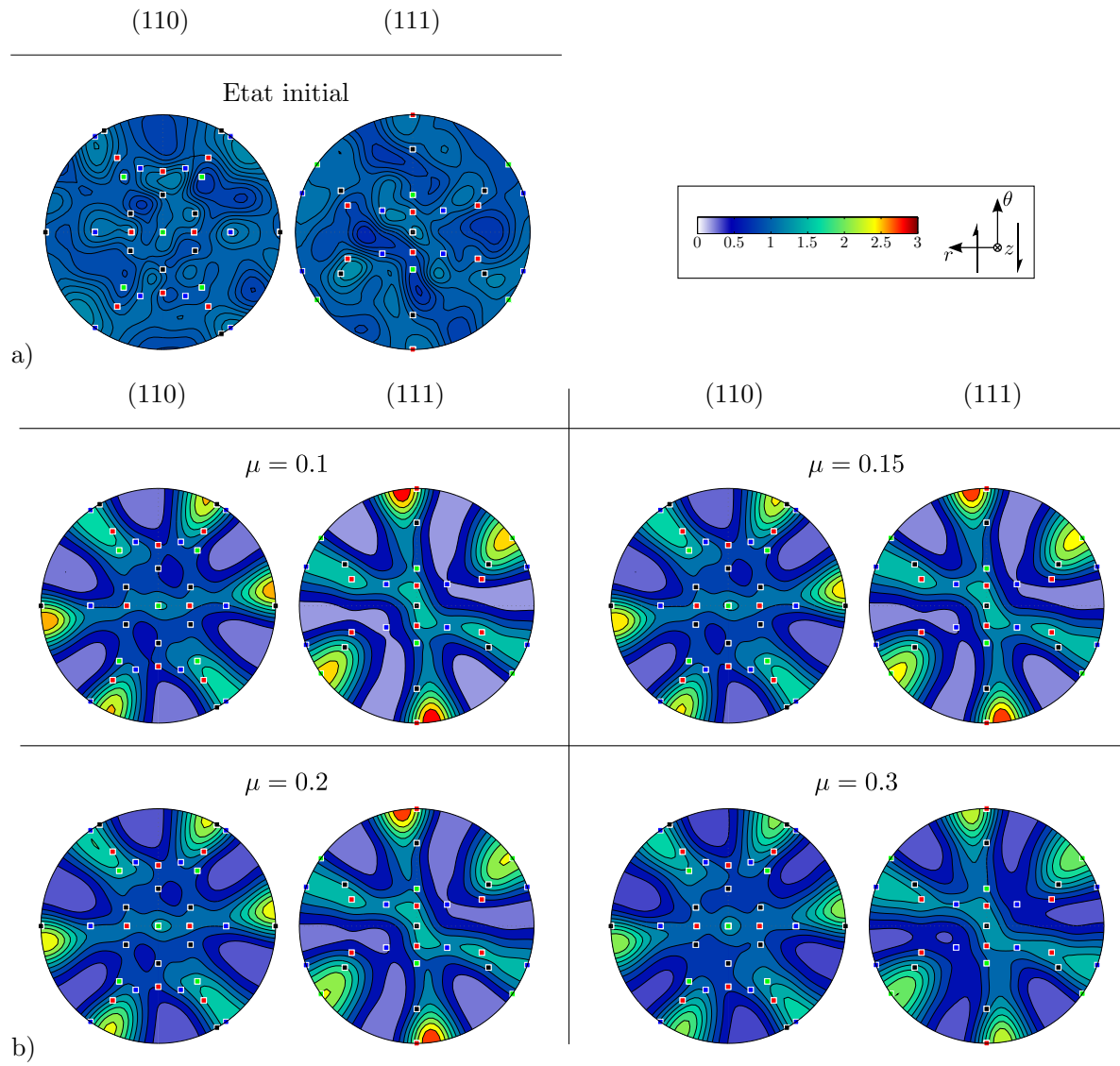


Fig. 5.18 – Figures de pôles modélisées avec le modèle d'affinement pour une déformation $\gamma = 6.5$ et 500 grains initiaux.

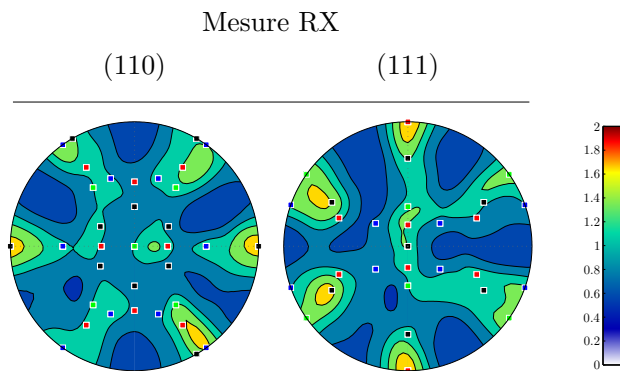


Fig. 5.19 – Figures de pôles recalculées à partir des mesures RX pour l'échantillon déformé à 30° sur le côté intérieur. Le repère est identique à la figure 5.18.

L'aspect différent des figures de pôles est relatif au regard des indices de texture relevés (figure 5.20). L'état initial possède un indice de texture aléatoire soit égal à 1. On remarque que plus l'affinement est important (haute valeur de μ et plus l'indice est faible). Ces valeurs ne sont que très peu éloignées de celle correspondante à la mesure expérimentale.

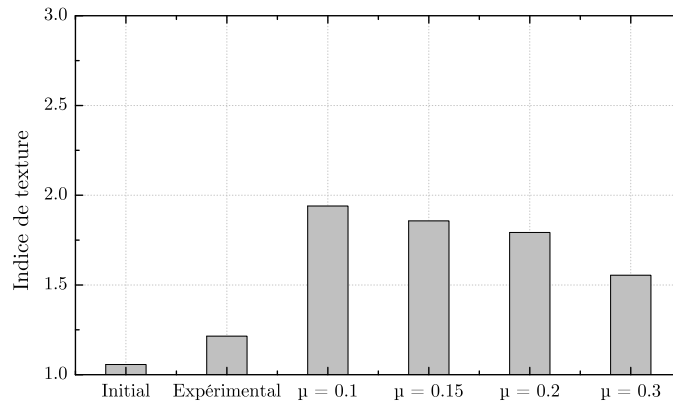


FIG. 5.20 – Indices de texture des figures de pôles simulées avec le modèle d'affinement en fonction du coefficient de courbure pour $\gamma = 6.5$.

Ce modèle est très intéressant mais néglige d'autres modes de fragmentation comme le maillage, les macros et micros bandes de cisaillement. Les résultats observés sont tout de même cohérents et permettent de reproduire dans une certaine mesure le comportement du polycristal sous de très grandes déformations. Nous avons remarqué que certaines orientations (proches des orientations idéales) ne se fragmentent pas. Expérimentalement il a été observé que toute la microstructure s'affine durant le procédé. On peut expliquer cette défiance du modèle de la manière suivante :

La loi viscoplastique du glissement relie la contrainte de cisaillement résolue à la vitesse de déformation par la relation :

$$\tau_r^{(s)} = \tau_0^{(s)} \left(\frac{\dot{\gamma}_r}{\dot{\gamma}_r^{(0)}} \right)^m \quad (5.9)$$

où m est le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation. La viscosité macroscopique du métal est très faible à la température ambiante. Si on utilise la valeur macroscopique de m , les grains seront bloqués près des orientations idéales où la fragmentation est stoppée. Mais il existe une autre interprétation de la relation 5.9 qui a été proposée par Arminjon (1991) et étudiée en profondeur par Hariz (2000) et Hariz & Tóth (1999). Il s'agit d'une régularisation de la loi de Schmidt, où le paramètre m n'est

pas un paramètre de viscosité mais un paramètre d'arrondissement du critère de Schmid conduisant à une surface de plasticité arrondie. Pour $m = 1$, la surface est elliptique et pour m approchant zéro, la surface approche le polyèdre de Bishop et Hill. Cela veut dire que, si on accepte cette deuxième théorie, on peut faire varier le paramètre m pour arrondir la surface de plasticité. Il a été montré par Tóth *et al.* (1988) que l'arrondissement de la surface conduit à une rotation non-nulle des orientations idéales de la texture du cisaillement. Cela permet les grains tourner davantage et donc se fragmenter. Par exemple, nous avons vu que le grain B cité précédemment ne se fragmente pas avec une valeur de 0.05. En revanche, une valeur plus élevée égale à 0.25 lui permet de s'affiner durant la déformation comme l'illustre la figure 5.21.

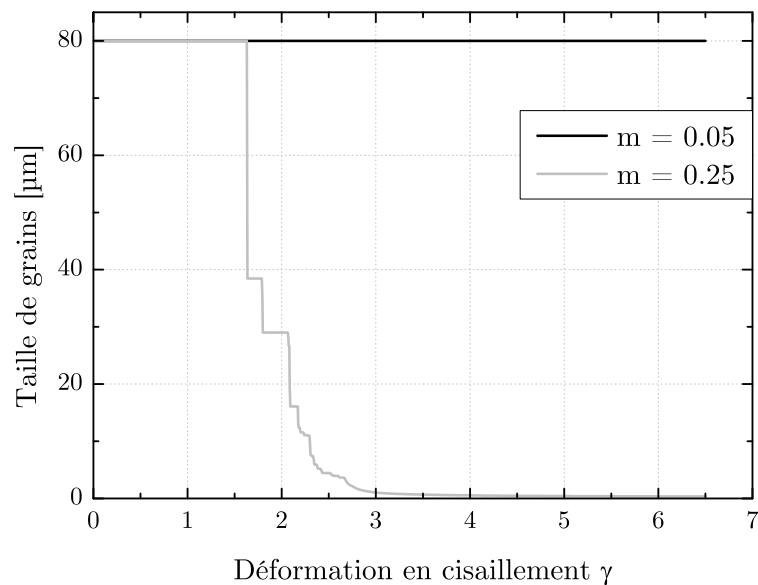


FIG. 5.21 – Taille de grains en fonction de la déformation pour deux valeurs de m pour le grain B.

Nous avons vu que la prise en compte de la fragmentation dans le code polycristal est très important pour représenter les grandeurs comme la taille de grains, sa distribution, la texture cristallographique.

En revanche, la microstructure ne s'affine pas indéfiniment. Théoriquement, le cas extrême serait une amorphisation de la microstructure; c'est-à-dire qu'il n'y a plus de réseau cristallographique dans le matériau. En pratique, cet état ne peut être atteint avec les procédés SPD. La déformation plastique ne suffit pas à amorphiser le matériau. Usuellement, l'amorphisation est réalisée par un traitement thermique très rapide. Dans le cas des SPD, une taille limite de la microstructure se dégage. La partie suivante consiste à déterminer les paramètres influençant cette limite.

5.2 Taille limite de grain

L'affinement de la microstructure est indéniable durant le procédé HPTT. En revanche, la taille de grains ne diminue pas indéfiniment et une limite est observée. Dans le but de déterminer cette limite d'affinement avec le procédé HPTT, le matériau sera du cuivre pur car sa contrainte d'écoulement est moins élevée que l'acier IF utilisé précédemment. Cela permet tout d'abord de ne pas endommager les outils et ainsi déformer plus fortement le matériau pour atteindre cette limite.

5.2.1 Effet de la vitesse de déformation

Comme il a été vu dans le chapitre bibliographique, des relations ont été développées pour définir la taille de grain comme le modèle de Bouaziz *et al.* (2010) basé sur la diffusion des atomes dans les grains :

$$d_c = \left(\frac{D_{GB} b}{\dot{\gamma}} \right)^{1/3} \quad (5.10)$$

où D_{GB} est le coefficient de diffusion aux joints de grains, b est le vecteur de Burgers et $\dot{\gamma}$ est la vitesse de déformation. Cette relation montre que la vitesse de déformation a un rôle important dans la détermination de la taille de grains. En revanche, le coefficient de diffusion varie en fonction de la température, ainsi la taille de grain évolue en conséquence. Il a précédemment été vu que la taille limite de grain évolue en fonction de la température (Vorhauer *et al.*, 2005). Nous allons montrer que cette relation ne permet pas d'obtenir des tailles de grain réalistes.

Des essais ont été réalisés avec le procédé HPTT sur des échantillons de cuivre CUA1 (Cu pur 99.9%) recuits à 450°C pendant 1 heure, ayant une taille de grain initiale de 14 μm . Pour les différentes mesures, les échantillons sont polis mécaniquement en utilisant des papiers de polissage de granulométrie jusqu'à 4000. Cela est suivi d'un polissage avec une solution d'alumine de 3 μm puis 1 μm . Un polissage final électrolytique termine la préparation avec une solution d'acide nitrique 33% et de méthanol 67%. La figure 5.22a représente l'état initial de l'échantillon de cuivre (avant déformation). La texture est aléatoire.

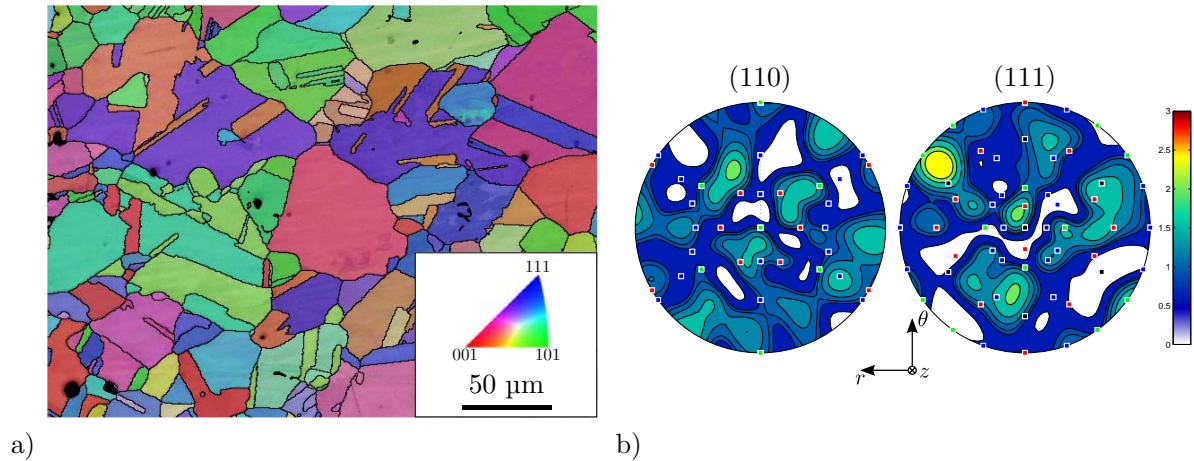


FIG. 5.22 – a) Carte EBSD et b) figures de pôle à partir des mesures EBSD de l'échantillon de cuivre initial avant déformation.

Les essais ont été réalisés à température ambiante. Deux vitesses de déformations étaient considérées : 0.01 s^{-1} et 1 s^{-1} ; soit un rapport de 100. Si on considère la relation 5.10, un rapport de 4.6 doit être observé concernant la taille de grain.

La figure 5.23 représente les cartes EBSD réalisées sur les deux échantillons de cuivre déformés à $\bar{\gamma} = 23.5$ (soit une rotation de 180°). Cette déformation est suffisante pour atteindre une saturation de la taille de grain.

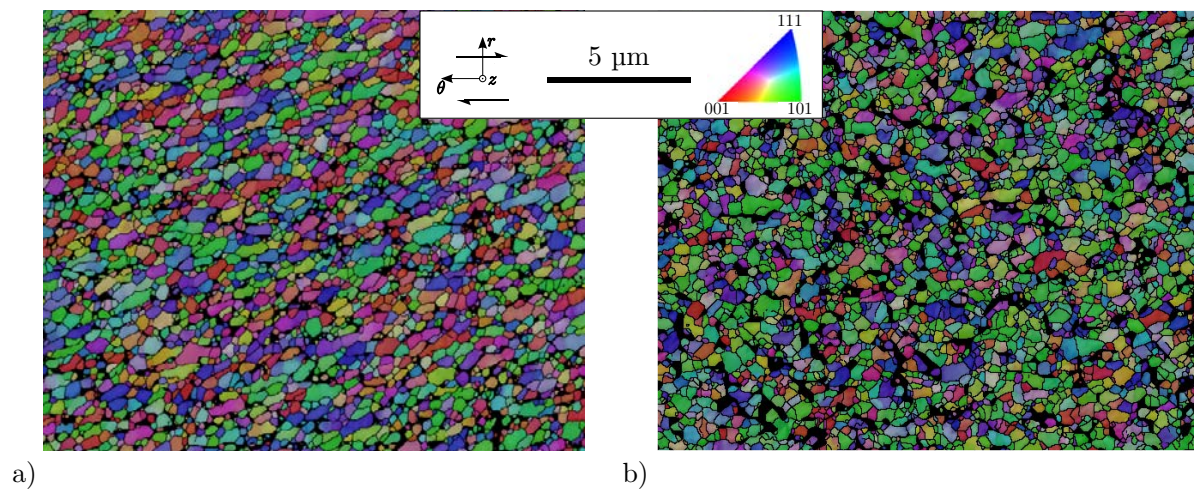


FIG. 5.23 – Cartes EBSD sur le côté intérieur du tube après une rotation de 180° pour une vitesse de déformation de a) 0.01 s^{-1} et b) 1 s^{-1} .

Les tailles de grain mesurées sont équivalentes (figure 5.24) puisqu'une taille de 270 nm est calculée (à 5° de désorientation) pour les deux échantillons ayant des vitesses de déformation différentes.

La vitesse de déformation n'est donc pas un paramètre influant dans la détermination de la taille limite à température ambiante. Différents travaux ont montré que la vitesse de déformation a un effet sur la taille limite à haute température : Al 3% massique Mg à 200 °C (Bachmaier *et al.*, 2010) ou AZ31 à 180 °C (Serre *et al.*, 2011).

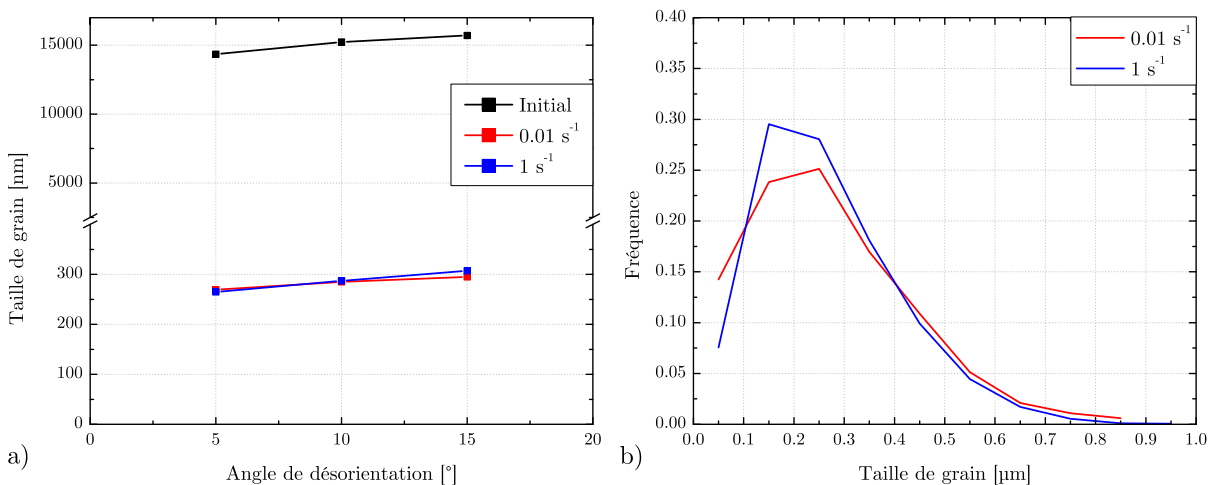


FIG. 5.24 – Taille de grain dans l'échantillon de cuivre déformé par HPTT à 180° de rotation à deux vitesses de déformation différentes (0.01 et 1 s⁻¹).

5.2.2 Saturation de la contrainte d'écoulement

Il est connu que lorsqu'un métal est déformé, sa contrainte d'écoulement augmente. C'est l'écrouissage du matériau (i.e. son durcissement). En revanche, lorsque le matériau est déformé plus intensément, cette contrainte va saturer pour atteindre une limite. Cet état stationnaire est un équilibre entre la production (écrouissage) et l'annihilation des dislocations.

Les très grandes déformations plastiques mises en jeu produisent de la chaleur. En revanche, on peut noter que l'annihilation des dislocations n'est pas dû à de la recristallisation causée par cette production de chaleur. La température atteinte dans l'échantillon est bien inférieure à celle nécessaire à la recristallisation. Un calcul analytique de la température dans l'échantillon est détaillé en annexe D.

Un échantillon de cuivre pur a été déformé jusqu'à ce que le couple sature. On a vu précédemment que la contrainte en cisaillement τ est directement liée au couple

mesuré. La figure 5.25a représente l'évolution du couple en fonction de l'angle de rotation. Le couple sature à 977 Nm. Cela correspond à une rotation de la matrice de 500° . En conséquence, il est possible d'évaluer la contrainte d'écoulement en cisaillement τ . Sur le côté intérieur, 500° de rotation correspond à une déformation en cisaillement γ de 108 (figure 5.25b). La contrainte en cisaillement correspondante (dîtes de saturation) est de 490 MPa.

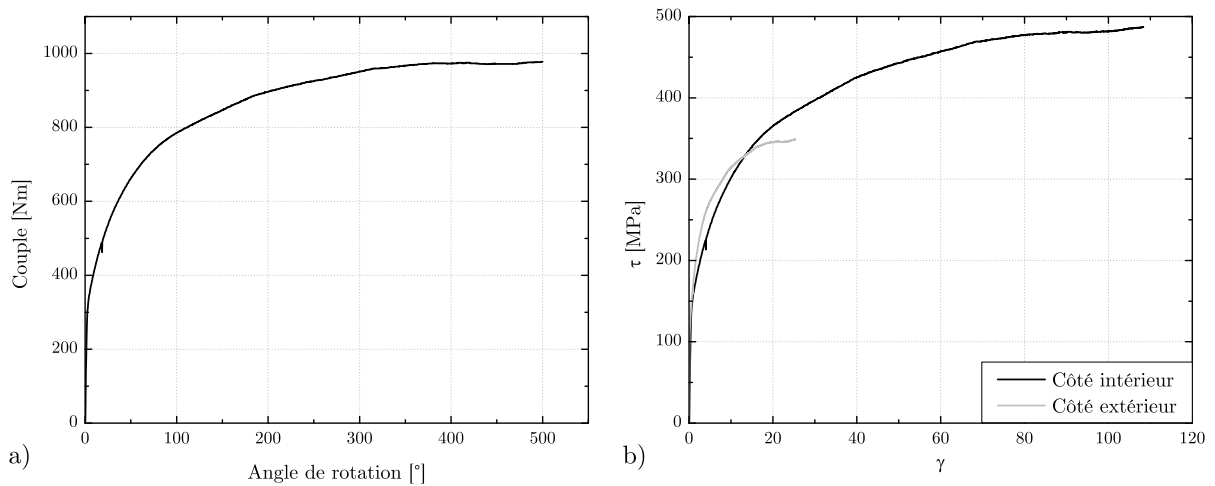


FIG. 5.25 – Courbes d'un échantillon de cuivre pendant HPTT a) du couple en fonction de l'angle de rotation et b) de la contrainte de cisaillement en fonction de la déformation en cisaillement.

Des mesures EBSD ont été réalisées pour déterminer la taille de grain à saturation sur le côté intérieur et extérieur du tube (figure 5.26). Les joints de grains sont définis à 5° de désorientation. Les grains sont parfaitement formés et équiaxiaux. La figure 5.27 illustre la fréquence des angles de désorientations. Les grains sur les deux côtés du tube ont une distribution proche de la distribution aléatoire. Les grains voisins sont fortement désorientés entre eux.

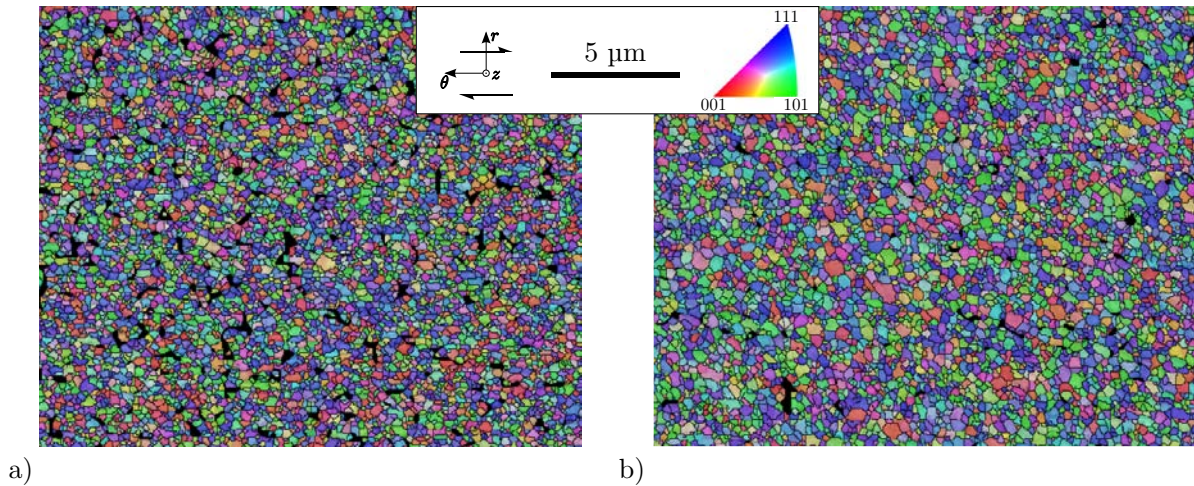


FIG. 5.26 – Cartes EBSD du cuivre déformé par HPTT à 500° de rotation sur a) le côté intérieur et b) le côté extérieur.

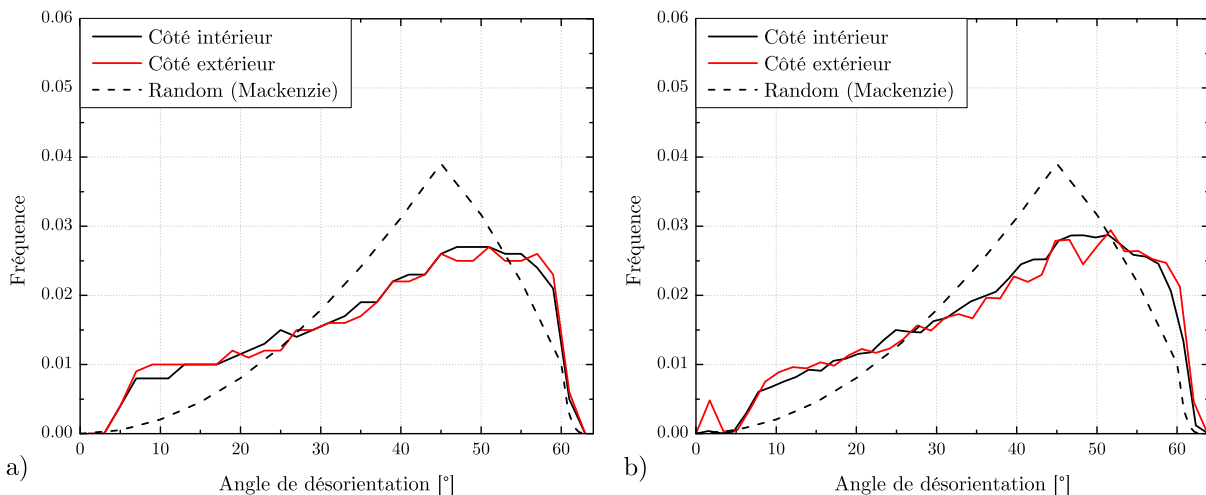


FIG. 5.27 – Comparaison de la distribution des désorientations (a) pixel-à-pixel et (b) grain-à-grain pour un échantillon de cuivre déformé par HPTT à 500° de rotation.

Le nombre de grains sur les cartographies EBSD est suffisant pour calculer les figures de pôles (6000 et 2000 grains détectés pour le côté intérieur et extérieur respectivement). Il n'est donc pas nécessaire de réaliser des mesures aux rayons X pour la texture. Les résultats sont présentés sur la figure 5.28. Les orientations idéales de cisaillement sont tracées pour un matériau CFC. (Cubique à Face Centrée). On observe une texture de cisaillement bien définie pour les deux surfaces étudiées (côté intérieur et extérieur du tube). Les indices de texture ne sont pas élevés au regard de la déformation en cisaillement appliquée ($\bar{\gamma} = 108$) puisque les valeurs sont seulement de 1.64 pour le côté intérieur et 1.62 pour le côté extérieur.

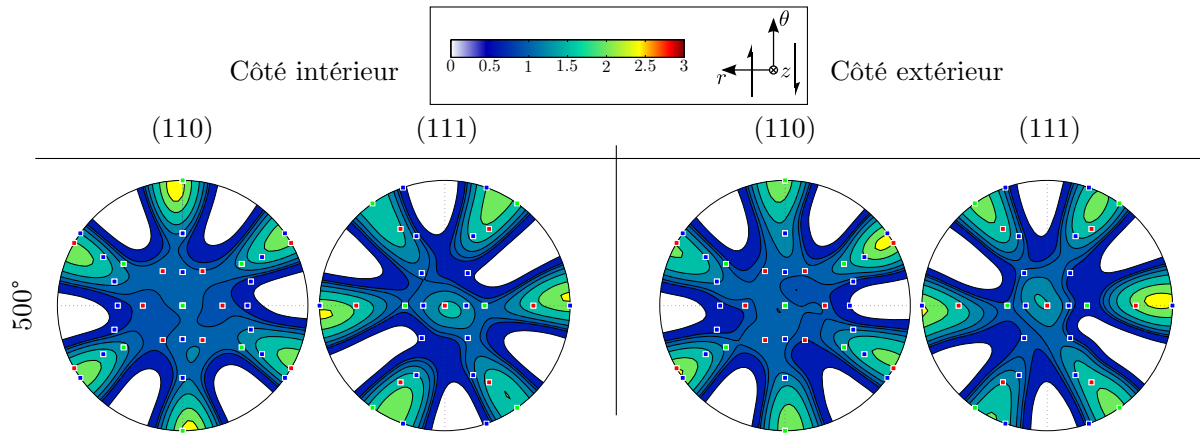


FIG. 5.28 – Figures de pôle de l'échantillon de cuivre déformé à 500° de rotation, recalculées à partir des données EBSD (θ est la direction de cisaillement).

Les tailles de grains ont été calculées à partir des mesures EBSD (figure 5.29). Un gradient dans l'épaisseur est observé mais ce n'est pas significatif. Les grains sont donc affinés de $17\ \mu\text{m}$ à une moyenne de $265\ \text{nm}$.

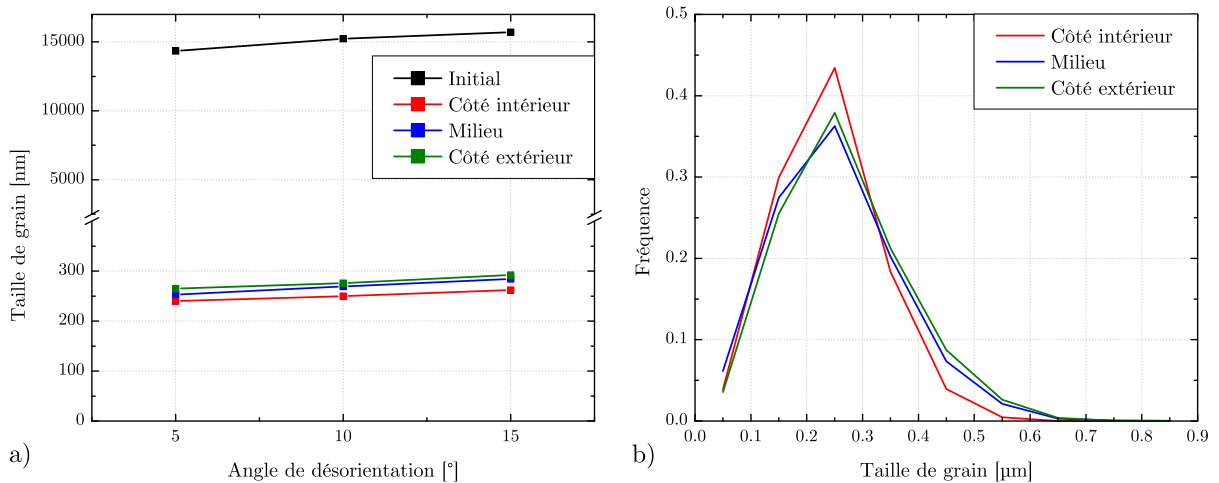


FIG. 5.29 – Taille de grains pour différents angles de désorientation à trois rayons du tube déformé à 500° de rotation.

Les axes de désorientation, correspondants aux mesures EBSD de la figure 5.3, sont représentés sur la figure 5.30. L'échantillon initial possède toujours des axes de désorientation par « paquet », correspondant aux grains recristallisés. Les représentations des axes sont équivalentes pour les deux mesures (côté intérieur et extérieur du tube). La densité d'axe est plus importante dans la direction z pour les

classes de 50° à 63° . Le graphe de distribution des angles de désorientation (figure 5.27) montre une fréquence plus importante des angles dans les classes de 40° à 60° .

La représentation des axes en sommant les intensités pour toutes les classes permet d'avoir une vue globale (figure 5.31). Ainsi, on remarque que la direction z n'est pas une direction privilégiée pour les axes de désorientation sauf pour les angles supérieurs à 50° . Comme il a été précisé précédemment, la microstructure est entièrement fragmentée et saturée. Les axes se disposent ainsi de façon relativement homogène.

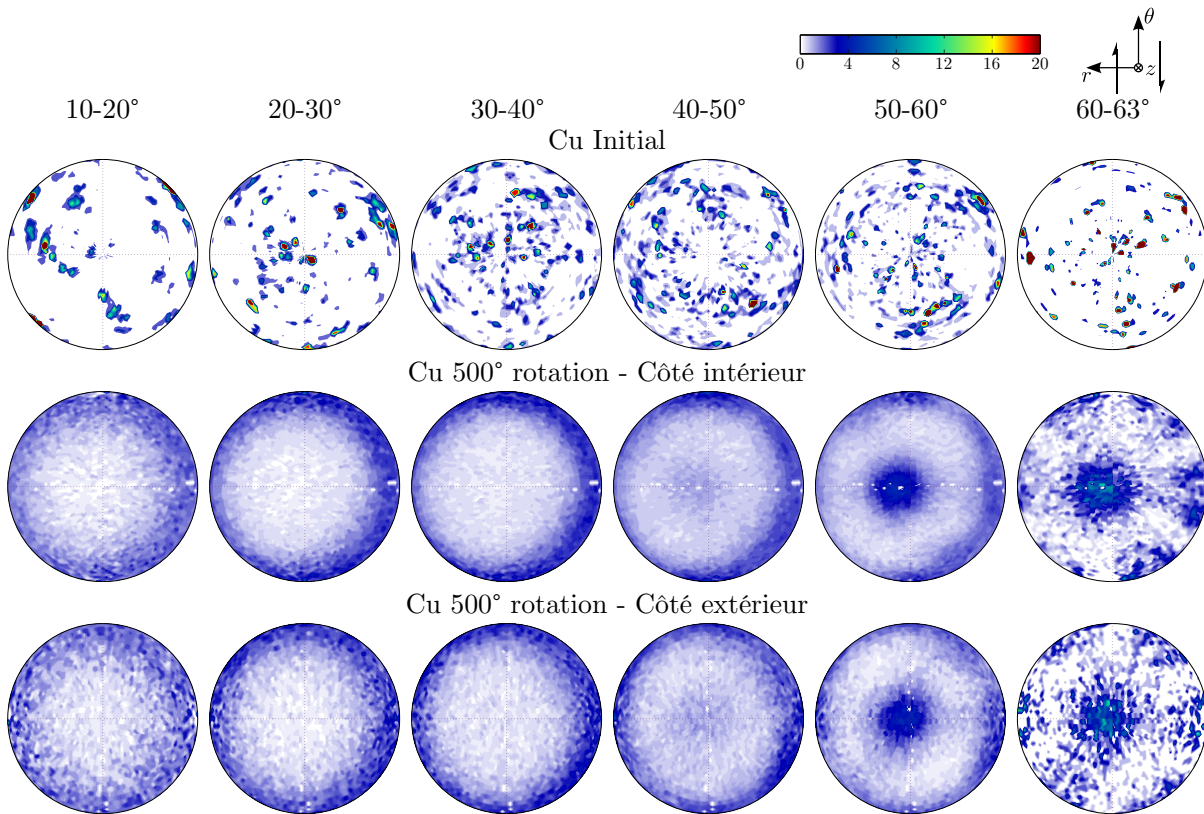


FIG. 5.30 – Représentation des axes de désorientation de l'échantillon de cuivre déformé par HPTT à 500° de rotation.

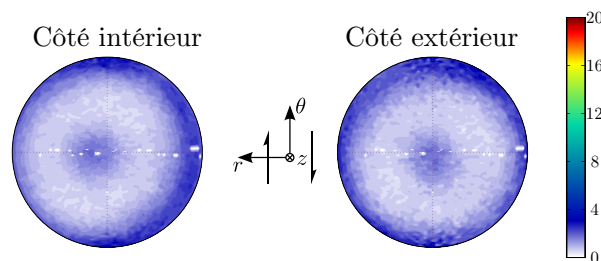


FIG. 5.31 – Somme des axes de désorientation pour tous les angles de désorientation sur les deux côtés du cuivre déformé à 500° de rotation par HPTT.

Une relation phénoménologique entre la contrainte d'écoulement et la taille de grain pour le régime stationnaire a été développée par Derby (1991, 1992) pour étudier la recristallisation dans le domaine de la déformation à chaud :

$$\sigma_s = \frac{A}{d_s^\alpha} \quad (5.11)$$

où σ_s est la contrainte d'écoulement et d_s est la taille de grain en régime stationnaire et α est une constante comprise entre 0.6 et 0.8. Cette loi est associée, sans différenciation, aux phénomènes :

- de recristallisation dynamique continue - CDRX (Belyakov *et al.*, 2002) : Phénomène composé de la création des joints de grains sans migration importante. Cet état est généralement observé à basses températures. Un état stationnaire de la contrainte d'écoulement est identifié (McQueen & Evangelista, 1988 - Kaibyshev *et al.*, 1993).
- de recristallisation dynamique discontinue - DDRX : Phénomène composé de la nucléation et grossissement de grains recristallisés entourés de joints de grains à forte désorientation. Une chute de la contrainte d'écoulement peut être identifiée lorsque la déformation dépasse une certaine déformation (McQueen & Evangelista, 1988). La microstructure obtenue est généralement bimodale. Cet état est généralement observé à températures élevées.

Durant le processus de fragmentation, des joints de grains à faibles désorientations vont se former et s'accroître pour devenir des joints à grands angles de désorientations (figure 5.27). Il en résulte une microstructure très fine constituée de grains (cristallites) entourés de leurs voisins par de grands angles de désorientation. Ce type de microstructure est donc formé par CDRX. Il est important de noter qu'il n'y a pas de nucléation ni de grossissement de grains durant ce processus. Les nouveaux grains créés ne proviennent pas de la nucléation mais de la subdivision du grain initial.

La figure 5.32 permet de visualiser la relation 5.11 pour différents matériaux. Cette figure a initialement été présentée par Derby (1992) pour établir une corrélation entre la contrainte d'écoulement en régime stationnaire et la taille de grain durant la recristallisation. Les données ajoutées proviennent pour le cuivre pur de l'étude réalisée précédemment (nommée sur la courbe : Pougis, 2013). Pour les autres matériaux, les données proviennent de la littérature (Wetscher *et al.*, 2005 - Vorhauer *et al.*, 2005 - Bouaziz, 2010 - Bachmaier *et al.*, 2010 - Arzaghi *et al.*, 2012). Les données correspondantes aux matériaux à grains ultrafins (UFG) sont positionnées dans

l'intervalle défini par Derby. Il semble donc clair que l'affinement de la microstructure peut être classifié comme un processus de recristallisation.

La droite rouge correspond à la régression linéaire des données ajoutées des matériaux UFG. L'équation de la droite est de la forme :

$$\frac{\sigma_s}{G} = \alpha \left(\frac{d_s}{b} \right)^\beta \quad \text{avec} \quad \begin{cases} \alpha = 0.44 \\ \beta = -0.47 \end{cases} \quad (5.12)$$

Le coefficient de corrélation est $R^2 = 0.92$. Le coefficient β correspond à la loi de Hall et Petch (1951 - 1953) utilisée dans le domaine de déformation à froid puisqu'on retrouve le terme $\sqrt{d_s}$ au dénominateur.

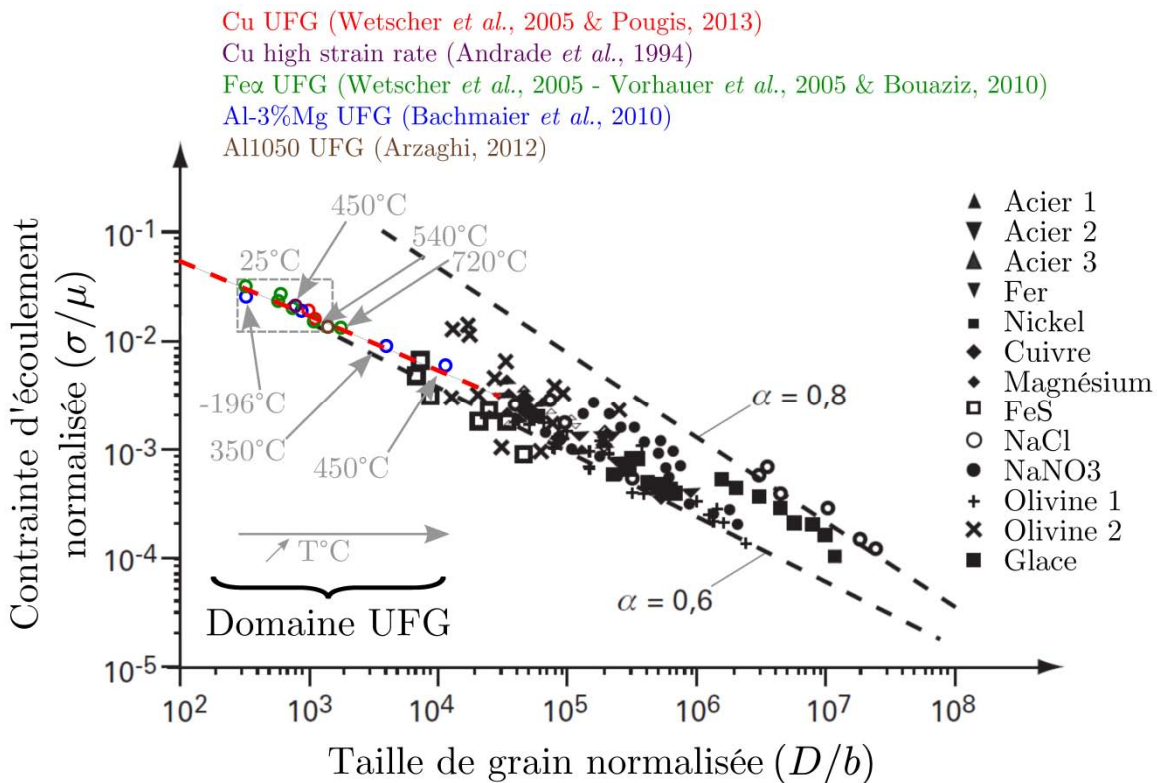


FIG. 5.32 – Relation de Derby entre la taille de grains moyenne et la contrainte d'écoulement normalisée associées à la recristallisation dynamique en régime stationnaire (Derby, 1992).

Par la suite, une analyse de la structuration des dislocations à partir de mesures obtenues en collaboration avec l'Ecole de Mines de Saint Etienne (annexe E) sera présentée. La distance entre deux dislocations peut être définie par la relation :

$$L = \sqrt{3/\rho} \quad (5.13)$$

où ρ est la densité de dislocations. Le nombre de dislocations dans un grain est exprimé par :

$$N = 3\left(d/L\right)^2 \quad (5.14)$$

où d est la taille de grain. Cette relation est valide en supposant une distribution homogène des dislocations dans le grain. Les résultats expérimentaux obtenus pour les deux matériaux sont synthétisés dans le tableau 5.3. Les valeurs correspondantes à la densité de dislocations et la taille de cristallites sont mesurées avec la technique des rayons X. Les cristallites peuvent être définies comme des domaines de diffraction cohérente. Peu de défauts sont présents à l'intérieur de ces domaines. La désorientation entre deux domaines cohérents peut être très faible. Il ne faut pas les confondre avec la notion de grain. La méthode et les résultats sont présentés dans l'annexe E.

Paramètres	Global	Grain	Cristallite par RX
α	0.25	-	-
b [m]	2.56×10^{-10}	-	-
τ [MPa]	500	-	-
d [nm]	-	270	24.5 ± 2
V [nm ³]	-	1×10^7	7700
ρ [m ⁻²]	-	$2.3 \times 10^{15} \pm 0.7$	$2.3 \times 10^{15} \pm 0.7$
L [nm]	-	36 ± 5	36 ± 5
N	-	169 ± 51	1.4 ± 0.2

TAB. 5.3 – Synthèse du calcul du nombre de dislocations N dans un grain UFG obtenu dans le cuivre déformé à saturation.

Le tableau 5.4 synthétise les valeurs de taille de grain, cristallite et densités de dislocations obtenus grâce à deux procédés de SPD différents relevés dans la littérature. Les tailles de grains obtenues avec le procédé ECAE sont légèrement inférieures à celles par HPTT. En revanche, les tailles de cristallite et densités de dislocations mesurées après le procédé HPTT sont bien inférieures à celles de la littérature.

Matériau	Procédé	d_{grains}	$d_{cristallites}$	ρ
		[nm]	[nm]	[10 ¹⁴ m ⁻²]
Cuivre pur	ECAP	200 - 220	64 - 75	21 - 26
	HPT	160	75	37 - 40
	HPTT	270	24.5	23

TAB. 5.4 – Comparaison de tailles de grain , taille de cristallites et densités de dislocation pour le cuivre relevés dans la littérature (Gubicza *et al.*, 2005 - Setman *et al.*, 2008 - Gubicza *et al.*, 2009 - Gubicza *et al.*, 2011) par rapport à HPTT.

On peut voir à partir de données mesurées que la longueur entre les dislocations correspond presque à la taille de domaine. En effet, une distribution homogène des dislocations dans un grain implique que la taille de domaine est égale à la distance entre dislocations.

Nous avons vu grâce à la technique d'analyse EBSD que la taille de grains minimale est de 270 nm (figure 5.29). Cependant, les mesures effectuées par diffraction des rayons X ont mis en évidence une taille de cristallites bien inférieure à cette valeur, soit 25 nm (tableau 5.3). On rappelle que ces deux méthodes ne livrent pas les mêmes types d'informations. Ces résultats ne sont donc pas contradictoires. Afin de valider ces résultats, nous avons mis en place une étude complémentaire utilisant la microscopie électronique à balayage. Afin de mettre en évidence la présence des faibles désorientations entre cristallites dans les grains, un détecteur QBSD (Quadrant Back Scattering Detector) a été utilisé. Il possède une résolution angulaire importante et est sensible à l'orientation cristalline et à la chimie du matériau. Étant donné que nous étudions un cuivre pur, on peut dire que les variations qui seraient observées proviennent d'une différence d'orientation. La résolution spatiale est, quant à elle, dépendante de la tension d'accélération et du matériau étudié.

La figure 5.33 représente deux images à fort grandissement de l'échantillon déformé à 500° de rotation par HPTT dans le plan de cisaillement. Sur ces images, nous confirmons la présence de grains fortement désorientés possédant une taille de l'ordre de 250 nm. De plus, à très fort grandissement (figure 5.33b), cette image met en évidence la présence de domaines faiblement désorientés ayant un diamètre moyen compris entre 20 et 40 nm. La figure 5.33b souligne la présence de ces domaines uniquement dans le grain « central » car son orientation par rapport au détecteur nous place dans des conditions d'observations optimales. Ce phénomène est également observé au sein des grains ayant une orientation proche. On peut raisonnablement penser que ces domaines correspondent aux cristallites de 30 nm mesurées par la technique des rayons X.

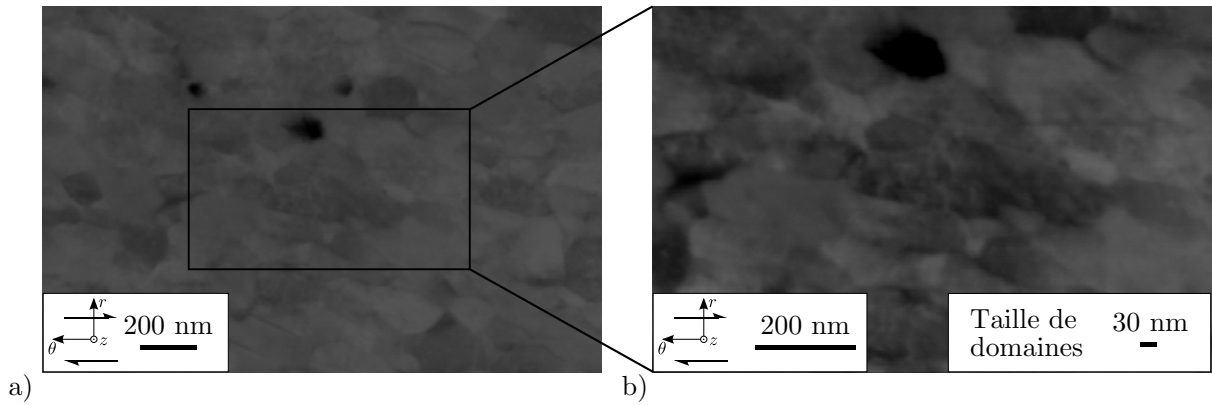


FIG. 5.33 – Images MEB (BSD) sous une tension d'accélération de 20kV et une distance de travail de 6.2 mm a) de l'échantillon de cuivre déformé à saturation et b) un zoom.

A partir des résultats présentés ci-dessus, on peut conclure qu'il n'y a plus de cellules de dislocations dans le matériau. Autrement dit, la taille de cellule est égale à la taille de grain. Néanmoins, la densité de dislocations est très grande. Il faut distinguer deux types de dislocations: les "statistiques" qui donnent pas une désorientation accumulée et les GND qui appartiennent au courbure du réseau. La quantité de ces dernières peut être estimée à partir de la courbure mesurée (Beausir & Fundenberger, 2011) par la technique EBSD. La méthode utilisée originalement a été proposée par Pantleon (2008). Ce type de dislocations permet d'accommoder les désorientations entre les zones dépourvues de dislocations. La figure 5.34 présente les cartes pour l'échantillon de cuivre déformé à saturation. On peut noter que les quantités calculées sont dépendantes de la préparation (polissage) et du pas de mesure par rapport à la taille de grain (Jiang *et al.*, 2013). Des intensités locales sont relevées dans quelques grains (légèrement plus sur le côté extérieur). On peut supposer qu'il reste une faible possibilité d'affinement de la microstructure. La densité de dislocations moyenne est de 1.4×10^9 sur le côté intérieur. On peut tout de même noter que la densité moyenne est très faible par rapport à la densité maximale mesurée ($2.3 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$) signifiant qu'il n'y a pratiquement plus de GND dans le matériau saturé. On peut comparer les valeurs de densité GND déterminées à saturation avec les valeurs mesurées à une déformation plus faible publiée par Gu *et al.* (2012) dans le même matériau. Ces auteurs ont relevé une densité GND moyenne de $4.38 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ pour $\gamma = 2$; ce qui est plus de 5 ordres de grandeur plus grand. On peut donc conclure que le processus d'affinement est stoppé à la taille limite car il n'existe plus de GND pour continuer la CDRX.

Une seconde hypothèse basée sur la mobilité des joints de grains peut être formulée. L'intensité maximum relevée sur les cartographies de la figure 5.34 de $1.2 \times 10^{16} \text{ m}^{-2}$ au maximum peut signifier qu'il reste une possibilité de fragmentation supplémentaire. L'état de stabilité (taille limite moyenne) est atteint lorsque l'augmentation de la taille de grains (par le déplacement des joints de grains) compense la diminution (fragmentation).

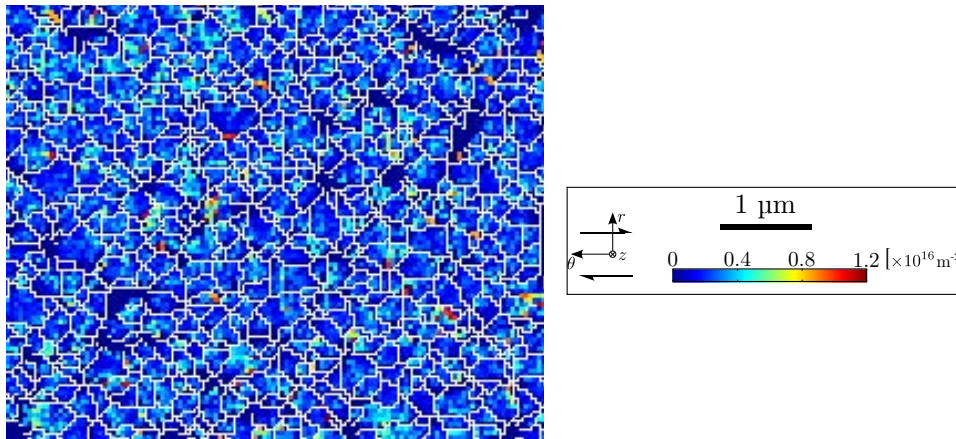


FIG. 5.34 – Cartes de la norme des dislocations géométriquement nécessaires de l'échantillon de cuivre déformé à 500° de rotation sur le côté intérieur.

L'affinement de la microstructure implique l'existence des dislocations géométriquement nécessaires supplémentaires dans le matériau. Cela entraîne une augmentation de l'écroutissage (de manière linéaire). La figure 5.35 illustre le taux d'écroutissage $d\tau/d\gamma$ pour l'échantillon de cuivre déformé à saturation. On retrouve l'écroutissage du stade IV constant en fonction de τ . Le stade V correspond à un écroutissage progressivement nul puisque le matériau atteint une saturation de la contrainte. Le point de la courbe de Derby est situé lorsque le taux d'écroutissage est nul.

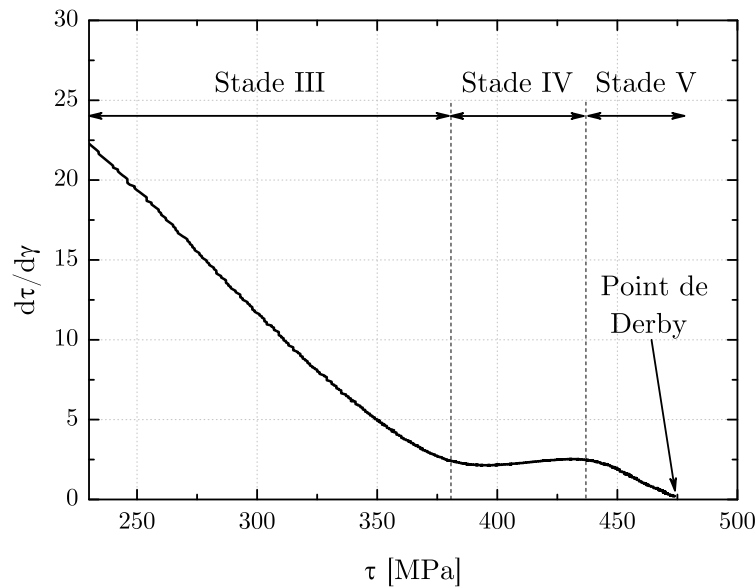


FIG. 5.35 – Courbe de Kocks-Mecking correspondant au côté intérieur de l'échantillon de cuivre déformé à saturation. La courbe d'écroûissage correspondante est représentée sur la figure 5.3b.

Par la suite, nous allons examiner la signification des mesures densité de dislocations par rapport à l'état saturé. Deux relations simples permettent de quantifier la contrainte d'écoulement en fonction de la taille de grains ou de la densité de dislocations. La première expression est appelée « relation de Hall-Petch. Il a été vu précédemment que les points des matériaux UFG sur la courbe de Derby correspondent à cette relation :

$$\tau = \tau_0 + \frac{K}{\sqrt{d}} \quad (5.15)$$

Pour le cuivre déformé à saturation, il est possible de déterminer la contrainte d'écoulement. La constante τ_0 représente la contrainte d'écoulement dans le cas du cuivre ayant une taille de grain infinie. Selon les données de la littérature, cette constante peut être considérée comme nulle. La constante K peut être déterminée à partir de l'état initial du matériau soit $d_{init} = 36 \mu\text{m}$ et $\tau_{init} = 40 \text{ MPa}$ pour le cuivre recristallisé. La constante vaut alors $K = 277 \text{ MPa}\sqrt{\mu\text{m}}$. La contrainte d'écoulement est alors simplement déterminée à partir de la taille de grain à saturation ($d = 270 \text{ nm}$) soit $\tau = 533 \text{ MPa}$. Cela correspond bien à la valeur mesurée sur la figure 5.25. Cette analyse montre que la relation H-P est valable pour notre matériau UFG.

La seconde expression représente la contrainte d'écoulement en fonction de la densité de dislocations (relation de Taylor, voir expression 5.4) :

$$\tau = \alpha M G b \sqrt{\rho} \quad (5.16)$$

La constante M a été ajoutée aux relations précédentes et représente le facteur de Taylor prenant en compte l'effet de texture. Pour une déformation en cisaillement, il est égal à 1.65 (Estrin *et al.*, 1998). La constante α pour la torsion du cuivre est égale à 0.5 (Ungár *et al.*, 1986). Cette dernière peut évoluer en fonction de la répartition de la densité de dislocations. Une répartition hétérogène conduit à des valeurs plus faibles car la contrainte macroscopique diminue à cause de la répartition mur/cellule. Ainsi, elle est environ égale à 0.25 lorsque les dislocations s'empilent aux joints de grains. On obtient donc que la contrainte d'écoulement en cisaillement τ à partir de la relation de Taylor est égale à 464 MPa.

Les deux prévisions, basées sur les relations d'H-P et de Taylor sont de la mesure expérimentale, ce qui nous conforte dans notre hypothèse d'une distribution uniforme de dislocations à l'état saturé. Il est alors opportun de poursuivre avec une analyse des équations différentielles du modèle d'écrouissage Estrin-Toth à l'état de saturation.

Les équations différentielles décrivant l'évolution des dislocations (Estrin *et al.*, 1998 - Tóth *et al.*, 2002) sont définies comme suit :

$$\dot{\rho}_c = \alpha^* \frac{1}{\sqrt{3}} \frac{\sqrt{\rho_w}}{b} \dot{\gamma}_w - \beta^* \frac{6\dot{\gamma}_c}{bd(1-f)^{1/3}} - k_0 \left(\frac{\dot{\gamma}_c}{\dot{\gamma}_0} \right)^{-1/n} \dot{\gamma}_c \rho_c \quad (5.17)$$

$$\dot{\rho}_w = \beta^* \frac{6\dot{\gamma}_c(1-f)^{2/3}}{bdf} + \beta^* \frac{\sqrt{3}\dot{\gamma}_c(1-f)\sqrt{\rho_w}}{fb} - k_0 \left(\frac{\dot{\gamma}_w}{\dot{\gamma}_0} \right)^{-1/n} \dot{\gamma}_w \rho_w \quad (5.18)$$

La contribution des GND est négligée dans ces équations à la saturation. Dans l'hypothèse de Taylor d'une structure de cellules à deux phases :

$$\dot{\gamma}_c = \dot{\gamma}_w = \dot{\gamma}_r \quad (5.19)$$

où $\dot{\gamma}_r$ est la vitesse de déformation en cisaillement résolue. A l'état de saturation, on peut dire :

$$\dot{\rho}_c = 0 \quad \text{et} \quad \dot{\rho}_w = 0 \quad (5.20)$$

Ces conditions permettent d'écrire :

$$0 = \alpha^* \frac{1}{\sqrt{3}} \frac{\sqrt{\rho_w}}{b} \dot{\gamma}_r - \beta^* \frac{6\dot{\gamma}_r}{bd(1-f)^{1/3}} - k_0 \left(\frac{\dot{\gamma}_r}{\dot{\gamma}_0} \right)^{-1/n} \dot{\gamma}_r \rho_c \quad (5.21)$$

$$0 = \beta^* \frac{6\dot{\gamma}_r (1-f)^{2/3}}{bdf} + \beta^* \frac{\sqrt{3}\dot{\gamma}_r (1-f)\sqrt{\rho_w}}{fb} - k_0 \left(\frac{\dot{\gamma}_w}{\dot{\gamma}_0} \right)^{-1/n} \dot{\gamma}_r \rho_w \quad (5.22)$$

Suite aux mesures de densités de dislocations réalisées sur l'échantillons déformés à 500° de rotation, on peut considérer cette densité comme homogène (soit $\rho \cong 2 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$). On peut ainsi écrire :

$$0 = \alpha^* \frac{1}{\sqrt{3}} \frac{\sqrt{\rho}}{b} - \beta^* \frac{6}{bd(1-f)^{1/3}} - k_0 \left(\frac{\dot{\gamma}_r}{\dot{\gamma}_0} \right)^{-1/n} \rho \quad (5.23)$$

$$0 = -\beta^* \frac{6(1-f)^{2/3}}{bdf} - \beta^* \frac{\sqrt{3}(1-f)\sqrt{\rho}}{fb} + k_0 \left(\frac{\dot{\gamma}_r}{\dot{\gamma}_0} \right)^{-1/n} \rho \quad (5.24)$$

En simplifiant, on obtient :

$$\frac{\alpha^*}{\beta^*} = \frac{6\sqrt{3}}{d\sqrt{\rho}} \left[\frac{1}{(1-f)^{1/3}} + \frac{(1-f)^{2/3}}{f} \right] + \frac{3(1-f)}{f} \quad (5.25)$$

Connaissant la taille de grains d et la densité de dislocations ρ , on peut lier le rapport α^*/β^* à la fraction volumique des murs. La simulation d'écroissage aux déformations plus faibles permet d'obtenir un rapport α^*/β^* . En résolvant l'équation 5.25, on obtient, pour ce rapport, les fractions volumiques correspondantes (tableau 5.5). f_1 et f_2 correspondent aux deux solutions de l'équation 5.25. Le rayon r_i délimitant la paroi intérieur/mur est défini par :

$$r_i = \frac{d}{2} (1-f)^{1/3} \quad (5.26)$$

Matériau	d [nm]	ρ [10^{14} m^{-2}]	α^*/β^*	f_1	f_2
Cuivre pur	270	23	5	0.50	0.99
Acier IF	360	10	2.2	0.83	0.93

TAB. 5.5 – Valeurs des fractions volumiques simulés pour le cuivre pur et l'acier IF (Máthis *et al.*, 2011).

D'après les valeurs du tableau, la paroi de dislocations occupe pratiquement tout le grain à l'état saturé de la taille de grain. Les valeurs sont beaucoup plus importantes que la fraction originale prévue par le modèle f_∞ . La figure 5.36 représente la géométrie

d'une cellule. Plus la fraction volumique des murs est importante, plus le rayon r_i tend vers 0.

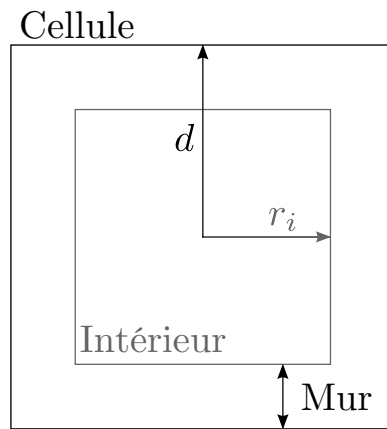


FIG. 5.36 – Schéma représentant une cellule de dislocations.

On peut conclure également que parmi les deux solutions pour la fractions volumiques de murs présentés dans le Tableau 5.5, on peut raisonnablement retenir que les valeur de f_2 . En effet, la taille de domaine cristallite mesurée par rapport à la taille de grain exige que la fraction volumique des parois soit presque 1.

A partir de cette analyse, une évolution possible de la fraction volumique des parois se dégage de la façon suivante. Le modèle d'Estrin-Tóth est basé sur l'évolution de la fraction volumique f asymptotique des parois de dislocations :

$$f = f_\infty + (f_0 - f_\infty) \exp(-\gamma_r / \tilde{\gamma}_r) \quad (5.27)$$

où f_0 est la fraction volumique initiale, f_∞ la fraction asymptotique, γ_r est la déformation en cisaillement résolue et $\tilde{\gamma}_r$ décrit la vitesse de diminution de l'asymptote. En revanche, on observe qu'à l'état de saturation, les équations 5.17 et 5.18 mènent à une augmentation de la fraction volumique. La figure 5.37 représente une évolution possible de la fraction volumique durant un procédé d'hyperdéformation.

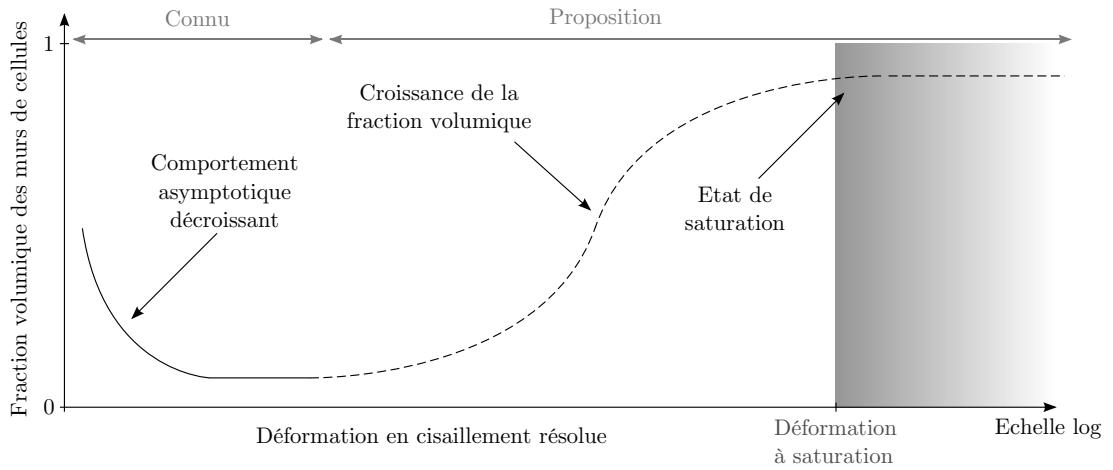


FIG. 5.37 – Proposition de l'évolution de la fraction volumique des murs de cellules durant l'hyperdéformation.

5.3 Conclusion

Ce chapitre nous a permis de modéliser l'évolution de la microstructure dans les procédés SPD. Un code polycristallin basé sur le modèle de Taylor a tout d'abord été utilisé et modifié pour représenter la texture, la taille moyenne de grains, sa distribution. Ce modèle prévoit que l'affinement est produit par une courbure du réseau dans le grain qui entraîne la fragmentation.

Ce modèle néglige en revanche des effets comme le maillage (important dans les matériaux hexagonaux), les macros et micros bandes de cisaillement pouvant aussi conduire à la fragmentation. Les résultats sont tout de même cohérents et permettent de reproduire dans une certaine mesure le comportement du polycristal sous de très grandes déformations.

Ce principe de courbure de réseau pourrait être appliqué à d'autres modèles comme un code autocohérent. Ce dernier permet de mieux prendre en compte l'effet des voisins. Cela permettrait également d'avoir accès à un panel de modèles dérivés comme les approches statique, tangente ou sécante (décrites en partie bibliographique).

La deuxième partie a consisté à introduire la taille limite de grains accessibles par les procédés SPD. Nous avons mis en évidence l'effet négligeable de la vitesse de déformation pour le cuivre pur. La taille limite est atteinte lorsque la contrainte d'écoulement sature. Une bonne concordance existe entre les tailles limites obtenues à saturation et la courbe de Derby utilisée pour la recristallisation. En effet, le processus d'affinement peut être considéré comme de la recristallisation continue (CDRX). Il a été mis en évidence une relation entre la taille limite de grains et la taille de cristallites. La saturation de la microstructure signifie qu'il y a un nombre très faibles de dislocations dans les cristallites. La longueur entre dislocations est environ égale à la taille de domaines cohérents. En conséquence, il existe une répartition homogène des dislocations.

Pour terminer, il a été démontré que l'atteinte de cette taille limite de microstructure, engendrerait nécessairement une augmentation de la fraction volumique des murs de cellules (proche de 0.9). Cela n'a pour l'instant été démontré que théoriquement.

5.4 Références

ARMINJON M. (1991), « *A Regular Form of the Schmid Law. Application to the Ambiguity Problem* ». Textures and Microstructures, Vol. 14 pp. 1121–1128.

ARZAGHI M. (2010), « *Nouveau procédé d'Hyperdeformation pour les tubes* ». Thèse de doctorat, Université de Metz.

ARZAGHI M., FUNDENBERGER J.J., TÓTH L.S., ARRUFFAT R., FAURE L., BEAUSIR B. & SAUVAGE X. (2012), « *Microstructure, texture and mechanical properties of aluminum processed by high-pressure tube twisting* ». Acta Materialia, Vol. 60 (11) pp. 4393–4408.

BACHMAIER A., HAFOK M. & PIPPAN R. (2010), « *Rate Independent and Rate Dependent Structural Evolution during Severe Plastic Deformation* ». Materials Transactions, Vol. 51 (1) pp. 8–13.

BEAUSIR B. & FUNDENBERGER J.J. (2011), « *ATOM* © ».

BELIAKOV A., SAKAI T., MIURA H., KAIBYSHEV R. & TSUZAKI K. (2002), « *Continuous recrystallization in austenitic stainless steel after large strain deformation* ». Acta Materialia, Vol. 50 (6) pp. 1547–1557.

BOUAZIZ O. (2010), « *The “Ductilities” in Single Phase Steels from Usual to Nano-Scale Microstructures* ». Materials Science Forum, Vol. 633-634 pp. 205–210.

BOUAZIZ O., ESTRIN Y., BRÉCHET Y. & EMBURY J.D. (2010), « *Critical grain size for dislocation storage and consequences for strain hardening of nanocrystalline materials* ». Scripta Materialia, Vol. 63 (5) pp. 477–479.

DERBY B. (1991), « *The dependence of grain size on stress during dynamic recrystallisation* ». Acta metallurgica et materialia, Vol. 39 (5) pp. 955–962.

DERBY B. (1992), « *Dynamic Recrystallisation - the Steady State Grain Size* ». Scripta Metallurgica et Materialia, Vol. 27 (11) pp. 1581–1585.

ESTRIN Y., TÓTH L.S., MOLINARI A. & BRÉCHET Y. (1998), « *A dislocation-based model for all hardening stages in large strain deformation* ». Acta Metallurgica, Vol. 46 (15) pp. 5509–5522.

GU C.F., TÓTH L.S., ARZAGHI M. & DAVIES C.H.J. (2011), « *Effect of strain path on grain refinement in severely plastically deformed copper* ». Scripta Materialia, Vol. 64 (3) pp. 284–287.

GU C.F., TÓTH L.S. & BEAUSIR B. (2012), « *Modeling of large strain hardening during grain refinement* ». Scripta Materialia, Vol. 66 pp. 250–253.

GUBICZA J., BALOGH L., HELLMIG R.J., ESTRIN Y. & UNGÁR T. (2005), « *Dislocation structure and crystallite size in severely deformed copper by X-ray peak profile analysis* ». Materials Science and Engineering: A, Vol. 400-401 pp. 334–338.

GUBICZA J., CHINH N.Q., LÁBÁR J.L., DOBATKIN S., HEGEDŰS Z. & LANGDON T.G. (2009), « *Correlation between microstructure and mechanical properties of severely deformed metals* ». *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 483 (1-2) pp. 271–274.

GUBICZA J., DOBATKIN S., KHOSRAVI E., KUZNETSOV A.A. & LÁBÁR J.L. (2011), « *Microstructural stability of Cu processed by different routes of severe plastic deformation* ». *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 528 (3) pp. 1828–1832.

HALL E.O. (1951), « *The Deformation and Ageing of Mild Steel: II Characteristics of the Lders Deformation* ». *Proceedings of the Physical Society. Section B*, Vol. 64 (9) pp. 742–747.

HARIZ T. (2000), « *Un nouveau modèle de plasticité de cristaux et ses applications* ». Thèse de doctorat, Université de Metz,

JIANG J., BRITTON T.B. & WILKINSON A J. (2013), « *Measurement of geometrically necessary dislocation density with high resolution electron backscatter diffraction: effects of detector binning and step size.* ». *Ultramicroscopy*, Vol. 125 pp. 1–9.

KAIBYSHEV R., BELYAKOV A. & ZARIPOVA R. (1993), « *High-Temperature Mechanism of Dynamic Recrystallization of Ferritic Steel* ». *Materials Science Forum*, Vol. 113-115 pp. 385–390.

KUMAR A. & DAWSON P.R. (1995), « *Polycrystal plasticity modeling of bulk forming with finite elements over orientation space* ». *Computational Mechanics*, Vol. 17 (1-2) pp. 10–25.

LAPOVOK R., ORLOV D., TIMOKHINA I.B., POUGIS A., TÓTH L.S., HODGSON P.D., HALDAR A. & BHATTACHARJEE D. (2012), « *Asymmetric Rolling of Interstitial-Free Steel Using One Idle Roll* ». *Metallurgical and materials transactions. A, Physical metallurgy and materials science*, Vol. 43 (4) pp. 1328–1340.

LEBENSOHN R. (2001), « *N-site modeling of a 3D viscoplastic polycrystal using Fast Fourier Transform* ». *Acta Materialia*, Vol. 49 (14) pp. 2723–2737.

LEBENSOHN R., KANJARLA A.K. & EISENLOHR P. (2012), « *An elasto-viscoplastic formulation based on fast Fourier transforms for the prediction of micromechanical fields in polycrystalline materials* ». *International Journal of Plasticity*, Vol. 32-33 pp. 59–69.

LEBENSOHN R. & TOMÉ C.N. (1993), « *A self-consistent anisotropic approach for the simulation of plastic deformation and texture development of polycrystals: Application to zirconium alloys* ». *Acta metallurgica et materialia*, Vol. 41 (9) pp. 2611–2624.

LEBENSOHN R. A., BRENNER R., CASTELNAU O. & ROLLETT A.D. (2008), « *Orientation image-based micromechanical modelling of subgrain texture evolution in polycrystalline copper* ». *Acta Materialia*, Vol. 56 (15) pp. 3914–3926.

MÁTHIS K., KRAJŇÁK T., KUŽEL R. & GUBICZA J. (2011), « *Structure and mechanical behaviour of interstitial-free steel processed by equal-channel angular pressing* ». *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 509 (8) pp. 3522–3525.

MCQUEEN H.J. & EVANGELISTA E. (1988), « *Substructures in aluminium from dynamic and static recovery* ». Czechoslovak Journal of Physics, Vol. 38 (4) pp. 359–372.

MOLINARI A., CANOVA G. & AHZI S. (1987), « *A self consistent approach of the large deformation polycrystal viscoplasticity* ». Acta Metallurgica, Vol. 35 (12) pp. 2983–2994.

ORLOV D., POUGIS A., LAPOVOK R., TÓTH L.S., TIMOKHINA I.B., HODGSON P.D., HALDAR A. & BHATTACHARJEE D. (2013), « *Asymmetric Rolling of Interstitial-Free Steel Using Differential Roll Diameters. Part I: Mechanical Properties and Deformation Textures* ». Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 44 pp. 4346–4359.

PANTLEON W. (2008), « *Resolving the geometrically necessary dislocation content by conventional electron backscattering diffraction* ». Scripta Materialia, Vol. 58 (11) pp. 994–997.

PETCH N. (1953), « *The cleavage strength of polycrystals* ». Journal of the Iron and Steel Institute, Vol. 174 (1) pp. 25–28.

PETRYK H., STUPKIEWICZ S. & KUZIĄK R. (2008), « *Grain refinement and strain hardening in IF steel during multi-axis compression: Experiment and modelling* ». Journal of Materials Processing Technology, Vol. 204 (1-3) pp. 255–263.

QUEY R., DAWSON P.R. & BARBE F. (2011), « *Large-scale 3D random polycrystals for the finite element method: Generation, meshing and remeshing* ». Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering, Vol. 200 (17-20) pp. 1729–1745.

SERRE P., FIGUEIREDO R.B., GAO N. & LANGDON T.G. (2011), « *Influence of strain rate on the characteristics of a magnesium alloy processed by high-pressure torsion* ». Materials Science and Engineering: A, Vol. 528 (10-11) pp. 3601–3608.

SETMAN D., SCHAFLER E., KORZNIKOVA E. & ZEHETBAUER M.J. (2008), « *The presence and nature of vacancy type defects in nanometals detained by severe plastic deformation* ». Materials Science and Engineering: A, Vol. 493 (1-2) pp. 116–122.

TÓTH L.S., ESTRIN Y., LAPOVOK R. & GU C.F. (2010), « *A model of grain fragmentation based on lattice curvature* ». Acta Materialia, Vol. 58 (5) pp. 1782–1794.

TÓTH L.S., GILORMINI P. & JONAS J.J. (1988), « *Effect of rate sensitivity on the stability of torsion textures* ». Acta Metallurgica, Vol. 36 (12) pp. 3077–3091.

TOTH L.S. & GU C.F. (2013), « *Modeling of disorientation axis distribution in severely deformed copper* ». Scripta Materialia, Vol. 69 pp. 183–186.

TÓTH L.S. & HARIZ T. (1999), « *A new analytical approach of crystal plasticity and its applications in polycrystal modelling* ». Proc. of ICOTOM12, the 12th Int. Conf. on Textures of Materials, Montreal, August 9-13, pp. 310–315.

TÓTH L.S., MOLINARI A. & ESTRIN Y. (2002), « *Strain Hardening at Large Strains as Predicted by Dislocation Based Polycrystal Plasticity Model* ». Journal of Engineering Materials and Technology, Vol. 124 (1) pp. 71–77.

UNGÁR T., TÓTH L.S., ILLY J. & KOVÁCS I. (1986), « *Dislocation structure and work hardening in polycrystalline OFHC copper rods deformed by torsion and tension* ». *Acta Materialia*, Vol. 34 (7) pp. 1257–1267.

VORHAUER A., KLEBER S. & PIPPAN R. (2005), « *Influence of processing temperature on microstructural and mechanical properties of high alloyed single phase steels subjected to SPD* ». *Materials Science and Engineering A*, Vol. 410-411 pp. 281–284.

WETSCHER F., VORHAUER A & PIPPAN R. (2005), « *Strain hardening during high pressure torsion deformation* ». *Materials Science and Engineering A*, Vol. 410-411 pp. 213–216.

Conclusions générales

La recherche présentée dans ce document se concentre sur la fragmentation de métaux (acier IF et cuivre pur) dans les procédés SPD (Severe Plastic Deformation). Le procédé utilisé est HPTT (High Pressure Tube Twisting); il permet de nano-structurer des échantillons de forme tubulaire par une déformation plastique extrême, sous une grande pression hydrostatique sans modification de la géométrie globale.

Dans cette étude, des moyens expérimentaux ont été mis en œuvre pour permettre la production d'échantillons. Pour cela, un premier dispositif a été conçu pour permettre l'exploitation du procédé HPTT. Il permet de déformer des tubes de diamètre intérieur 14 mm, de hauteur 7 mm et une épaisseur de 1 mm. Ces dimensions sont trop petites pour avoir des applications industrielles directes. C'est pour cela qu'une étude sur le fluotournage a permis de montrer qu'il est possible de mettre en forme ces matériaux nanostructurés. Un ensemble de capteurs est positionné pour le suivi de paramètres comme le couple résultant, la pression hydrostatique appliquée ou le déplacement axial. L'entraînement en rotation de l'échantillon se fait par adhérence avec les matrices. Pour étudier ce paramètre, un second dispositif a été réalisé pour étudier le frottement sec en condition quasi-statique sous hautes pressions apparentes (jusqu'à 1GPa). Il a été montré que le coefficient de frottement présente une forte dépendance de la rugosité et de la pression. La valeur moyenne des coefficients de frottement statique et cinématique diminuent avec l'augmentation de la pression. La dépendance à la pression est plus importante pour des surfaces sablées (utilisées dans le procédé HPTT) que des surfaces rectifiées.

Une modélisation de la déformation et des contraintes intervenants dans le procédé HPTT a été proposée. Un modèle analytique basé sur des considérations simples a permis d'étudier le gradient de déformation présent dans l'épaisseur du tube. Il n'est, en

revanche, pas capable de représenter la pression hydrostatique dans la hauteur du tube, le couple résultant et la présence d'oreilles. Pour cela, un second modèle, par éléments finis, a été réalisé. Il permet d'étudier ces paramètres et d'approfondir la connaissance de l'hétérogénéité de déformation dans la hauteur du tube. Particulièrement, ces calculs ont montré que la pression hydrostatique devient homogène pendant la déformation plastique.

Les échantillons d'acier IF produits par ce procédé ont été étudiés. Les méthodes expérimentales utilisées étaient la Microscopie Électronique à Balayage (MEB) pour l'analyse des microstructures, la mesure de textures par rayons X et la compression d'anneaux pour évaluer le comportement mécanique. Les microstructures après différentes déformations ont été examinées. Plus la déformation est importante, plus les grains sont fragmentés et deviennent équiaxiaux. La désorientation entre les grains augmente avec la déformation pour approcher une distribution aléatoire aux déformations extrêmes. La taille de grains atteinte après une déformation de $\gamma = 13$ sur le côté intérieur du tube est d'environ 230 nm. La position des axes de désorientations dans le repère macroscopique a été étudiée. Il a été remarqué que la direction transverse au cisaillement est une direction fortement privilégiée durant le processus initial de fragmentation. Les axes ont tendance à se redistribuer de façon plus homogène dans l'espace aux déformations extrêmes.

Les textures cristallographiques ont été mesurées dans l'épaisseur du tube. Des textures de cisaillement développaient des intensités faibles. Nous avons identifié que le glissement cristallographique est bien à l'origine de la fragmentation.

Le comportement mécanique des tubes nano-structurés a été investigué par mesures de dureté et par compression d'anneaux. Une amélioration de 3.5 à 4.5 fois de la limite élastique a été observée pour les échantillons hyper-déformés.

Une modélisation de l'affinement des microstructures a été effectuée. Pour cela, un modèle de fragmentation basé sur un code polycristallin de type Taylor a été utilisé. Le principe général de ce modèle prévoit une courbure du réseau conduisant à la fragmentation. Il permet de modéliser la texture, la taille moyenne de grains et sa distribution.

La recherche concernant la fragmentation pose évidemment le problème de la taille limite atteignable par ces procédés. Nous avons examiné l'effet de la vitesse de déformation et avons trouvé que c'était négligeable. En revanche, la saturation de la contrainte d'écoulement a été proposée comme admissible pour l'atteinte de la taille

limite. De bonnes concordances ont été mises en évidence entre la courbe de Derby, utilisée pour la recristallisation dynamique et les matériaux UFG à saturation. C'est pourquoi, on peut établir que le processus de fragmentation peut être défini comme un cas particulier de la recristallisation : la recristallisation dynamique continue (CDRX). Dans une étude en collaboration avec l'École des Mines de Saint Etienne, il a été souligné la relation entre la taille limite de grains, de cristallites et la densité de dislocations. A cet état, la distance entre dislocations est environ égale à la taille de domaines cohérents (taille de cristallites) en considérant une répartition homogène des dislocations. Pour terminer, nous avons proposé que l'atteinte de cette taille limite engendre une augmentation de la fraction volumique très importante des murs de cellules.

Différentes perspectives sont envisagées afin de répondre aux questions non résolues :

- La microstructure d'autres matériaux peut être affinée par le procédé HPTT. A ce jour, les matériaux testés sont des alliages d'aluminium, le cuivre pur, l'acier IF et le magnésium. Des matériaux plus durs pourraient être utilisés. Pour cela, des modifications du dispositif expérimental doivent être réalisées pour permettre cela.
- Des études pour accroître la taille des échantillons HPTT doivent être examinées. Par exemple, une augmentation importante de la longueur des tubes peut être réalisée en utilisant d'autres configurations des matrices. Cela permettrait une augmentation au moins par un facteur 2. Le procédé de fluotournage appliqué sur les tubes déformés par HPTT peut également augmenter considérablement la longueur de tubes.
- L'étude sur le frottement à haute pression est très récente et seul l'acier IF a été caractérisé. De nombreux matériaux peuvent aussi être étudiés et principalement ceux utilisés durant les procédés SPD.
- Le comportement mécanique des matériaux nano-structurés doit être investigué plus profondément sous d'autres modes de chargement. Par exemple, la résistance latérale des tubes ou la résistance à la fatigue.
- Des modélisations de l'affinement de la microstructure complémentaires doivent être réalisées pour reproduire plus fidèlement le comportement des polycristaux. D'autres modèles peuvent être établis. Ils devront prendre en

compte plus fortement l'influence des grains voisins et la topologie du polycristal. Par exemple, des calculs par éléments finis peuvent être menés à bien avec des conditions de voisinage précises pour étudier cet effet.

- L'étude de la taille limite doit être étudiée plus profondément. La présence des domaines homogènes (cristallites) dans les grains saturés peut être étudiée par Microscopie Electronique à Transmission (MET) ou FIB (Focused Ion Beam) qui permettent des résolutions avancées.
- L'augmentation de la fraction volumique des murs des cellules de dislocations a été proposée théoriquement dans cette recherche. Des recherches supplémentaires doivent être menées pour vérifier la validité de cette hypothèse expérimentalement.

Annexe A

Mise en forme de matériaux UFG

Les procédés de grandes déformations plastiques permettent d'améliorer certaines propriétés de métaux par l'affinement de leur microstructure. La déformation appliquée leur confère une limite élastique plus élevée mais une perte de la ductilité est observée. Il est commun d'établir les échantillons utilisés dans les procédés de SPD comme ayant leur forme finale et donc prêts à l'emploi. Néanmoins, il peut être utile, notamment pour des applications industrielles, de modifier la géométrie de la pièce après l'affinement de sa microstructure. Différentes études ont permis d'étudier la formabilité des matériaux à grains ultrafins – UFG (Poortmans & Verlinden, 2005 - Han *et al.*, 2008 - Yoda *et al.*, 2011 - Taylor *et al.*, 2012). Ces études ont permis d'étudier le comportement sous divers modes de déformation. Peu de travaux ont été réalisés pour mettre en forme ces matériaux UFG. Yanagida *et al.* (2008) ont mis en forme des micro-vis en acier déformées au préalable par ECAE et laminage. Des implants en titane pur ont été réalisés par des équipes russes (Valiev, 2006). Ces formes finales sont réalisées par usinage. En revanche, des essais de micro emboutissage ont été réalisés sur des échantillons de cuivre UFG par Tóth *et al.* (2010).

A.1 Principe

L'objectif de cette étude est de mettre en forme des matériaux UFG. Le matériau étudié est un acier IF. Pour cela, le procédé de fluotournage est choisi. C'est un procédé incrémental qui permet de réaliser des pièces axisymétriques (symétrie de révolution) sans production de copeaux. La figure A.1 illustre un exemple de fluotournage manuel.

La pièce est fixée sur un mandrin en rotation. Un outil fixe est positionné latéralement à la pièce. L'outil se déplace suivant l'axe de rotation pour mettre en forme la pièce sur le mandrin. Ce dernier peut avoir une forme conique ou cylindrique. De très nombreux paramètres influencent la réussite du procédé comme la vitesse d'avance et de rotation, la géométrie finale, l'épaisseur de chaque passe, la force appliquée, la forme de l'outil. On peut aussi parler de « repoussage ». La principale différence est causée par la réduction ou non de l'épaisseur de la pièce.

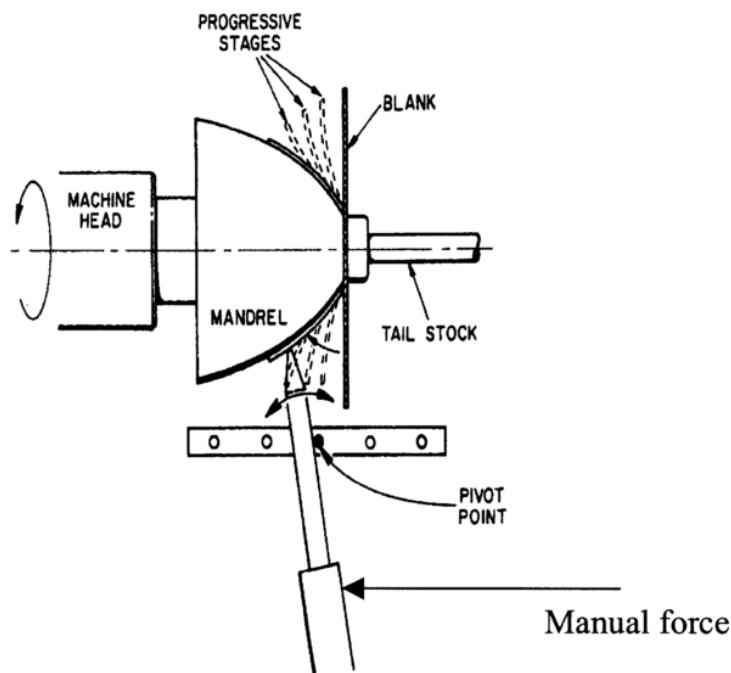


FIG. A.1 – Fluotournage conventionnel manuel (Avitzur, 1983).

Dans le bût d'étudier l'aptitude au fluotournage de matériaux UFG, il est nécessaire de préparer des échantillons ayant subi un affinement de leur microstructure. En conséquence, trois procédés sont choisis : le laminage (avec une réduction de 70%), ECAE (une et trois passes route A) et HPT (30° et 180° de rotation). Ces échantillons permettent d'obtenir différents états de déformation (illustré dans le tableau A.1) ainsi que différentes anisotropies.

	Laminage	ECAE 1P	ECAE 3P	HPT 30°	HPT 180°
ϵ_{eq}	1.22	1.15	3.45	1.01	6.05

TAB. A.1 – Récapitulatif des déformations imposées par les procédés d'hyperdéformations utilisés.

Les « pastilles » permettant de réaliser le fluotournage doivent être des pastilles cylindriques de diamètre 20 mm et d'épaisseur 3 mm. Elles sont donc prélevées dans les échantillons des procédés précédemment cités. Le sens de prélèvement est illustré sur la figure A.2 pour le laminage et ECAE. Pour ce dernier, dans le but d'éviter les efforts de poussée trop importants, l'échantillon d'acier à étudier est placé entre deux portions de cuivre (plus doux). Les échantillons utilisés pour le procédé HPT sont déjà des pastilles de diamètre 20 mm.

Le chemin de déformation durant le fluotournage est différent de celui réalisé par les procédés d'hyperdéformations. Cela doit permettre de poursuivre la déformation et ainsi éviter la rupture durant la mise en forme.

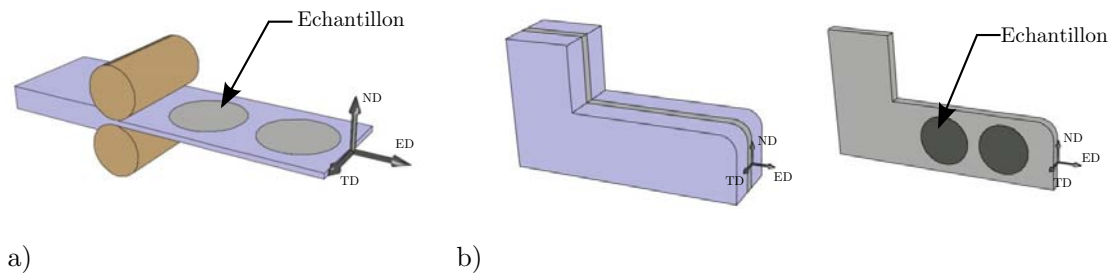


FIG. A.2 – Position de l'extraction des échantillons après a) laminage et b) ECAE.

Les outils utilisés pour réaliser la mise en forme par fluotournage, comme l'illustre la figure A.3, d'un échantillon (1) sont :

- un mandrin (2) de diamètre 10 mm,
- une contre-pointe (3) avec un embout plat pour appliquer la contre-pression et ainsi maintenir l'échantillon sur le mandrin,
- une molette (4) de diamètre 60 mm, libre en rotation pour appliquer la déformation.

Le montage est positionné sur un tour d'usinage « standard » pour une rapidité de mise en place. Les étapes du procédé sont illustrées sur la figure A.3. L'échantillon s'écoule sur le mandrin par l'application d'une force « ponctuelle » de la molette. Cette dernière est libre en rotation pour réduire le frottement au contact de l'échantillon.

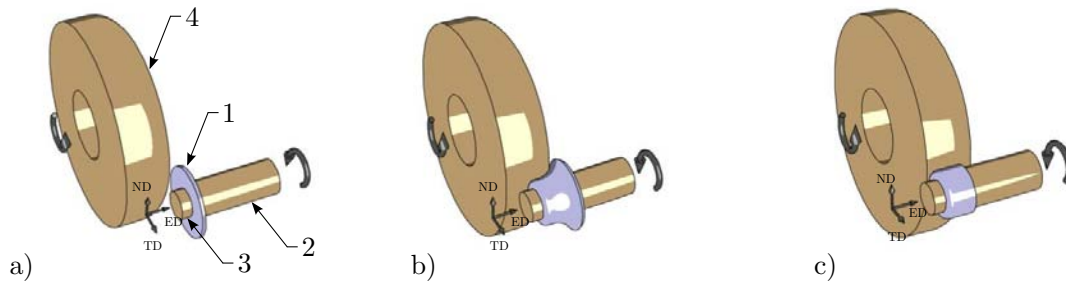


FIG. A.3 – Étapes du procédé de fluotournage : a) position initiale, b) écoulement du matériau sur le mandrin et c) formation de la coupelle.

A.2 Résultats

La mise en forme du matériau UFG par un procédé comme le fluotournage permet de conserver une microstructure affinée et ainsi des propriétés mécaniques élevées. La figure A.4 illustre le gain de dureté par les différents procédés d'hyperdéformations. Une amélioration de 2-2.5 fois est observée pour les procédés de laminage et ECAE et HPT. On peut noter une diminution de la dureté du matériau après fluotournage. Cela est probablement causé par le changement du chemin de déformation imposé par le fluotournage par rapport au procédé SPD.

La figure A.5 représente une image, réalisée avec un Microscope Électronique à Balayage (MEB), représentant la microstructure dans l'épaisseur de la coupelle formée sur le côté intérieur (contact avec le mandrin) et extérieur (contact avec la molette). La microstructure affinée est conservée. De plus, le côté extérieur en contact avec la molette a été entraîné par cette dernière puisqu'on observe des lignes d'entrainements caractéristiques du frottement. Ce phénomène a également été observé sur des montages différents de fluotournage (Mohebbi & Akbarzadeh, 2010). C'est aussi pour cela que des valeurs de dureté sont systématiquement plus grandes sur le côté extérieur qu'intérieur des coupelles fluotournées (figure A.4).

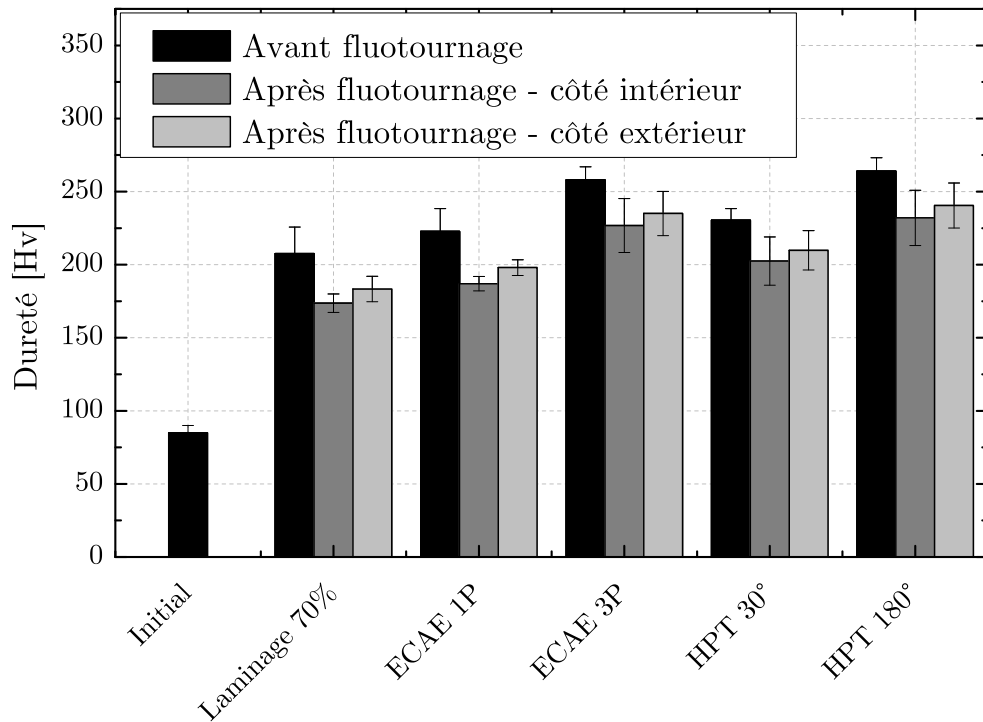


FIG. A.4 – Mesures de dureté des échantillons d'acier IF après les différents procédés d'hyperdéformations et fluotournage.

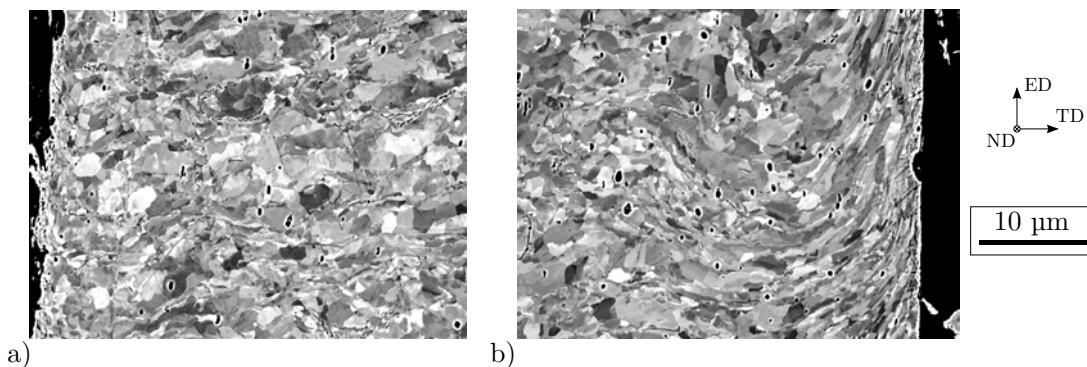


FIG. A.5 – Images MEB d'un échantillon d'acier IF après ECAE (3 passes) + après fluotournage a) côté intérieur et b) côté extérieur.

Afin de mieux comprendre la formabilité de ces matériaux par fluotournage, les Courbes Limites de Formage (CLF) associées à des modes de déformation sont souvent utilisées (figure A.6). Les CLF à striction sont préférées à celles à rupture pour des raisons de tenue mécanique. Il existe deux méthodes pour déterminer ces courbes :

- par des essais mécaniques dans différentes directions,
- par des simulations numériques à partir des textures mesurées.

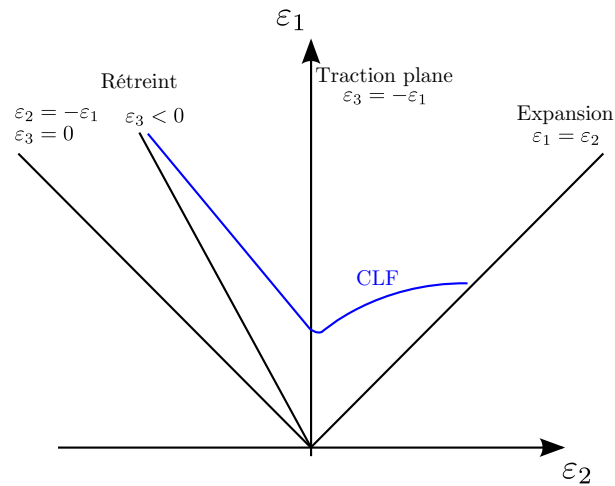


FIG. A.6 – Schéma d'une Courbe Limite de Formage (CLF).

Dans les procédés de mise en forme courants, on retrouve différents états de déformation : le rétreint, la traction plane et l'expansion (figure A.7). Chacun d'eux correspond à une position sur la CLF (figure A.6).

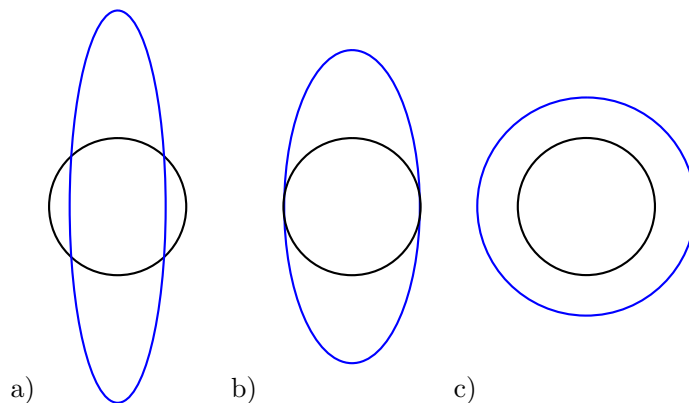


FIG. A.7 – Modes de déformation dans les procédés de mise en forme (en noir –initial et en bleu - final) : a) le rétreint, b) la traction plane et c) l'expansion.

Le fluotournage est un procédé impliquant principalement du rétreint, soit un domaine limité par les droites (en utilisant l'incompressibilité du matériau) :

$$\varepsilon_1 = -\frac{(r+1)}{r} \varepsilon_2 \quad \text{et} \quad \varepsilon_2 = 0 \quad (\text{A.1})$$

où r est le coefficient de Lankford (ou d'anisotropie). Ce paramètre permet donc d'évaluer la formabilité d'un matériau. Le coefficient de Lankford est donc étudié pour les différents échantillons (initial, ECAE et HPT). Le code VPSC (Visco-Plastic Self

Consistent) a été utilisé à cet effet. Il peut être déterminé par simulation d'une traction uniaxiale à partir des mesures de textures expérimentales des échantillons. Ce modèle permet de relever la déformation induite par la texture du matériau. Le calcul est réalisé à différents angles sur l'échantillon. Les résultats sont présentés sur la figure A.8. L'échantillon initial possède un coefficient de Lankford relativement constant (≈ 1) sur la plage de mesure réalisée. En revanche, les deux échantillons ECAE à une et trois passes (respectivement $\bar{\gamma}$ égal à 2 et 6) sont beaucoup plus anisotropes malgré une valeur moyenne du coefficient plus élevée. Cette forte anisotropie est problématique pour une déformation homogène durant le procédé de fluotournage. Les échantillons déformés par le procédé HPT à 30° et 180° de rotation (respectivement $\bar{\gamma}$ égal à 1.75 et 10.5 sur le rayon extérieur) possèdent un coefficient de Lankford moyen moins élevé. En revanche, les variations d'amplitude en fonction de la position angulaire sont plus faibles. Cela est fortement apprécié pour la mise en forme ultérieure par fluotournage car le matériau initial est plus isotrope.

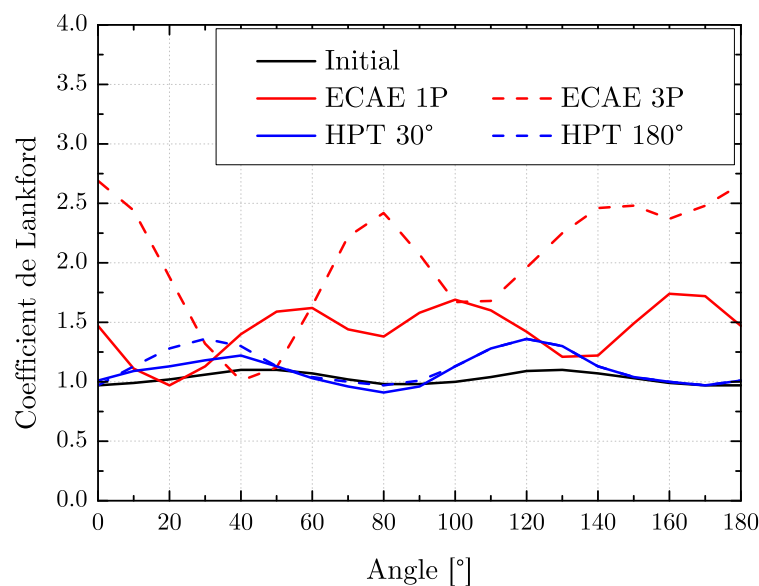


FIG. A.8 – Variations du coefficient de Lankford des échantillons après hyperdéformations (ECAE et HPT) obtenues par simulations.

Des défauts apparaissent dans l'échantillon formé par fluotournage. La figure A.9 représente les échantillons formés et les différents défauts observés. Deux types de défauts sont observés : fissure au fond et sur le côté latéral. Il est remarqué que l'épaisseur de la passe durant l'opération de fluotournage est importante pour éviter la rupture de l'échantillon. Néanmoins, les défauts persistent en fonction de l'échantillon

choisi. Les deux défauts sur les figures A.9a et A.9b correspondent aux échantillons déformés par ECAE. En revanche, la figure A.9c correspond à l'échantillon déformé par HPT à 180° de rotation (soit $\bar{\gamma}$ égal à 10.5). L'échantillon est initialement déformé plus fortement mais la stabilité du coefficient de Lankford permet une meilleure mise en forme. C'est donc l'isotropie de l'échantillon qui permet une mise en forme correcte (l'écroutissage étant épuisé lors de pré-déformation).

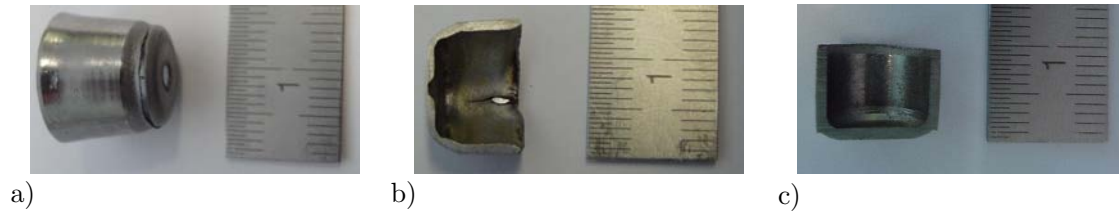


FIG. A.9 – Défauts dans les échantillons d'acier IF après fluotournage a) fissure au fond, b) fissure sur le côté latéral et c) sans fissure.

A.3 Conclusion

Il a été montré qu'il est possible de mettre en forme des matériaux nanostructurés par une hyperdéformation préalable. Le fluotournage est une solution possible pour cette mise en forme. Le gain des propriétés mécaniques est conservé durant le procédé. Les déformations imposées par le fluotournage sont supérieures à celles réalisées par les exemples de la littérature. Le choix du procédé d'hyperdéformation est très important puisqu'il conditionne la réussite de la mise en forme ultérieure par fluotournage (anisotropie causée par la texture du matériau).

A.4 Références

AVITZUR B. (1983), « *Handbook of Metal-Forming Processes* ».

HAN J., SUH J.-Y., JEE K.-K. & LEE J.-C. (2008), « *Evaluation of formability and planar anisotropy based on textures in aluminum alloys processed by a shear deforming process* ». *Materials Science and Engineering A*, Vol. 477 pp. 107–120.

MOHEBBI M.S. & AKBARZADEH A. (2010), « *Experimental study and FEM analysis of redundant strains in flow forming of tubes* ». *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 210 (2) pp. 389–395.

POORTMANS S. & VERLINDEN B. (2005), « *Mechanical properties of fine-grained AA1050 after ECAP* ». *Proc. 3th Int. Conf. On Nano-SPD*, pp. 847–852.

TAYLOR A.S., WEISS M., HILDITCH T., STANFORD N. & HODGSON P.D. (2012), « *Formability of cryo-rolled aluminium in uniaxial and biaxial tension* ». *Materials Science and Engineering A*, Vol. 555 pp. 148–153.

TÓTH L.S., LAPOVOK R., MOLOTNIKOV A., GU C.F., FUNDENBERGER J.-J. & DAVIES C.H.J. (2010), « *Texture evolution during micro-drawing of ultrafine grained copper* ». *Materials Science and Engineering A*, Vol. 527 (18-19) pp. 4633–4640.

VALIEV R.Z. (2006), « *The New Trends in SPD Processing to Fabricate Bulk Nanostructured Materials* ». *Proceedings of the 9th International Conference on Material Forming ESAFORM Publishing House Akapit*, pp. 1–9.

YANAGIDA A., JOKO K. & AZUSHIMA A. (2008), « *Formability of steels subjected to cold ECAE process* ». *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 201 (1-3) pp. 390–394.

YODA R., SHIBATA K., MORIMITSU T., TERADA D. & TSUJI N. (2011), « *Formability of ultrafine-grained interstitial-free steel fabricated by accumulative roll-bonding and subsequent annealing* ». *Scripta Materialia*, Vol. 65 pp. 175–178.

Annexe B

Détermination des axes de désorientations

B.1 Définition

Les désorientations sont un paramètre important dans l'étude des microstructures nanostructurées qui définissent les joints de grains. Un joint de grain est considéré lorsqu'un angle de désorientation θ de plus de 5° est présent entre deux grains A et B. L'axe, autour duquel l'angle est défini, est appelé axe de désorientation \underline{V} . La matrice de rotation $\underline{\Delta g}$ permet le passage de l'orientation du grain A au grain B. La figure B.1 illustre cette représentation.

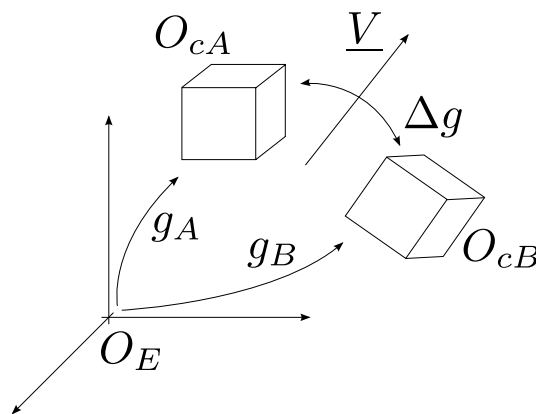


FIG. B.1 – Schéma de représentation d'un axe de désorientation.

On peut définir les repères suivants :

$$\begin{cases} \underline{O}_{Echantillon} \equiv \underline{O}_E \\ \underline{O}_{cristal A} \equiv \underline{O}_{cA} \\ \underline{O}_{cristal B} \equiv \underline{O}_{cB} \end{cases} \quad (\text{B.1})$$

Considérant deux grains A et B voisins, la matrice de désorientation $\underline{\Delta g}$ s'écrit :

$$\underline{\Delta g} = \underline{g}_B \underline{g}_A^{-1} \quad \text{soit} \quad \underline{\Delta g}^{-1} = \underline{g}_A \underline{g}_B^{-1} \quad (\text{B.2})$$

où \underline{g}_A est la matrice de rotation passant du repère de l'échantillon au repère du cristal A et \underline{g}_B est la matrice de rotation passant du repère de l'échantillon au repère du cristal B.

L'équation B.2 aurait pu être définie dans l'autre sens. En effet, $\underline{\Delta g}$ est exprimé soit dans le repère du cristal A avec $\underline{\Delta g}_{A \rightarrow B} = \underline{g}_B \underline{g}_A^{-1}$ soit le repère du cristal B avec $\underline{\Delta g}_{B \rightarrow A} = \underline{g}_A \underline{g}_B^{-1}$. Ces deux quantités sont en réalité égales au signe de l'axe près. Les rotations se font avec l'axe « positif » ou « négatif » d'un repère à l'autre.

De cette matrice $\underline{\Delta g}$, l'angle θ et l'axe \underline{V} de désorientation peuvent être calculés :

$$\theta = \cos^{-1} \left[\left(\text{tr}(\underline{\Delta g}) - 1 \right) / 2 \right] \quad (\text{B.3})$$

$$\underline{V} = [u, v, w] = \frac{\left[(\Delta g_{32} - \Delta g_{23}), (\Delta g_{13} - \Delta g_{31}), (\Delta g_{21} - \Delta g_{12}) \right]}{\sqrt{(\Delta g_{32} - \Delta g_{23})^2 + (\Delta g_{13} - \Delta g_{31})^2 + (\Delta g_{21} - \Delta g_{12})^2}} \quad (\text{B.4})$$

Chaque orientation possède de par la symétrie cubique 24 orientations équivalentes. Pour un angle de désorientation θ donné, il existe donc 24×2 axes équivalents soit 48. On recherche ensuite l'axe qui est dans le triangle standard. Il en existe en réalité 2 (inverses l'un de l'autre). Ces axes sont ensuite projetés dans le repère de l'échantillon \underline{O}_E pour visualiser si une direction particulière se dégage.

B.2 Exemple

Un exemple de représentation des axes de désorientation dans le repère échantillon est réalisé pour deux orientations A et B dans le tableau 0.1.

	φ_1 [°]	ϕ [°]	φ_2 [°]
Grain A	102.9	29.41	154.93
Grain B	268.73	55.32	7.29

TAB. B.1 – Exemple d'orientations pour deux grains A et B

La figure 0.2 représente la projection des axes de désorientation dans le repère de l'échantillon \underline{O}_E . Les projections utilisant le passage par le grain A ($\underline{\Delta g}_{A \rightarrow B}$) et par le grain B ($\underline{\Delta g}_{B \rightarrow A}$) sont tracées. Le sens du passage n'influe pas puisque les projections sont identiques. 24 axes sont représentés (48 en prenant en comptant le sens de l'axe). Ils sont tous symétriquement équivalents et seul l'un d'entre eux est dans le domaine fondamental (sous ensemble de l'espace des orientations dans lequel une orientation a une représentation unique). La figure B.2 représente la projection des deux orientations A et B dans le repère échantillon. Le canevas de Wulff est tracé et centré sur l'axe. Le passage de la projection du grain A au grain B se fait suivant une isoligne du canevas.

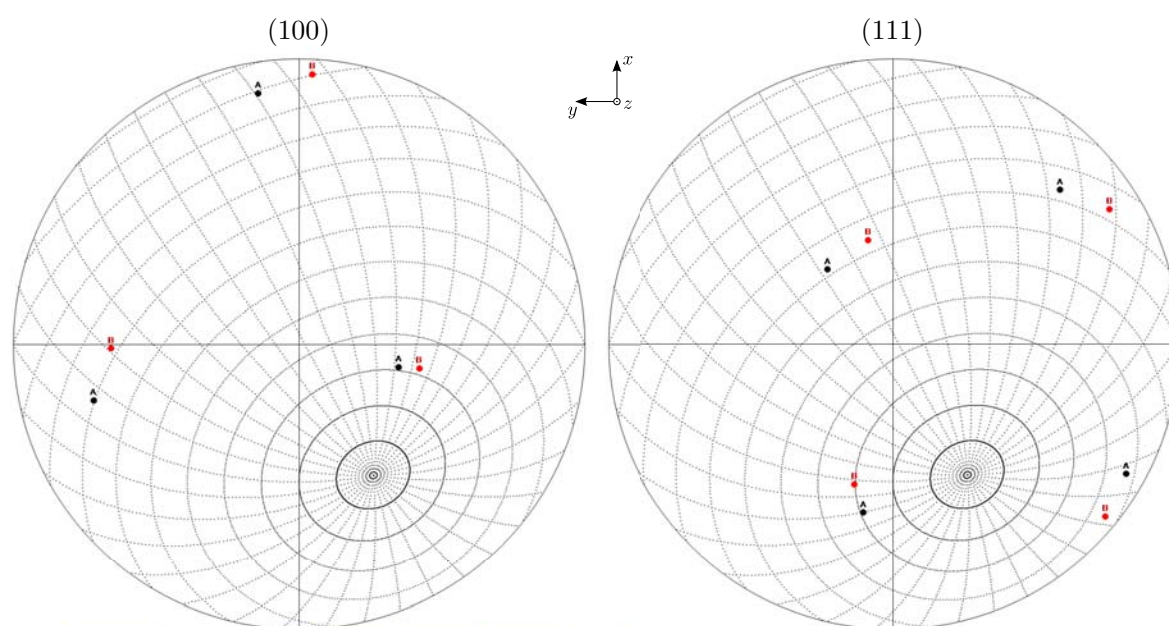


FIG. B.2 – Figures représentant l'axe de désorientation projeté dans le repère de l'échantillon. Le canevas de Wulff est positionné sur l'axe. Les projections des grains identifiés A et B sont respectivement en noir et rouge.

Cette équivalence peut être démontrée pour toute orientation A et B quelconque. On sait qu'une rotation d'un axe \underline{V} autour de ce même axe n'en modifie pas sa direction. On peut donc écrire :

$$\underline{\underline{\Delta g}} \cdot \underline{V} = \underline{V} \quad (\text{B.5})$$

En prenant en compte les symétries du cristal A et B, on peut dire :

$$\underline{\underline{\Delta g}}^{(ij)} \cdot \underline{V}^{(i)} = \underline{V}^{(i)} \quad (\text{B.6})$$

Donc,

$$\underline{\underline{O}}^{(j)} \underline{\underline{g}}_B \left(\underline{\underline{O}}^{(i)} \underline{\underline{g}}_A \right)^{-1} \cdot \underline{V}^{(i)} = \underline{V}^{(i)} \quad (\text{B.7})$$

En simplifiant, on a :

$$\underline{\underline{g}}_A^{-1} \left(\underline{\underline{O}}^{-1} \right)^{(i)} \cdot \underline{V}^{(i)} = \underline{\underline{g}}_B^{-1} \left(\underline{\underline{O}}^{-1} \right)^{(j)} \cdot \underline{V}^{(i)} \quad (\text{B.8})$$

Ainsi, en appliquant la symétrie correspondante à chaque retour dans le repère du cristal par le grain A ou B, on a égalité entre chaque projection. Dans le repère de l'échantillon, on a donc une et une seule projection de l'axe de rotation (les 24 projections sont symétriquement équivalentes).

Annexe C

Mesures de texture à incidence constante

C.1 Introduction

La méthode classique de mesure des figures de pôles par diffraction de rayons X est la méthode de Schulz (Schulz, 1949). Cette méthode est utile pour des échantillons "massifs", c'est-à-dire ayant une surface de mesure supérieure à la surface irradiée par le faisceau de rayon X et une épaisseur supérieure à profondeur de pénétration du rayonnement.

Au cours de la mesure, la surface irradiée par le faisceau de rayons X évolue à cause des variations des angles de Bragg (θ_{Bragg}) d'un plan diffractant à l'autre et de l'angle de déclinaison ψ . Lorsque le faisceau de rayons X est cylindrique, la surface que forme le faisceau sur l'échantillon est une ellipse dont le petit axe est égal au diamètre du faisceau (d_{col}). La longueur du grand axe varie avec l'angle d'incidence réel i par la relation :

$$L = d_{col} / \sin i \quad (C.1)$$

où l'angle i dépendant de l'angle d'incidence du goniomètre θ_{inc} ($\theta_{inc} = \theta_{Bragg}$ dans la méthode de Schulz) et de l'angle de déclinaison du goniomètre ψ par la relation :

$$\sin i = \sin \theta_{inc} \cos \psi \quad (C.2)$$

La surface irradiée de l'échantillon change donc pendant la mesure (augmente) ainsi que l'épaisseur de pénétration du rayon X (diminue), mais le volume diffractant reste constant.

Cette méthode est donc très utile lorsqu'on a des échantillons de dimensions suffisantes pour que le faisceau ne sorte pas de l'échantillon pendant la mesure, et on suppose alors aussi que le matériau est homogène (pas de gradient dans le plan ni dans l'épaisseur).

Les échantillons utilisés ici sont de petite taille : largeur de 4 mm. Il est donc nécessaire de limiter la variation du grand axe de l'ellipse durant la mesure pour que le faisceau ne sorte pas de l'échantillon. En effet, lorsque le faisceau sort de l'échantillon, cela entraîne une diminution du volume diffractant (donc une diminution de l'intensité mesurée mais ne provenant pas de la texture cristallographique du matériau caractérisé) ou on risque de mesurer de l'intensité provenant d'un élément extérieur. Pour éviter cela, on peut soit effectuer la mesure sur les plans ayant les plus grandes valeurs d'angles de Bragg (une augmentation de θ_{inc} se traduit par une diminution de la taille du faisceau sur l'échantillon), soit utiliser une autre méthode de mesure permettant de limiter l'élargissement du faisceau sur l'échantillon. C'est cette deuxième solution qui a été retenue ici.

C.2 Principe

La solution utilisée consiste à limiter la surface irradiée en gardant l'angle d'incidence réel i constant. Cette méthode a été utilisée par Player *et al.* (1992) et Szpunar *et al.* (1993) pour la mesure de texture sur des films minces.

L'objectif est de maintenir l'angle d'incidence réel i constant durant la mesure. Pour cela, il faut donc faire varier simultanément les valeurs de θ_{inc} et ψ . Le schéma de principe est montré sur la figure B.1. Les angles de déclinaison et d'azimut correspondant à l'échantillon (figure de pôle) et au goniomètre ne sont alors plus identiques. C'est pourquoi il est important de les différencier.

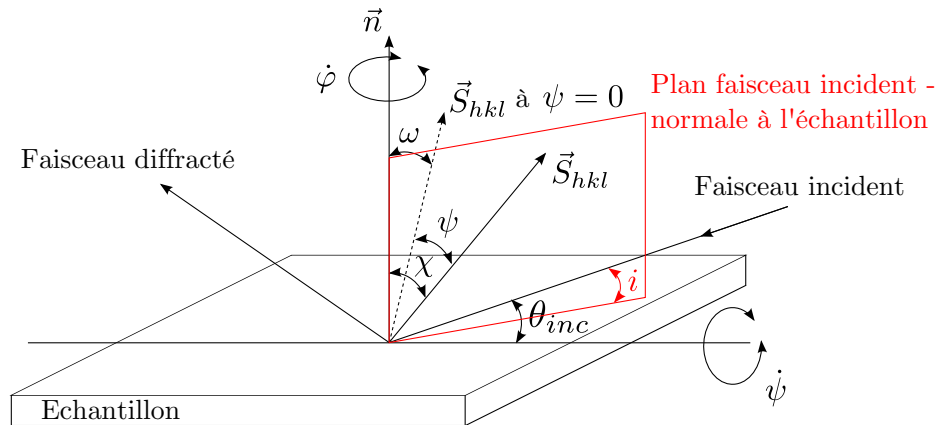


FIG. C.1 – Schéma de principe de la technique à angle d'incidence constant.

On peut définir les grandeurs suivantes :

- i est l'angle d'incidence réel,
- \vec{S}_{hkl} est le vecteur de diffraction (normale aux plans diffractants),
- θ_{inc} est l'angle d'incidence du goniomètre,
- θ_B est l'angle de Bragg,
- $\omega = \theta_{inc} - \theta_B$,
- ψ est l'angle de déclinaison du goniomètre,
- φ est l'angle d'azimut du goniomètre,
- χ est l'angle de déclinaison de la figure de pôles,
- ϕ est l'angle d'azimut de la figure de pôles.

Étant donné que les conditions standards ne sont plus satisfaites, des limitations de mesure existent et des corrections doivent être réalisées à cause de cette géométrie particulière :

- Les angles de déclinaison accessibles sur la figure de pôle sont limités par les expressions suivantes :

$$\begin{cases} \chi_{\min} = |\theta_B - i| \\ \chi_{\max} = a \cos\left(\frac{1}{2} \frac{\sin i}{\sin \theta_B}\right) \end{cases} \quad (\text{C.3})$$

où θ_B est l'angle de Bragg. La figure B.2 représente les zones couvertes par les deux types de mesure. Une zone de recouvrement est présente.

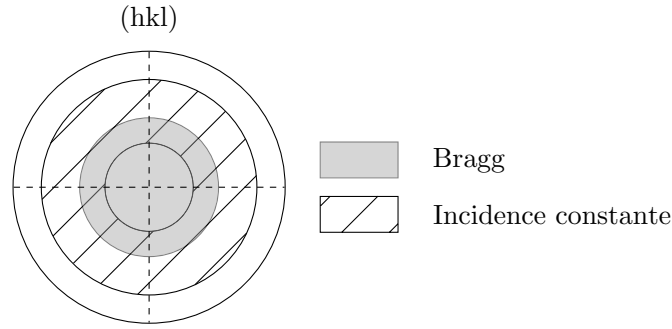


FIG. C.2 – Position des points de mesures avec les deux géométries considérées.

- A cause du changement d'angle d'incidence du goniomètre, le volume diffractant varie pendant la mesure. L'intensité mesurée en chaque point est corrigée par la relation :

$$I_{(hkl)}^t = I_{(hkl)} \left[1 - \frac{\tan \omega}{\tan \theta_B} \right] \quad \text{avec} \quad \omega = \theta_{inc} - \theta_B \quad (\text{C.4})$$

- La position de la normale aux plans diffractants dans le repère du goniomètre doit être repositionnée dans le repère de l'échantillon (figure de pôles) par les relations suivantes (Heizmann & Laruelle, 1986) :

$$\begin{cases} \cos \chi = \cos \psi \cos \omega \\ \phi = \varphi + \Delta\varphi \quad \text{avec} \quad \sin \Delta\varphi = \frac{\sin \omega}{\sin \chi} \end{cases} \quad (\text{C.5})$$

où ϕ est l'angle d'azimut dans le repère FDP (échantillon) et φ est l'angle d'azimut sur le goniomètre. Cette opération est ici appelée standardisation.

Expérimentalement, à cause des valeurs limites de χ accessibles en utilisant cette méthode (voir équation C.3) ne permettant pas de mesurer le centre des figures de pôles, nous utiliserons une superposition des figures de pôles mesurées à angle d'incidence réel constant avec celles obtenues par la méthode de Bragg-Brentano. Ceci a été validé par Barbier *et al.* (2008).

C.3 Vérification

Cette méthode a été validée avant d'être utilisée pour les mesures. Les essais ont été réalisés sur un échantillon HPTT déformé à 30° de rotation sur le plan θz (normale à la paroi du tube). Un angle d'incidence constant de 13° est défini pour les mesures. Cet angle est choisi de telle façon que la longueur du grand axe de l'ellipse de la surface

irradiée ne dépasse pas la longueur de l'échantillon (longueur de 3.5 mm à partir de l'expression C.1 pour un collimateur de 0.8 mm).

Le résultat des mesures des figures de pôle est présenté sur la figure B.3. Les deux méthodes (Bragg et incidence constante) sont utilisées. La géométrie de Bragg est limitée en déclinaison ($\chi = 58^\circ$ pour la figure (110) car au-delà de cette valeur, on sort de l'échantillon). La géométrie à angle d'incidence constant permet d'aller beaucoup plus loin en déclinaison mais avec une zone aveugle au centre de la figure. La combinaison de ces deux géométries permet donc d'obtenir une plage de mesure plus étendue. On remarque que la correspondance entre la mesure classique (Bragg) et la mesure à incidence constante (après correction d'intensité et standardisation) est en bon accord en termes d'intensités et de positions. La zone de recouvrement entre les deux méthodes concorde correctement. Le raccord entre les deux méthodes est alors possible pour compléter les figures de pôle. L'angle maximum de déclinaison χ passe ainsi de 58° (géométrie de Bragg) à 77° (en utilisant la superposition) pour la figure de pôles (110).

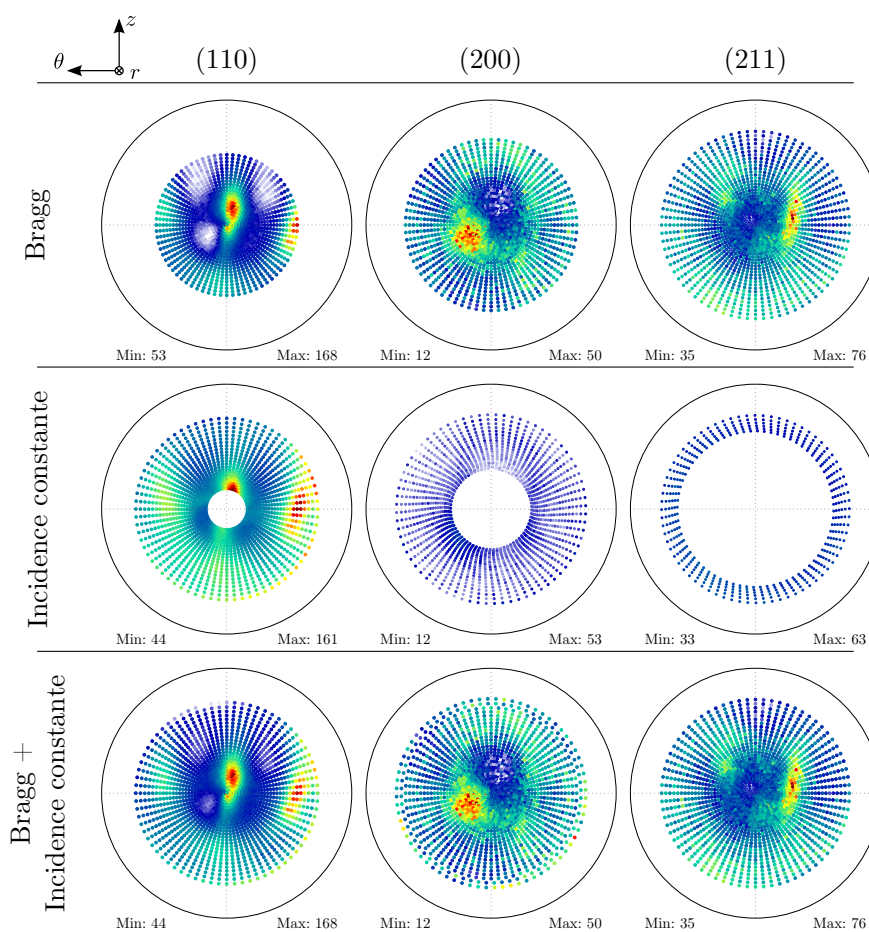


FIG. C.3 – Figures de pôle expérimentales à géométrie de Bragg, à géométrie à angle d'incidence constant et combinée.

On compare les figures de pôles recalculées pour les deux méthodes (figure B.4). On remarque que les figures de pôles pour les deux géométries sont presque identiques. De plus, les coefficients d'erreur et les indices de texture sont également équivalents pour les deux méthodes de mesure (tableau B.1).

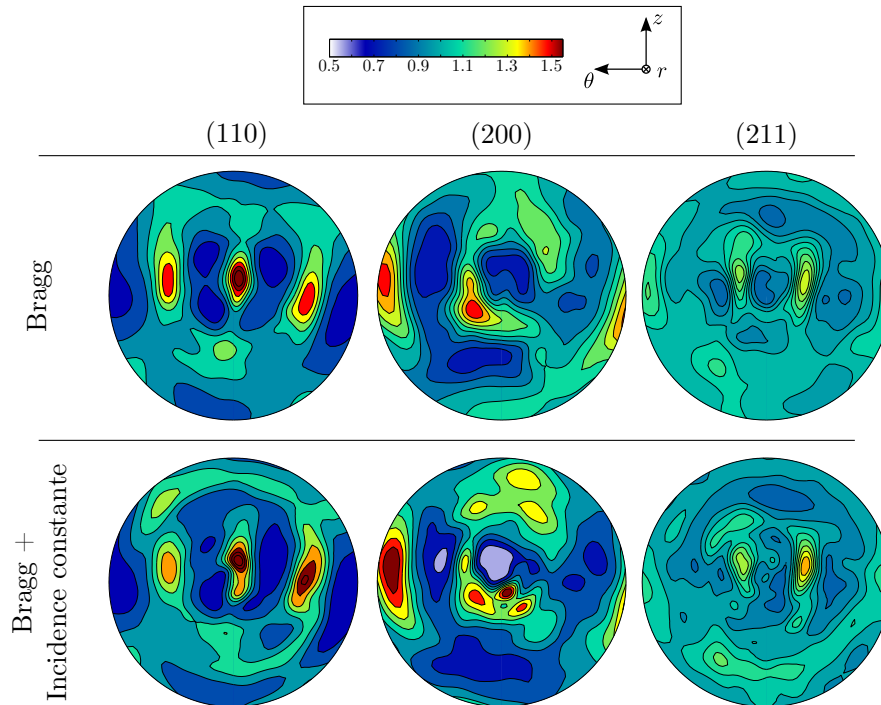


FIG. C.4 – Figures de pôle recalculées à partir des figures expérimentales utilisant la géométrie de Bragg et la géométrie combinée dans le repère de mesure.

	FDP	Bragg	Bragg + incidence constant
Coef. RP0	(110)	0.23	0.22
	(200)	0.18	0.17
	(211)	0.11	0.11
Coef. RP1	(110)	0.10	0.10
	(200)	0.08	0.07
	(211)	0.05	0.05
Indice de texture		1.13	1.17

TAB. C.1 – Comparaison géométrie de Bragg avec la géométrie à angle d'incidence constant.

L'utilisation de cette technique ne semble pas apporter un gain conséquent pour la détermination des textures cristallographiques après torsion. Cela s'explique ici car

l'échantillon mesuré provient d'un tube HPTT déformé à 30° ($\bar{\gamma} = 4$). Le cisaillement s'effectue dans le plan $r\theta$ et les mesures RX dans le plan θz (normal à la paroi du tube). En conséquence, la majorité des intensités mesurées se situe dans le centre de la figure de pôle (figure B.3). Le fait de ne pas mesurer la zone périphérique des figures de pôles ne fait donc pas perdre d'information. Quand la texture induit des zones intenses dans la partie périphérique des figures de pôles, alors le gain pour la détermination de la texture est beaucoup plus intéressant.

La figure B.5 illustre les figures de pôles recalculées pour les deux méthodes dans le plan de cisaillement. On observe donc les mêmes figures de pôles que celles de la figure B.4 mais tournées de 90° .

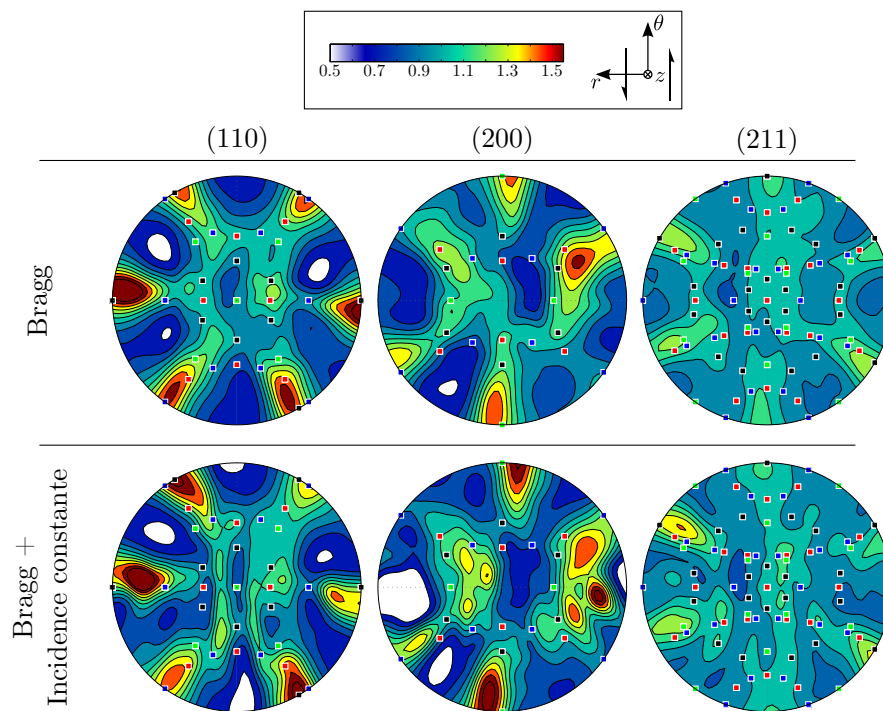


FIG. C.5 – Figures de pôle recalculées à partir des figures expérimentales utilisant la géométrie de Bragg et la géométrie combinée dans le repère usuel de représentation du cisaillement.

C.4 Conclusion

La caractérisation de la texture cristallographique d'échantillons de taille réduite présente des difficultés, car la taille de l'échantillon limite les zones accessibles. Pour éviter cela, nous avons utilisé une méthodologie développée par Barbier *et al.* (2008)

consistant à compléter la zone mesurable sur les figures de pôles obtenues par la méthode de Schulz par une mesure à incidence réelle constante. Nous avons vérifié que cette méthode "non conventionnelle" est opérationnelle pour nos échantillons. Même si dans notre cas, l'intérêt est limité car l'information est localisée au centre des figures mesurées, toutes les déterminations de texture cristallographique ont été réalisées de cette manière.

C.5 Références

BARBIER D., BOLLE B., FUNDENBERGER J.-J., LARUELLE C. & TIDU A. (2008), « *Combination of Two X-Ray Diffraction Settings for Determining the Texture of Small Sheared Samples* ». *Materials Processing and texture: Ceramic Transactions*, Vol. 200-201 pp. 87–93.

HEIZMANN J.J. & LARUELLE C. (1986), « *Simultaneous measurement of several X-ray pole figures* ». *Journal of applied crystallography*, Vol. 19 (6) pp. 467–472.

PLAYER M.A., MARR G. V, GU E., SAVALONI H., ÖNCAN N. & MUNRO I.H. (1992), « *Preferred orientation in erbium thin films observed using synchrotron radiation* ». *Journal of Applied Crystallography*, Vol. 25 (6) pp. 770–777.

SCHULZ L.G. (1949), « *A Direct Method of Determining Preferred Orientation of a Flat Reflection Sample Using a Geiger Counter X-Ray Spectrometer* ». *Journal of Applied Physics*, Vol. 20 (11) pp. 1030.

SZPUNAR J.A., AHLROOS S. & TAVERNIER P. (1993), « *Method of measurement and analysis of texture in thin films* ». *Journal of Materials Science*, Vol. 28 (9) pp. 2366–2376.

Annexe D

Calcul de température dans HPTT

La déformation plastique introduite dans l'échantillon entraîne un échauffement de la matière. Cette augmentation de chaleur peut être significative au regard de la température de recristallisation de certains matériaux comme le cuivre. En conséquence, il est nécessaire d'évaluer cet échauffement.

D.1 Conditions adiabatiques

L'équation de la chaleur, sur un domaine Ω et en l'absence de convection, s'écrit :

$$\forall x \in \Omega, \quad \rho c \frac{\partial T}{\partial t}(x, t) = \lambda \Delta T(x, t) + P_G \quad (\text{D.1})$$

où ρ est la masse volumique du matériau, c est la chaleur spécifique massique du matériau, $T(x, t)$ est un champ de température, λ est la conductivité thermique du matériau, ΔT est le Laplacien de la température et P_G est une production volumique de chaleur.

Une première approximation de l'augmentation de la température dans l'échantillon est de se positionner dans des conditions adiabatiques, c'est-à-dire sans transfert thermique entre l'échantillon et les pièces du bâti (piston et matrices). Ceci est une hypothèse forte puisque cela suppose que l'écoulement plastique s'effectue très rapidement. Pour les conditions adiabatiques, l'équation D.1 peut alors s'écrire :

$$\rho C_p \delta T = \sigma \delta \varepsilon \quad (\text{D.2})$$

où δT est la variation de température, σ est la contrainte d'écoulement, $\delta\varepsilon$ est la déformation plastique accumulée. On assume que 95% de l'énergie est convertie en chaleur durant la déformation. Le reste est emmagasiné dans la densité de dislocation.

On peut alors définir la variation de température δT par :

$$\delta T = 0.95 \cdot \frac{\sigma \cdot \delta\varepsilon}{\rho \cdot C_p} \quad (\text{D.3})$$

Le tableau C.1 récapitule les paramètres matériaux pour du fer et du cuivre.

	Fe	Cu
ρ [kg.m ⁻³]	7800	8900
c [J.kg ⁻¹ .K ⁻¹]	470	385
λ [W.m ⁻¹ .K ⁻¹]	46	390

TAB. D.1 – Paramètres matériaux

Les résultats sont présentés dans le tableau C.2 pour les deux matériaux considérés. Les augmentations de température calculées sont très importantes et bien supérieures aux essais expérimentaux. Les conditions adiabatiques permettent d'établir une limite supérieure puisque toute la déformation plastique produit de la chaleur sans dissipation. Le procédé HPTT implique une pression hydrostatique dans l'échantillon en le comprimant. En conséquence, toutes les parois du tube sont en contact avec le piston et matrices. Ainsi, il est nécessaire d'étudier la variation de température en prenant en compte les transferts thermiques.

Matériau	Fe		Cu		
Rotation [°]	30	60	30	60	500
$\bar{\gamma}$	4	8	4	8	65
$\bar{\tau}$ [MPa]	375	480	200	225	500
ΔT [K ou °C]	390	995	221	499	9011

TAB. D.2 – Augmentation de la température en conditions adiabatiques

D.2 Régime permanent

Les déformations appliquées à l'échantillon sont très intenses mais les vitesses de déformation sont considérées comme lente ($\dot{\gamma} = 0.07 \text{ s}^{-1}$). En conséquence, il est possible de définir le procédé comme étant dans un régime permanent. Cela implique :

$$\frac{\partial T}{\partial t} = 0 \quad (\text{D.4})$$

La figure C.1 représente le schéma du procédé permettant de comprendre la disposition des différents éléments pour le transfert thermique.

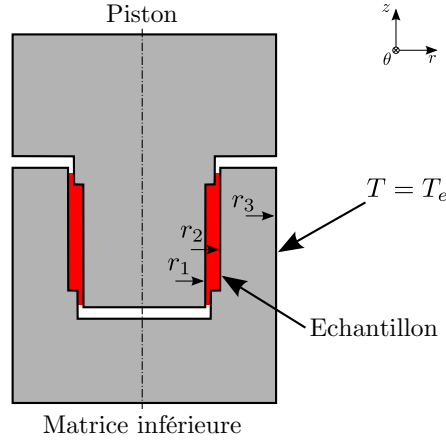


FIG. D.1 – Schéma du procédé HPTT.

Plusieurs hypothèses simplificatrices sont considérées :

- On néglige les effets de bords donc la température ne dépend pas de la position axiale z .
- On suppose que la température à l'extrémité de la matrice extérieure est égale à la température ambiante T_e .

L'équation de la chaleur D.1 permet de définir la température dans les outils (matrices et piston) et l'échantillon par les relations :

$$\begin{cases} \Delta T = 0 \\ \lambda \Delta T + P_G = 0 \end{cases} \quad (\text{D.5})$$

Les deux cas sont différenciés pour prendre en compte ou non la production de chaleur causée par la déformation plastique dans l'échantillon. L'équation D.5 fait intervenir le Laplacien de la température défini, en coordonnées cylindriques, comme :

$$\Delta T = \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(r \frac{\partial T}{\partial r} \right) + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 T}{\partial \theta^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \quad (\text{D.6})$$

Étant donné que la température ne varie pas suivant les axes θ et z , l'équation D.6 se simplifie :

$$\Delta T = \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(r \frac{\partial T}{\partial r} \right) \quad (\text{D.7})$$

En intégrant la relation D.7 dans D.5, on peut résoudre les équations différentielles.
Soit :

$$\begin{cases} T = A \ln r + B \\ T = \frac{-P_G r^2}{4\lambda} + A \ln r + B \end{cases} \quad (\text{D.8})$$

On peut noter que la température dans le rayon du piston est supposée constante. Pour un cylindre plein, l'équation de la température sur l'axe est infinie ($\ln(0) = -\infty$). Dans les trois zones (piston, échantillon et matrice), il est nécessaire d'établir des conditions limites. Le flux thermique doit être conservé durant la traversée des interfaces entre les différents éléments et est défini par :

$$\Phi = -\lambda \frac{\partial T}{\partial r} \quad (\text{D.9})$$

Les conditions limites de températures et de flux sont :

$$\begin{cases} T_{piston}(r_1) = T_{échantillon}(r_1) \\ T_{échantillon}(r_2) = T_{matrice}(r_2) \\ T_{matrice}(r_3) = T_e \end{cases} \quad (\text{D.10})$$

$$\begin{cases} \Phi_{piston}(r_1) = \Phi_{échantillon}(r_1) \\ \Phi_{échantillon}(r_2) = \Phi_{matrice}(r_2) \end{cases} \quad (\text{D.11})$$

En conséquence, un système de cinq équations (D.10 et D.11) à cinq inconnues est établi. Il reste maintenant à définir la production de chaleur par la déformation plastique. La puissance (en Watt) s'écrit :

$$\begin{cases} \dot{W} = T\dot{\theta} & \text{pour un volume total} \\ \dot{W} = \bar{\sigma}\dot{\varepsilon} & \text{pour un volume unitaire} \end{cases} \quad (\text{D.12})$$

où T est le couple résultant, $\dot{\theta}$ est la vitesse de rotation, $\bar{\sigma}$ est la contrainte moyenne et $\dot{\varepsilon}$ est la vitesse de déformation moyenne.

D'après la modélisation réalisée dans le chapitre 3, on sait définir que :

$$\bar{\sigma} = \frac{T\sqrt{3}}{2\pi Lr^2} \quad \text{et} \quad \dot{\varepsilon} = \frac{\dot{\theta}}{\sqrt{3} \ln(b/a)} \quad (\text{D.13})$$

La puissance produite pour un volume total s'écrit alors :

$$\dot{W} = \bar{\sigma} 2\pi L r^2 \dot{\varepsilon} \ln(b/a) \quad (\text{D.14})$$

Ainsi, pour une unité de volume, la production de chaleur Pg (en W/m^3) s'écrit :

$$Pg = \dot{W} / V \quad (\text{D.15})$$

où V est le volume de l'échantillon.

Le système d'équation a été résolu avec le logiciel de calcul formel Mathematica et les résultats sont décrits dans le tableau C.3. Les températures calculées sont bien inférieures à celles estimées par un calcul adiabatique. Pour une rotation de la matrice de 30° , une augmentation de 14 K est estimée pour un échantillon en Fe alors qu'une augmentation de 7 K est calculée pour le cuivre. Les valeurs sont réalistes au regard des essais réalisés.

Matériau	Fe		Cu		
Rotation [°]	30	60	30	60	500
$\dot{\gamma}$ [s^{-1}]	0.06	0.06	0.06	0.06	0.06
$\bar{\tau}$ [MPa]	375	480	200	225	500
ΔT [K]	14	18	7	9	18

TAB. D.3 – Augmentation de la température en régime permanent

Annexe E

Mesures de taille de domaine cohérent et de la densité de dislocations par rayons X

E.1 Principe

La diffraction des rayons X est une technique d'analyse non destructive permettant d'obtenir divers informations sur la structure des matériaux polycristallins. Il a précédemment été vu que la texture cristallographique peut être déterminé par cette technique. L'intensité des pics de diffraction dans différentes directions de l'échantillon permet d'obtenir les orientations préférentielles de l'échantillon.

L'analyse du profil des raies de diffraction permet d'obtenir d'autres informations relatives à la microstructure comme la taille de cristallites, la densité de dislocations, les microdéformations. Les effets produits sur le profil est un élargissement/déplacement du pic. Les cristallites peuvent être définies comme des domaines de diffraction cohérente. Cela signifie qu'à l'intérieur d'un domaine, peu de défauts sont présents (équivalent à un monocristal). La désorientation entre deux domaines cohérents peut être très faible. Il ne faut pas confondre avec la notion de grain. Dans les métaux polycristallins, de nombreux cristallites sont à l'intérieur d'un même grain.

Le profil expérimental de raie $h(y)$ est une convolution d'une fonction instrumentale $f(y)$ et d'une fonction liée à la structure du matériau $g(y)$:

$$h(y) = \int_{-\infty}^{+\infty} f(x)g(x-y)dx \quad (\text{E.1})$$

La variable y correspond à l'écart avec l'angle de diffraction théorique. La fonction $f(y)$ est une combinaison de plusieurs facteurs dépendant de l'appareil de mesure (divergence et dispersion du faisceau, largeur des fentes, fond continu dû au bruit et la diffusion par l'air). Des tests préliminaires doivent être réalisés pour déterminer le plus précisément possible cette fonction $f(y)$. Généralement, un échantillon de LaB_6 (hexachlorure de lanthane) supposé parfait est utilisé car il n'engendre pas d'élargissement de raie.

Les profils expérimentaux $h(y)$ sont généralement compris entre un profil gaussien (appareil) et lorentzien (échantillon). Le produit de convolution de ces deux fonctions peut être décrit par une fonction de Voigt.

Plusieurs méthodes ont été proposées pour déterminer la taille de cristallite et la microdéformation à partir des profils de raie. Les trois principales techniques sont basées sur :

- la décomposition du profil en séries de Fourier, WA ([Warren & Averbach, 1950 - 1952](#)),
- la méthode de la largeur intégrale, WH ([Williamson & Hall, 1953](#)),
- l'étude de la variance de la distribution de l'intensité ([Wilson, 1962 - 1963](#)).

Ces analyses ne permettent pas complètement de séparer l'effet de la taille de cristallite des microdéformations. Ungár & Borbély ([1996](#)) ont proposé une méthode modifiée des méthodes WA et WH permettant de séparer ces effets. Des études sont basées sur le calcul la variance des profils de raie ([Groma, 1998 - Borbély & Groma, 2001](#)) pour évaluer ces quantités. Ainsi, les paramètres microstructuraux entraîne un comportement asymptotique des moments du $k^{\text{ième}}$ ordre :

$$M_k(q') = \int_{-q'}^{q'} q^k I(q) dq \bigg/ \int_{-\infty}^{\infty} I(q) dq \quad (\text{E.2})$$

où $I(q)$ est l'intensité mesurée en fonction de $q = 2[\sin(\theta) - \sin(\theta_0)]/\lambda$, où λ est la longueur d'onde du rayon X, θ est l'angle de diffraction et θ_0 est l'angle de Bragg. Les moments du second et quatrième ordre sont définis comme suit ([Borbély et al., 2006](#)) :

$$M_2(q) = \frac{1}{\pi^2 \varepsilon_F} q - \frac{1}{4\pi^2} \frac{L}{K^2 \varepsilon_F^2} + \frac{1}{2\pi^2} \Lambda \rho \ln \left(\frac{q}{q_0} \right) \quad (\text{E.3})$$

$$\frac{M_4(q)}{q^2} = \frac{\Lambda \rho}{4\pi^2} + \frac{1}{3\pi^2 \varepsilon_F} q + \frac{3\Lambda \rho}{(2\pi)^4 \varepsilon_F} \frac{\ln(q/q_2)}{q} + \frac{12\Lambda^2 \langle \rho^{(2)} \rangle}{(2\pi)^4} \frac{\ln^2(q/q_3)}{q^2} \quad (\text{E.4})$$

où ε_F est la taille de cristallite, K est la constante de Scherrer dépendante de la forme des cristallites (L est un paramètre similaire), ρ est la densité de dislocation, Λ est un paramètre géométrique équivalent à 1. q_0 , q_2 et q_3 sont des paramètres dans l'espace réciproque sans interprétation physique. Les deux premiers termes de l'équation E.3 sont influencés par la taille de cristallite alors que le troisième l'est par la densité de dislocation. Les deux quantités (cristallites et dislocations) sont indépendantes car les deux effets ont un comportement différent en q . Il est donc possible d'extraire la quantité de dislocations et la taille de cristallite à partir de ces équations. La mesure d'un seul pic de diffraction est suffisant pour l'évaluation de ces quantités avec cette méthode. Les mesures suivantes ont été réalisées à l'École Nationale des Mines de Saint-Etienne par le Dr Borbély.

E.2 Mesures et résultats

Les mesures sont réalisées en utilisant un diffractomètre MRD PRO Philips à foyer linéaire. L'échantillon testé est un cuivre pur (CuAl) déformé par HPTT à 500° de rotation, soit une déformation en cisaillement moyen $\bar{\gamma} = 65$. Le pic de diffraction (311) est mesuré à quatre rayons différents comme illustré sur la figure D.1. Cela correspond à un gradient de déformation en cisaillement allant de 108 et 25 approximativement, sur le côté intérieur et extérieur respectivement. Les surfaces de mesure sont polies en utilisant un papier de polissage de granulométrie 4000. Cela est suivi d'un polissage avec une solution d'alumine de 3 μm puis 1 μm . Un polissage électrolytique avec une solution d'acide nitrique 33% et de méthanol 67% est ensuite appliqué pour supprimer l'écrouissage de surface induit par le polissage.

Le pic 311 est choisi car, à cause de la texture du matériau, ce pic est le plus intense. Il est mesuré durant 36h pour chaque rayon. L'utilisation d'un autre pic de diffraction augmenterait le temps de mesure significativement. Les tailles de cristallites mesurées sont donc perpendiculaires aux plans cristallographiques (311).

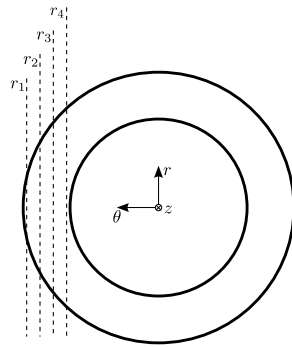


FIG. E.1 – Positions de mesure dans l'épaisseur du tube.

Les pics (311) mesurés pour les quatre rayons et un échantillon de cuivre initial (non déformé) sont illustrés sur la figure D.2. Une nette différence est observée entre les échantillons déformés et l'initial. L'intensité est normée à 1 mais la largeur des pics est fortement influencée par la déformation imposée. La visualisation se fait dans l'espace réciproque. C'est pourquoi des gros grains sans défauts sont représentés par un pic fin alors que des grains déformés affinés ont une largeur plus importante. La méthode, utilisée pour l'analyse traite de la nature asymptotique des raies. En conséquence, il est important de visualiser les pics avec une échelle logarithmique (figure D.2b).

Peu de différence est visible entre les différents pics des échantillons déformés (même échantillon à différents rayons, soit différentes déformations). Une méthode simple de quantifier une éventuelle évolution est d'utiliser la largeur à mi-hauteur (FWHM – Full Width at Half Maximum). Les résultats du FWHM sont représentés sur la figure D.3 en fonction de la position sur le rayon du tube. Le FWHM est indiqué dans l'espace réciproque $\Delta K = \cos(\theta)\Delta(2\theta)/\lambda$. L'erreur est d'environ 3% de la valeur mesurée. Plus la position sur le rayon est élevée (la déformation diminue avec l'augmentation du rayon), moins la largeur à mi-hauteur est élevée. L'augmentation de la déformation entraîne donc un élargissement du pic plus important.

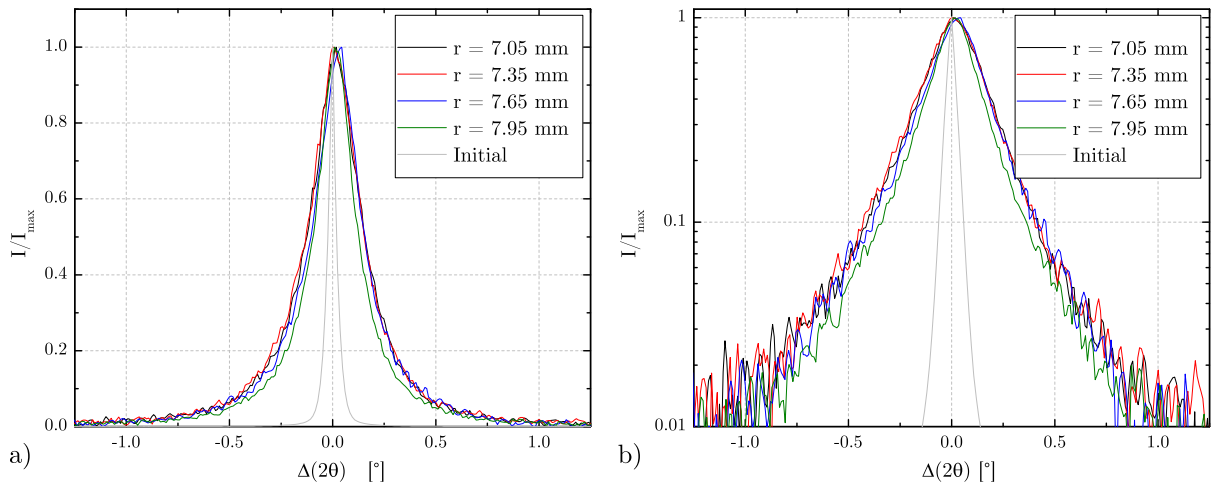


FIG. E.2 – Profils des pics (311) des tubes de cuivre initial et déformé à saturation utilisant une échelle a) linéaire et b) logarithmique de l'intensité de diffraction.

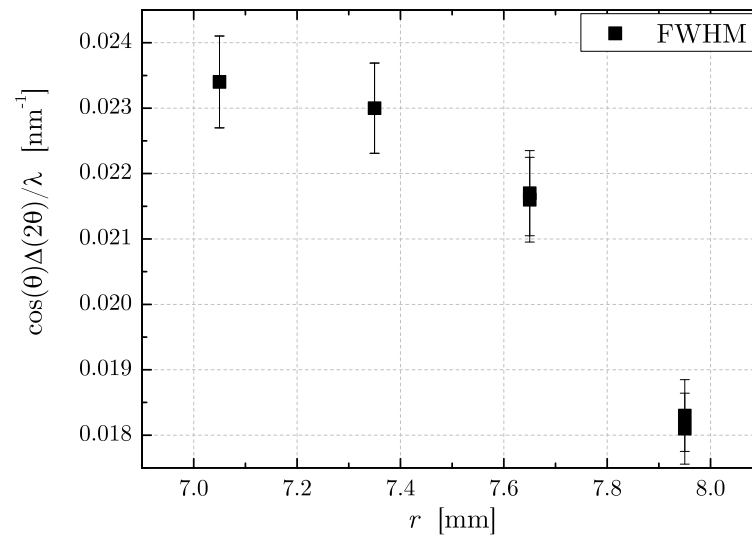


FIG. E.3 – Variations du FWHM des pics (311) en fonction du rayon de l'échantillon.

La figure D.4 illustre les moments du second et quatrième ordre en fonction de q pour les pics mesurés. A cause du manque de statistique (mesure du pic durant 36h), le moment du quatrième ordre est bruité. Un exemple de fit d'une des courbes est représenté sur la figure D.4a pour l'échantillon correspondant au rayon intérieur ($r = 7.05$ mm).

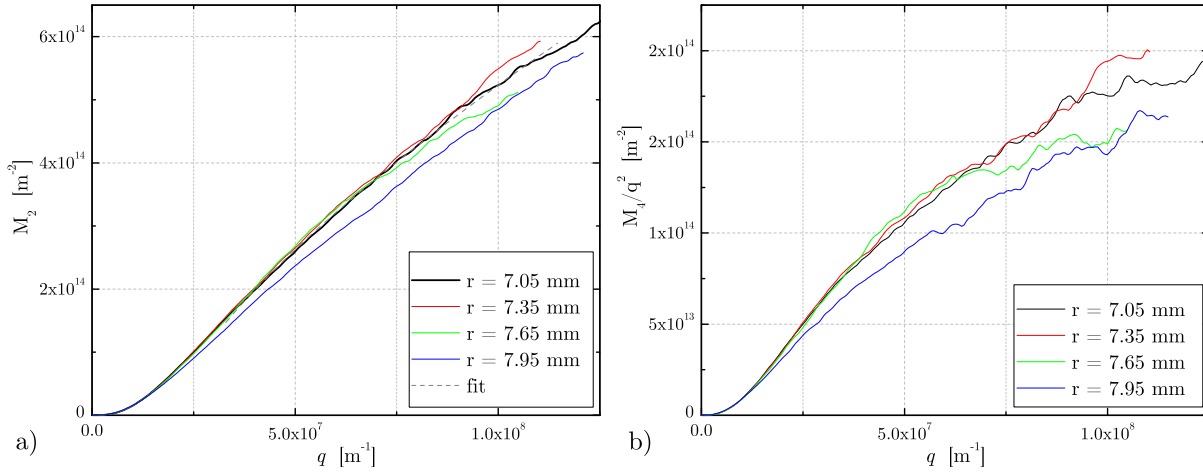


FIG. E.4 – Moments du second et quatrième ordre des pics pour les quatre épaisseurs mesurés.

La quantité de dislocations ρ et la taille de cristallite ε_F (ainsi que leurs erreurs respectives $\Delta\rho$ et $\Delta\varepsilon_F$) sont calculées en utilisant les équations E.3 et E.4 à partir des quantités M_2 et M_4/q^2 . Les résultats sont représentés dans le tableau D.1. De faibles différences sont présentes entre les différents échantillons de l'épaisseur du tube, elles ne sont pas significatives. La microstructure est homogène dans l'épaisseur. Les quantités de dislocations sont très importantes et la taille de cristallite (domaine cohérent) est très faible.

Échantillon	ρ [$10^{15} \cdot \text{m}^{-2}$]	$\Delta\rho$ [$10^{15} \cdot \text{m}^{-2}$]	ε_F [nm]	$\Delta\varepsilon_F$ [nm]
$r = 7.05$ mm	2.3	0.7	24.5	2
$r = 7.35$ mm	1.9	0.4	23.5	2
$r = 7.65$ mm	2.1	0.5	20.5	2
$r = 7.95$ mm	1.3	0.3	25.8	2

TAB. E.1 – Densités de dislocations ρ , taille de domaine cohérent ε_F et leur erreur respective ($\Delta\rho$ et $\Delta\varepsilon_F$) pour l'échantillon de cuivre déformé à saturation pour les quatre épaisseurs mesurés.

E.3 Références

BORBÉLY A. & GROMA I. (2001), « *Variance method for the evaluation of particle size and dislocation density from x-ray Bragg peaks* ». Applied Physics Letters, Vol. 79 (12) pp. 1772.

BORBÉLY A., RÉVÉSZ A. & GROMA I. (2006), « *Momentum method applied to evaluation of size and strain in ball-milled iron* ». Zeitschrift für Kristallographie Supplements, Vol. 2006 (suppl_23_2006) pp. 87–92.

GROMA I. (1998), « *X-ray line broadening due to an inhomogeneous dislocation distribution* ». Physical Review B, Vol. 57 (13) pp. 7535–7542.

UNGÁR T. & BORBÉLY A. (1996), « *The effect of dislocation contrast on x-ray line broadening: A new approach to line profile analysis* ». Applied Physics Letters, Vol. 69 (21) pp. 3173.

WARREN B.E. & AVERBACH B.L. (1950), « *The Effect of Cold-Work Distortion on X-Ray Patterns* ». Journal of Applied Physics, Vol. 21 (6) pp. 595.

WARREN B.E. & AVERBACH B.L. (1952), « *The Separation of Cold-Work Distortion and Particle Size Broadening in X-Ray Patterns* ». Journal of Applied Physics, Vol. 23 (4) pp. 497.

WILLIAMSON G.K. & HALL W.H. (1953), « *X-ray line broadening from filed aluminium and wolfram* ». Acta Metallurgica, Vol. 1 (1) pp. 22–31.

WILSON A.J.C. (1962), « *On Variance as a Measure of Line Broadening in Diffractometry General Theory and Small Particle Size* ». Proceedings of the Physical Society, Vol. 80 (1) pp. 286–294.

WILSON A.J.C. (1963), « *On Variance as a Measure of Line Broadening in Diffractometry II: Mistakes and Strain* ». Proceedings of the Physical Society, Vol. 81 (1) pp. 41–46.

